



**Catarina Beatriz Mendes Valente**

Licenciatura em Ciências da Engenharia Mecânica

**Estudo do Comportamento Mecânico de  
uma Liga de Titânio-Tântalo, Ti10Ta,  
Produzida por LASER *Cladding***

Dissertação para obtenção do Grau de Mestre em  
Engenharia Mecânica

Orientadora: Professora Doutora Teresa Leonor Ribeiro  
Cardoso Martins Morgado, Professora Auxiliar, FCT-UNL

Júri:

Presidente: Professor Doutor Jorge Joaquim Pamies Teixeira  
Arguente: Professor Doutor José Filipe Castanheira Pereira Antunes  
Simões  
Vogal: Professora Doutora Teresa Leonor Ribeiro Cardoso Martins Morgado



FACULDADE DE  
CIÊNCIAS E TECNOLOGIA  
UNIVERSIDADE NOVA DE LISBOA

Setembro de 2017



**Estudo do Comportamento Mecânico de uma Liga de Titânio-Tântalo, Ti10Ta, Produzida por LASER *Cladding***

Copyright © Catarina Beatriz Mendes Valente, Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade Nova de Lisboa.

A Faculdade de Ciências e Tecnologia e a Universidade Nova de Lisboa têm o direito, perpétuo e sem limites geográficos, de arquivar e publicar esta dissertação através de exemplares impressos reproduzidos em papel ou de forma digital, ou por qualquer outro meio conhecido ou que venha a ser inventado, e de a divulgar através de repositórios científicos e de admitir a sua cópia e distribuição com objetivos educacionais ou de investigação, não comerciais, desde que seja dado crédito ao autor e editor.



*Aos meus pais...*



## Agradecimentos

À minha orientadora, Professora Doutora Teresa Leonor Ribeiro Cardoso Martins Morgado, pela oportunidade de realizar este trabalho, por toda a orientação, disponibilidade e apoio constante ao longo das várias etapas, pela motivação e por todas as boleias nacionais e internacionais.

Ao Sr. Josu Leunda do Centro Tecnológico espanhol *IK4-TEKNIKER*, pelo tempo despendido na produção da liga por LASER *cladding* e pela ajuda prestada nos esclarecimentos de dúvidas existentes.

Aos Srs. Engenheiros Nuno Roma e Eduardo Pimentel da empresa JDEUS, S.A. - João de Deus & Filhos, S.A., Setúbal, pela possibilidade que me deu de realizar na JDEUS, S.A. o corte dos provetes a ensaiar e das amostras para determinação da dureza e ainda por toda a ajuda prestada na explicação do processo de corte utilizado e conselhos dados para a escrita da tese.

Aos técnicos Sr. Paulo Magalhães e Sr. António Campos do Laboratório de Processamento Técnico de Materiais, Laboratório de Processamento Mecânico de Materiais e Laboratório de Caracterização de Materiais do DEMI – Departamento de Engenharia Mecânica e Industrial da FCT-UNL – Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa, pela constante disponibilidade para auxiliar em tudo o que era preciso, principalmente na parte experimental dos ensaios de dureza.

Ao Engenheiro Edgar Alexandre Freitas Camacho e ao Professor Doutor Alexandre José da Costa Velhinho do CENIMAT – Centro de Investigação de Materiais da FCT-UNL por toda a ajuda durante as várias fases de desenvolvimento deste trabalho.

Ao Professor Doutor Jorge Joaquim Pamies Teixeira por todo o auxílio e tempo disponibilizado, que possibilitaram a realização da parte experimental necessária à presente dissertação.

Ao Engenheiro André Alves pelo auxílio e constante disponibilidade demonstrada para ajudar nas várias fases do trabalho.

Ao Professor Doutor Ricardo António Lamberto Duarte Cláudio do DEM - Departamento de Engenharia Mecânica da ESTS-IPS – Escola Superior de Tecnologia de Setúbal do Instituto Politécnico de Setúbal pelo auxílio na realização dos ensaios de fadiga.

Aos amigos e colegas de laboratório, alunos do Mestrado Integrado em Engenharia Mecânica da FCT-UNL, Ricardo Paulo, Beatriz Arraiano e Miguel Mousinho pelas sugestões técnicas e companheirismo.

Aos meus amigos académicos e não académicos, à Inês, à Catarina, às Filipas, à Jéssica, aos Tiagos, ao Ricardo, à Beatriz, principalmente pela partilha, apoio, desabafos e conselhos.

Ao João por toda a paciência e apoio incondicional a todo o momento que possibilitou ultrapassar os momentos menos fáceis de forma mais tranquila e assertiva e ainda pela constante disponibilidade para dar sugestões a nível técnico.

Aos meus pais, por todo o esforço que fizeram e pelo apoio e carinho que ao longo destes meses me transmitiram. Agradeço também muito a confiança que depositam em mim e que me faz acreditar sempre que é possível.

Por fim, queria ainda agradecer de um modo geral a todos aqueles com que me cruzei durante esta caminhada, mesmo não tendo referindo o nome, e que de uma maneira ou de outra contribuíram para facilitar e melhorar este percurso.

## Resumo

O objetivo desta dissertação assenta no estudo do comportamento mecânico da liga de Titânio-Tântalo (Ti-Ta), Ti10Ta, produzida pelo recente processo de LASER *cladding*, estudo este motivado pelo escasso conhecimento técnico-científico existente relativamente às propriedades mecânicas das ligas Ti-Ta, e em específico da Ti10Ta, principalmente as produzidas por este processo.

No âmbito da dissertação, o estudo inclui o processo de fabrico de provetes da liga de titânio na composição de 10 wt.% (*weight percentage*) de tântalo, abordando os parâmetros do processo selecionados para o fabrico dos mesmos, tanto na fase de produção de provetes do material por LASER *cladding* como na fase de corte dos provetes por eletroerosão por fio e, como parte principal, o estudo das propriedades mecânicas da liga Ti10Ta.

Na presente dissertação, para a caracterização mecânica da liga Ti10Ta, realizaram-se ensaios de dureza, tração e fadiga. A partir destes ensaios foram determinadas a dureza Vickers da liga, as curvas de tensão-extensão incluindo o tratamento de dados para obtenção da tensão de cedência, de rotura e respetivas extensões, do módulo de Young, da extensão após fratura e redução média da área de secção dos provetes/coeficiente de estrição, permitindo a conclusão sobre a ductilidade da liga. Adicionalmente, foi ainda obtida na presente dissertação, a equação que traduz a região de deformação plástica uniforme do material. Ao nível do comportamento à fadiga do material, foi também obtida a curva *S-N* (ou curva tensão-número de ciclos à fadiga), considerando 3 patamares de tensão nominal máxima, e conseqüentemente determinada a equação associada a esta curva.

