

GLAUCY BARBOSA BARRETO

**Reaproveitamento de fibra de carbono residual na produção de
um compósito metálico Ti-6Al-4V/fibra de carbono**

Glaucy Barbosa Barreto

**Reaproveitamento de fibra de carbono residual na produção de
um compósito metálico Ti-6Al-4V/fibra de carbono**

Trabalho de Graduação apresentado ao Conselho de Curso de Graduação em Engenharia de Materiais da Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, como parte dos requisitos para obtenção do diploma de Graduação em Engenharia de Materiais

Orientadora: Dr^a. Verônica Mara de Oliveira Velloso

Coorientadora: Prof^a. Dr^a. Maria Odila Hilário Cioffi

Guaratinguetá - SP
2019

B273r	Barreto, Glaucy Barbosa Reaproveitamento de fibra de carbono residual na produção de um compósito metálico Ti-6Al-4V/fibra de carbono / Glaucy Barbosa Barreto – Guaratinguetá, 2019. 62 f. : il. Bibliografia: f. 54-61 Trabalho de Graduação em Engenharia de Materiais – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2019. Orientadora: Prof^a. Dr^a Verônica Mara de Oliveira Velloso Co- Orientadora: Prof^a Dr^a Maria Odila Hilário Cioffi 1. Materiais compostos. 2. Fibras de carbono. 3. Metalurgia do pó. I. Título. CDU 620.1
-------	---

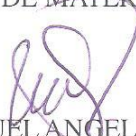
Luciana Máximo

Bibliotecária CRB-8/3595

GLAUCY BARBOSA BARRETO

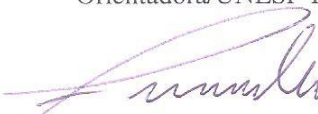
ESTE TRABALHO DE GRADUAÇÃO FOI JULGADO ADEQUADO COMO
PARTE DO REQUISITO PARA A OBTENÇÃO DO DIPLOMA DE
"GRADUADA EM ENGENHARIA DE MATERIAIS"

APROVADO EM SUA FORMA FINAL PELO CONSELHO DE CURSO DE
GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS


Prof. Dr. MIGUEL ÂNGEL RAMIREZ GIL
Coordenador

BANCA EXAMINADORA:


Dr.^a VERÔNICA MARA DE OLIVEIRA VELLOSO
Orientadora/UNESP-FEG


MSc. FRANCISCO MACIEL MONTICELI
UNESP-FEG


MSc. PÊRSIO MOZART PINTO
USP-EEL

Novembro de 2019

dedico este trabalho
de modo especial, à minha família, sobretudo
ao meu irmão, Thomaz Barbosa Barreto.

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar agradeço a Deus, fonte da vida e da graça. Agradeço pela minha vida, minha inteligência, minha família e meus amigos;

à minha orientadora, *Dr^a. Verônica Mara de Oliveira Velloso* que jamais deixou de me incentivar. Sem a sua orientação, dedicação e auxílio, o estudo aqui apresentado seria praticamente impossível;

à minha coorientadora *Prof^a. Dr^a. Maria Odila Hilário Cioffi* que esteve comigo desde o meu primeiro ano na faculdade e me guiou todos esses anos em meus momentos mais difíceis;

ao *Prof. Dr. Herman Jacobus Cornelis Voorwald* por acreditar e investir na pesquisa, possibilitando sua realização;

ao *Prof. Dr. Durval Rodrigues Junior* e seu aluno de doutorado *Pérsio Mozart Pinto* pelo apoio em todas as etapas experimentais;

ao *Prof. Dr. Luis Rogerio de Oliveira Hein* e ao *MSc. Francisco Maciel Monticeli* por todo o apoio e por sempre me ajudarem quando eu precisei;

aos meus pais *Ana Marcia Barbosa e Ednaldo Pereira Barreto*, que apesar das dificuldades enfrentadas, sempre incentivaram meus estudos e nunca deixaram de acreditar em mim;

ao meu irmão *Thomaz Barbosa Barreto* que sempre foi minha motivação por querer ser alguém melhor;

à minha avó *Mariete Barreto*, que, mesmo sem saber ler e escrever, inspira qualquer um que tem a honra de conhecê-la, um ser humano que transborda amor;

às funcionárias da Biblioteca do Campus de Guaratinguetá pela dedicação, presteza e principalmente pela vontade de ajudar;

aos funcionários da Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá pela dedicação e alegria no atendimento;

à FAPESP (processo número 2016/07603-0) por ter financiado toda minha bolsa que permitiu não só a realização dessa pesquisa como, também, minha manutenção e conclusão da faculdade.

"A presente pesquisa foi realizada com apoio financeiro da Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) - Processo número 2016/07603-0."

“Suba o primeiro degrau com fé. Não é necessário que você veja toda a escada. Apenas dê o primeiro passo.”

Martin Luther King

RESUMO

O objetivo dos compósitos é combinar vantagens dos diferentes constituintes de modo sinérgico visando suprimir as limitações de cada um. Na indústria aeronáutica, tem-se um intenso investimento para o desenvolvimento de novas tecnologias, com a intenção de melhorar o desempenho, conforto dos passageiros, e de redução dos custos de operação da aeronave. Além disso, as novas regulamentações sobre emissões de gases poluentes e do aumento do preço de combustíveis resulta na busca por materiais estruturais leves, visando a economia de combustíveis fósseis. Compósitos metálicos são uma alternativa, no entanto, devido aos processos de fabricação complexos e caros, a adoção de tais materiais torna-se mais difícil. Porém, a metalurgia do pó na produção de compósitos é promissora e foi o principal incentivo para o desenvolvimento deste estudo, aliado à novidade de pesquisa de acordo com pesquisa na literatura. Neste trabalho, desenvolveu-se um procedimento para produzir, via moagem de alta energia, um compósito metálico com matriz de liga de titânio (Ti-6Al-4V) reforçada com fibra de carbono oriunda de tecidos residuais utilizados na preparação de compósitos estruturais via moldagem por transferência de resina (RTM). A fibra de carbono, representando 25 % em volume do compósito, após passagem por moinho de facas, foi dispersa em álcool isopropílico. Os pós dos metais precursores foram moídos por 24 horas em etapas de uma hora cada. Em seguida, a fibra dispersa e os pós da liga foram moídos de modo a misturar a matriz e o reforço. Foram produzidos corpos de prova em duas condições de sinterização diferentes, ambos em vácuo melhor que 10^{-5} mbar, a 900°C, sendo um por cinco, e outro por duas horas. A matriz, o reforço, e o compósito passaram por caracterização microestrutural e análise térmica. As propriedades mecânicas foram avaliadas por simulação com o auxílio do *software* FEMAP®. O compósito apresentou composição de fibra de carbono e matriz de carbeto de titânio, com algumas regiões metálicas de alumínio e vanádio, uma vez que houve difusão intensa do carbono pela matriz. Esse resultado reforça a necessidade de um ótimo controle de vácuo durante o processo. Além disso, em altas temperaturas, o titânio reage com elementos intersticiais, como o carbono e o oxigênio, de forma que, na análise térmica, verifica-se um ganho de massa da liga devido à formação de óxidos. Já a fibra de carbono perde massa com o aumento da temperatura, e o elemento carbono é eliminado na forma de gás, o que favorece a formação de poros no compósito.

PALAVRAS-CHAVE: Compósitos. Moagem de alta energia. Fibra de carbono. Ti-6Al-4V. Matriz metálica.

ABSTRACT

The purpose of the composites is to combine advantages of the different constituents in a synergistic way to suppress the limitations of each one. In the aircraft industry, there has been an intense investment in the development of new technologies, with the intention of improving performance, passenger comfort, and reducing aircraft operating costs. In addition, new regulations on polluting gas emissions and rising fuel prices result in the pursuit of lightweight structural materials aimed at saving fossil fuels. Metal composites are an alternative, however, due to complex and expensive manufacturing processes, the adoption of such materials becomes more difficult. However, powder metallurgy in composites production is promising and was the main incentive for the development of this study, allied to the novelty of research according to research in literature. In this paper, a procedure was developed to produce, through high energy milling, a metallic composite whose matrix is Ti-6Al-4V alloy reinforced with carbon fiber from residual tissues used in the preparation of structural composites via resin transfer molding (RTM) is presented. The carbon fiber, representing 25 % by volume of the composite, after knife milling, was dispersed in isopropyl alcohol. The precursor metal powders were grounded for 24 hours in one-hour steps. Then, the dispersed fiber and the alloy powders were grounded to mix the matrix and the reinforcement. Samples were produced under two different sintering conditions, both under vacuum better than 10^{-5} mbar, at 900°C, one during five, and one during two hours. The matrix, reinforcement, and composite underwent microstructural characterization and thermal analysis. The mechanical properties were evaluated by simulation in a software named FEMAP®. The composite presented carbon fiber and titanium carbide matrix composition, with some aluminum and vanadium metal regions, since there was intense carbon diffusion by the matrix. This result reinforces the need for optimal vacuum control during the process. Moreover, at high temperatures, titanium reacts with interstitial elements, such as carbon and oxygen, so that, in the thermal analysis, there is an alloy mass gain due to oxide formation. Carbon fiber has lost mass with increasing temperature, and the carbon element is eliminated in the form of gas, which favors the formation of pores in the composite.

KEYWORDS: Composites. High-energy milling. Carbon fiber. Ti-6Al-4V. Metal matrix.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Diagrama esquemático do processo.	26
Figura 2 – MEV dos pós metálicos de: (a) e (b) titânio, (c) e (d) alumínio, e (e) e (f) vanádio.	30
Figura 3 – DRX dos pós de (a) titânio, (b) alumínio, e (c) vanádio	32
Figura 4 – (a) Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e (b) DRX dos pós da liga Ti-6Al-4V após moagem de alta energia no moinho planetário.....	33
Figura 5 – (a) Microscopia eletrônica de varredura (MEV), e (b) DRX da liga Ti-6Al-4V após sinterização por cinco horas.	34
Figura 6 – Mapeamento da composição química, por EDS, da liga Ti-6Al-4V após sinterização.	34
Figura 7 – Microscopia óptica da liga Ti-6Al-4V sinterizada por cinco horas.	35
Figura 8 – (a) Fotografia e (b) espectro de difração de raios X da fibra de carbono.....	36
Figura 9 – (a) Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e (b) difratograma dos pós do compósito Ti-6Al-4V/fibra de carbono após moagem em moinho planetário.	37
Figura 10 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV) do compósito de matriz de Ti-6Al-4V reforçado com fibra de carbono após (a) cinco e (b) duas horas de sinterização.	37
Figura 11 – Mapeamento do carbono na composição química, por EDS, do compósito após (a), (b), (c) cinco, e (d), (e), (f) duas horas de sinterização.	38
Figura 12 – Compósito de matriz Ti-6Al-4V reforçado com fibra de carbono, reagente Kroll, ampliada 50x e 200x, respectivamente, com (a) e (b) cinco horas, e (c) e (d) duas horas de sinterização.	40
Figura 13 – Difratograma do compósito de matriz Ti-6Al-4V reforçado com fibra de carbono, após (a) cinco horas, e (b) duas horas de sinterização.....	41
Figura 14 – Curvas de TGA e DTG para a fibra de carbono após moagem (atmosfera oxidante).	42
Figura 15 – Curvas de TGA e DTG para os pós da liga Ti-6Al-4V (atmosfera oxidante).	43
Figura 16 – Curvas de TGA e DTG para os pós do compósito Ti-6Al-4V/fibra de carbono (atmosfera inerte).	43
Figura 17 – Curvas de DTA para a fibra de carbono após moagem.	44
Figura 18 – Curvas de DTA para os pós da liga Ti-6Al-4V.....	44
Figura 19 – Curvas de DTA para os pós do compósito Ti-6Al-4V/fibra de carbono.	45
Figura 20 – Simulação de ensaio de tração (a) real, e (b) <i>Von Mises</i> para o titânio puro.....	46

Figura 21 – Simulação de ensaio de tração (a) real, e (b) <i>Von Mises</i> para a liga Ti-6Al-4V...	46
Figura 22 – Simulação de ensaio de tração (a) real, e (b) <i>Von Mises</i> para o compósito.....	47
Figura 23 – Simulação de ensaio de compressão (a) real, e (b) <i>Von Mises</i> para o titânio puro.	47
Figura 24 – Simulação de ensaio de compressão (a) real, e (b) <i>Von Mises</i> para a liga Ti-6Al-4V.....	47
Figura 25 – Simulação de ensaio de compressão (a) real, e (b) <i>Von Mises</i> para o compósito.	47

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Propriedades do reforço de fibra de carbono	23
Tabela 2 – Resultados da simulação de tração e compressão <i>software</i> FEMAP®	45

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

CNT	Nanotubo de Carbono
CVD	Deposição Química de Vapor
DRX	Difração de Raios X
DTA	Análise Térmica Diferencial
DTG	Termogravimetria Derivativa
EDS	Espectroscopia de Raios X por Dispersão em Energia
EEL/USP	Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo
FEG	Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá
MAE	Moagem de Alta Energia
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
PCA	Agente Controlador de Processo
RTM	Moldagem por Transferência de Resina
TGA	Termogravimetria

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	14
1.1	OBJETIVO	15
2	REVISÃO DA LITERATURA	16
2.1	CONSIDERAÇÕES GERAIS	16
2.2	MOAGEM DE ALTA ENERGIA	17
2.3	SINTERIZAÇÃO	19
2.4	INTERFACE MATRIZ/REFORÇO	20
3	MATERIAIS E MÉTODOS	23
3.1	MATERIAIS	23
3.1.1	Matriz metálica	23
3.1.2	Reforço <i>Plain Weave</i>	23
3.2	MÉTODOS	24
3.2.1	Moagem de alta energia da liga	24
3.2.2	Preparação da fibra de carbono	25
3.2.3	Moagem de alta energia do compósito	25
3.2.4	Prensagem	27
3.2.5	Sinterização	27
3.2.6	Caracterização por microscopia eletrônica de varredura	27
3.2.7	Difratometria de raios X	28
3.2.8	Análise Térmica	28
3.2.8.1	Análise termogravimétrica (TGA)	28
3.2.8.2	Análise Térmica Diferencial (DTA)	28
3.2.9	Simulação de ensaio mecânico	29
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES	30
4.1	ANÁLISE MICROESTRUTURAL	30
4.1.1	Liga Ti-6Al-4V	30
4.1.2	Compósito Ti-6Al-4V/fibra de carbono	36
4.2	ANÁLISE TÉRMICA	42
4.3	SIMULAÇÃO DE ENSAIO MECÂNICO	45
4.4	DISCUSSÕES	48
5	CONCLUSÃO	53
	REFERÊNCIAS	54
	APÊNDICE A – Método de cálculo do tamanho dos pós precursores	62

1 INTRODUÇÃO

A necessidade de novos materiais destinados a funções específicas levou ao desenvolvimento de compósitos de matriz metálica, principalmente para aplicações na indústria aeroespacial, em que as novas regulamentações de emissões e o aumento dos custos do combustível tornam mais importante o uso de materiais estruturais leves. Ainda, é possível superar problemas de desempenho através da combinação de uma matriz dútil e resistente mecanicamente, como os materiais metálicos, com materiais de alta rigidez e resistência específica, como as fibras de carbono. A incorporação desse reforço em matrizes metálicas melhora propriedades mecânicas, como a dureza, a resistência à tração, e o módulo de elasticidade. (SHIRVANIMOUGHADDAM *et al.*, 2017; SRIVASTAVA *et al.*, 2019).

Ligas de titânio são utilizadas nas indústrias aeroespaciais por apresentarem elevada resistência mecânica (900 a 1200 MPa), elevada dureza e capacidade de suportar diferentes níveis de temperaturas (entre -150°C e 600°C) em comparação com aços ou ligas de alumínio. Dentre as diversas ligas de titânio, a indústria aeronáutica apresenta especial interesse na liga de Ti-6Al-4V, devido à menor densidade dela em comparação com o titânio puro, fato esse que não a impede de apresentar propriedades mecânicas e físicas mais favoráveis. Devido a essas propriedades, compósitos com matriz de titânio têm sido considerados uma alternativa às superligas de Níquel, um dos materiais mais difíceis de usar, uma vez que a interação entre a ferramenta e a peça causa, além de um intenso atrito entre os dois materiais, uma severa deformação plástica na superliga. No entanto, apesar das excelentes propriedades mecânicas e físicas das ligas de titânio, seus elevados custos combinados a processos de fabricação complexos tornam sua aplicação limitada (ASL *et al.*, 2018; HU *et al.*, 2018; NIKNAM *et al.*, 2018; SOUZA *et al.*, 2018; ZHU *et al.*, 2013).

As fibras de carbono são atraentes para o setor aeroespacial devido a propriedades como a ótima relação resistência/peso (com uma resistência à tração entre 2 a 7 GPa, sendo, pelo menos, quatro vezes mais leve do que o aço – a fibra de carbono tem densidade próxima a 1,7 g/cm³, enquanto os aços, 7,8 g/cm³) e a alta rigidez (com um módulo de elasticidade entre 200 e 900 GPa). O mercado global de fibra de carbono alcançou US\$ 1,98 bilhão em 2014, enquanto o mercado de compósitos de fibra de carbono (incluindo todos os tipos de matriz), US\$ 16,6 bilhões no mesmo ano. Previsões mostram que o mercado de fibra de carbono e de seus compósitos atingirão, respectivamente, US\$ 4,3 e US\$ 33,6 bilhões em 2021, sendo os setores aeroespacial e industrial os grandes responsáveis por esse crescimento. Espera-se que a demanda global de fibra de carbono aumente de 58 mil toneladas, em 2015,

para mais de 100 mil toneladas até 2020. Como resultado desse elevado consumo, em lugares como Estados Unidos e Europa, são produzidos, aproximadamente, 3.000 toneladas/ano de sucata de compósitos reforçados com fibra de carbono. Legislações ambientais têm obrigado as indústrias a encontrarem métodos alternativos à incineração convencional e à destinação em aterros para essas sucatas. No entanto, a reciclagem da fibra de carbono ainda é desafiadora, uma vez que esse processo pode modificar suas propriedades mecânicas e superficiais (JAGADISH *et al.*, 2018; LYNE *et al.*, 2018; NEWCOMB, 2016; ZABIHI *et al.*, 2017).

1.1 OBJETIVO

O objetivo do presente trabalho concentra-se no desenvolvimento de um procedimento para produzir um compósito metálico com matriz de liga de titânio (Ti-6Al-4V) reforçado com fibra de carbono. Além disso, esse estudo foi motivado pela possibilidade de utilizar tecidos residuais de fibra de carbono, de forma a contribuir para o meio ambiente.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 CONSIDERAÇÕES GERAIS

No desenvolvimento de materiais para condições de serviço adversas, como na indústria aeronáutica, o titânio e suas ligas têm lugar de destaque, devido à combinação única de alta resistência específica e excelente resistência à corrosão. Na indústria automobilística, empresas como Ferrari, Porsche e Honda têm usado titânio puro e a liga Ti-6Al-4V para a fabricação de peças como hastes de ligação, válvulas e sistemas de freio para veículos de luxo. Tem emergido, inclusive, a fabricação de componentes utilizando a metalurgia do pó, devido a vantagens como o baixo custo, e elevado desempenho (ALMEIDA *et al.*, 2016; XU *et al.*, 2019; YAN, 2013; ZEPKA, 2015).

A liga Ti-6Al-4V é interessante para indústrias como a aeronáutica e a aeroespacial devido à menor densidade em relação ao titânio puro, no entanto, mantendo as propriedades físicas e mecânicas favoráveis, uma vez que sua microestrutura constituída por duas fases contribui para uma resistência mecânica mais elevada. A liga é formada por fase α + β , com a combinação de estabilizadores alfa e beta, ou seja, a fase α hexagonal com alumínio em solução sólida, e a fase β com o vanádio estabilizando o reticulado cúbico de corpo centrado. O arranjo dessas fases irá depender das condições de tratamento térmico, uma vez que, normalmente, a fase α precipita da fase β . Essa microestrutura de duas fases da liga Ti-6Al-4V contribui para uma resistência mecânica mais elevada quando comparada com o titânio puro. (ALMEIDA *et al.*, 2016; MAJA *et al.*, 2018; XU *et al.*, 2019; YAN, 2013; ZEPKA, 2015).