**Palavras-chave:** Liga Ti10Ta, LASER *cladding*, Eletroerosão por Fio, Dureza Vickers, Tração, Fadiga



## Abstract

The objective of this master thesis relies on the study of the mechanical behaviour of the Titanium-Tantalum (Ti-Ta) alloy, Ti10Ta, produced by the recent process of LASER cladding, being the realization of this study motivated by the existing lack of technical-scientific knowledge in what is related to the mechanical properties of the Ti-Ta alloys, and in specifically the Ti10Ta, mainly the ones produced by this process.

In the scope of the dissertation, the study includes the entire manufacturing process of the specimens of the titanium alloy with a composition of 10 wt.% (weight percentage) of tantalum, approaching the selected process parameters used in the fabrication of them, both in the production phase of the specimens by LASER cladding and in the cut phase of the specimens with wire-EDM – wire-electrical discharge machining and, as the main part, the study of the mechanical properties of the Ti10Ta alloy.

In the present dissertation, to the mechanical characterization of Ti10Ta alloy, hardness, tensile and fatigue tests were realized. From these tests was possible to determine the Vickers hardness of the alloy, tensile-strain curves including the data treatment to the obtention of the yield strength, ultimate tensile strength and the respective strains, the Young modulus, the total strain after fracture and the medium section reduction of the specimens, allowing to conclude about the ductility of the alloy. Additionally, it was also obtained in the present dissertation, the equation that translates the uniform region of plastic deformation of the material. In what regards to the fatigue behaviour of the material, the *S-N* curve (or stress-number of cycles to fatigue curve) was also obtained, considering 3 levels of maximum nominal stress, and consequently determined the equation associated to this curve.

**Key-words:** Ti10Ta Alloy, LASER cladding, Wire-EDM, Vickers Hardness, Tensile, Fatigue



# Índice

1	Introdução .....	1
1.1	Motivação .....	1
1.2	Objetivos.....	1
1.3	Estrutura da Dissertação .....	1
2	Revisão Bibliográfica.....	3
2.1	Titânio .....	3
2.1.1	História do Titânio.....	3
2.1.2	Propriedades do Titânio e das suas Ligas .....	4
2.1.3	Aplicações do Titânio e das suas Ligas .....	6
2.2	Tântalo.....	8
2.2.1	História do Tântalo .....	8
2.2.2	Propriedades do Tântalo e das suas Ligas .....	9
2.2.3	Aplicações do Tântalo e das suas Ligas .....	11
2.3	Ligas de Titânio-Tântalo (Ti-Ta).....	12
2.4	LASER <i>Cladding</i> .....	16
2.4.1	História do Processo .....	16
2.4.2	Princípios de Funcionamento do Processo.....	18
2.4.3	Aplicabilidade do Processo .....	24
2.4.4	Materiais Utilizados no Processo .....	27
2.4.5	Vantagens e Limitações do Processo .....	28
2.4.6	Desenvolvimentos Recentes do LASER <i>cladding</i> .....	29
2.5	Ensaio Mecânicos.....	33
2.5.1	Ensaio de Tração.....	34
2.5.2	Ensaio de Fadiga.....	37
3	Materiais e Procedimento Experimental .....	43
3.1	Provetes .....	43
3.1.1	Processo de Fabrico dos Provetes .....	44
3.1.2	Processo de obtenção dos orçamentos para fabrico dos provetes e aquisição dos mesmos.....	52

3.2	Procedimento dos Ensaios de Dureza com Micro Indentação .....	55
3.2.1	Preparação das amostras .....	56
3.2.2	Ensaios .....	62
3.3	Procedimento dos Ensaios de Tração .....	67
3.4	Procedimento dos Ensaios de Fadiga .....	71
4	Resultados dos Ensaios e Discussão .....	75
4.1	Ensaios de Dureza .....	75
4.2	Ensaios de Tração.....	79
4.3	Ensaios de Fadiga.....	88
5	Conclusões e Trabalhos Futuros .....	91
	Bibliografia.....	95
	ANEXO A.....	99
	ANEXO B.....	100
	ANEXO C .....	101
	ANEXO D .....	105
	ANEXO E.....	107

# Índice de Figuras

Figura 2.1-Utilização do titânio na turbina GE90 [8] .....	6
Figura 2.2-Componentes de um implante de anca feitos de titânio fundido [7].....	8
Figura 2.3-Módulo de elasticidade do Ti puro e das ligas de Ti-Ta consoante a percentagem de Ta [3] .....	13
Figura 2.4-Variação das propriedades das ligas Ti-Ta consoante a percentagem massa de Ta [3] .....	14
Figura 2.5-Técnicas de tratamento superficial com LASER [33] .....	18
Figura 2.6-Esquemas do processo de LASER cladding executado pelo método de pré-colocação de pós (imagem superior) e pelo método de injeção de pós (imagem inferior) correspondente a uma das variantes do método de alimentação contínua de material de adição durante o processo [36].....	19
Figura 2.7-Esquemas dos diferentes métodos de LASER cladding e variantes do método de uma etapa. a)Método da pré-colocação dos pós; b)Método de aplicação contínua de material durante o processo (método de uma etapa): b1)na forma de pasta; b2)na forma de pó; b3)na forma de arame [28] .....	21
Figure 2.8-Setup utilizado num processo de LASER cladding [38] .....	22
Figure 2.9- LASER cladding head [39].....	22
Figura 2.10-Processo de LASER cladding com visualização do bocal coaxial de uma LASER cladding head [30] .....	23
Figure 2.11-LASER cladding coaxial (à esquerda na figura) e lateral (à direita na figura) com alimentação contínua de pó sobre um substrato em movimento [40] .....	23
Figura 2.12-Esquema de controlo essencial do equipamento de LASER cladding [43] .....	24
Figura 2.13-Revestimento por LASER cladding de uma ferramenta de perfuração para a prospeção de petróleo sujeita a desgaste significativo [28].....	25
Figura 2.14-Reparação por LASER cladding da superfície exterior de um componente de uma arma integrada num submarino [28] .....	26
Figura 2.15-Produção de uma pá nos Sandia National Laboratories nos EUA pelo processo denominado por LASER Engineering Net Shaping™ [28].....	26
Figura 2.16-Esquema do processo de produção por LASER cladding usado na vertente de prototipagem rápida [48] .....	31
Figura 2.17-Esquema de um cordão de revestimento por LASER cladding (clad) com identificação das suas características geométricas [49].....	32