Os elevados custos de extração e produção impedem uma expansão do emprego de titânio para as indústrias de produção em massa, como a automotiva e aeroespacial. O custo para extração do titânio é 15 vezes maior do que do ferro e 3 vezes maior do que do alumínio. Isso se deve, principalmente, à alta afinidade por intersticiais como oxigênio, nitrogênio e carbono, o que diminui sua ductibilidade; e à baixa usinabilidade devido à baixa condutividade térmica. O emprego de técnicas alternativas de processamento, como a metalurgia do pó, tem sido uma alternativa para reduzir os altos custos de manipulação do titânio. Quando aliada a técnicas de sinterização a alto vácuo, esse processo proporciona a obtenção de peças de titânio com elevada densificação a um custo menor (BOLZONI, 2017; TADEI, 2004).

A fibra de carbono tem sido utilizada, desde os anos 60, como reforço de compósitos de matriz polimérica, aplicados em diversos campos, como na aviação e na indústria aeroespacial.

Contudo, a fibra de carbono apresenta uma adesão interfacial pobre com a maioria dos materiais poliméricos, resultado de sua inércia química e baixa energia de superfície. Como a interface possui um importante papel nas propriedades mecânicas finais do compósito, essa baixa interação limita a performance desses materiais e esconde o potencial da fibra de carbono. Devido a isso, diversos tratamentos superficiais são utilizados para transpor essa barreira (ZABIHI, 2017). Em geral os compósitos metálicos são fabricados utilizando fibras como reforço, como as fibras de carbono. Suas propriedades são de grande interesse por parte dos setores aeronáutico e aeroespacial, sendo estes os grandes impulsionadores no desenvolvimento de materiais compósitos (SHIRVANIMOGHADDAM, 2017).

As vantagens em se utilizar fibra de carbono em compósitos incluem maior resistência à tração do que o aço, sendo, pelo menos, quatro vezes mais leve, maior módulo de elasticidade específico se comparada a outras fibras, como a de vidro, além de alta resistência à fadiga e imunidade à corrosão. Quando os requisitos de desempenho não são tão exigentes, a competitividade de outras fibras em relação à de carbono aumenta, pois, devido à forma como é obtida, a fibra de carbono é de alto custo. A distribuição da fibra influencia a uniformidade ou homogeneidade do compósito: quanto mais uniforme ela for, mais homogêneo é o reforço e menores as chances de falhas em áreas mais frágeis (PIVATTO, 2014; SHIRVANIMOGHADDAM, 2017).

2.2 MOAGEM DE ALTA ENERGIA

Quando peças são produzidas a partir de pós, por meio da aplicação de pressão e calor, tem-se a técnica de processamento denominada metalurgia do pó. Trata-se de uma maneira eficiente na produção de peças, por permitir o ajuste da composição química, por eliminar ou diminuir as operações da usinagem, uma vez que a peça já é obtida próxima ao formato final, pela pureza dos produtos obtidos, e pela facilidade com que se pode automatizar o processo, sendo utilizada em ramos como o automobilístico, o aeroespacial, o de informática, entre outros. Além disso, obtêm-se ligas a custos inferiores ao da metalurgia convencional, possibilitando reaproveitamento de material. Ela apresenta, também, um aproveitamento de matéria-prima acima de 95%, sendo um processo ambientalmente vantajoso, que exige baixa energia e gera pouca perda (GROSSI, 2016; MONTEIRO, 2016). Dentre outras vantagens desta técnica estão a possibilidade de utilizar metais de elevado ponto de fusão, o controle de porosidade, e a viabilidade de confeccionar compósitos de matriz metálica. As etapas

envolvidas são a obtenção do pó, a compactação e a sinterização, sendo a moagem o método mais utilizado na obtenção de pós (SOUZA, 2017).

Dentre as técnicas de processamento de pós, encontra-se a moagem de alta energia (MAE), desenvolvida por volta de 1960 por John Benjamin para a produção de superligas reforçadas com dispersão de óxido de níquel aplicadas em turbinas a gás. Trata-se de uma síntese mecano-química em que misturas de pós são moídas para obtenção de ligas ou compósitos, através da transferência de massa. A redução do tamanho das partículas ocorre devido à fratura das mesmas, aumentando a área superficial, modificando sua forma, induzindo à dispersão dos componentes e ao aumento de defeitos nos sólidos. Ela envolve repetidos ciclos de deformação, soldagem a frio, fragmentação e re-soldagem a frio das partículas dos pós, sendo realizada em moinho de bolas de alta energia, em que se imprimirá altas velocidades de rotação e frequência de impacto entre as bolas de moagem e o material a ser moído. Nesse processo, a energia cinética aumenta, uma vez que a aceleração das esferas é superior à da gravidade (SILVA, 2017b; SILVA, 2017c; SOUZA, 2017).

Trata-se de um processo complexo, envolvendo diversos parâmetros que precisam ser controlados para a obtenção do produto nas condições desejadas, dentre eles o tipo de moinho, o tamanho e o material das esferas, a relação de massa esferas/pó, o volume ocupado pelo conjunto no jarro de moagem, a atmosfera de moagem, o tempo, e os agentes controladores de processo (SILVA, 2017a; SOUZA, 2017).

A energia envolvida no processo é consideravelmente alta, sendo que a densidade de energia nos moinhos utilizados na moagem de alta energia é de 100 a 1.000 vezes maior que a densidade de energia gerada nos moinhos convencionais. Devido ao envolvimento de elevada energia mecânica no interior do moinho, essa é uma técnica que diminui a temperatura de sinterização, pois a energia produzida contribui para que as reações ocorram em temperaturas mais baixas. Devido à geração de defeitos durante o processo e ao aumento da temperatura durante a moagem, a difusividade dos elementos na matriz é favorecida, resultando na produção de pós com alta sinterabilidade em relação à moagem convencional (LOPES, 2016; OLIVEIRA, 2016).

A literatura apresenta alguns trabalhos sobre a caracterização de compósitos metálicos, utilizando matriz de liga de titânio e reforço de fibra de carbono. Even, Arvieur, e Quenisset (2008) prepararam um compósito metálico com matriz metálica à base de titânio reforçado por fibra de carbono. Os autores desenvolveram uma técnica que envolve metalurgia do pó e técnicas utilizadas para processar compósitos cerâmicos e poliméricos. Eles concluíram que este método permite processar o titânio (reativo em altas temperaturas) em temperaturas mais

baixas, diminuindo sua interação e posterior degradação do reforço (fibras de carbono). Contudo, os testes de tração mostraram que a presença do reforço em diferentes frações volumétricas provocou uma redução da rigidez e da resistência mecânica do material compósito (EVEN; ARVIEUR; QUENISSET, 2008).

2.3 SINTERIZAÇÃO

A sinterização é um tratamento térmico utilizado para que se forme, a partir de partículas, uma peça sólida coerente através de mecanismos de transporte de matéria. A densificação do material é promovida pelo aumento da temperatura, gerando maior adesão entre as partículas, com consequente aumento da resistência mecânica, e o potencial termodinâmico que opera durante a sinterização é a redução da energia em excesso associada com a superfície. Esta redução pode ocorrer por dois fatores, sendo eles: (1) redução da área superficial total, uma vez que há um aumento no tamanho médio das partículas, e (2) criação de áreas de contornos de grãos, que promove a eliminação de interfaces sólido-vapor, promovendo a densificação. Tratando-se de um processo de difusão, com a redução da área superficial específica, resultando na formação de contorno de grãos, e na união interpartículas que leva ao crescimento de “pescoços”, o que densifica e contrai volumetricamente o sistema (FLORIO, 1998; MACEDO, 2017; MOLISANI; GOLDENSTEIN; YOSHIMURA, 2006; SILVA, 2017a).

O processo de sinterização no estado sólido por ser dividido em três estágios. O estágio inicial é caracterizado pelo crescimento de um “pescoço” no ponto de contato entre as partículas sólidas, acompanhado por um pequeno aumento na densidade (cerca de 10%). A cinética do processo pode ser controlada por uma série de processos de difusão, os quais definem diferentes caminhos para o transporte da matéria. Os principais processos de difusão são: (1) difusão por contorno, (2) difusão na rede a partir da região superficial, (3) difusão na rede a partir da região de contorno, (4) difusão superficial, (5) difusão na rede a partir de discordâncias ou outra fonte, e (6) transporte via vapor. No início do estágio intermediário ocorre acentuado crescimento dos grãos, quando há a formação de poros cilíndricos interconectados, e fechamento de poros acompanhado de densificação devido à ação das respectivas energias de tensões superficiais. Já no início do estágio final, os poros cilíndricos são transformados em poros praticamente esféricos (MOLISANI; GOLDENSTEIN; YOSHIMURA, 2006; TEBCHERAN *et al.*, 2003).

No caso de materiais compósitos, o processo de densificação é controlado pela matriz metálica, no entanto, a fração de reforço influenciará na deformação das partículas da matriz, quanto maior esse valor, mais elas terão que se deformar para atingir uma determinada densidade. Além disso, a aplicação de altas temperaturas durante o processo de sinterização de um compósito pode acarretar em reações químicas entre os componentes, o que, muitas vezes, pode ser prejudicial às propriedades mecânicas do material final. Uma maneira apropriada para evitar essas reações indesejadas é o uso de atmosferas inertes (FURTADO, 2016; VIANA, 2017).

Xu e Nash (2014) investigaram a evolução dos grãos e os mecanismos de sinterização de dois diferentes pós de Ti-6Al-4V em diferentes tempos e temperaturas de sinterização, de modo a compará-los. Eles verificaram que, até 900°C e abaixo de 91% de densidade relativa sinterizada, a difusão entre os contornos de grão domina a sinterização. Já a temperaturas mais altas (1100-1300°C), o processo de densificação é dominado pela difusão entre a estrutura do cristal (em rede). Foram utilizados pós de Ti-6Al-4V passados, previamente, por uma moagem de alta energia em atmosfera de argônio por 15 minutos e como recebidos, ambos foram prensados e sinterizados nas mesmas condições. Os compactos verdes foram sinterizados em forno a vácuo (10^{-6} torr), a 1371°C, por 90 minutos, taxa de aquecimento de 20°C/min, com circulação de argônio durante o aquecimento e o tempo de espera. Os corpos de prova foram, posteriormente, utilizados para a determinação da densidade sinterizada, testes mecânicos e análises microestruturais. Ao final, foi possível concluir que os pós produzidos a partir do processo Armstrong (uma estrutura tridimensional porosa e dendrítica com uma elevada área de superfície específica) obtiveram uma densidade sinterizada de 99,7% em comparação com 86% dos pós hidratados e desidratados da liga, além de melhor ductilidade, e grãos muito pequenos no estágio intermediário da sinterização, o que promove o controle do processo por difusão do contorno de grão (XU; NASH, 2014).

2.4 INTERFACE MATRIZ/REFORÇO

A interface, região de ligação entre o reforço e a matriz, desempenha um importante papel no controle da eficiência de transferência de carga nos compósitos. No caso dos compósitos metálicos, a interface se classifica em três tipos de acordo com as estruturas de ligação: ligação mecânica, ligação por difusão e ligação química, sendo que a força de ligação aumenta nessa ordem (CHU *et al.*, 2018).

O maior obstáculo na fabricação de compósitos metálicos de alta performance reforçados com fibra de carbono é obter uma interface bem ligada entre a matriz e o reforço. Em condições típicas, há grande ocorrência de defeitos de porosidade, devido à fraca molhabilidade da fibra, fazendo com que a interface seja ligada, apenas, mecanicamente, logo insuficiente para a transferência efetiva de carga. Apesar do aumento de temperatura melhorar a molhabilidade das fibras, aumenta, também, a reatividade dos componentes, e esse produto de reação na interface é prejudicial aos compósitos, por interferir em suas propriedades físicas e mecânicas (CHU *et al.*, 2018; MUNIR *et al.*, 2017a; MUNIR *et al.*, 2017b).

Yi *et al.* (2018) realizaram estudos de extração de nanotubos com microscopia eletrônica de varredura (MEV), *in situ*, para quantificar a resistência mecânica das interfaces de ligação nos nanocompósitos de titânio reforçado com nanotubos de carbono (CNT). A estrutura de CNT-Ti foi formada depositando primeiro uma camada de titânio, seguido por uma deposição *spin coating* de uma solução de nanotubo bem dispersa (0,1 % de concentração de CNT), e, então, uma nova deposição de filme de titânio. A temperatura dentro da câmara de vácuo durante a deposição foi um pouco maior que a temperatura ambiente. Os estudos revelaram um efeito de atraso de cisalhamento na transferência de carga na interface CNT-Ti. Esse fato foi atribuído a fortes interações de quimisorção de átomos de titânio nas superfícies dos nanotubos (YI *et al.*, 2018).

Wang *et al.* (2015) produziram um compósito de matriz de titânio reforçada com nanotubo de carbono de multicamadas, por meio do método de sinterização por plasma, em uma baixa temperatura de sinterização, 550°C. Eles investigaram o efeito da fração de peso do reforço na densificação, nas composições das fases, e nas propriedades térmicas e mecânicas. Foi possível concluir que a baixa temperatura de sinterização e a alta pressão utilizada no processo de sinterização produziram compósitos densos e com uma microestrutura fina, e controlaram a reação entre o titânio e o nanotubo de carbono em multicamadas. A fração de reforço que apresentou maior tensão de compressão (1106 MPa) foi de 0,4 % em peso. Pode-se perceber, também, que quanto menor a fração, em peso, de reforço adicionada melhor a performance condutora do compósito (WANG *et al.*, 2015).

Munir *et al.* (2017b) analisaram a microestrutura e as propriedades mecânicas de compósito de matriz de titânio reforçada com nanotubo de carbono, fabricado via sinterização por plasma, em duas temperaturas de sinterização: 800 e 900°C, de modo a avaliar o efeito da temperatura. A presença de uma elevada força de *Van der Waal* e de uma alta área de superfície específica (cerca de 250 m²/g) faz com que os nanotubos de carbono de multicamada tendam a aglomerar, dificultando, também, sua dispersão em matrizes metálicas. Eles

puderam concluir que a aglomeração dos nanotubos de carbono multi-camada ocorreu em altas temperaturas de sinterização (900°C), o que favoreceu as reações interfaciais entre os nanotubos e a matriz de titânio, levando a um declínio na resistência à compressão e nas propriedades tribológicas dos compósitos fabricados. Além disso, quando os nanotubos de carbono são submetidos à moagem de alta energia, há formação de defeitos, o que leva à hibridização do material, passando de sp^2 estável para sp^3 , altamente reativo. Por isso, o processamento deve manter a característica da rede de carbono sp^2 nos nanotubos, o que possibilita maior dispersão e controle de reações interfaciais em altas temperaturas (MUNIR *et al.*, 2017b).

Em outro trabalho realizado por Munir *et al.* (2017a), eles estudaram a melhoria da eficiência do reforço de nanotubos de carbono em compósitos de matriz de titânio, realizando o método de sinterização por plasma, contudo, a única temperatura de sinterização foi de 800°C. Eles concluíram que aumentar a fração do reforço levou à formação de defeitos em sua estrutura gráfica, o que desencadeou a formação *in situ* de TiC durante a alta temperatura de consolidação via sinterização por plasma, o que causou uma diminuição na eficiência dos nanotubos de carbono multi-camada como reforço. Além disso, puderam constatar que, para a obtenção de propriedades mecânicas extraordinárias e efeitos de reforço dos nanotubos de carbono em compósitos, é essencial controlar os defeitos na hibridização sp^2 dos nanotubos e manter sua integridade estrutural durante os estágios do processamento (MUNIR *et al.*, 2017a).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 MATERIAIS

3.1.1 Matriz metálica

O compósito metálico foi produzido a partir de pós de titânio, de alumínio, e de vanádio. Os pós são da marca Alfa Aesar e foram comprados através da empresa Sellex. Todos apresentam tamanho de partícula menor que 325 *mesh*, sendo que os de titânio apresentam 99,00% de pureza; os de alumínio, 99,97%; e os de vanádio, 99,50%.

3.1.2 Reforço *Plain Weave*

O reforço de fibra de carbono foi obtido a partir de tecidos *plain weave* com 3 mil filamentos. Para a produção do tecido, foram utilizadas fibras de carbono Hexcel® AS4 GP 3K. Trata-se de uma fibra contínua, classificada como *high strenght* e *high strain*. As principais características do tecido e das fibras estão apresentadas na Tabela 1. A quantidade selecionada foi calculada de modo que a fração volumétrica de fibras no compósito atingisse 25% (LUO *et al.*, 2012). A escolha dessa fração foi feita com base em compósitos metálicos com matriz de Ti-6Al-4V já existentes no mercado.

A fibra de carbono foi incluída após o processo de moagem dos pós elementares da liga Ti-6Al-4V.

Tabela 1: Propriedades do reforço de fibra de carbono.

Tipo de trama	Fibra	Resistência à tração (MPa)	Módulo de Young (GPa)	Densidade (g/cm ³)
Intercalada 1x1	AS4 GP	4,619	231	1,79

Fonte: Adaptado de Hexcel (2016).

Os tecidos de fibra de carbono utilizados foram resíduos de processamento de compósitos poliméricos fabricados pelo grupo de pesquisa “Fadiga e Materiais Aeronáuticos”. O processamento desses compósitos pode gerar restos de tecidos que se tornariam inviáveis para o processo (geralmente, por RTM) por limitações, principalmente, de tamanho. Dessa

forma, o aproveitamento desse material através da moagem ainda garante que as propriedades do reforço permaneçam intactas.

3.2 MÉTODOS

3.2.1 Moagem de alta energia da liga

Com base na literatura (MINATTI; FURLAN; RODRIGUES, 2012), realizou-se a moagem no moinho planetário Fritsch Pulverisette, localizado no Departamento de Engenharia de Materiais da Escola de Engenharia de Lorena – EEL/USP, em atmosfera de argônio, em meio de esferas de carbeto de tungstênio, com parafina (7% em peso do pó) como agente controlador de processo (PCA). O tempo de moagem foi de 24 horas, em intensidade de moinho 8 (284 rpm), com razão de peso esfera/pó sendo 7:1. Devido à elevação de temperatura dentro do moinho de alta energia durante o processo, o tempo total de 24 horas de moagem foi feito em etapas de uma hora, de maneira descontínua.

Para a produção da liga, realizou-se, em uma *glove box* com atmosfera de argônio, a pesagem das massas necessárias de cada pó, seguindo as porcentagens pré-determinadas da liga Ti-6Al-4V. A partir da massa total de pó metálico pesada, adicionou-se 7% em massa de agente controlador de processo a cada moagem. Para determinar a razão de peso esfera/pó, pesou-se a massa total de pó obtida, somada à massa de parafina determinada, e as massas das esferas disponíveis para serem adicionadas ao jarro. Para encontrar a razão 7:1, divide-se a soma das massas das esferas selecionadas pela massa de pó + parafina. É importante ressaltar que a massa das esferas utilizadas a cada moagem pode variar, devido a isso, após cada moagem, faz-se necessário uma nova pesagem das esferas disponíveis. As Equações 1 e 2 descrevem o que foi explicado.

$$M_{PCA} = 0,7 * M_{tm} \quad (1)$$

$$R_{esfera/pó} = (M_{tm} + M_{PCA})/M_{te} = 7/1 \quad (2)$$

Sendo:

M_{PCA} = massa do agente controlador de processo;

M_{tm} = massa total do pó metálico;

$R_{esfera/pó}$ = razão de peso esfera/pó;

M_{tm} = massa total das esferas.

Como o moinho planetário se encontra fora da *glove box*, os pós dos metais precursores já na quantidade adequada, bem como a massa de parafina determinada, foram retirados dela em um frasco fechado. A transferência dos pós e das esferas para o jarro de moagem ocorreu em uma *glove bag*, com atmosfera de argônio, de modo a permitir a manipulação dos pós em atmosfera inerte.

O jarro foi, então, fechado, retirado da *glove bag*, e levado ao moinho planetário para realização da moagem de alta energia. Ao fim da moagem, o jarro foi levado para a *glove bag*, e os pós foram colocados em um frasco, que foi fechado e retirado do sistema para a etapa de prensagem.

3.2.2 Preparação da fibra de carbono

O tamanho da fibra foi diminuído através da moagem em um moinho de facas. O processo foi realizado no moinho de facas modelo MA 048, do fabricante MARCONI, localizado nas dependências do Departamento de Engenharia de Materiais da Escola de Engenharia de Lorena - EEL/USP.

Antes da fibra de carbono ser adicionada ao pó da liga de Ti-6Al-4V, foi realizada sua dispersão em álcool isopropílico, com a intenção de melhorar homogeneidade do compósito.

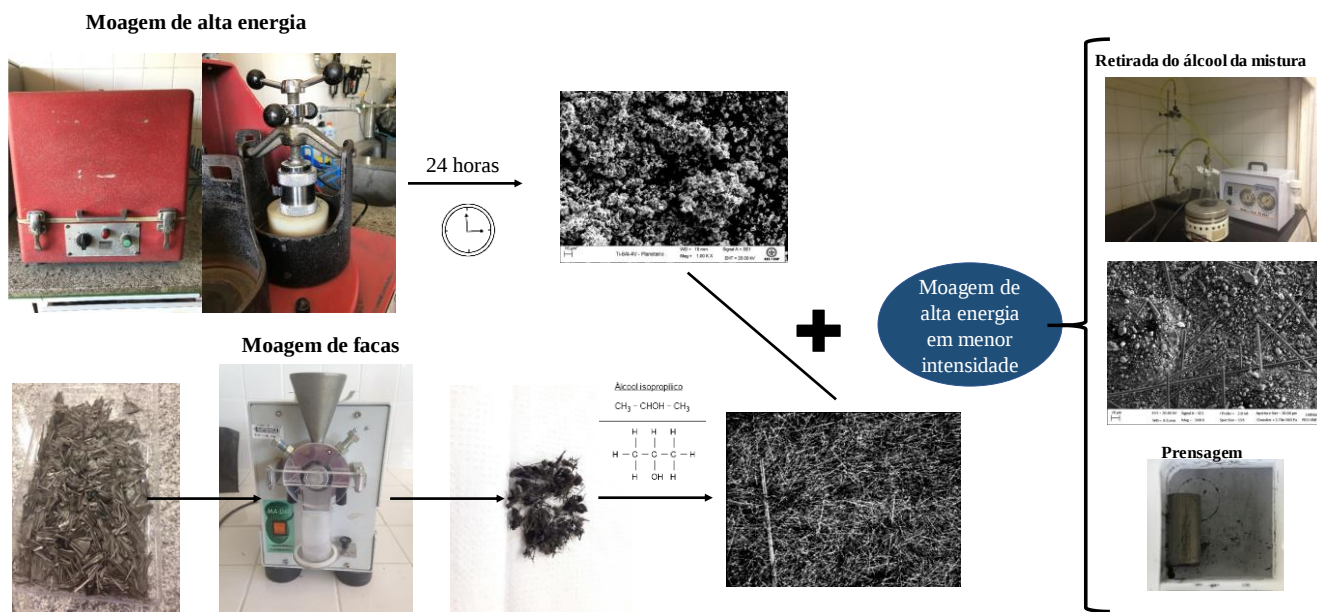
3.2.3 Moagem de alta energia do compósito

A produção do compósito ocorreu em duas etapas: primeiro foi realizada a moagem de alta energia dos pós metálicos, de modo a produzir a liga Ti-6Al-4V, seguindo os passos já descritos. Posteriormente, esse pó já moído foi misturado com a fibra de carbono previamente dispersa em álcool, e a mistura passou por uma etapa de moagem.

A moagem para a produção do compósito foi realizada durante uma hora, a intensidade inferior à utilizada para a produção da liga metálica (intensidade 4 – 157 rpm), com objetivo de misturar a fibra de carbono ao pó.

A Figura 1 apresenta um diagrama esquemático do processo desenvolvido até a etapa de prensagem do corpo-de-prova do compósito.

Figura 1 – Diagrama esquemático do processo.



Fonte: Autoria própria.

Para o cálculo das quantidades na produção do compósito, determinou-se o volume de um corpo de prova, de acordo com as dimensões do molde (6,07 mm de diâmetro e 10 mm de comprimento), como a fibra de carbono deveria ocupar 25% desse volume (LUO *et al.*, 2012), obteve-se a massa de fibra necessária para um corpo de prova. Buscou-se realizar a moagem com massa necessária para dois corpos de prova, com a intenção de ter massa suficiente para, ao menos, um corpo de prova final, considerando possíveis perdas e amostras para análises físicas e morfológicas. A massa de fibra foi dispersa em 25 mL de álcool isopropílico, e esse volume de álcool é adicionado junto ao pó da liga no jarro de moagem.

Assim, do frasco com os pós da liga retirados após a moagem de alta energia, pesou-se, na *glove box*, a quantidade de pó da liga necessária para dois corpos de prova do compósito (75% do volume). É necessário manter a relação de peso esfera/pó em 7:1, para isso, faz-se necessário pesar as esferas disponíveis novamente e selecionar aquelas que satisfazem a razão.

Então, foram colocados no jarro de moagem, em uma *glove bag*, a mistura de álcool e fibra, o pó da liga Ti-6Al-4V já previamente moído em alta energia, e as esferas. Após o tempo total de moagem (1 hora), abriu-se o jarro para eliminar o álcool isopropílico presente. Isso foi feito através da transferência da mistura para um Erlenmeyer, e este foi colocado em uma placa de aquecimento para evaporação do líquido. Os pós do compósito foram transferidos para um frasco, e este foi levado para a etapa de prensagem.

3.2.4 Prensagem

A compactação dos pós da liga Ti-6Al-4V e dos pós do compósito foi realizada na prensa hidráulica, modelo MA 098/C, localizada no laboratório do Departamento de Engenharia de Materiais – EEL/USP. Utilizou-se uma matriz cilíndrica, com punções também cilíndricos. O diâmetro do punção superior era de 6 mm e do inferior, 5,993 mm. A compactação, para o compósito, foi realizada em duas etapas, primeiro utilizaram-se 2,4 tf – em relação à área do punção, o que forneceu, aproximadamente, 690 MPa, durante 60 segundos (XU e NASH, 2014). Como o corpo de prova a verde fraturou com o manuseio até o recipiente para armazenamento, fez-se necessário uma segunda etapa, aumentando a carga para 5,0 tf – em relação à área do punção, o que forneceu, aproximadamente, 1437,5 MPa, durante os mesmos 60 segundos.

Já para a liga Ti-6Al-4V, a prensagem foi realizada em apenas uma etapa, com 2,4 tf, que resultou em, aproximadamente, 690 MPa em relação à área do punção, com 60 segundos de aplicação de carga.

3.2.5 Sinterização

A amostra da liga Ti-6Al-4V foi colocada em um cadinho de Nióbio e, em seguida, em um tubo de quartzo, o qual conectou-se a um sistema de bombas mecânicas e turbo molecular para a realização de vácuo menor que 10^{-5} mbar.

Ao mesmo tempo em que vácuo estava sendo realizado no sistema amostra+cadinho+tubo de quartzo (fora do forno), aqueceu-se o forno até 900°C, a uma taxa de 20°C/min. O processo de vácuo durou duas horas. Depois disso, colocou-se o sistema no forno já aquecido até a temperatura desejada, permanecendo nele por cinco horas. Após esse tempo, o sistema foi retirado do forno, que começou a ser resfriado, à mesma taxa adotada no aquecimento. Desligou-se o vácuo após meia hora da retirada do sistema. Esse processo foi utilizado para sinterizar tanto o corpo de prova da liga quanto do compósito.

3.2.6 Caracterização por microscopia eletrônica de varredura

Para a aquisição de imagens do reforço, da matriz, da liga e do compósito, foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura ZEISS, instalado no laboratório do Departamento de Materiais e Tecnologia da Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá – FEG/UNESP, e,

também, fez-se uso do MEV instalado no laboratório do Departamento de Engenharia de Materiais – EEL/USP.

3.2.7 Difratometria de raios X

A técnica de difratometria de raios X foi utilizada para a identificação das fases presentes, tanto no reforço, como na matriz e no compósito. As análises foram realizadas no equipamento D8 Advance – Bruker, disponibilizado na FEG/UNESP. As condições de teste foram: radiação $\text{CuK}\alpha$ com filtro de níquel, tensão 40kV, corrente de 30mA, ângulo (2θ) variando de 10 a 90°, passo angular de 0,05° e tempo de contagem de 8 segundos. As fases presentes na amostra foram determinadas com o auxílio do programa *PowderCell for Windows*.

3.2.8 Análise Térmica

3.2.8.1 Análise termogravimétrica (TGA)

A análise termogravimétrica é um processo que mede a variação da massa de uma amostra em função da temperatura ou do tempo. Os gráficos obtidos pela análise de TGA vêm acompanhado da primeira derivada da curva, a DTG. A DTG analisa com maior precisão os eventos térmicos de variações de massa, sendo mais sensível a menores variações. Esse ensaio foi realizado com o intuito de determinar a temperatura de início de degradação térmica e os estágios de degradação do compósito, de acordo com a perda de massa em função da temperatura. A análise foi realizada no equipamento *SII Nanotechnology Exstar 6000*, série TG/DTA 6200, sob fluxo de nitrogênio para o compósito e de ar sintético para a liga e para a fibra de carbono, entre 30 e 1000°C, à uma taxa de aquecimento de 10 °C/min.

3.2.8.2 Análise Térmica Diferencial (DTA)

A análise térmica diferencial é uma técnica na qual mede-se a diferença de temperatura entre a amostra e um material de referência inerte, registrando-a em função da temperatura, enquanto ambos estão submetidos a uma programação controlada de temperatura. Dessa forma, foi possível identificar eventos térmicos que ocorreram no material analisado. Esse

ensaio foi realizado no equipamento *SII Nanotechnology Exstar 6000*, série TG/DTA 6200, sob fluxo de nitrogênio, entre 30 e 1000°C, à uma taxa de aquecimento de 10 °C/min.

3.2.9 Simulação de ensaio mecânico

Devido ao tamanho dos corpos de prova confeccionados (cerca de 6,00 mm de diâmetro e 10,00 mm de comprimento), e às limitações dos equipamentos de ensaios mecânicos disponíveis, realizou-se uma simulação computacional do ensaio de tração e de compressão dos corpos de prova cilíndricos de titânio puro, da liga Ti-6Al-4V e do compósito Ti-6Al-4V/fibra de carbono, através do *software* FEMAP[®]. Esse é um *software* de simulação utilizado para a solução de problemas através do Método dos Elementos Finitos, em que modela o elemento proposto e sua resposta comportamental (SALES, 2019).

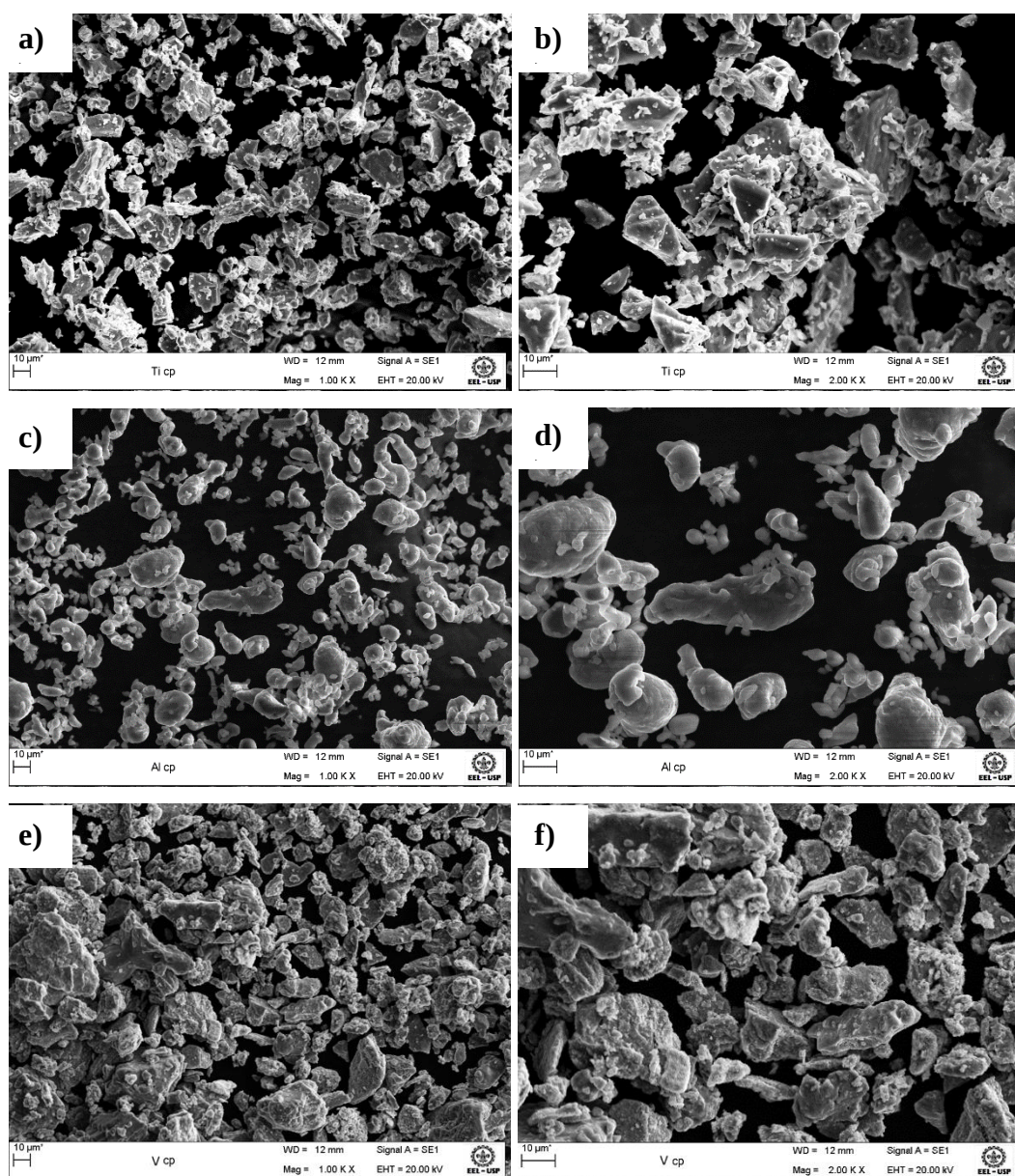
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 ANÁLISE MICROESTRUTURAL

4.1.1 Liga Ti-6Al-4V

As Figuras 2 e 3 apresentam as imagens obtidas via MEV, para os pós precursores de titânio, alumínio e vanádio, bem como seus difratogramas.

Figura 2 - MEV dos pós metálicos de: (a) e (b) titânio, (c) e (d) alumínio, e (e) e (f) vanádio.

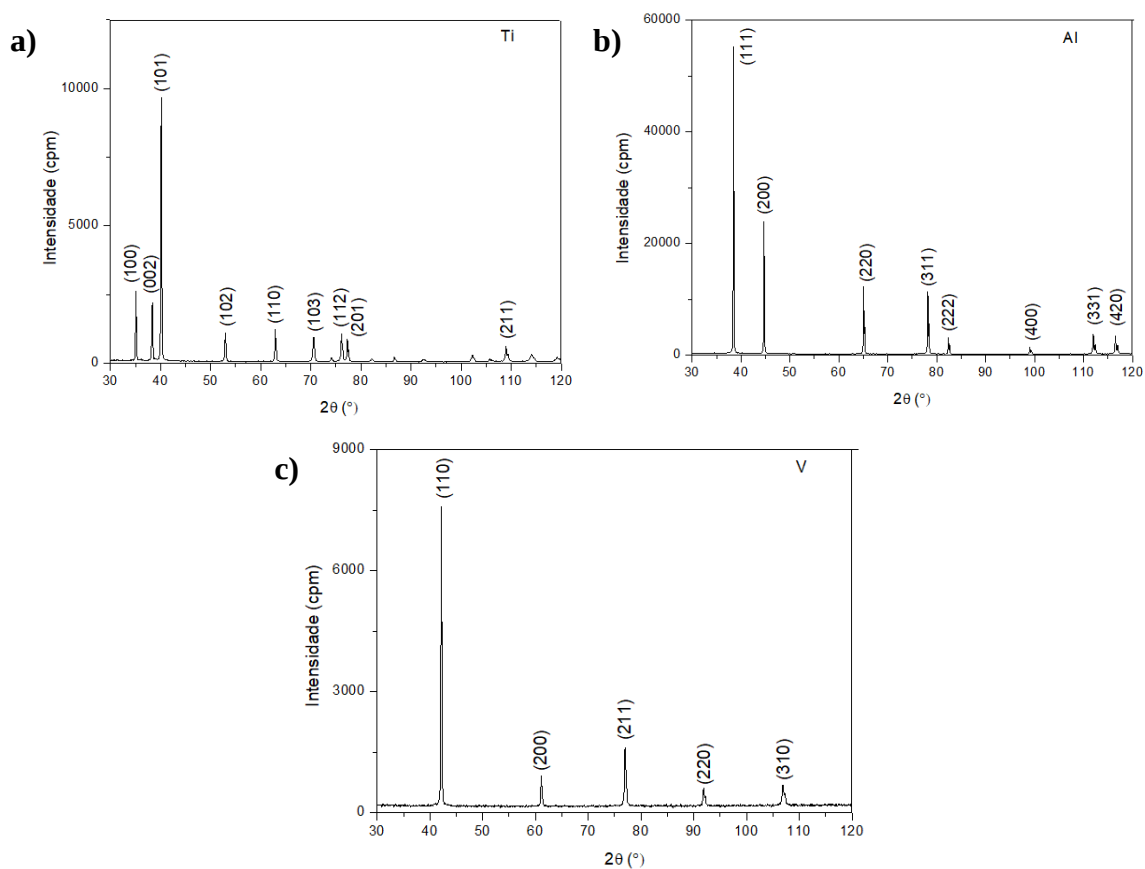


Fonte: Autoria própria.

As morfologias das partículas obtidas diferem entre si (Figura 2), mas se assemelham ao encontrado na literatura (COSTA; ISHIKAWA, 2002; DA CRUZ *et al.*, 2000; MINATTI; FURLAN; RODRIGUES, 2012). A micrografia do pó de titânio feita por Minatti, Furlan, e Rodrigues (2012) apresenta partículas menos arredondadas, com um aspecto bem geométrico e lascado, típico de materiais frágeis, como apresentado nas Figuras 2a e 2b. Com a micrografia do pó de alumínio, realizada por da Cruz *et al.* (2000), notam-se partículas mais arredondadas, irregulares e alongadas, típico de materiais mais dúcteis, assim como verificado nas Figuras 2c e 2d. Micrografias de vanádio puro e na forma de pó são mais difíceis de serem encontradas, mas Costa, e Ishikawa (2002) obtiveram, por MEV, a imagem de pó de vanádio antes de um processo de moagem, e constatou-se, também, a semelhança na morfologia das partículas obtida pelo presente trabalho, em que o vanádio se assemelha mais ao formato do titânio, com partículas menos arredondadas, mas com tamanhos mais uniformes.

É possível verificar que as partículas possuem tamanhos heterogêneos, com distribuição bimodal, dividida em partículas grosseiras, com tamanho médio de partícula de 14,19 μm para o titânio, 13,83 μm para o alumínio, 17,39 μm para o vanádio; e partículas finas, com tamanho médio de partícula de 1,28 μm para o titânio, 2,47 μm para o alumínio, e 6,86 μm para o vanádio; todos os valores foram calculados com o auxílio do *software ImageJ*, como explicando em mais detalhes no APÊNDICE A – Método de cálculo do tamanho dos pós precursores. A granulação heterogênea facilita a compactação e a sinterização, uma vez que as partículas maiores vão se aproximar e, entre elas, formam interstícios, que serão ocupados pelas partículas menores. Dessa forma, diminui-se a porosidade do material. No entanto, essa vantagem não apresenta grandes efeitos, pois, na etapa de moagem de alta energia, as partículas dos pós sofrerão deformação elevada e formarão a liga, com partículas de tamanhos diferentes daqueles apresentados pelos pós precursores.