Figura 2.18-Microdureza média em função da temperatura para o revestimento produzido com Inconel 625 por soldadura por arco elétrico e por LASER cladding [51] .....	33
Figura 2.19-Taxa de desgaste em função da temperatura para o revestimento produzido com Inconel 625 por soldadura por arco elétrico e por LASER cladding [51] .....	33
Figura 2.20-Provete normalizado para ensaio de tração [52] .....	34
Figura 2.21-Curva tensão nominal-extensão nominal, obtida num ensaio de tração uniaxial de um material dúctil [52] .....	35
Figura 2.22-Representação num gráfico bilogarítmico da equação $\sigma = K\epsilon^n$ [52].....	37
Figura 2.23-Tipos de ciclo de tensão de fadiga. (a) ciclo alternado; (b) ciclo repetido; (c) ciclo de blocos; (d) ciclo aleatório; ciclo com onda de tensão triangular e trapezoidal nos dois gráficos inferiores [52].....	39
Figura 2.24-Curvas S-N num gráfico $\ln(S)$ em função de $\ln(N)$ [56] .....	42
Figura 3.1-Esquema dos provetes de Ti10Ta normalizados segundo a ASTM E8/E8M-09 .....	43
Figura 3.2-Provete de Ti10Ta .....	43
Figura 3.3-Equipamento de LASER cladding do IK4-TEKNINKER usado na produção dos blocos de revestimento de Ti10Ta com o nozzle coaxial usado à direita, onde o fluxo de pós passa à volta do LASER por 3 orifícios com 120° entre eles (cortesia do Sr. Josu Leunda do centro tecnológico IK4-TEKNIKER - adaptada) .....	44
Figura 3.4-Estratégia de deposição das camadas usada na produção dos dois revestimentos multicamada de Ti10Ta, tendo as camadas ímpares sido produzidas na orientação da esquerda e as pares na da direita (cortesia do Sr. Josu Leunda do centro tecnológico IK4-TEKNIKER - adaptada) .....	45
Figura 3.5-Blocos de revestimento da liga Ti10Ta sobre placas de Ti grade 2 onde foram depositados por LASER cladding.....	46
Figura 3.6-Bloco de revestimento da liga Ti10Ta sobre a placa de titânio grade 2 com esquema do corte para extração de 9 provetes normalizados do bloco .....	46
Figura 3.7-Retificadora GER S-100/60 existente na JDEUS, S.A usada na retificação das placas base e das superfícies de topo dos blocos de revestimento da liga.....	47
Figura 3.8-Execução do corte de 9 provetes por eletroerosão por fio a partir da "fatia" de Ti10Ta, tendo o corte sido efetuado na máquina de eletroerosão por fio ONA PRIMA E-400 + AWF existente na JDEUS, S.A. ....	48
Figura 3.9-Provetes já destacados da "fatia" de 6 mm .....	48
Figura 3.10-Micrografia da secção transversal da amostra 1, após polimento (cortesia do Sr. Josu Leunda do centro tecnológico IK4-TEKNIKER) .....	49

Figura 3.11-Micrografia da secção transversal da amostra 2, após polimento (cortesia do Sr. Josu Leunda do centro tecnológico IK4-TEKNINKER).....	50
Figura 3.12-Micrografia da secção transversal da amostra 9, após polimento (cortesia do Sr. Josu Leunda do centro tecnológico IK4-TEKNINKER).....	50
Figura 3.13-Máquina de eletroerosão por fio (wire-EDM) AgieCharmilles CUT 30 P da JDEUS, S.A (cortesia do Sr. Engenheiro Eduardo Pimentel da JDEUS, S.A.) .....	56
Figura 3.14-Parte restante, após corte dos provetes, do bloco de revestimento da liga Ti10Ta depositado sobre a placa base com identificação do corte das amostras (à esquerda na figura) e amostras destacadas (à direita na figura) .....	57
Figura 3.15-Amostras para determinação da dureza com a base de titânio grade 2 evidenciada .....	57
Figura 3.16-Resina e endurecedor utilizados na mistura que permitiu a realização da montagem das amostras .....	58
Figura 3.17-Copos de medição da quantidade de resina (à direita na figura) e do endurecedor (à esquerda na figura) necessários à mistura .....	58
Figura 3.18-Copos com a mistura de resina e endurecedor a envolver as amostras ainda no processo de endurecimento da mesma .....	58
Figura 3.19-Amostras secas antes e após o desenformar das mesmas .....	59
Figura 3.20-Conjunto roda de lixar/polir EcoMet™ 250 e cabeça AutoMet™ 250 da BUEHLER a suportar as 3 amostras a serem lixadas (Laboratório de Caracterização de Materiais) .....	59
Figura 3.21-Papel de lixa 240 da BUEHLER (à esquerda na figura) e o 2500 da HERMES (à direita na figura).....	60
Figura 3.22-Microscópio OLYMPUS CX40 (Laboratório de Caracterização de Materiais) .....	60
Figura 3.23-Polimento a ser realizado com o pano de polir (rosa) e pasta diamantada de 3 µm e lubrificante usados (ambos na parte inferior direita da figura) – Laboratório de Caracterização de Materiais .....	61
Figura 3.24-Pasta diamantada de 1 µm utilizada no polimento.....	61
Figura 3.25-Amostra 2 após polimento, evidenciando o risco que delimita a altura de 3 mm, medida desde o topo.....	61
Figura 3.26-Durómetro Mitutoyo HM-112 com a consola associada (à direita na figura) – Laboratório de Caracterização de Materiais .....	63
Figura 3.27-Bloco padrão usado para a verificação da calibração do durómetro .....	63
Figura 3.28-Ocular do durómetro Mitutoyo HM-112 .....	64