Figura 3 - DRX dos pós de (a) titânio, (b) alumínio, e (c) vanádio.

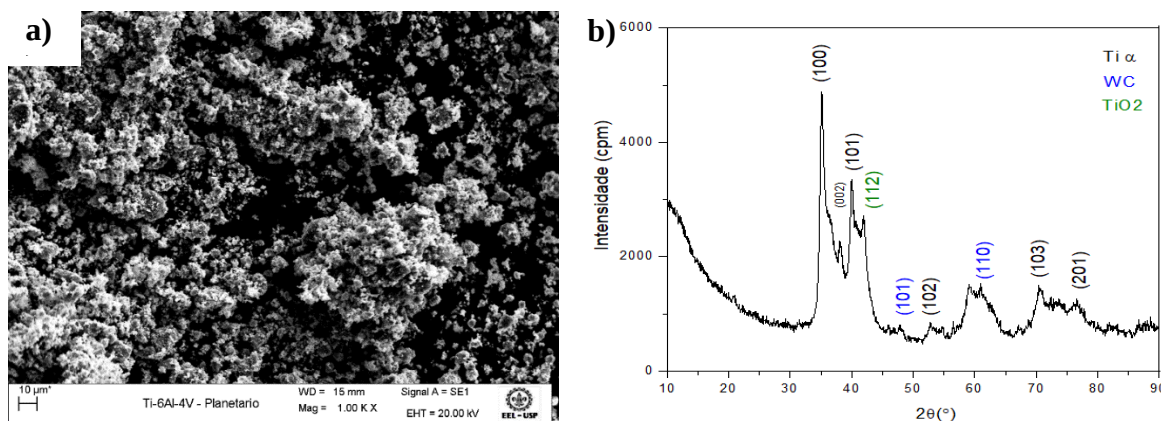


Fonte: Autoria própria.

Na Figura 3, os planos (100), (002), (101), (102), (110), (103), (112), (201) e (211) do titânio com estrutura cristalográfica hexagonal foram identificados para os ângulos $2\theta = 35,1^\circ$; $38,2^\circ$; $40,2^\circ$; $52,8^\circ$; $62,8^\circ$; $70,3^\circ$; $76,5^\circ$; $77,6^\circ$; e $109,2^\circ$ respectivamente. Os planos cristalográficos característicos do alumínio (111), (200), (220), (311), (222), (400), (331) e (420) foram identificados nas posições $2\theta = 38,4^\circ$; $44,8^\circ$; $65,1^\circ$; $78,1^\circ$; $82,5^\circ$; $99,4^\circ$; $112,3^\circ$; e $116,7^\circ$, respectivamente. Para o vanádio foram identificados os planos característicos (110), (200), (211), (220) e (310) nas posições $2\theta = 42,3^\circ$; $61,2^\circ$; $77,2^\circ$; $92,1^\circ$; e $106,7^\circ$, respectivamente. Portanto, por DRX, não foram encontradas impurezas nos pós precursores analisados.

A Figura 4a apresenta a micrografia obtida via MEV da liga Ti-6Al-4V após o processo de moagem, enquanto a Figura 4b apresenta o difratograma dos pós.

Figura 4 - (a) Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e (b) DRX dos pós da liga Ti-6Al-4V após moagem de alta energia no moinho planetário.

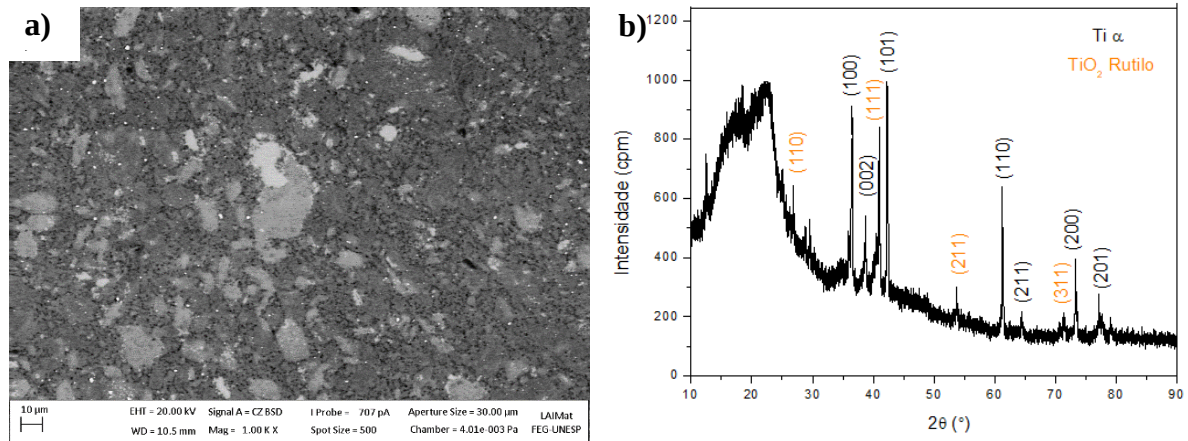


Fonte: Autoria própria.

Verifica-se uma morfologia distinta da apresentada por quaisquer um dos pós metálicos precursores. Os planos relacionados com a fase de titânio α (100), (002), (101), (102), (103) e (201) estão identificados nas posições $2\theta = 35,1; 38,2^\circ; 40,1^\circ; 53,0^\circ; 70,5^\circ; \text{ e } 76,7^\circ$. A presença de carbeto de tungstênio e óxido de titânio foi identificada através dos planos característicos (101) e (110), nas posições $2\theta = 48,0^\circ; \text{ e } 61,0^\circ$; e (112) na posição $2\theta = 42,0^\circ$, respectivamente. O deslocamento em 2θ para a fase α titânio é explicado pelo processo de moagem de alta energia que aumenta o número de defeitos do material e diminui a cristalinidade do material. Por esse motivo, nota-se, na Figura 4b, que os picos são mais largos e menos definidos, além de um *background* mais grosseiro.

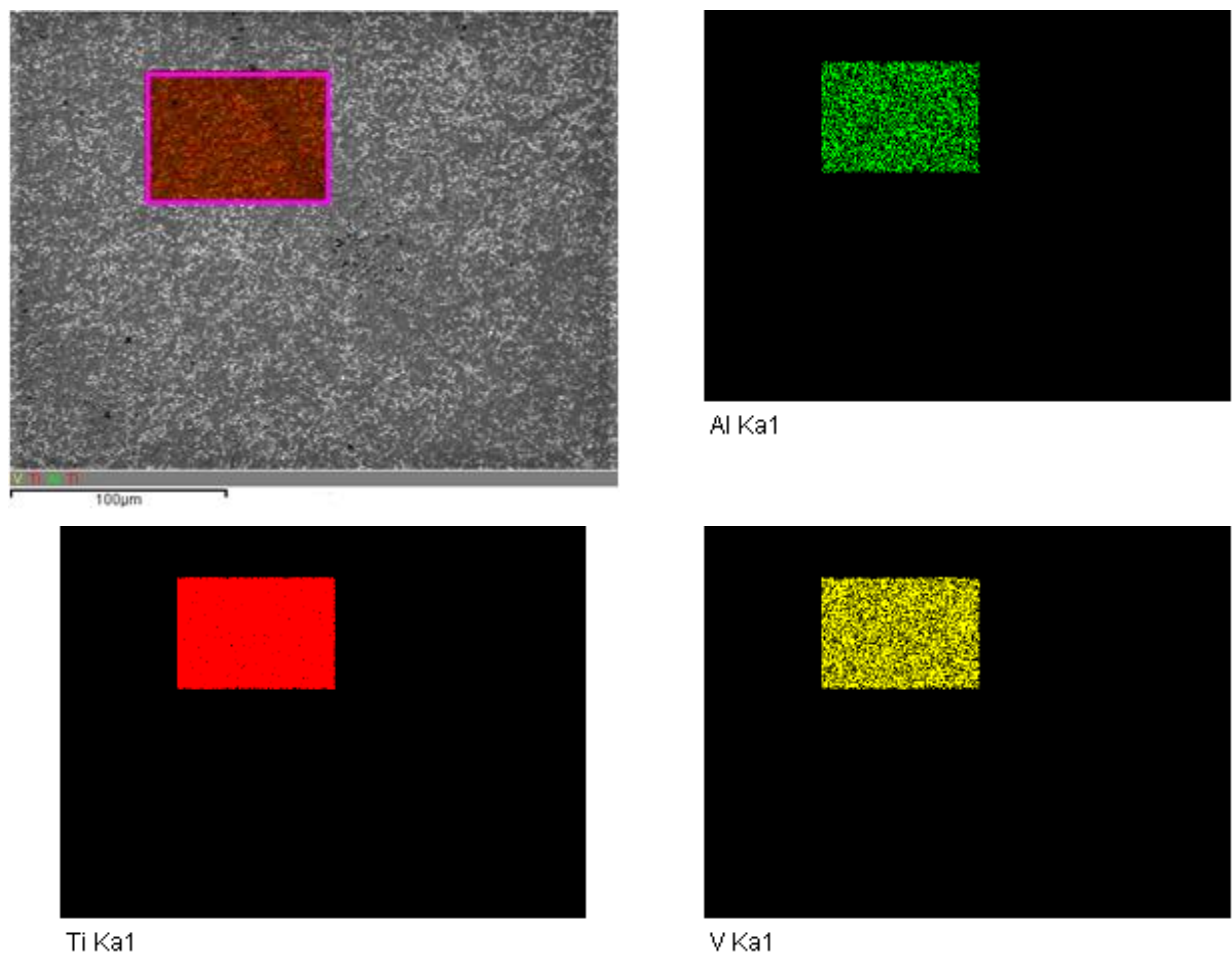
Na Figura 5, estão apresentadas imagens do corpo de prova da liga Ti-6Al-4V após sinterização, obtidas por MEV, e o DRX da amostra. Na Figura 6, apresenta-se o mapeamento da composição química por Espectroscopia de Raios X por Dispersão em Energia (EDS) da liga Ti-6Al-4V após sinterização.

Figura 5 - (a) Microscopia eletrônica de varredura (MEV), (b) e DRX da liga Ti-6Al-4V após sinterização por cinco horas.



Fonte: Autoria própria.

Figura 6 – Mapeamento da composição química, por EDS, da liga Ti-6Al-4V após sinterização.



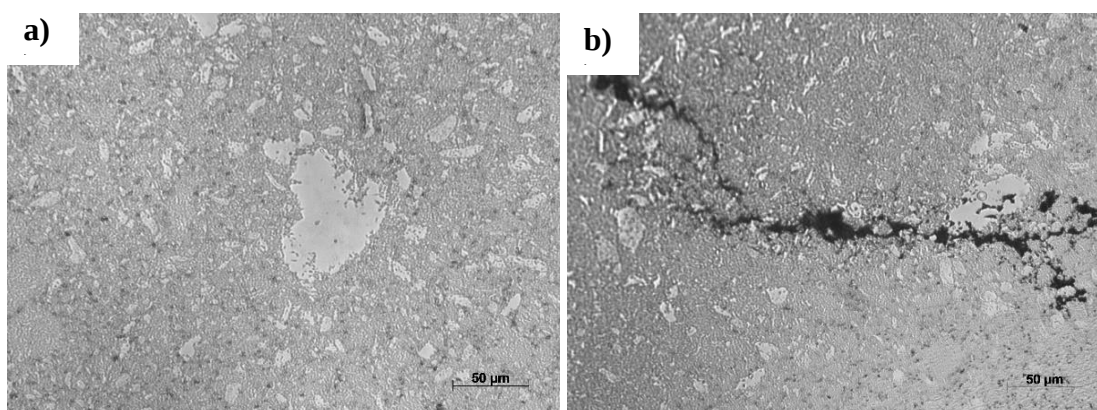
Fonte: Autoria própria.

Pelo mapeamento da composição química da Figura 6, obteve-se um resultado de composição de 90,45 % de titânio, 5,55 % de alumínio, e 4,01 % de vanádio.

Pode-se afirmar que a porcentagem da liga se aproximou da sua composição teórica, e a formação da liga Ti-6Al-4V ocorreu de forma efetiva. Além disso, analisando a Figura 6, verifica-se uma distribuição homogênea dos elementos, demonstrando que as condições da moagem de alta energia foram adequadas para a produção da liga. Pode-se, inclusive, fazer uma comparação entre as Figuras 5a e 6, pela escala, a ampliação da Figura 5a é maior do que a utilizada pela Figura 6, logo, naquela notam-se regiões mais claras e maiores, dando a impressão de uma distribuição não muito homogênea dos elementos, mas, pela Figura 6, percebe-se a homogeneidade na distribuição por toda a liga.

Na Figura 7, estão apresentadas imagens do corpo de prova da liga Ti-6Al-4V após sinterização, obtidas por microscopia óptica.

Figura 7 - Microscopia óptica da liga Ti-6Al-4V sinterizada por cinco horas.



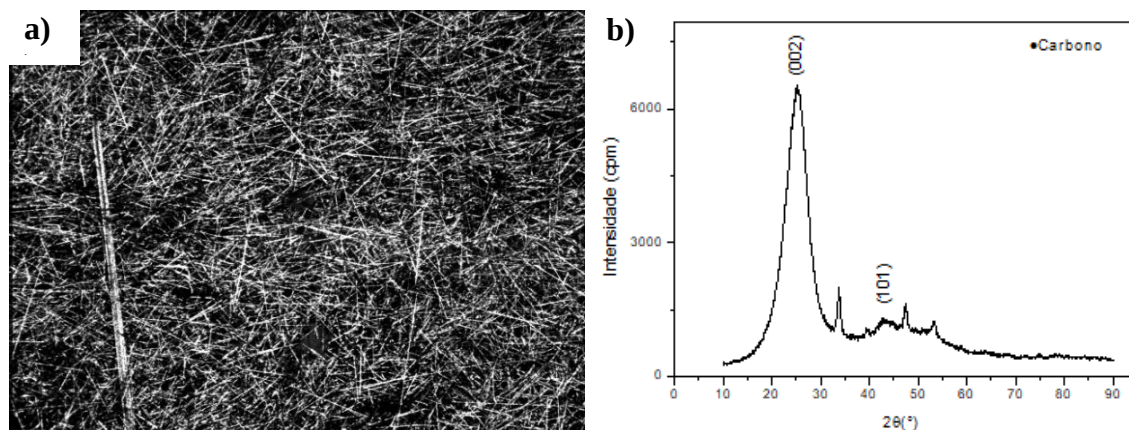
Fonte: Autoria própria.

A porção mais clara das Figuras 5a e 7a representa a fase α da liga Ti-6Al-4V, enquanto as regiões mais escuras de ambas as Figuras, a fase β . Por uma própria limitação das técnicas, não se consegue visualizar a fase α espalhada entre a fase β . No entanto, a fase α é majoritária, sendo, inclusive, a única fase detectada no DRX da Figura 5b, e, também, evidenciada na Figura 5a. A Figura 7b apresenta um poro no centro da amostra relacionado com um processo de difusão em solução sólida, que é um processo dependente do tempo e da temperatura. Verificam-se, também, diversos pontos pretos nas Figuras 5a e 7a, tratando-se de poros menores. Na Figura 5b, nota-se que há TiO_2 na liga, demonstrando contaminação por oxigênio durante processo.

4.1.2 Compósito Ti-6Al-4V/fibra de carbono

O DRX do reforço, bem como a imagem, obtida por microscopia óptica, da fibra de carbono utilizada para produção do compósito estão apresentados na Figura 8.

Figura 8 - (a) Fotografia e (b) espectro de difração de raios X da fibra de carbono.

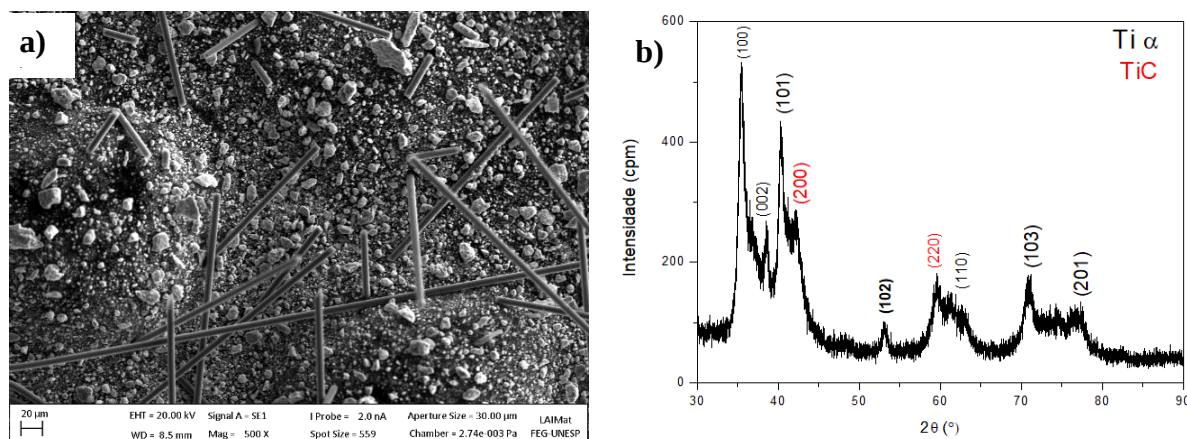


Fonte: Autoria própria.

Pela análise da Figura 8b, percebe-se que a fibra de carbono apresenta picos mais largos, com um perfil intermediário entre cristalino e amorfo. Há, ainda, picos não identificados. Por se tratar de uma fibra oriunda de tecido residual, utilizado para aplicação em compósitos poliméricos, não é possível identificar por qual tratamento superficial esse tecido passou para que houvesse melhor adesão entre o reforço e a matriz polimérica, dessa forma, pode-se dizer que os picos referem-se a resíduos e tratamentos superficiais da fibra.

A imagem dos pós do primeiro compósito produzido, obtidas por microscopia eletrônica de varredura, e o DRX da amostra estão apresentados na Figura 9.

Figura 9 - (a) Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e (b) difratograma dos pós do compósito Ti-6Al-4V/fibra de carbono após moagem em moinho planetário.

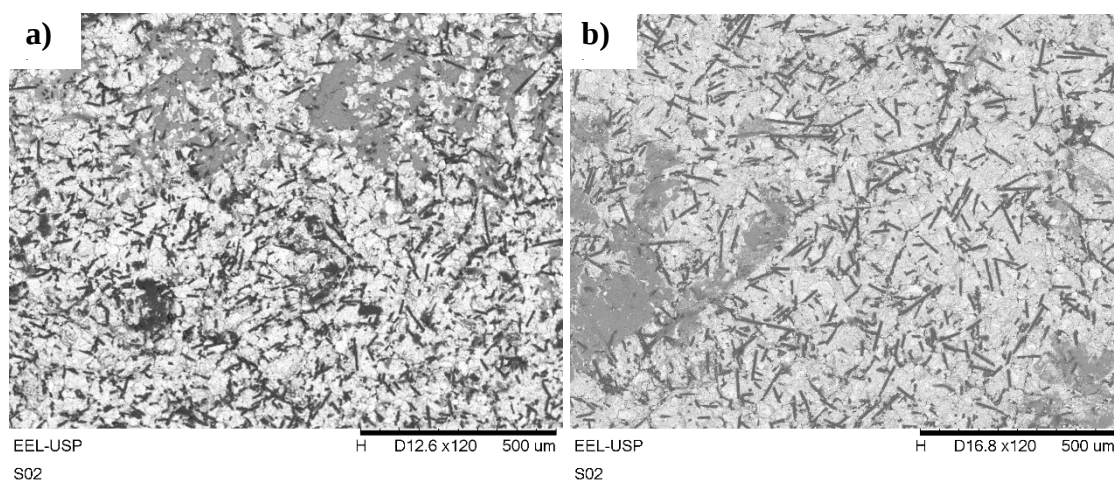


Fonte: Autoria própria.

Pela análise da Figura 9b, nota-se a presença de TiC mesmo antes da sinterização do material, demonstrando que o aumento de temperatura durante o processo de moagem de alta energia foi suficiente para que o titânio já começasse a reagir com o carbono. No entanto, a Figura 9a mostra a fibra de carbono bem distribuída pela matriz de liga metálica ainda em pó.