Figura 3.29-Visualização dos micrómetros instalados no durómetro responsáveis pela movimentação bidimensional da amostra e indicação do botão para indicação do zero na amostra .....	64
Figura 3.30-Esquema do que se visualiza através da ocular durante a utilização das linhas pretas para medição do comprimento das diagonais de uma indentação (adaptado do manual de instruções do durómetro Mitutoyo HM-112) .....	65
Figura 3.31-Indentador Vickers (na parte superior da figura) e a indentação produzida pelo mesmo (na parte inferior) com as duas diagonais representadas por $d_1$ e $d_2$ (adaptado de [60]) .....	65
Figura 3.32-Distâncias mínimas recomendadas para a indentação Vickers, com $d_V$ a significar Vickers diagonal (adaptado de [60]) .....	65
Figura 3.33-Micrografia da amostra polida com a identificação das micro indentações afastadas em $y$ de 0,16 mm (primeira indentação na base da micrografia).....	66
Figura 3.34-Esquema da posição da primeira e última indentações na amostra .....	67
Figura 3.35- Máquina de ensaios mecânicos universal Shimadzu AG-50kNG (Laboratório de Análise Térmica e Mecânica) .....	68
Figura 3.36-Indicação da posição de onde os provetes 1T a 6T (à esquerda na figura) foram destacados da "fatia" de 6mm retirada do bloco (à direita na figura). .....	68
Figura 3.37-Exemplo de um provete com as marcas mais interiores que delimitaram o comprimento do provete em que a sua secção era a mais reduzida e marcas mais exteriores indicativas do limite até onde cada garra podia agarrar o provete .....	69
Figura 3.38-Procedimento para centrar o centro da largura da garra (evidenciado o centro na régua da garra a azul) com o centro da largura do provete (indicado com um ponto preto) sobre a marca preta (linha preta superior) executado nas 2 garras .....	69
Figura 3.39-Exemplo de um provete inserido nas garras com as mesmas já completamente apertadas.....	70
Figura 3.40-Exemplo de um provete fraturado após ter sido retirado das garras (escala da régua em cm).....	70
Figura 3.41-Indicação da posição de onde os provetes 1F a 12F (no topo da figura) foram extraídos das 2 "fatias" de 6 mm retiradas cada uma de um dos 2 blocos da liga, evidenciando o corte de uma das "fatias" .....	71
Figura 3.42-Máquina de ensaios universal servohidráulica Instron 1342, associada ao controlador Instron 8800 (à direita na figura) – Laboratório de Mecânica dos Meios Sólidos .....	72
Figura 3.43-Ciclo de amplitude de tensão constante repetido (adaptado de [52]) .....	72
Figura 4.1-Gráfico de probabilidade para a amostra 1 de Ti10Ta .....	77

Figura 4.2-Gráfico de probabilidade para a amostra 2 de Ti10Ta .....	77
Figura 4.3-Gráfico de probabilidade para a amostra 3 de Ti10Ta .....	78
Figura 4.4-Curvas tensão nominal - extensão nominal e tensão verdadeira - extensão verdadeira obtidas para o provete 1T .....	80
Figura 4.5-Curvas tensão nominal - extensão nominal e tensão verdadeira - extensão verdadeira obtidas para o provete 2T .....	80
Figura 4.6-Curvas tensão nominal - extensão nominal e tensão verdadeira - extensão verdadeira obtidas para o provete 3T .....	81
Figura 4.7-Curvas tensão nominal - extensão nominal e tensão verdadeira - extensão verdadeira obtidas para o provete 4T .....	81
Figura 4.8-Curvas tensão nominal - extensão nominal e tensão verdadeira - extensão verdadeira obtidas para o provete 5T .....	82
Figura 4.9-Curvas tensão nominal - extensão nominal e tensão verdadeira - extensão verdadeira obtidas para o provete 6T .....	82
Figura 4.10-Obtenção da linha reta de inclinação $n$ para determinação de $n$ e $K$ .....	87
Figura 4.11-Ampliação da superfície de fratura do provete 6F no microscópio eletrônico de varrimento para visualização dos poros.....	89
Figura 4.12-Curva $S-N$ obtida a partir dos provetes ensaiados .....	89



## Índice de Tabelas

Tabela 3.1-Parâmetros relevantes para o processo de produção dos blocos de revestimento obtidos por LASER cladding que foram variados (dados fornecidos pelo Sr. Josu Leunda do centro tecnológico IK4-TEKNIKER) .....	50
Tabela 3.2-Parâmetros relevantes para o processo de produção dos blocos de revestimento obtidos por LASER cladding que foram mantidos constantes para todas as amostras, sem variação importa pelo operador (dados fornecidos pelo Sr. Josu Leunda do centro tecnológico IK4-TEKNIKER).....	51
Tabela 3.3-Valores necessários ao cálculo das forças (média e amplitude) a fornecer à máquina (valores arredondados) .....	74
Tabela 4.1-Valores recolhidos no ensaio de dureza Vickers com micro indentação para a amostra 1 .....	75
Tabela 4.2-Valores recolhidos no ensaio de dureza Vickers com micro indentação para a amostra 2.....	75
Tabela 4.3-Valores recolhidos no ensaio de dureza Vickers com micro indentação para a amostra 3.....	76
Tabela 4.4-Valor da dureza Vickers obtido e indicação da média, desvio padrão amostral e $IC_{95\%}$ associado à média para o conjunto de valores de dureza Vickers medidos para a amostra 1..	78
Tabela 4.5- Valor da dureza Vickers obtido e indicação da média, desvio padrão amostral e $IC_{95\%}$ associado à média para o conjunto de valores de dureza Vickers medidos para a amostra 2.....	78
Tabela 4.6- Valor da dureza Vickers obtido e indicação da média, desvio padrão amostral e $IC_{95\%}$ associado à média para o conjunto de valores de dureza Vickers medidos para a amostra 3.....	79
Tabela 4.7-Propriedades da liga Ti10Ta obtidas no ensaio de tração do provete 1T .....	83
Tabela 4.8-Propriedades da liga Ti10Ta obtidas no ensaio de tração do provete 2T .....	83
Tabela 4.9-Propriedades da liga Ti10Ta obtidas no ensaio de tração do provete 3T .....	83
Tabela 4.10-Propriedades da liga Ti10Ta obtidas no ensaio de tração do provete 4T .....	84
Tabela 4.11-Propriedades da liga Ti10Ta obtidas no ensaio de tração do provete 5T .....	84
Tabela 4.12-Propriedades da liga Ti10Ta obtidas no ensaio de tração do provete 6T .....	84
Tabela 4.13-Valores médios das propriedades da liga Ti10Ta obtidas a partir dos ensaios de tração dos provetes .....	85
Tabela 4.14-Valores das medidas extensão após fratura e redução de área da secção transversal (coeficiente de estricção) para cada provete e valores médios destas medidas .....	86

Tabela 4.15-Resultados obtidos nos ensaios de fadiga ( $R = 0,5$ ) realizados nos provetes de Ti10Ta .....	88
--	----

## Nomenclatura

Ao longo desta dissertação, a nomenclatura utilizada segue-se pelo menos uma vez acompanhada do seu significado, no entanto na lista abaixo refere-se o significado de cada sigla, símbolo ou abreviatura para facilitar a consulta das mesmas.

## Siglas

3D – 3 Dimensões

ASM – *American Society for Metals*

ASTM - *American Society for Testing and Materials*

CAD – *Computer-Aided Design*

CAM – *Computer-Aided Manufacturing*

CCC – Cúbica de Corpo Centrado

CeFEMA – Centro de Física e Engenharia de Materiais Avançados

CENIMAT – Centro de Investigação de Materiais

DEM – Departamento de Engenharia Mecânica

DEMI – Departamento de Engenharia Mecânica e Industrial

ESTS-IPS – Escola Superior de Tecnologia de Setúbal do Instituto Politécnico de Setúbal

FCTUC – Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade de Coimbra

FCT-UNL – Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa

HB – *Hardness Brinell*

HC – Hexagonal Compacta

HV – *Hardness Vickers*

HVOF – *High Velocity Oxy Fuel*

ILT - *Institute for LASER Technology*

IST-UL - Instituto Superior Técnico da Universidade de Lisboa

JDEUS, S.A. – João de Deus & Filhos, S.A.

LASER – *Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation*

MAG – *Metal Active Gas*

MIG – *Metal Inert Gas*

Nd:YAG – *Neodymium-doped Yttrium Aluminium Garnet*

PREP – *Plasma Rotating Electrode Process*

RCF – *Rolling Contact Fatigue*

SER - Soldadura com Eléctrodo Revestido

TIG – *Tungsten Inert Gas*

TMCOMAS – *TALLERES MECÁNICOS COMAS, S.L.U*

UNIDEMI – Unidade de Investigação e Desenvolvimento em Engenharia Mecânica e Industrial

UTS – *Ultimate Tensile Strength*

wire-EDM – *wire-Electrical Discharge Machining*

## **Símbolos**

$A$  – Área Instantânea da Secção Transversal do Provete

$A_0$  – Área Inicial da Secção Transversal do Provete

$A_f$  – Área da Secção Transversal do Provete no Instante de Fratura

$AD$  – Parâmetro Estatístico Obtido no Teste *Anderson-Darling* para Obtenção do *valor-p*

$b$  – Profundidade de Penetração do Cordão de LASER *Cladding*

$c$  – Constante do Material e das Condições em que Ocorreram os Ensaios de Fadiga

$c'$  – Constante do Material e das Condições em que Ocorreram os Ensaios de Fadiga

$D$  – Diluição Geométrica no LASER *Cladding*

$d$  – Diâmetro Instantâneo do Provete

$d_0$  – Diâmetro Inicial do Provete

$D1$  – Comprimento da Diagonal Horizontal da Micro Indentação

$D2$  – Comprimento da Diagonal Vertical da Micro Indentação

$E$  – Módulo de Young

$F$  – Taxa de Alimentação de Pós (Parâmetro do Processo de LASER *Cladding*)

$f$  – Frequência de Aplicação da Carga

$h$  – Altura do Cordão de LASER *Cladding*

$IC_{95\%}$  – Intervalo de Confiança de 95%

$K$  – Coeficiente de Resistência

$l$  – Comprimento Instantâneo Medido no Provete

$l_0$  – Comprimento Inicial Medido no Provete

$l_f$  – Comprimento Final de Fratura Medido no Provete

$N$  – *Number of Cycles* ou Número de Ciclos de Carga até à Fratura por Fadiga ou Número de Ciclos de Carga com a Mesma Onda no Ensaio de Fadiga; Número de indentações

$n$  – Coeficiente de Encruamento

$P$  – Potência do LASER (Parâmetro do Processo de LASER *Cladding*); Carga Aplicada

$q$  – Redução de Área da Secção Transversal do Provete após Fratura

$R$  – Razão de Tensões

$S$  – *Stress* (Tensão Aplicada ao Longo dos Ciclos de Fadiga)

$S-N$  – Curva Tensão-Número de Ciclos à Fadiga

$t$  – Tempo Correspondente ao Número de Ciclos

$V$  – Velocidade de Deslocamento do LASER sobre o Substrato / *Scanning Speed* (Parâmetro do Processo de LASER *Cladding*)

$valor-p$  – Valor de Probabilidade

$w$  – Largura do Cordão de LASER *Cladding*

$x, y$  – coordenadas cartesianas

$\alpha$  – Nível de Significância

$\Delta l$  – Aumento de Comprimento do Provete ou Alongamento do Comprimento do Provete

$\Delta\sigma$  – Gama de Tensão

$\varepsilon$  – Extensão Nominal

$\varepsilon_f$  – Extensão após Fratura

$\bar{\varepsilon}$  – Extensão Verdadeira

$\theta$  – Ângulo de molhagem do Cordão de LASER *Cladding*

$\sigma$  – Tensão Nominal

$\sigma_a$  – Amplitude de Tensão do Ciclo de Tensões

$\sigma_C$  – Tensão de Cedência

$\sigma_f$  – Tensão de Fratura

$\sigma_m$  – Tensão Média do Ciclo de Tensões

$\sigma_R$  – Tensão de Rotura, Tensão Última (UTS) ou Resistência à Tração

$\sigma_{m\acute{a}x}$  – Tensão Máxima do Ciclo de Tensões

$\sigma_{min}$  – Tensão Mínima do Ciclo de Tensões

$\bar{\sigma}$  – Tensão Verdadeira

$\sigma$ - $\varepsilon$  – Curva Tensão Nominal-Extensão Nominal

$\bar{\sigma}$ - $\bar{\varepsilon}$  – Curva Tensão Verdadeira-Extensão Verdadeira

## **Abreviaturas**

*at.%* – *atomic percentage*

*wt.%* – *weight percentage*

# 1 Introdução

## 1.1 Motivação

É escasso o conhecimento técnico-científico acerca das propriedades mecânicas dos vários tipos de ligas Ti-Ta (por exemplo, [1],[2],[3]), não se encontrando referência ao comportamento mecânico das mesmas à fadiga. As informações documentadas são insuficientes, principalmente no que respeita a esta liga de Ti-Ta com 10% (em *wt%* - *weight percentage*) de tântalo. O conhecimento sobre as ligas Ti-Ta e, principalmente sobre a Ti10Ta, é ainda menor quando são produzidas pelo processo emergente do LASER *cladding*.

Também se apresenta escasso o conhecimento de possíveis aplicações que não sejam as da área da biomedicina para ligas de Ti-Ta, em variadas composições, existindo vários estudos como o caso do [4],[5],[6], que abordam as propriedades de resistência a meios corrosivos, biocompatibilidade e desgaste de várias ligas Ti-Ta, sendo a maior parte com vista a aplicações em biomateriais.

Assim, face à falta do referido conhecimento técnico-científico, nomeadamente ao nível do comportamento mecânico da liga Ti10Ta, justifica-se a execução do presente trabalho, principalmente por abordar a caracterização mecânica de uma liga ainda pouco estudada, produzida por um processo também pouco divulgado.