O compósito produzido com cinco e duas horas de sinterização, bem como o mapeamento da composição por EDS estão apresentados nas Figuras 10 e 11, respectivamente.

Figura 10 - Microscopia eletrônica de varredura (MEV) do compósito de matriz de Ti-6Al-4V reforçado com fibra de carbono após (a) cinco e (b) duas horas de sinterização.



Fonte: Autoria própria.

Figura 11 - Mapeamento do carbono na composição química, por EDS, do compósito após (a), (b), (c) cinco, e (d), (e), (f) duas horas de sinterização.

(continua)

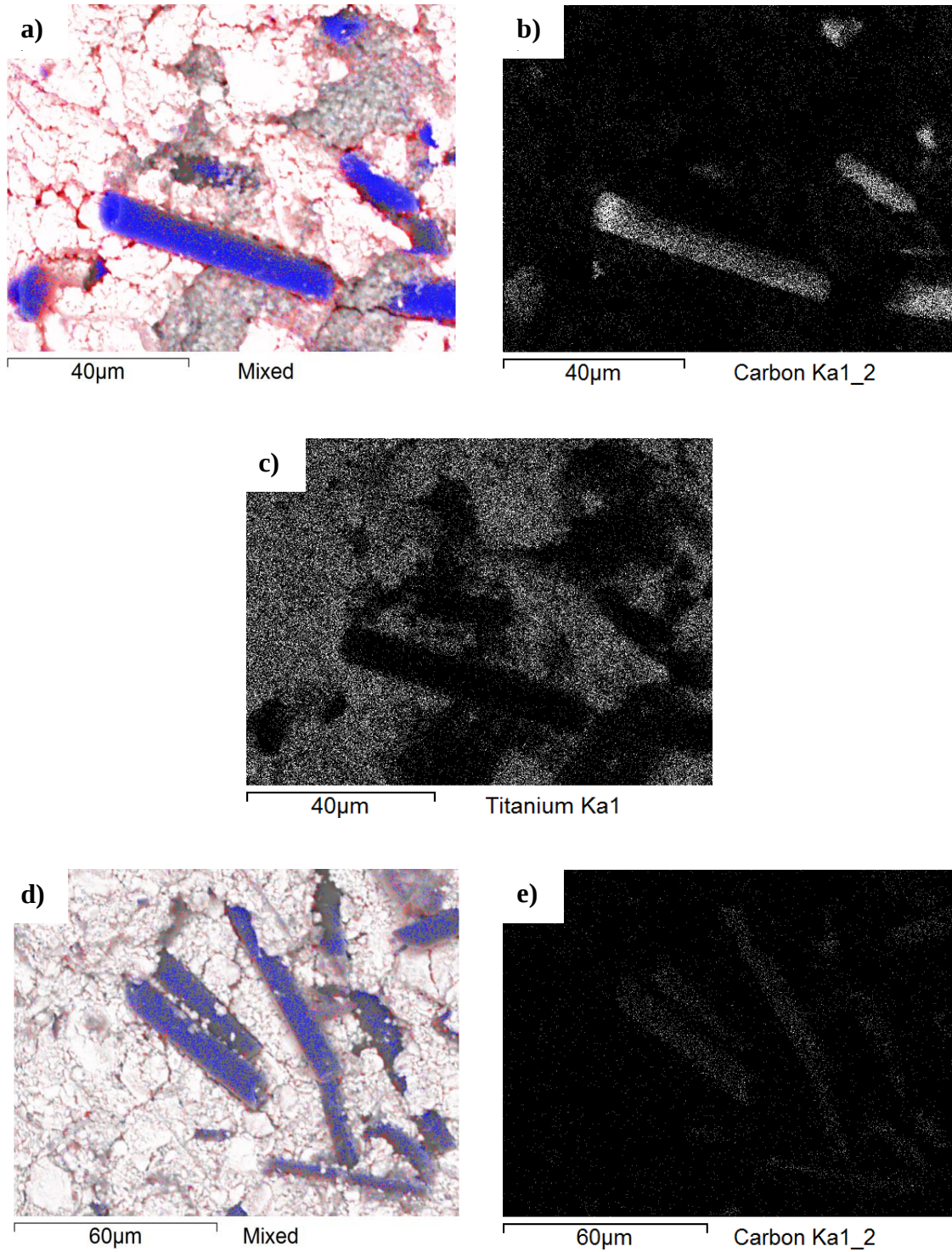
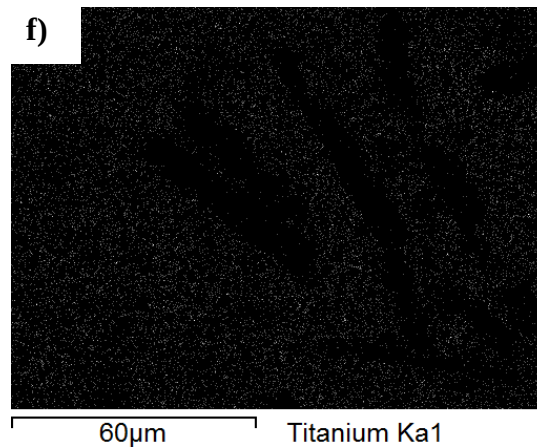


Figura 11 - Mapeamento do carbono na composição química, por EDS, do compósito após (a), (b), (c) cinco, e (d), (e), (f) duas horas de sinterização.

(conclusão)

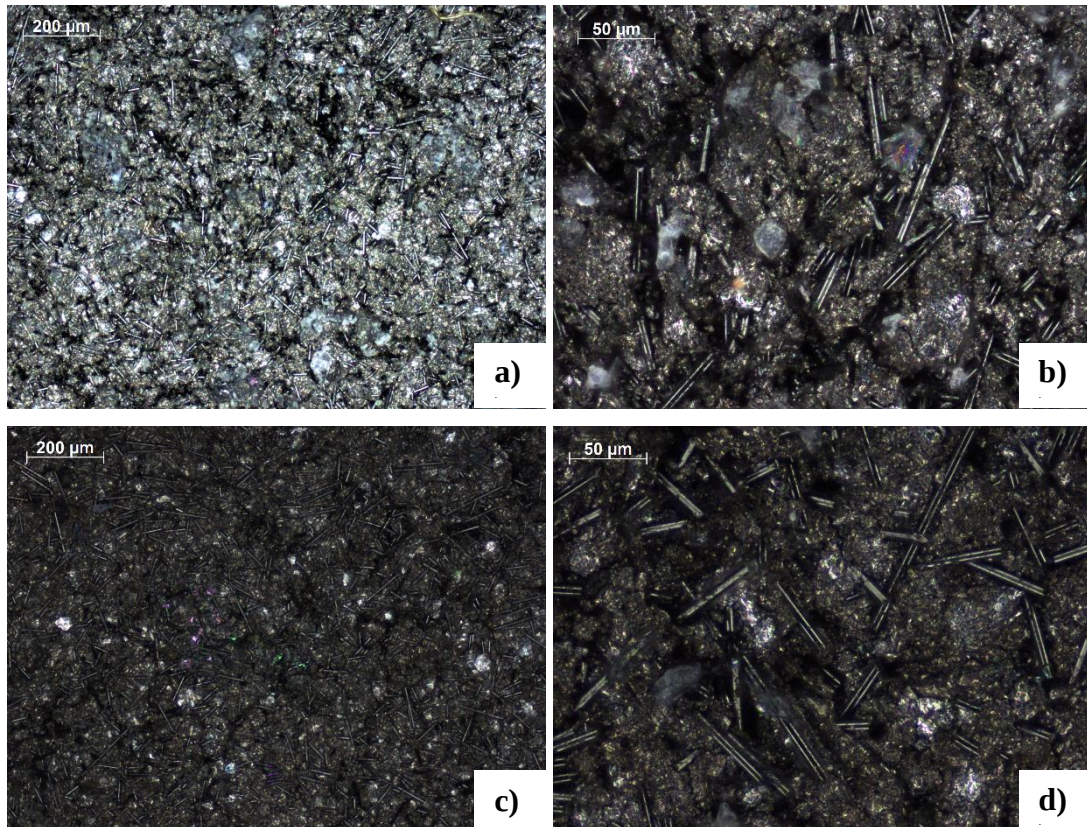


Fonte: Autoria própria.

É possível fazer uma correlação entre as Figuras 10 e 11. Nas Figuras 11b e 11e, percebe-se que o carbono se difundiu por toda a matriz do compósito, formando TiC, que são as regiões mais claras da Figura 10. Nas Figuras 11c e 11f, é possível verificar distribuição homogênea do titânio pela matriz. As regiões mais escuras com formatos diferentes da fibra da Figura 11c contêm alumínio e vanádio, regiões cinzas da Figura 10 e 11a, indicando que, durante a sinterização do compósito, ocorre a atração do titânio por intersticiais como o carbono, resultando na separação entre o titânio e o alumínio, e o titânio e o vanádio, favorecendo a formação de TiC.

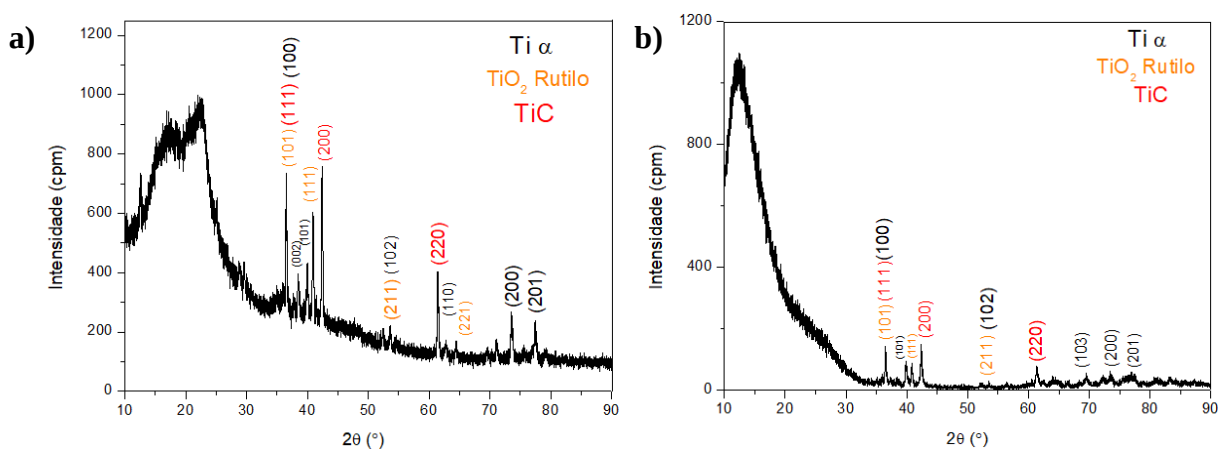
Nas Figuras 12 e 13, estão apresentadas as imagens dos corpos de prova com diferentes tempos de sinterização, obtidas por microscopia óptica, e os espectros de difração de raios X de cada amostra.

Figura 12 - Compósito de matriz Ti-6Al-4V reforçado com fibra de carbono, reagente Kroll, ampliada 50x e 200x, respectivamente, com (a) e (b) cinco horas, e (c) e (d) duas horas de sinterização.



Fonte: Autoria própria.

Figura 13 - Difrátograma do compósito de matriz Ti-6Al-4V reforçado com fibra de carbono, após (a) cinco horas, e (b) duas horas de sinterização.



Fonte: Autoria própria.

A microestrutura do compósito está formada, basicamente, por fibra de carbono e matriz de carboneto de titânio. O carbono da fibra se difundiu por toda a matriz reagindo com o titânio e transformando a matriz metálica em composto cerâmico. A diminuição no tempo de sinterização não impediu a reação completa do carbono com a matriz. Contudo, as Figuras 12c e 12d apresentam uma maior proporção de partes metálicas, onde prevaleceram alumínio e vanádio, como discutido para as Figuras 10 e 11. Além disso, apesar da formação de TiC no compósito, pela análise das Figuras 10 e 12, destaca-se a distribuição homogênea da fibra de carbono por toda a matriz, mesmo após a sinterização, mantendo a boa distribuição que já havia sido constatada na Figura 9, quando o compósito ainda estava na forma de pó. A imagem por MEV contribui para uma melhor visualização da superfície do material e da distribuição da fibra de carbono pela matriz.

Calculou-se, também, com o auxílio do *software ImageJ*, o diâmetro da fibra de carbono antes e após o processo. Sendo que, no início, era de 6,40 μm , e, com a sinterização do compósito, passou para 4,60 μm com cinco horas, e para 5,92 μm com 2 horas. Esse fato demonstra que, realmente, uma parte do carbono da fibra se difundiu para a matriz, reagindo com o titânio, e essa difusão foi maior para o maior tempo de sinterização.

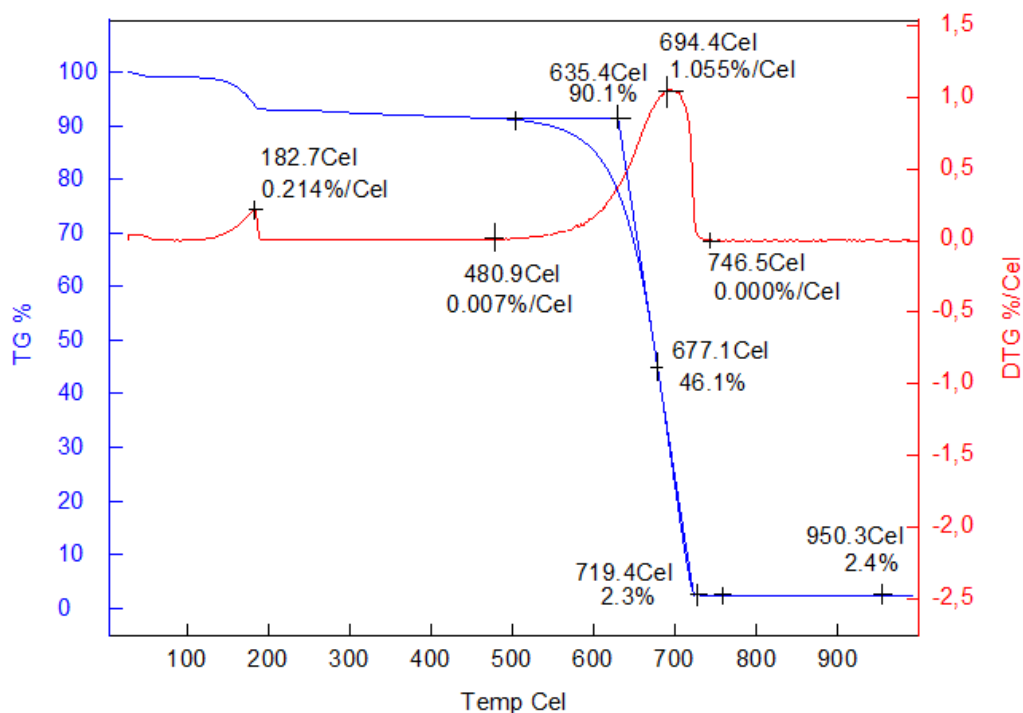
Dessa forma, a porcentagem de fibra no compósito foi calculada, a partir da Figura 10, com o auxílio do mesmo *software*, através da seleção pela razão de aspecto, uma vez que o formato da fibra é bem definido e apresenta elevado valor para esse critério. O resultado obtido foi de 11,04 %, e 9,84 % para cinco e para duas horas de sinterização, respectivamente. Considerando que apenas uma única imagem foi analisada, o resultado é restrito a uma sessão

muito pontual da superfície de cada material, por isso, encontrou-se um valor maior de porcentagem de fibra para o compósito sinterizado por cinco horas se comparado ao sinterizado por duas horas, entretanto pode-se considerar que os resultados obtidos são praticamente iguais, ou seja, a porcentagem de fibra de carbono no compósito não sofreu muita influência dos dois tempos de sinterização utilizados. No entanto, pelo diâmetro da fibra, nota-se a mudança de extensão de reação do carbono com o titânio, sendo esta maior para o maior tempo de sinterização.

4.2 ANÁLISE TÉRMICA

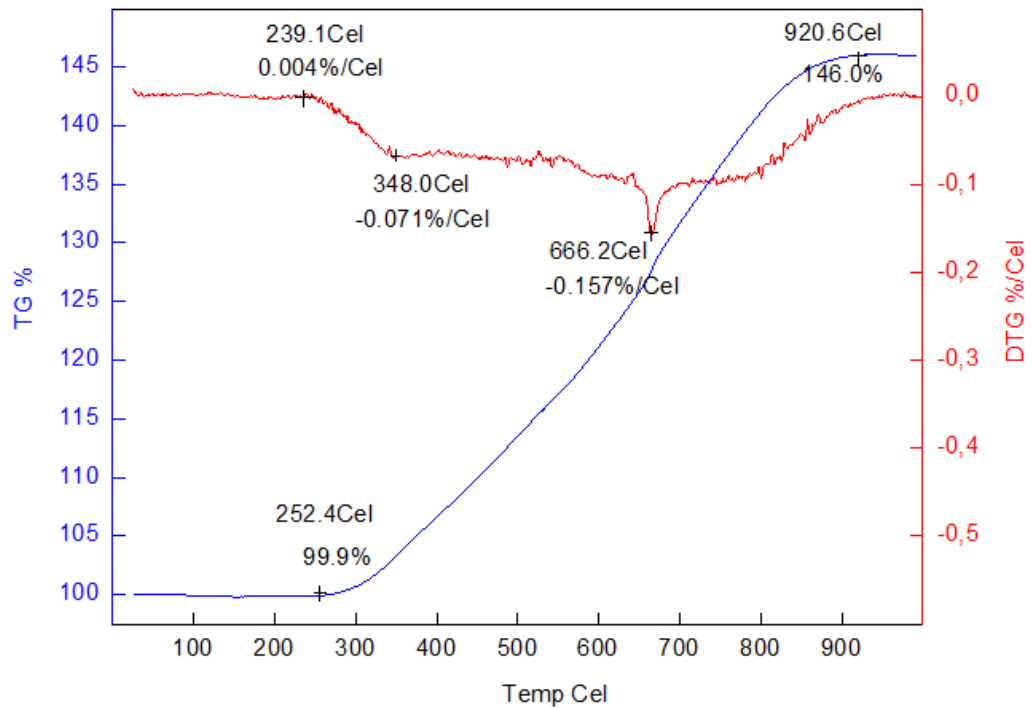
A massa inicial de amostra de fibra de carbono foi 7,614 mg; para a liga, foi de 7,153 mg; e, para o compósito, foi de 6,766 mg. As análises de DTA foram realizadas em triplicata. As Figura 14 a 16 apresentam os gráficos de TGA e DTG obtidos para a fibra de carbono, para os pós da liga Ti-6Al-4V, e do compósito, respectivamente.

Figura 14 - Curvas de TGA e DTG para a fibra de carbono após moagem (atmosfera oxidante).



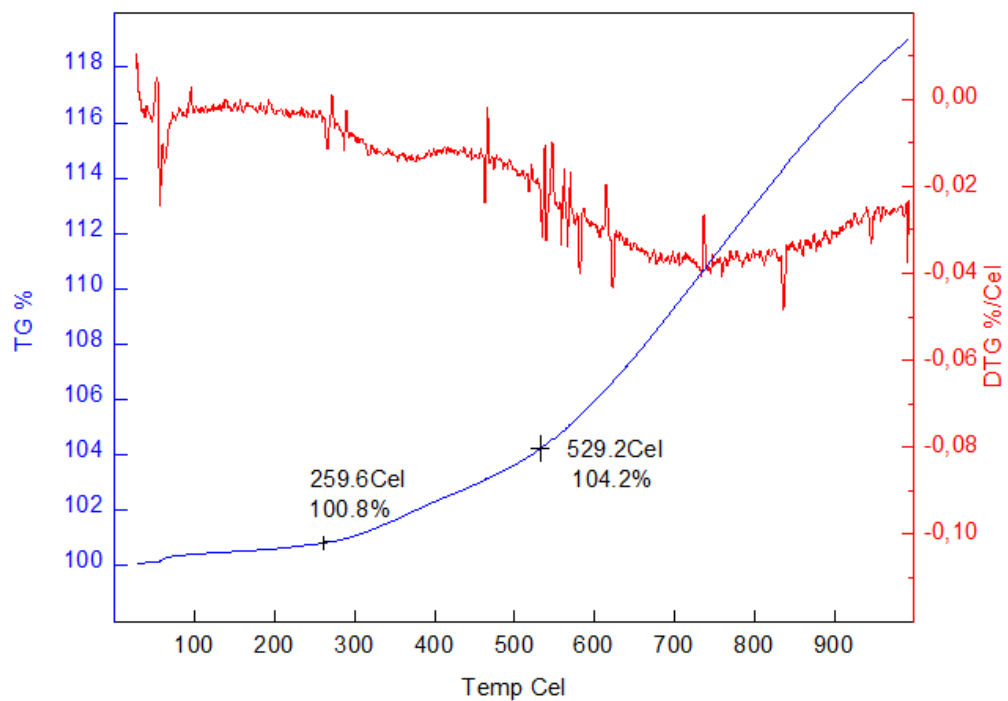
Fonte: Autoria própria.