## 1.2 Objetivos

O objetivo desta dissertação é estudar o comportamento mecânico da liga de Titânio-Tântalo (Ti-Ta), Ti10Ta, produzida com recurso ao processo de LASER *cladding*. Neste âmbito, serão estudadas as propriedades mecânicas da liga produzida por LASER *cladding*, incluindo o seu comportamento à fadiga através da obtenção da curva *S-N*. O estudo incluirá ainda o processo de fabrico, abordando os parâmetros do processo selecionados para o fabrico da liga nesta composição de Ti10Ta.

Para o efeito irá realizar-se um estudo experimental para a caracterização mecânica da liga, com recurso a ensaios de dureza, tração e fadiga. Os provetes a testar da liga de Ti10Ta serão então produzidos pela tecnologia de LASER *cladding* de deposição contínua de pós assistida por LASER, com corte final dos mesmos por eletroerosão por fio a partir de blocos da liga.

Os resultados dos ensaios efetuados serão analisados e discutidos, nomeadamente, quanto às propriedades da liga, referindo eventuais influências do processo nas suas propriedades.

## 1.3 Estrutura da Dissertação

Na presente dissertação optou-se por uma divisão da mesma em 5 capítulos, compostos por vários subcapítulos, excetuando o último.

No primeiro capítulo, com o nome de Introdução, além desta descrição da estrutura da dissertação, são apresentados o objetivo da dissertação e a motivação identificada para a elaboração da mesma.

No capítulo 2, designado por Revisão Bibliográfica, é realizada uma revisão de todos os temas relacionados com o trabalho a desenvolver, cuja necessidade de conhecimento prévio se considerou essencial. O capítulo inclui uma abordagem aos materiais que compõem as ligas Ti-Ta a nível individual com um estado da arte das ligas de Ti-Ta, uma revisão sobre o processo de LASER *cladding* e, por fim, uma breve revisão relacionada com o estudo experimental realizado na liga Ti10Ta estudada, mais especificamente sobre os ensaios de tração e fadiga.

No terceiro capítulo, que se denomina Estudo Experimental, é feita uma descrição do processo de fabrico dos provetes de Ti10Ta que foram objeto de estudo experimental, incluindo a especificação dos parâmetros de fabrico utilizados, e uma indicação extra do processo de obtenção de orçamentos e aquisição do material. Neste capítulo é também descrito o procedimento experimental executado em cada um dos ensaios realizados de dureza, tração e fadiga.

No capítulo 4 são apresentados e discutidos os resultados dos ensaios realizados.

No capítulo 5 são contempladas as conclusões do trabalho realizado e as propostas para trabalhos futuros.

## 2 Revisão Bibliográfica

### 2.1 Titânio

#### 2.1.1 História do Titânio

O titânio (Ti) é o nono elemento mais abundante na crosta terrestre e quarto metal estrutural mais abundante, só precedido pelo alumínio, ferro e magnésio. Apesar de não ser um elemento raro, não é possível de ser descoberto num estado perfeitamente puro nem em grandes concentrações, tornando assim difícil o processo de produção deste metal, elevando o seu custo [7].

As fontes mais significativas de titânio são as areais que contêm o mineral ilmenita ( $\text{FeTiO}_3$ ) que se encontra nas montanhas Ilmen, na Rússia, e o mineral rutilo ( $\text{TiO}_2$ ) que pode ser encontrado na areia da praia de países como a Austrália, a Índia e o México. A primeira suspeita da presença de um novo elemento metálico na ilmenita, areia de cor preta e características ferromagnéticas, em Cornwall, no Reino Unido, é datada de 1791. A descoberta é atribuída a William Gregor, um mineralogista e químico inglês. Este químico inglês começou por analisar a areia magnética que se encontrava em volta do rio local Helford em Menachan Valley, Cornwall e isolou a já referida “areia preta”, conhecida agora por ilmenita. Removeu o ferro da areia com um íman, combinou a areia com ácido clorídrico e produziu um óxido de um novo elemento. Gregor decidiu dar o nome de *Mechanite* a este novo elemento, por semelhança com o nome da localização onde foi descoberto. Em 1795, Martin Heinrich Klaproth, um químico alemão de Berlim, examinou o mineral rutilo na Hungria e identificou um óxido de um elemento desconhecido, que era o mesmo descoberto por Gregor há quatro anos atrás, o óxido de titânio. Klaproth decidiu atribuir ao novo elemento a designação de Titânio, que surgiu do nome dos filhos (Titãs) de Uranos e Gaia, deuses da mitologia grega. O nome do elemento advém do facto do pai sempre ter odiado os seus filhos e por isso ter decidido mantê-los fechados em cativeiro, tendo os filhos demonstrado uma grande força e resistência como se caracteriza também este elemento descoberto no século XVIII [7],[8].

Ao longo de mais de 100 anos, muitas tentativas foram levadas a cabo para conseguir isolar o metal titânio. As primeiras tentativas resultaram na formação de nitretos (TiN), carbonetos (TiC) ou carbonitretos (TiCN). Em 1906, Matthew Albert Hunter conseguiu obter um titânio metálico praticamente livre de impurezas, seguindo um método já experimentado em anos anteriores mas agora com a exclusão do ar da reação. Para a obtenção deste produto praticamente puro, Hunter procedeu à redução do tetracloreto de titânio ( $\text{TiCl}_4$ ) com sódio num cilindro estreito de aço, impedindo a entrada de ar no mesmo. Apesar de se ter conseguido isolar o titânio dos seus minérios, a produção de um titânio com vista à comercialização e entrada na indústria com uma elevada pureza e ductilidade não se apresentou fácil pelo facto da sua grande tendência para reagir com o oxigénio e o azoto. Nos anos de 1937 a 1940, coincidindo com o início da Segunda Guerra Mundial, Kroll, conhecido como o pai da indústria do titânio, desenvolveu no Luxemburgo um processo que se mantém inalterado e corresponde ao processo dominante para a produção industrial do titânio metálico dúctil nos dias de hoje e recebe o nome de *Kroll Process*. O processo envolve a redução do  $\text{TiCl}_4$  com recurso ao magnésio, que ocorre

num sistema fechado e despressurizado, com uma atmosfera de gás inerte. O titânio resultante da reação apresenta uma aparência do tipo esponja por ser uma estrutura bastante porosa [7],[8],[9].

Antes do interesse no desenvolvimento da produção do titânio metálico, já se produzia  $TiCl_4$ , pois era este o principal recurso para a produção do dióxido de titânio ( $TiO_2$ ) de elevada pureza usado nas tintas [8].