Figura 15 - Curvas de TGA e DTG para os pós da liga Ti-6Al-4V (atmosfera oxidante).



Fonte: Autoria própria.

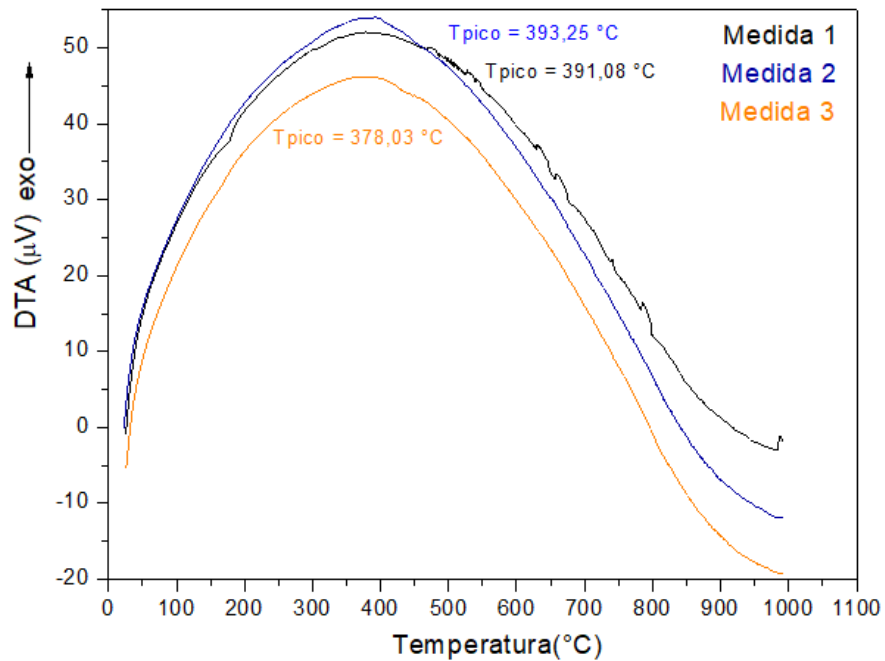
Figura 16 - Curvas de TGA e DTG para os pós do compósito Ti-6Al-4V/fibra de carbono (atmosfera inerte).



Fonte: Autoria própria.

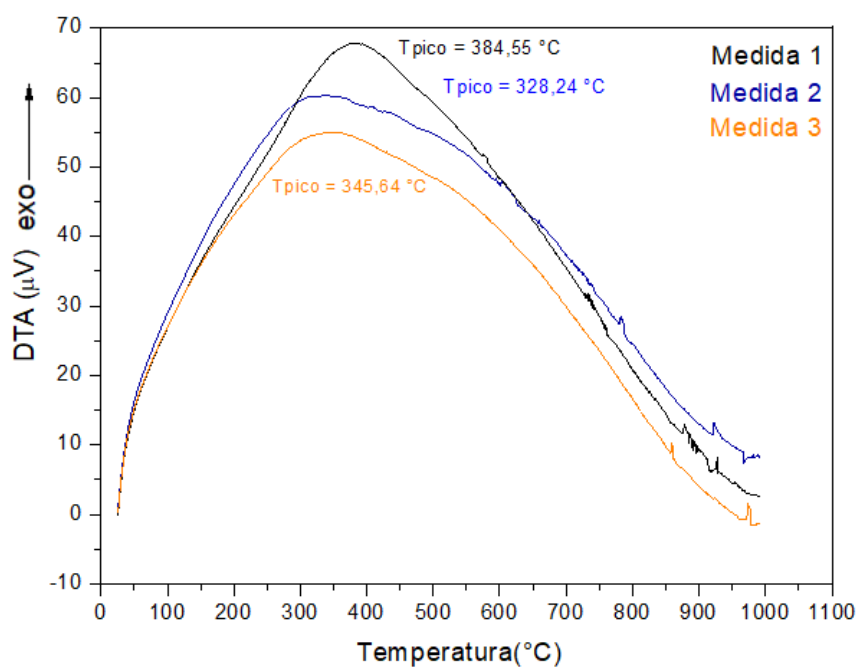
As Figuras 17 a 19 apresentam os gráficos de DTA obtidos para a fibra de carbono, para os pós da liga Ti-6Al-4V, e do compósito, respectivamente.

Figura 17 - Curvas de DTA para a fibra de carbono após moagem.



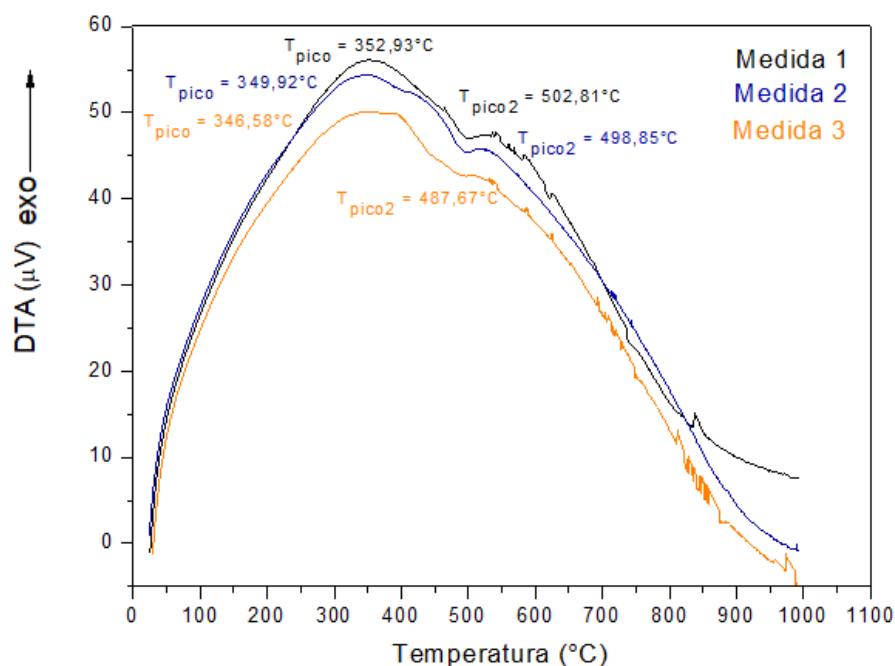
Fonte: Autoria própria.

Figura 18 - Curvas de DTA para os pós da liga Ti-6Al-4V.



Fonte: Autoria própria.

Figura 19 - Curvas de DTA para os pós do compósito Ti-6Al-4V/fibra de carbono.



Fonte: Autoria própria.

4.3 SIMULAÇÃO DE ENSAIO MECÂNICO

Os resultados encontrados a partir da simulação do ensaio mecânico estão apresentados na Tabela 2.

Tabela 2: Resultados da simulação de tração e compressão no *software* FEMAP®.

Material	Compressão Von Mises (MPa)	Compressão Real (MPa)	Tração Von Mises (MPa)	Tração Real (MPa)
Titânio Puro	80,366	56,003	76,662	63,000
Liga Ti-6Al-4V	154,458	113,969	154,458	130,138
Compósito	77,966	57,114	43,531	36,905

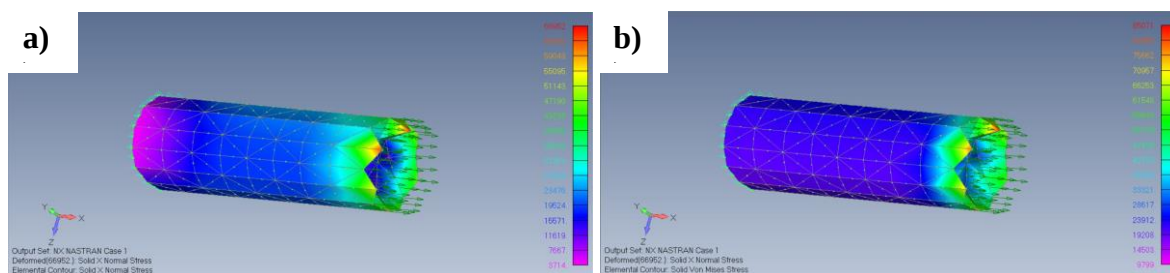
Fonte: Autoria própria

A maneira mais adequada de prever o escoamento de materiais dúcteis, como os metais, é utilizando a fórmula de *Von Mises*, um critério isotrópico. Nesse caso, a falha do material ocorre quando a tensão equivalente se iguala à tensão última de resistência, assim, considera-se, principalmente, a parte elástica do material (SONI *et al.*, 2008). Já a condição

real é a mais próxima de um ensaio real, em que se aproxima da resistência final do material, sendo essa sempre menor do que a resistência máxima, considerada por *Von Mises*. Pode-se verificar que a liga Ti-6Al-4V apresentou os maiores resultados de resistência à tração e à compressão. Já o compósito obteve os menores resultados de resistência à tração e à compressão, exceto para a compressão real em comparação com o titânio puro. A intenção da confecção do compósito era que, justamente, este apresentasse propriedades mecânicas superiores à da matriz, o que, efetivamente, não aconteceu. Com o resultado da simulação, pode-se concluir que a porcentagem de fibra utilizada não foi adequada, mesmo que a sinterização ocorresse como o planejado, a quantidade de fibra foi muito elevada, prejudicando as propriedades mecânicas finais do compósito.

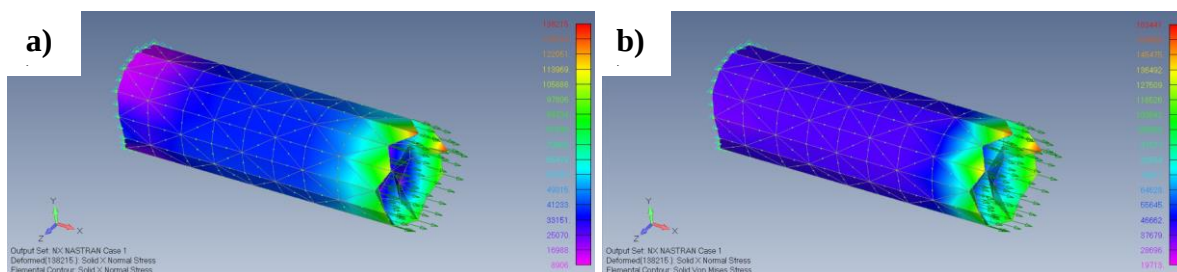
As Figuras 20 a 25 apresentam as imagens obtidas na simulação dos ensaios de tração e de compressão para o titânio puro, para a liga Ti-6Al-4V, e para o compósito.

Figura 20 – Simulação de ensaio de tração (a) real, e (b) *Von Mises* para o titânio puro.



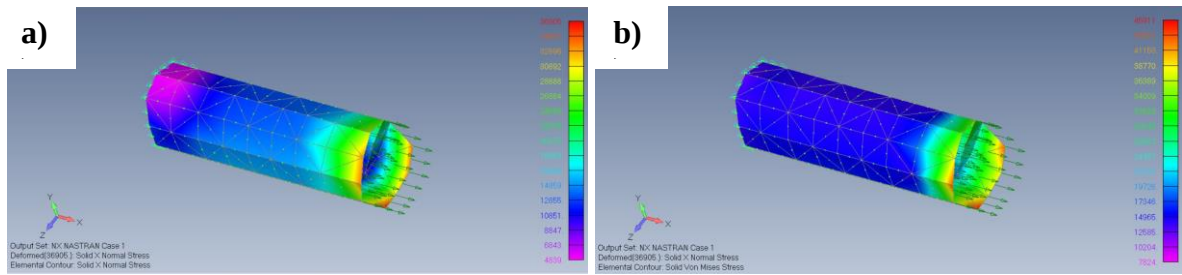
Fonte: Autoria própria.

Figura 21 – Simulação de ensaio de tração (a) real, e (b) *Von Mises* para a liga Ti-6Al-4V.



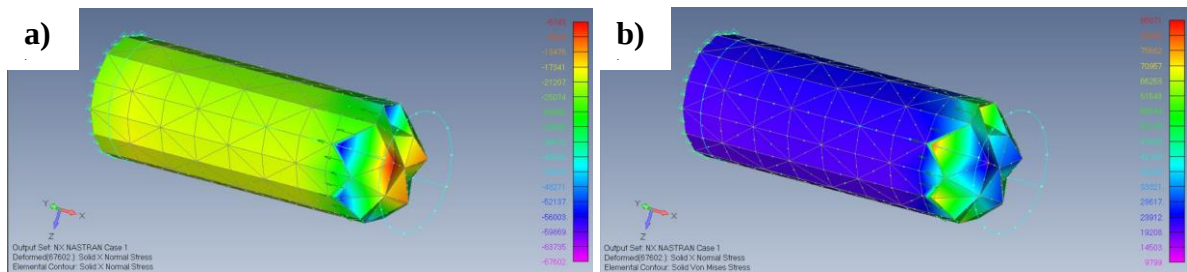
Fonte: Autoria própria.

Figura 22 – Simulação de ensaio de tração (a) real, e (b) *Von Mises* para o compósito.



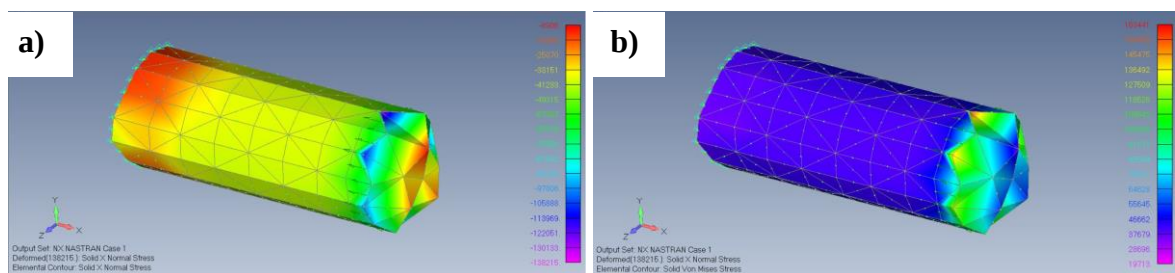
Fonte: Autoria própria.

Figura 23 – Simulação de ensaio de compressão (a) real, e (b) *Von Mises* para o titânio puro.



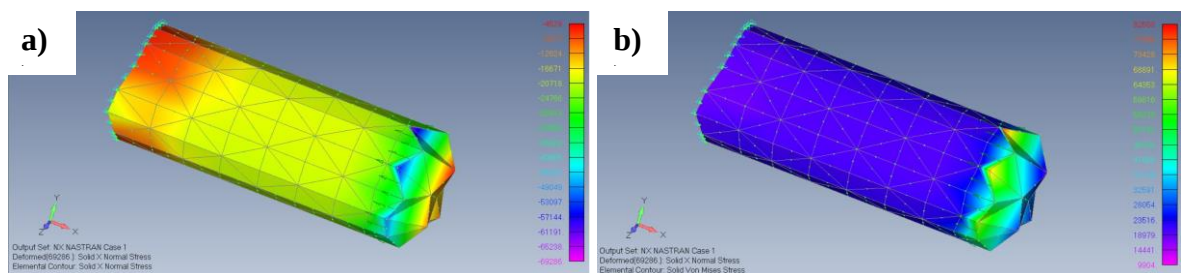
Fonte: Autoria própria.

Figura 24 – Simulação de ensaio de compressão (a) real, e (b) *Von Mises* para a liga Ti-6Al-4V.



Fonte: Autoria própria.

Figura 25 – Simulação de ensaio de compressão (a) real, e (b) *Von Mises* para o compósito.



Fonte: Autoria própria.

Pela análise das Figuras 20 a 22, é possível verificar que, para os três materiais, os maiores esforços se concentram na extremidade do corpo de prova onde a força é aplicada, e, no caso de *Von Mises*, essa região é mais bem delimitada e menor. Nos casos reais, a força vai diminuindo de forma mais gradual, a coloração verde se estende um pouco mais, aparecendo um azul mais claro, até um azul mais escuro, de acordo com a barra de escala de tensão para cada imagem. Também, nos casos reais, a outra extremidade do corpo de prova aparece com esforços menores (cor mais roxeada) em relação à *Von Mises*. Neste caso, todo o corpo de prova fica azul escuro de forma mais homogênea, uma vez que, em *Von Mises*, considera-se até a resistência máxima do material, não tendo tempo deste valor diminuir até a resistência final. Percebe-se, também, que na região da fratura, os esforços maiores se concentram na superfície do material, com a região interna central apresentando cores que representam esforços menores (azul escuro), pois o ensaio de tração irá romper o material por sua região mais frágil.

Com base nas Figuras 23 a 25, observa-se que os maiores esforços ocorrem nas superfícies próximas do local onde a força é aplicada, sendo, geralmente, onde se inicia a fratura, devido à formação e à coalescência de microvazios, tanto para o caso real quanto para o *Von Mises*, semelhante ao que ocorre na simulação do ensaio de tração. Verifica-se, também, que nessas regiões, os valores da força se assemelham aos resultados da Tabela 2, representando a resistência do material em compressão. Ao longo do corpo de prova, os esforços vão diminuindo gradualmente, e, diferente do *Von Mises*, no caso real, a outra extremidade apresenta esforços menores do que os que estão na extensão do corpo de prova. Já para *Von Mises*, esses valores são mais semelhantes durante toda a extensão, incluindo a extremidade oposta, evidenciando pela coloração que pouco difere.

4.4 DISCUSSÕES

No trabalho realizado por Sivakumar, Ananthi, e Ramanathan (2017), foram analisadas a produção e as propriedades mecânicas de um compósito de matriz de Ti-6Al-4V reforçado com nanopartículas de SiC. As análises de DRX mostradas na Figura 4b, bem como as análises feitas pela referência, apontam a presença das fases α Ti, contudo, diferente da literatura, encontrou-se, também, WC e TiO₂, aquele é devido às esferas de moagem, e este está relacionado à reação com oxigênio durante a manipulação do pó entre as etapas do processo. Com base na Figura 4b, pode-se observar um deslocamento dos picos de titânio α , que pode ser explicado da seguinte forma: (1) trata-se de uma liga, então, há a presença de

outros elementos (alumínio e vanádio); (2) pela presença de defeitos, gerados durante a moagem, o que justifica, também, a presença de picos mais largos no DRX; (3) e consequente perda de cristalinidade, interferindo no tamanho do parâmetro de rede da estrutura cristalina.

Adegbenjo *et al.* (2017) produziram um compósito cuja matriz metálica é a liga de titânio (Ti-6Al-4V) reforçada com nanotubo de carbono multi-camada grafitizado. O compósito foi preparado por metalurgia do pó, via moagem de alta energia, com diferentes porcentagens de reforço na matriz. Os parâmetros de dispersão foram escolhidos de forma que o moinho de bolas atuasse como meio de mistura ao invés de meio de moagem, para minimizar a geração de defeitos estruturais e controlar a reação interfacial entre a matriz e o reforço durante o processo de dispersão, assim como foi feito no presente trabalho. A análise por DRX, feita por estes autores, apresentaram picos de α -Ti, que é a fase estável presente em maior quantidade, e não apresentaram picos referentes ao nanotubo de carbono, o que pode ter ocorrido devido ao limite de detecção desta técnica. Segundo os autores, este comportamento é resultado da diferença nos coeficientes de absorção de massa do titânio e do carbono (para radiação Cu K α) que são 208 e 4,6 m²/g, respectivamente, sendo difícil detectar o carbono na presença de titânio. Essa ausência de picos de carbono pode, também, significar dispersão homogênea do reforço na matriz de Ti-6Al-4V.

De acordo com a literatura, a exposição do titânio ao ar, à temperatura ambiente, leva à formação espontânea de um filme de óxido, amorfo, fino (5-10 nm de espessura) e passivo em sua superfície. Esse filme é composto por três camadas: adjacente ao titânio metálico tem-se TiO; o Ti₂O₃ é um óxido intermediário; e, em contato com o ambiente, tem-se TiO₂, anatase. Gemelli, e Camargo (2007) estudaram a caracterização térmica do titânio puro comercial, considerando sua cinética de oxidação (através da termogravimetria isotérmica) e seus produtos de corrosão formados ao ar. Os gráficos de TGA e DTA da liga Ti-6Al-4V (Figuras 15 e 18, respectivamente) podem ser comparados com os obtidos pela literatura. Eles encontraram um pico de 276,1°C na curva de DTA que se refere à transformação do filme passivo em filme cristalino de anatase. Nesta temperatura, o filme é muito fino, assim, os picos observados por DRX referem-se ao titânio. Em seguida, a aproximadamente, 444°C começa a nucleação de rutilo, neste ponto, o filme é composto por anatase e rutilo. Outro pico, a 718°C, indica que há apenas rutilo, pois é o único óxido estável acima dessa temperatura. O pico obtido a 900°C é devido à transformação alotrópica de α -Ti para β -Ti. Comparando as curvas de DTA e TGA, foi verificado que, acima de 700°C, a reação de oxidação é acelerada, pois a inclinação da curva de TGA se acentua. O mesmo observou-se no presente trabalho, em que as curvas de TGA se acentuaram a partir de temperaturas próximas a 700°C. Além disso,

o aumento da massa (próximo a 45%) encontrado no TGA deve-se à formação do óxido. Já para as curvas de DTA, um único pico foi encontrado entre 300 e 400°C, referente à formação da camada de óxido, a partir dessa temperatura. Não se formaram picos bem definidos, de modo a verificar os mesmos eventos, no entanto, a presença de óxido foi confirmada pela análise de DRX feita, anteriormente, nos pós da liga antes e após o processo de sinterização.

Estudos anteriores mostram que as fibras de carbono apresentam instabilidade termo-oxidativa, ou seja, com aumento da temperatura, ocorre oxidação. Quando o carbono entra em contato com o gás oxigênio a temperaturas elevadas, ocorre a formação de CO e de CO₂, como produtos primários. O coeficiente de formação do produto primário CO/CO₂ dependerá da disponibilidade para reação, da área de superfície ativa e, também, da quantidade de oxigênio, além disso, pode ocorrer a formação de produtos secundários, como a oxidação de CO a CO₂, e a redução de CO₂ a CO (PHILLIPS; VASTOLA; WALKER, 1970; STURGEON *et al.*, 1986; WALKER; TAYLOR; RANISH, 1991). Como todos esses produtos são gasosos, explica-se o comportamento da curva de TGA obtida para a fibra de carbono (Figura 14), uma vez que ela perde massa com o aumento de temperatura.

No trabalho realizado por Zhang *et al.* (2009), foram produzidos nanotubos de carbono multi-camadas de alta densidade diretamente em duas fibras de carbono com diferentes tratamentos superficiais, utilizando deposição química de vapor (CVD), em três temperaturas (800°C, 750°C e 700°C), e estudada a estabilidade térmica da fibra de carbono, através da análise termogravimétrica. De modo comparativo, as análises foram feitas sob fluxo de nitrogênio e de ar. Em atmosfera de nitrogênio, com a temperatura próximo a 500°C, as fibras com tratamento superficial já haviam sofrido maior perda de massa em comparação com a fibra sem o tratamento, isso se deve à degradação térmica do revestimento de epóxi, que corresponde, aproximadamente, a 1% da perda de massa da fibra. Em atmosfera de ar, as fibras com tratamento superficial se degradaram em temperaturas menores em relação à fibra sem tratamento (ZHANG *et al.*, 2009). No presente trabalho, pela Figura 14, nota-se que a etapa de degradação da fibra se iniciou próximo a 500°C e acabou acerca de 700°C, e, por se tratar de fibras provenientes de tecidos residuais de processamento de compósitos poliméricos, tratam-se de fibras que passaram por tratamentos superficiais para melhorar a impregnação de resina, logo, o resultado apresentado pela curva de TGA foi coerente com a literatura. Além disso, entre 100°C e 200°C, também houve um pequeno “degrau” de perda de massa, o qual pode ser referente à degradação do tratamento superficial presente na fibra. Fato esse que pode ser corroborado pela curva de DTA, em que se tem um pico exotérmico acerca de 387,45°C.

Como apresentado no artigo de Zhang *et al.* (2009), considera-se a atmosfera de ar mais agressiva à fibra de carbono do que a de nitrogênio, uma vez que a degradação da fibra se iniciou em uma temperatura menor, e, mais ainda, para o crescimento dos nanotubos, eles utilizaram uma atmosfera de agressividade intermediária, com fluxo de argônio, de modo a tentar retardar a degradação da fibra e permitir a formação dos nanotubos de carbono. Dessa maneira, considerando que a sinterização do compósito se deu em vácuo, mesmo que tenha ocorrido escape de oxigênio (comprovado pela formação de óxidos de titânio), a atmosfera presente não foi tão agressiva quanto a utilizada na análise térmica (uma vez que o fluxo de ar sintético foi intenso e diretamente voltado à fibra), além disso, o calor não é transferido apenas para a fibra de carbono, já que ocorrem todas as etapas de formação de grãos e transporte de massa. Por isso, devido às condições do processo, explica-se que, mesmo que a curva de TGA (Figura 14) tenha determinado uma degradação completa da fibra a partir de cerca de 720°C, ainda há fibra de carbono no compósito, mesmo que a temperatura de sinterização tenha sido de 900°C, por duas e por cinco horas. Corroborando com essa explicação, Morgan (2005) demonstrou que a estabilidade termo-oxidativa da fibra dependerá da quantidade de oxigênio em sua superfície e do tipo de tratamento superficial pelo qual ela passou, bem como da matriz na qual ela está envolvida.

Pela análise da Figura 16, pode-se verificar que a curva de TGA/DTG do compósito é muito semelhante à obtida para a liga Ti-6Al-4V, mesmo que, para o compósito, a análise tenha sido em atmosfera de nitrogênio. Assim, as propriedades térmicas do material compósito são regidas pela matriz. No caso do presente trabalho, o compósito começa a ganhar massa a cerca de 260°C, e esse ganho de massa pode ser explicado da seguinte forma: segundo a literatura, quando o titânio é submetido a uma atmosfera em que a concentração de nitrogênio é de 100%, são implantados cerca de 30% de nitrogênio na superfície, assim, considerando o diagrama de fases do titânio com o nitrogênio, na faixa de temperatura utilizada na análise térmica (até 1000°C), coexistem α titânio e Ti_2N , e a formação desse nitreto explicaria o ganho de massa do compósito (VLCAK *et al.*, 2015; ZENG *et al.*, 2019). Nota-se, também, que a curva de TGA do compósito sofre uma nova inclinação próximo a 500°C, temperatura na qual, pela TGA da fibra de carbono, ela inicia seu processo de perda de massa através da formação de produtos gasosos primários, que corresponde ao segundo pico presente na Figura 19, que ainda é um pico exotérmico, mas em menor intensidade.

Os resultados encontrados nas micrografias obtidas por MEV e por microscopia óptica, por DRX, por EDS, e pela análise térmica demonstram uma enorme afinidade do titânio por elementos intersticiais, como o carbono e o oxigênio. Isso se deve ao fato do titânio ser um

elemento de transição com o último nível incompleto. Por exemplo, o oxigênio é um estabilizador da fase α , quando se tem apenas essa fase pura na superfície, tem-se um material de alta resistência e baixa ductilidade. Quando em pequenas quantidades, esse elemento pode contribuir com um melhor desempenho das ligas de titânio em temperaturas mais elevadas, no entanto, uma longa exposição ao oxigênio aumenta a dureza e a fragilidade, uma vez que se diminui a quantidade relativa da fase β e forma-se uma solução sólida intersticial entre o titânio α e oxigênio. O mesmo raciocínio vale para o carbono como elemento intersticial, além do fato da moagem ter levado à formação de ligações sp^3 entre os carbonos (C-C), que é altamente reativa. Por fim, a temperatura de sinterização, a quantidade de fibra adicionada, e o forno utilizados para a produção do compósito não foram suficientes para evitar a reação do titânio tanto com o oxigênio quanto com o carbono, dificultando a estabilização de fases da liga, e favorecendo a formação de óxidos e carbonetos (MUNIR *et al.*, 2017a; MUNIR *et al.*, 2017b; OLIVEIRA, 2010).

Essa análise corrobora o que foi apresentado para a simulação de resistência à tração e à compressão na Tabela 2. Os resultados obtidos para o compósito foram muito inferiores aos da liga, e apenas a compressão real foi superior ao titânio puro. A quantidade de fibra adicionada foi alta e, de qualquer forma, a formação de TiC iria prejudicar as propriedades mecânicas do compósito, como pode ser verificado na simulação. Na prática, o excesso de carbono presente no reforço estava muito disponível para reagir com o titânio da matriz, e as condições da sinterização (temperatura elevada) favoreceram essa reação.

No artigo de Munir *et al.* (2017b), em que os autores analisaram a microestrutura e as propriedades mecânicas do compósito de matriz de titânio reforçada com 0,5 % em massa de nanotubo de carbono, fabricado via sinterização por plasma, eles utilizaram duas temperaturas de sinterização: 800°C e 900°C. A 800°C, os autores conseguiram reter a ligação sp^2 do carbono, controlando melhor as reações interfaciais com a matriz de titânio. Assim, frações bem pequenas e dispersas de nanotubos melhoraram as propriedades mecânicas do compósito. A 900°C, temperatura utilizada no presente trabalho, eles verificaram que ocorreu a aglomeração de nanotubos de carbono e formação de TiC, levando a um declínio na resistência à compressão e nas propriedades tribológicas dos compósitos fabricados.

5 CONCLUSÃO

O compósito metálico proposto foi produzido por moagem de alta energia, sinterização a vácuo e caracterizado microestrutural e termicamente. O uso de um agente controlador de processo é recomendado para evitar a soldabilidade excessiva dos pós no jarro de moagem. A matriz metálica deveria ser a base de Ti-6Al-4V e o reforço utilizado foi fibra de carbono residual (25% em volume) da produção de compósitos poliméricos estruturais produzidos por RTM. A manipulação dos pós (da liga e do compósito) em atmosfera de argônio mostrou-se fundamental para evitar o contato com o oxigênio do ar. Verifica-se, assim, que é necessária a realização de uma dispersão prévia da fibra de carbono em álcool isopropílico antes da mistura com os pós da liga de modo a formar o compósito. Além disso, a utilização do vácuo durante a sinterização é essencial, uma vez que o titânio é extremamente reativo, a altas temperaturas, com elementos intersticiais como oxigênio e carbono.

Os resultados da análise térmica mostraram que a liga sofre oxidação com o aumento de temperatura, ganhando massa, devido à formação dos óxidos TiO, Ti₂O₃, e TiO₂. Já a fibra de carbono perde massa com o aumento da temperatura, devido à sua instabilidade termo-oxidativa, em que o carbono é eliminado na forma de gás à medida em que se incrementa a temperatura. A sinterização do compósito a 900°C por cinco e por duas horas possibilitou a reação de titânio com o carbono e com o oxigênio, formando TiC e óxidos de titânio, resultando em um compósito com características frágeis, no entanto, o processo foi capaz de produzir um material com dispersão homogênea, e com a fibra bem aderida à matriz. Já a sinterização da liga Ti-6Al-4V, a 900°C durante cinco horas, foi satisfatória, pois ela apresentou aspecto metálico e microestrutura formada por fases $\alpha + \beta$.

Para trabalhos futuros, sugere-se testar outras temperaturas e formas de sinterização, como sinterização por plasma, e diminuir a porcentagem de fibra em diferentes frações, de modo a evitar a formação de TiC e não prejudicar as propriedades mecânicas. Além disso, é necessária realização de ensaios mecânicos experimentais, considerando a limitação de tamanho dos equipamentos de ensaios mecânicos disponíveis.

REFERÊNCIAS

ADEGBENJO, A. O. *et al.* Spark plasma sintering of graphitized multi-walled carbon nanotube reinforced Ti6Al4V. **Materials & Design**, Surrey, v. 128, p. 119-129, aug. 2017. Disponível em: <https://reader.elsevier.com/reader/sd/pii/S0264127517304689?token=44DFAC2AA2F7CCFE68A3AD2758AB9A2195B16A32F9B88E72C8B72B7C8ABF0D6E09E9B8163A97238062BF7F5EE525D8E4>. Acesso em: 27 set. 2019.

ALMEIDA, G. F. C. *et al.* Estudo da nitretação por plasma na fluência da liga Ti-6Al-4V. **Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração**, São Paulo, v. 13, n. 4, p. 331-339, out./dez. 2016. Disponível em: <http://tecnologiammm.com.br/files/v13n4/tmm1068.pdf>. Acesso em: 27 set. 2019.

ASL, M. S. *et al.* Effects of sintering temperature on microstructure and mechanical properties of spark plasma sintered titanium. **Materials Chemistry and Physics**, Lausanne, v. 203, p. 266-273, jan. 2018. Disponível em: <https://reader.elsevier.com/reader/sd/pii/S0254058417307708?token=680929F13A496AB8709825A0D97DD040860600086E573852F279073FB5AD06BEDC9192BD385598F34393480B3F3819B7>. Acesso em: 27 set. 2019.

BOLZONI, L.; RUIZ-NAVAS, E. M.; GORDO, E. Quantifying the properties of lowcost powder mettallurgy titanium alloys. **Materials Science & Engineering A**, Lausanne, v. 687, p. 47–53, feb. 2017. Disponível em: <https://reader.elsevier.com/reader/sd/pii/S0921509317300692?token=1661C147582CA9E191D2E738074BD5547490B002117EB95E6B35BE1854F6BDB9B44F501EC17E08C5C246983C0A643B46>. Acesso em: 27 set. 2019.

CHU, K. *et al.* Interface design of graphene/copper composites by matrix alloying with Ti. **Materials & Design**, Surrey, v. 144, p. 290-303, apr. 2018. Disponível em: <https://reader.elsevier.com/reader/sd/pii/S0264127518301254?token=5A40E8A67CDECCE147B572A49E0D522EEA1CF44CE1F5A6A6AA5089D8FFA0333AC17BAE2C5BF13517EA467566162CE984>. Acesso em: 27 set. 2019.

COSTA, A. L. M.; ISHIKAWA, T. T. **Efeito do hidrogênio na moagem de metais de transição**. São Carlos: Universidade Federal de São Carlos. Disponível em: https://www.researchgate.net/profile/Andre_Costa70/publication/325070373_EFEITO_DO_HIDROGENIO_NA_MOAGEM_DE_METAIS_DE_TRANSICAO/links/5af4b262a6fdcc0c030af8a8/EFEITO-DO-HIDROGENIO-NA-MOAGEM-DE-METAIS-DE-TRANSICAO.pdf. Acesso em: 27 set. 2019.

DA CRUZ, A. C. *et al.* Produção de pó de alumínio ultrafino em nova versão de reator a plasma. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS, 14., 2000, São Pedro. **Anais [...]**. São Pedro: CBECIMAT, 2000. Disponível em: <https://www.ipen.br/biblioteca/cd/cbecimat/2000/Docs/TC311-004.pdf>. Acesso em: 27 set. 2019.

EVEN, C.; ARVIEUR, C.; QUENISSET, J.M. Powder route processing of carbon fibres reinforced titanium matrix composites. **Composites Science and Technology**, Barking, v. 68,

n. 6, p. 1273-1281, may 2008. Disponível em: <https://reader.elsevier.com/reader/sd/pii/S0266353807004848?token=C06D93BE5891BFFE1D6A821E2DA8C0BAF254E550E120B50F5CF26533483B67CA76FFCA538A2D9010D662BE4C59402AF5>. Acesso em: 27 set. 2019.

FLORIO, Daniel Zanetti de. **Estudos de sinterização e de envelhecimento térmico de cerâmicas de zircônia-ítria por espectroscopia de impedância**. 1998. 101 f. Dissertação (Mestrado em Ciências) - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1998. Disponível em: <http://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/85/85131/tde-14022002-175024/en.php>. Acesso em: 27 set. 2019.

FURTADO, Nélío Scrivener. **Preparação e caracterização do compósito de liga de alumínio AA6061 reforçado com diferentes concentrações de escória de alto forno a coque metalúrgico via metalurgia do pó**. 2016. 104 f. Dissertação (Mestrado em Integridade de Materiais da Engenharia) – Faculdade Gama/Faculdade de Tecnologia, Universidade de Brasília, Brasília, 2016. Disponível em: http://repositorio.unb.br/bitstream/10482/23175/1/2016_N%c3%a9lioScrivenerFurtado.pdf. Acesso em: 27 set. 2019.

GEMELLI, E.; CAMARGO, N. H. A. Oxidation kinetics of commercially pure titanium. **Revista Matéria**, Rio de Janeiro, v. 12, n. 3, p. 525-531, 2007. Disponível em: <http://www.scielo.br/pdf/rmat/v12n3/v12n3a14.pdf>. Acesso em: 27 set. 2019.

GROSSI, Lara Jardim. **Estudo da influência do tempo da moagem na obtenção da liga Cu-13Al-4Ni via metalurgia do pó**. 2016. 90 f. Dissertação (Mestrado em Ciências Mecânicas) – Faculdade de Tecnologia, Universidade de Brasília, Brasília, 2016. Disponível em: <http://repositorio.unb.br/handle/10482/22414>. Acesso em: 27 set. 2019.

HEXCEL CORPORATION. **HexTow® AS4 carbon fiber**. Stamford, 2016.

HU, Z. *et al.* Fabricating graphene-titanium composites by laser sintering PVA bonding graphene titanium coating: microstructure and mechanical properties. **Composites Part B: engineering**, Oxford, v. 134, p. 133-140, feb. 2018. Disponível em: <https://reader.elsevier.com/reader/sd/pii/S135983681730255X?token=C34C5B0A8F4EAECCB69FDE120F81ADB814436A4C4ADD2D84595EA0D5A221F73937CE2A7A4868C98FB140F2950C8B00F2>. Acesso em: 27 set. 2019.

JAGADISH, P. R. *et al.* Cost effective thermoelectric composites from recycled carbon fibre: from waste to energy. **Journal of Cleaner Production**, Amsterdam, v. 195, p. 1015-1025, sep. 2018. Disponível em: <https://reader.elsevier.com/reader/sd/pii/S0959652618315919?token=A5DB2466DD467226BCEAA78F155681B8FF2CC2410FB5D8CCE78AF88ECBABB48BEB3955A555FC1F43E75B922E4F5A8AA4>. Acesso em: 27 set. 2019.

LOPES, Gabriel do Lago. **Tialita obtida por moagem de alta energia e sinterizada pelas técnicas convencional e assistida por corrente elétrica**. 2016. 75 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) - Universidade Federal de Alfenas, Poços de Caldas, 2016. Disponível em: <http://bdtd.unifal-mg.edu.br:8080/bitstream/tede/865/5/DISSERTA%c3%87%c3%83O%20Gabriel%20do%20>

Lago%20Lopes%202016.pdf. Acesso em: 27 set. 2019.

LUO, X. *et al.* Effect of Mo coating on the interface and mechanical properties of SiC fiber reinforced Ti6Al4V composites. **Materials Science & Engineering A**, Lausanne, v. 550, p. 286-292, jul. 2012. Disponível em: <https://reader.elsevier.com/reader/sd/pii/S0921509312006193?token=E8DF3EE1721C5433E7E32EA32B24584A20672B473B58FFDC936A161B94FF8F7BCBE49E5B9740FE64131304C5AFCA27B0>. Acesso em: 27 set. 2019.