Devido às suas novas e vantajosas propriedades, as ligas de titânio foram facilmente consideradas como importantes materiais para os motores das aeronaves, logo após a segunda guerra mundial. A indústria aeroespacial continua a ser ainda nos dias de hoje o primeiro consumidor do titânio e das suas ligas, também devido ao preço de produção do titânio, no entanto a sua aplicação não se fica por aí, estando cada vez mais a ganhar espaço em áreas como a arquitetura, a indústria química, a medicina, a indústria da geração de energia, a marinha, a área do desporto e lazer ou a indústria dos transportes [7].

### 2.1.2 Propriedades do Titânio e das suas Ligas

O titânio, além de ser um dos metais estruturais mais abundantes na crosta terrestre possui propriedades físicas, químicas (como sejam a boa resistência à corrosão e a sua biocompatibilidade) e mecânicas que o tornam num dos metais atualmente mais atrativos para várias aplicações na indústria aeroespacial, na medicina ou mesmo na indústria em geral [9].

O titânio é um metal com uma aparência prateada que pertence à classe dos metais de transição, mais precisamente ao grupo IV e período IV da tabela periódica. Tem número atómico 22, uma massa atómica aproximada de 47,90, um ponto de fusão rondando os  $1670^\circ C$  e um ponto de ebulição de  $3287^\circ C$ . Trata-se de um metal leve, com uma massa volúmica aproximada de  $4510 \text{ kg/m}^3$  (considerando o valor de transição de metal leve para pesado de  $5000 \text{ kg/m}^3$ ), compreendida entre a do alumínio e a do aço. Tal como outros metais, o titânio pode cristalizar em vários tipos de estrutura cristalina em função da temperatura, sendo que abaixo dos  $882^\circ C$  apresenta uma estrutura cristalina HC - Hexagonal Compacta e quando a temperatura do metal se encontra situada entre os  $882^\circ C$  e os  $1670^\circ C$ , apresenta uma estrutura CCC - Cúbica de Corpo Centrado. Ao nível das propriedades mecânicas do titânio, este possui uma dureza de 70 HB – *Hardness Brinell* e 60 HV – *Hardness Vickers*, uma tensão de rotura (ou UTS – *Ultimate Tensile Strength*) de 220 MPa, uma tensão de cedência de 140 MPa, uma extensão após fratura de 54%, um módulo de elasticidade de 116 GPa e um coeficiente de Poisson de 0,34. Todas as propriedades são consideradas para o titânio na sua forma pura [7],[10],[11].

O titânio forma facilmente uma película de óxido aderente e estável, camada de passivação de  $TiO_2$ , que fornece resistência ao ataque da maior parte dos ácidos minerais e cloretos. Não é tóxico e apresenta pouca reação aos fluidos do corpo humano, sendo por isso biocompatível. Contudo, num ambiente sem presença de oxigénio, a película de  $TiO_2$  não se vai recriar se ficar danificada, tornando

o titânio suscetível ao fenômeno da corrosão, conduzindo ao aparecimento de fendas. O titânio é também suscetível à fragilização por hidrogênio, pela sua facilidade em formar hidretos por absorção de hidrogênio em soluções de decapagem à temperatura ambiente ou de atmosferas reduzidas a elevadas temperaturas [12].

Para além da baixa massa volúmica e ponto de fusão relativamente elevado, tanto o titânio como as suas ligas possuem uma excelente resistência à corrosão e erosão nos mais diversos ambientes e boas propriedades de condução do calor. Apresenta uma boa resistência à fadiga mesmo a baixas temperaturas. Estas características tornam o titânio um material atrativo para várias aplicações industriais. Compilando todas estas características pode-se considerar o titânio como um elemento que combina a resistência dos aços ligados com a massa volúmica do alumínio [9],[12],[13],[14].

O titânio é um elemento alotrópico com temperatura de transformação de 880°C, mudando de uma estrutura cristalina HC (fase  $\alpha$ ) para uma estrutura CCC (fase  $\beta$ ). O titânio  $\alpha$  é frágil e muito reativo com o oxigênio, dificultando os trabalhos mecânicos. A fase  $\beta$  da estrutura cristalina CCC tem maior enformabilidade, é mais dúctil. O titânio tem uma grande afinidade com os elementos hidrogênio, carbono, nitrogênio e oxigênio, todos formadores de solução sólida intersticial. Os elementos de liga interferem na temperatura de transformação alotrópica. No caso do carbono, estanho, alumínio, nitrogênio e oxigênio, estes aumentam a temperatura de transição entre fases e são chamados de estabilizadores da fase  $\alpha$ . O manganês, cromo, vanádio, ferro, molibdênio e nióbio decrescem a temperatura de transição, sendo designados por estabilizadores de  $\beta$  [15].

A baixa resistência dos titânios comerciais puros é facilmente melhorada com a adição de elementos de liga em conjunto com a aplicação de um processo termomecânico durante a produção para se obter o produto final. As ligas podem ser produzidas por fundição, por pós metálicos ou por forjamento. No caso das ligas fundidas, o processo de fundição tem permitido a produção de componentes de estruturas cada vez mais complexas. As ligas fundidas apresentam, na sua maioria, utilidade em aplicações que requerem resistência à corrosão. Algumas das ligas fundidas usadas são, por exemplo, a Ti-6Al-4V com grande percentagem de utilização e a Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo. A liga Ti-6Al-4V é usada no estado recozido, apresentando nesse estado uma tensão de cedência de 855 MPa, 930 MPa de tensão de rotura (UTS) e 12% de extensão após fratura. A Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo é utilizada em ambientes de altas temperaturas, em que a sua resistência à deformação é requerida até temperaturas entre os 500°C e 600 °C. Nas ligas forjadas, após as operações de forjamento e antes dos produtos constituídos pelas mesmas adquirirem a forma final, têm de ser introduzidos tratamentos térmicos para o alívio de tensões, sem que afetem negativamente a resistência ou a ductilidade. Relativamente às ligas produzidas por pós metálicos, estas têm sido fabricadas para tirar partido da obtenção de geometrias o mais próximo possível da geometria final. Os produtos produzidos com este tipo de liga consistem em pós metálicos pré-ligados que oferecem boas propriedades no caso da condição de pós pressionados e em seguida sinterizados, sendo elas a tensão de cedência de 847 MPa, tensão de rotura (UTS) de 930 MPa e 14% de extensão após fratura. No caso dos produtos sinterizados serem forjados, então a tensão de cedência passa a corresponder a 951 MPa, a tensão de rotura (UTS) a 1027 MPa e extensão de 9% após fratura [12].

### 2.1.3 Aplicações do Titânio e das suas Ligas

O maior consumidor das ligas de titânio é a indústria aeroespacial. Desde a década passada que o titânio e as suas ligas têm vindo a ser muito utilizados na construção de maquinaria para a indústria química, na construção naval, na indústria automóvel, em equipamentos para a indústria do petróleo e gás, na medicina e na engenharia civil, citando apenas alguns exemplos [16].