LYNE, C. T. *et al.* Evaluation of ionic liquid epoxy carbon fiber composites in a cryogenic environment. **Results in Physics**, Amsterdam, v. 8, p. 513-515, mar. 2018. Disponível em: <https://reader.elsevier.com/reader/sd/pii/S2211379717316029?token=751C7716C45F87EE27BB35ADEB59B568BE913D37A1D642CB9756D990687117BDB2B4BD806211CB73D33CCB9A0897972B>. Acesso em: 27 set. 2019.

MACEDO, Amanda Regina de Souza. **Obtenção e caracterização de uma fita dielétrica a base de diatomita através do processo tape casting**. 2017. 80 f. Dissertação (Mestrado em Ciências e Engenharia de Materiais) – Centro de Ciências Exatas e da Terra, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2017. Disponível em: https://repositorio.ufrn.br/jspui/bitstream/123456789/24002/1/ObtencaoCaracterizacaoFita_Macedo_2017.pdf. Acesso em: 27 set. 2019.

MAJA, M. E. *et al.* Nanoindentation studies on TiN nanoceramic reinforced Ti-6Al-4V matrix composite. **Ceramics International**, Oxford, v. 44, n. 4, p. 4419-4425, mar. 2018. Disponível em: <https://reader.elsevier.com/reader/sd/pii/S0272884217327372?token=0599EA3027BE945D3008F55E323FD7CF15B500AD92DDB86E68A500E701C12AD7709BB96835AAF240A53FB2A2D662BC87>. Acesso em: 27 set. 2019.

MINATTI, J.; FURLAN, G.; RODRIGUES, D. Obtenção e caracterização de pós de Ti-13Nb-13Zr por moagem de alta energia para aplicações biomédicas. In: CONFERÊNCIA BRASILEIRA SOBRE TEMAS DE TRATAMENTO TÉRMICO, 6., 2012, Atibaia. **Anais [...]**. Atibaia: TTT, 2012. Disponível em: <http://www.metallum.com.br/TTT2012/ANAIS/PDF/03-009.pdf>. Acesso em: 27 set. 2019.

MOLISANI, A. L.; GOLDENSTEIN, H.; YOSHIMURA, H. N. **Sinterização de cerâmicas técnicas no estado sólido e assistida por fase líquida**. Disponível em: https://www.researchgate.net/profile/Helio_Goldenstein/publication/263734197_Sinterizacao_de_Ceramicas_Tecnicas_no_Estado_Solido_e_Assistida_por_Fase_Liquida/links/0a85e53bc4e6ad5f88000000/Sinterizacao-de-Ceramicas-Tecnicas-no-Estado-Solido-e-Assistida-por-Fase-Liquida.pdf. Acesso em: 27 set. 2019.

MONTEIRO, Anderson Dias. **Obtenção do compósito Nb-Cu via metalurgia do pó**. 2016. 71 f. Dissertação (Mestrado em Integridade de Materiais da Engenharia) – Faculdade Gama/Faculdade de Tecnologia, Universidade de Brasília, Brasília, 2016. Disponível em: <http://repositorio.unb.br/handle/10482/22467>. Acesso em: 27 set. 2019.

MORGAN, P. **Carbon fiber and their composites**. Boca Raton: Taylor & Francis Group, CRC Press, 2005.

MUNIR, K. S. *et al.* Improving the strengthening efficiency of carbon nanotubes in titanium metal matrix composites. **Materials Science & Engineering A**, Lausanne, v. 696, p. 10-25, jun. 2017a. Disponível em: <https://reader.elsevier.com/reader/sd/pii/S0921509317304689?token=271F6A1017EBF523CCBC8971422F469FF6734FE227B1E33E99020E7B09F51F6FE731205C904EFF189C902298480C7D40>. Acesso em: 27 set. 2019.

MUNIR, K. S. *et al.* Microstructure and mechanical properties of carbon nanotubes reinforced titanium matrix composites fabricated via spark plasma sintering. **Materials Science & Engineering A**, Lausanne, v. 688, p. 505-523, mar. 2017b. Disponível em: <https://reader.elsevier.com/reader/sd/pii/S0921509317301673?token=F4ECFA1E0D4B3835D37F5F3AF9AD4AB82436C03BF1BEF301727AAA93EE43C282BAC7E60E8314015A8AC58268912279F5>. Acesso em: 27 set. 2019.

NEWCOMB, B. A. Processing, structure, and properties of carbon fibers. **Composites Part A: applied science and manufacturing**, Kidlington, v. 91, p. 262-282, dec. 2016. Disponível em: <https://reader.elsevier.com/reader/sd/pii/S1359835X16303451?token=B095BC12A34A3112AFD41F96A25CD6C15AA7C87638010065A37F5804D9A935248E4E6CCEDA12B1238FD546B3698BEC4C>. Acesso em: 27 set. 2019.

NIKNAM, S. A. *et al.* Dry and semi-dry turning of titanium metal matrix composites (Ti-MMCs). **Procedia CIRP**, Amsterdam, v. 77, p. 62-65, 2018. Disponível em: <https://reader.elsevier.com/reader/sd/pii/S2212827118310643?token=9329F55DE786245B7A47C7CE57178731CCBE29E7AFA5959580B40CB8B7FCD116D487575FC15F7F031557D8917622D554>. Acesso em: 27 set. 2019.

OLIVEIRA, Gerlânea Silva de. **Estudo e caracterização de compósitos de metal duro com adição de Ni (WC-Ni)**. 2016. 84 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e engenharia dos materiais) – Centro de Ciências Exatas e da Terra, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2016. Disponível em: https://repositorio.ufrn.br/jspui/bitstream/123456789/22250/1/EstudoCaracterizacaoComp%3b3sitos_Oliveira_2016.pdf. Acesso em: 27 set. 2019.

OLIVEIRA, Verônica Mara Cortez Alves de. **Estudo do fenômeno da fluência na liga Ti-6Al-4V submetida a tratamentos de nitretação e carbonetação por plasma**. 2010. 118 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2010. Disponível em: <http://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/97/97134/tde-20082013-144128/en.php>. Acesso em: 27 set. 2019.

PHILLIPS, R; VASTOLA, F. J.; WALKER JÚNIOR, P. L. Factors affecting the product ratio of the carbon-oxygen reaction – II. Reaction Temperature. **Carbon**, Elmsford, v. 8, n. 2, p. 205-210, mar. 1970. Disponível em: <https://reader.elsevier.com/reader/sd/pii/0008622370901156?token=5DC614E11DC46096728B074564896918CE628B2686DF876BF7AB575FF3A233C0E3AF0287F51BBB1C0C8689046859B723>. Acesso em: 27 set. 2019.

PIVATTO, Amanda Brandenburg. **Reforço estrutural à flexão para viga biapoiada de concreto armado por chapas metálicas e compósito reforçado com fibras de carbono**. 2014. 126 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Curso Superior de Engenharia Civil) -

Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2014.

SALES, Isabella Lourrane Nunes de. **Análise comparativa entre ensaio experimental utilizando a correlação digital de imagens, simulação pelo software FEMAP® e o método analítico da tração por compressão diametral em concreto.** 2019. 46 f. Monografia (Bacharelado em Engenharia Civil) - Universidade Federal Rural do Semi-Árido, Mossoró, 2019.

SONI, J. F. *et al.* Análise comparativa em modelo computadorizado bidimensional com simulação do emprego de hastes flexíveis de aço e titânio, na fratura do fêmur da criança, utilizando o método dos elementos finitos. **Revista Brasileira de Ortopedia**, Rio de Janeiro, v. 43, n. 5, p. 183-192, may 2008. Disponível em: <http://www.scielo.br/pdf/rbort/v43n5/05.pdf>. Acesso em: 27 set. 2019.

SHIRVANIMOOGHADDAM, K. *et al.* Carbon fiber reinforced metal matrix composites: fabrication processes and properties. **Composites Part A: applied science and manufacturing**, Kidlington, v. 92, p. 70-96, jan. 2017. Disponível em: <https://reader.elsevier.com/reader/sd/pii/S1359835X16303591?token=325A270B67EFCAB85DB0D044FA23CA7EA4C1D624E215DA420326B56116E3ADE37DBED19E8987290ABC7EA57071FC779B>. Acesso em: 27 set. 2019.

SILVA, Eduardo Serafim. **Estudo da influência do tratamento térmico na microestrutura da liga de bronze-alumínio sinterizada.** 2017. 93 f. Dissertação (Mestrado em Materiais para Engenharia) - Universidade Federal de Itajubá, Itajubá, 2017a. Disponível em: https://repositorio.unifei.edu.br/xmlui/bitstream/handle/123456789/938/dissertacao_silva9_2017.pdf?sequence=1&isAllowed=y. Acesso em: 27 set. 2019.

SILVA, Mariana Chianca Lúcio da. **Estudo do efeito da alumina no sistema WC-Al₂O₃ via metalurgia do pó.** 2017. 80 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Centro de Ciências Exatas e da Terra, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2017b. Disponível em: https://repositorio.ufrn.br/jspui/bitstream/123456789/22555/1/EstudoEfeitoAlumina_Silva_2017.pdf. Acesso em: 27 set. 2019.

SILVA, Renato Rafael. **Estudo de variáveis de processo na fabricação de espumas de alumínio por metalurgia do pó.** 2017. 231 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2017c. Disponível em: <http://repositorio.unicamp.br/handle/REPOSIP/330765>. Acesso em: 27 set. 2019.

SIVAKUMAR, G.; ANANTHI, V.; RAMANATHAN, S. Production and mechanical properties of nano SiC particle reinforced Ti-6Al-4V matrix composite. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, Changsha, v. 27, n. 1, p. 82-90, jan. 2017. Disponível em: <https://reader.elsevier.com/reader/sd/pii/S1003632617600098?token=57E90BE81344F5E2DAF0B9F11315388921758D324CACFDC9B5323645C64747B8DF33807624B73C0CA85122AD52A2186B>. Acesso em: 27 set. 2019.

SOUZA, José Raelson Pereira de. **Efeito da sinterização e da moagem de alta energia na microestrutura e nas propriedades mecânicas em ligas de alumínio recicladas a partir de**

latas de bebidas. 2017. 70 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Centro de Ciências Exatas e da Terra, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2017. Disponível em: https://repositorio.ufrn.br/jspui/bitstream/123456789/23684/1/EfeitoSinterizacaoMoagem_Souza_2017.pdf. Acesso em: 27 set. 2019.

SOUZA, M. L. R. *et al.* Effects of plasma immersion ion implantation on fatigue properties of titanium alloy surfaces. **Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo**, Campinas, v. 36, n. 3, p. 131-138, nov. 2018. Disponível em: <http://www.sbvacu.org.br/rbav/index.php/rbav/article/view/1070/1097>. Acesso em: 27 set. 2019.

SRIVASTAVA, A. K. *et al.* Hardness measurement of surfaces on hybrid metal matrix composite created by turning using an abrasive water jet and WED. **Measurement**, Amsterdam, v. 131, p. 628-639, jan. 2019. Disponível em: <https://reader.elsevier.com/reader/sd/pii/S0263224118308558?token=583DF64C91B4B707436F383CA7ABA00594FDC87BE37F76F33BB256E20422CFBEC065204D6819B4DC2F3BD0A800C359C1>. Acesso em: 27 set. 2019.

STURGEON, R. E. *et al.* Carbon-oxygen reactions in graphite furnace atomic absorption spectrometry. **Analytical Chemistry**, Washington, v. 58, p. 42-50, 1986. Disponível em: <https://pubs.acs.org/doi/pdf/10.1021/ac00292a013>. Acesso em: 27 set. 2019.

TADEI, E. B. *et al.* Sinterização a vácuo da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta. **Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo**, Campinas, v. 23, n. 1, p. 68-72, jan. 2004. Disponível em: <http://www.sbvacu.org.br/rbav/index.php/rbav/article/view/139/136>. Acesso em: 27 set. 2019.

TEBCHERAN, S. M. *et al.* Cinética de sinterização para sistemas à base de SnO. **Cerâmica**, São Paulo, v. 49, p. 99-109, 2003.

VIANA, Marina Ferraz. **Investigações sobre processos de fabricação de compósitos de liga de Al reforçados com macro e micro partículas cerâmicas**. 2017. 227 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2017. Disponível em: <http://repositorio.unicamp.br/handle/REPOSIP/322589>. Acesso em: 27 set. 2019.

VLCÁK, P. *et al.* The microstructure and surface hardness of Ti6Al4V alloy implanted with nitrogen ions at an elevated temperature. **Journal of Alloys and Compounds**, Lausanne, v. 620, p. 48-54, jan. 2015. Disponível em: <https://reader.elsevier.com/reader/sd/pii/S0925838814022981?token=0280FFA4A6CCCBBE1B74AEC364F5E28CA46B793B5855625C0FD769643652C0465C02CEACD191A500E14FE02C67CF516A>. Acesso em: 11 out. 2019.

WANG, F. C. *et al.* Rapid and low temperature spark plasma sintering synthesis of novel carbon nanotube reinforced titanium matrix composites. **Carbon**, Elmsford, v. 95, p. 396-407, dec. 2015. Disponível em: <https://reader.elsevier.com/reader/sd/pii/S0008622315301780?token=ABA41223ACD204DC0902E8D5456433FE808747F5FD5529F6A354638E746D999EADEC9C7552D671C42D0587847CE432D7>. Acesso em: 27 set. 2019.

WALKER JÚNIOR, P. L.; TAYLOR, R. L.; RANISH, J. M. An update on the carbon-oxygen reaction. **Carbon**, Elmsford, v. 29, n. 3, p. 411-421, 1991. Disponível em: <https://reader.elsevier.com/reader/sd/pii/000862239190210A?token=680445AA1CB1C5FE85865E7489331E573B4D911CCDD3E988A84D4603104484CBE17ADC48755DCD734690C46A4DDAA77F>. Acesso em: 27 set. 2019.

XU, J. *et al.* Microstructure and mechanical properties of Ti-6Al-4V alloy fabricated using electron beam freeform fabrication. **Vacuum**, London, v. 167, p. 364-373, sep. 2019. Disponível em: <https://reader.elsevier.com/reader/sd/pii/S0042207X19310358?token=B5E5A358F3641D2BC1AFB7B6A788C73B965509D515DC6A9675B4BFB086A9C0FEA2B490174A7EA4A1094B9FF72AB25EC2>. Acesso em: 27 set. 2019.

XU, X.; NASH, P. Sintering mechanisms of Armstrong prealloyed Ti-6Al-4V powders. **Materials Science & Engineering A**, Lausanne, v. 607, p. 409-416, jun. 2014. Disponível em: <https://reader.elsevier.com/reader/sd/pii/S0921509314003141?token=964FED7F07F25F4FE01CE5E98622DAD7A7CFE2EA31408D3BB745D3527C88F204BA15A05239EBEF1123F7A1B028AD55FD>. Acesso em: 27 set. 2019.

YAN, Y.; NASH, G. L.; NASH, P. Effect of density and pore morphology on fatigue properties of sintered Ti-6Al-4V. **International Journal of Fatigue**, Guildford, v. 55, p. 81-91, oct. 2013. Disponível em: <https://reader.elsevier.com/reader/sd/pii/S0142112313001576?token=15921D7BD966CB2B5D3D1C47ABDA9E9F06A22F7F03C5F0AD7DB0EFD551DFE32380C1C371607D237A1D29F5E9C2C1E4A4>. Acesso em: 27 set. 2019.

YI, C. *et al.* Direct nanomechanical characterization of carbon nanotube – Titanium Interfaces. **Carbon**, Elmsford, v. 132, p. 548-555, jun. 2018. Disponível em: <https://reader.elsevier.com/reader/sd/pii/S0008622318301933?token=0610A84DCF4B61EA04C143756BEB72321DB8496B80052411BBE5DECCB6653A66D715130D1C4CC71824B41441941D501F>. Acesso em: 27 set. 2019.

ZABIHI, O. *et al.* Carbon fibre surface modification using functionalized nanoclay: a hierarchical interphase for fibre-reinforced polymer composites. **Composites Science and Technology**, Barking, v. 148, p. 49-58, aug. 2017. Disponível em: <https://reader.elsevier.com/reader/sd/pii/S0266353816320401?token=EA9B4665FCB9E28B4ED5EFB83CB95F5D971E997916B7A9B6776495E472C747C8D562F5664055D2B91525EBDD777566E1>. Acesso em: 27 set. 2019.

ZEPKA, S. *et al.* Efeito do tratamento de implantação iônica por imersão em plasma na resistência ao desgaste da liga Ti-6Al4V. **Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração**, São Paulo, v. 12, n. 2, p. 97-101, abr./jun. 2015. Disponível em: <http://tecnologiамmm.com.br/files/v12n2/v12n2a01.pdf>. Acesso em: 27 set. 2019.

ZHANG, Q. *et al.* Hierarchical composites of carbon nanotubes on carbon fiber: influence of growth condition on fiber tensile properties. **Composites Science and Technology**, Barking, v. 69, n. 5, p. 594-601, apr. 2009. Disponível em: <https://reader.elsevier.com/reader/sd/pii/S0266353808004995?token=595E872A317B890A776DB8AEF5C01747C7C649210233430E2FBE2531E2DA96FCB5B8CB8FEADB44DE23F642DBF613D2F7>. Acesso em: 27 set. 2019.

ZHU, D.; ZHANG, X.; DING, H. Tool wear characteristics in machining of nickel-based superalloys. **International Journal of Machine Tools & Manufacture**, Oxford, v. 64, p. 60-77, jan. 2013. Disponível em: <https://reader.elsevier.com/reader/sd/pii/S0890695512001575?token=6AA8B51C48C817B4941CD461F5583E8B7558FFF67D118352CCF233577CED67AAB7401044F1546BF9D0C87F43FC369003>. Acesso em: 27 set. 2019.

ZENG, C. *et al.* Titanium and nitrogen interactions under laser additive manufacturing conditions. **Surface & Coatings Technology**, Lausanne, v. 378, p. 1-7, nov. 2019. Disponível em: <https://reader.elsevier.com/reader/sd/pii/S0257897219309363?token=E2D5A3009356D84FC512D405E5AD6B20C3BB429C3006F2485641FA48756BC747D7FD03A0D818A6F53BD9810D4237CD68>. Acesso em: 11 out. 2019.

APÊNDICE A – Método de cálculo do tamanho dos pós precursores

O cálculo do tamanho dos pós precursores foi feito através do *software ImageJ*. Para isso, abriu-se a imagem desejada no aplicativo. Na barra de escala, fez-se uma linha, e, em “analyze” -> “set scale”, determinou-se a escala em μm . Em seguida, em “rectangle”, somente a imagem das partículas sem a barra de informação foi selecionada, em “image” -> “crop”, cortou-se a imagem. Com o botão de “oval” ativado, as partículas consideradas maiores foram delimitadas, em um critério visual, e, a cada seleção, apertou-se “delete”. Com todas as partículas maiores deletadas, aplicou-se o “threshold”, em “image” -> “adjust” -> “threshold”, deixando em vermelho apenas o que se deletou. Após a aplicação do “threshold”, tem-se as partículas maiores em preto. Por fim, em “analyze” -> “analyze particles”, em “show” colocou-se “outlines” para considerar as partículas das bordas também, e obtiveram-se os resultados selecionados. O mais importante deles, nesse caso, é a área, uma vez que a média dos resultados foi a média encontrada para os tamanhos das partículas grosseiras. O mesmo método é seguido para as partículas finas, mas, ao invés de selecionar as partículas maiores para o “threshold”, foram selecionadas as partículas menores, em critério visual, procurando englobar aquelas que não haviam sido selecionados, principalmente as que estavam em cima de partículas maiores.

Para o cálculo do tamanho médio dessas partículas, tanto as grosserias como as finas, considerou-se a área média como sendo a área de uma circunferência. Utilizando a fórmula da área de uma circunferência, calculou-se o raio médio das partículas, e, multiplicando por dois, obteve-se o diâmetro médio, que foram os resultados apresentados, considerados o tamanho médio das partículas.