A sua elevada resistência, baixa massa volúmica, elevado ponto de fusão e a sua excelente resistência à corrosão tornam o titânio e as suas ligas muito atrativos para a aplicação, por exemplo, nas indústrias aeroespacial e química. Nestas indústrias, a utilização do titânio e das suas ligas pode ser justificada pela combinação de propriedades únicas, apesar do seu elevado custo. No entanto, esse custo consegue ser compensado pelo facto do titânio ser resistente à corrosão, levando a poucas intervenções de manutenção e, conseqüentemente menores custos [7],[12].

As ligas de titânio são encontradas em aplicações na indústria aeroespacial, principalmente na fuselagem e nos motores, aplicações nas quais a combinação da resistência, peso, resistência a meios corrosivos e estabilidade a altas temperaturas não se verificam noutros materiais como é o caso das ligas de alumínio, dos aços de elevada resistência ou das superligas de níquel. A liga de titânio Ti-6Al-4V engloba uma vasta porção das aplicações atuais na indústria aeroespacial [7]. Alguns dos exemplos de aplicação das ligas de titânio nesta indústria englobam as já referidas fuselagens (como o caso do *Boeing 777*), as turbinas a gás das aeronaves (com elevada percentagem de utilização nos componentes da ventoinha e do compressor, como o caso da turbina *GE90* da *General Electric* construída para o *Boeing 777*, cuja representação se apresenta em seguida na Figura 2.1), em componentes de helicópteros ou em componentes de naves espaciais (como tanques de combustível, devido à compatibilidade térmica com o combustível, baixo peso e elevada resistência do titânio), tendo sido documentado o uso extensivo do titânio no caso dos programas *Apollo* e *Mercury* [7],[8].

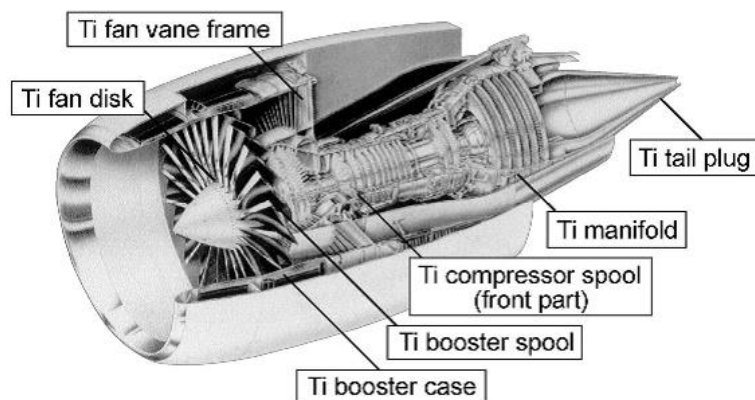


Figura 2.1-Utilização do titânio na turbina GE90 [8]

Apesar do titânio apresentar elevada reatividade, tem excelentes propriedades de resistência à corrosão. Isto deve-se à sua elevada afinidade para o oxigénio e humidade do ar, resultando esta afinidade numa película de óxido estável que se forma à superfície do titânio, que regenera assim que é destruída. Esta propriedade do titânio permite explicar a sua elevada utilização nas indústrias química e de geração de energia, em que os materiais requerem resistência a ambientes com condições

severas. Como exemplo, no Japão 30% do titânio é utilizado em fábricas de produtos químicos. Ainda na senda da geração de energia, as ligas são usadas para sondas de perfuração no solo, mesmo que em *offshore* [7].

Pela sua característica de resistência à corrosão em meios marinhos, proporcionando pouca e fiável manutenção, as ligas de titânio têm também aplicação na indústria da construção naval. Os principais produtos desta indústria fabricados com estes materiais são os cascos dos navios, as hélices marítimas e os permutadores de calor [16].

A procura pelo desenvolvimento da indústria automóvel denominada de amiga do ambiente, conjuntamente com a melhoria da performance dos automóveis, tem requerido a redução do peso dos mesmos. As ligas de titânio para além do seu baixo peso característico, possuem ainda a tal elevada resistência específica e também excelente resistência à corrosão, que fazem delas a primeira escolha para a redução das emissões de poluente pela redução do peso dos carros. No entanto, em relação à produção de automóveis em massa, o preço do titânio surge como um entrave para que a sua utilização proliferasse nesta indústria, sendo o seu uso limitado inicialmente aos carros de corrida e carros desportivos. No entanto, foram identificados componentes com potencialidade para serem produzidos com titânio, como o caso das válvulas, molas das válvulas e bielas, todas pertencentes aos componentes do motor e ainda, as molas da suspensão, parafusos e sistema de exaustão. Por exemplo, a *Toyota* surgiu como a primeira a produzir em massa automóveis com válvulas de motor feitas em titânio nos anos 90, o que também acabou por ocorrer com as válvulas do motor V8 da gama luxosa da *Nissan*. Também a *Yamaha* já usa válvulas de titânio num dos seus mais recentes motores de 250 cm<sup>3</sup> [7],[8].

O recurso às ligas de titânio como biomateriais tem aumentado, muito por causa do seu reduzido módulo de Young, pela elevada biocompatibilidade e resistência à corrosão. Também o rácio entre resistência e peso elevado, como o excelente comportamento à fadiga, fazem destas ligas bons materiais para usar em dispositivos ortopédicos. O reduzido módulo de elasticidade já referido acima, que permite a redução da diferença entre a rigidez do osso e do implante, é muito importante no caso do uso das ligas em implantes para anca (ver Figura 2.2), articulações do joelho, em parafusos e placas para fixação de fraturas ósseas e placas para cirurgia craniana. As ligas são ainda usadas como partes substitutas do ombro, da coluna, do cotovelo e da mão. Uma vez que o elemento titânio resiste à esterilização repetida, os instrumentos médicos para cirurgia ao coração e olhos são feitos de titânio. Inicialmente, a liga mais usada para estas aplicações era a Ti-6Al-4V, no entanto a discussão do tema sobre a toxicidade do vanádio levou ao desenvolvimento das ligas de titânio livres do elemento vanádio [7],[17]



*Figura 2.2-Componentes de um implante de anca feitos de titânio fundido [7]*

O titânio tem visto a sua aplicação aumentada noutras áreas, como o caso de armações de óculos, câmaras, relógios, joalheria e em vários artigos de desporto, como o caso das cabeças dos tacos de golfe, a maior aplicação a nível desportivo. Outros exemplos são as raquetes de ténis, quadros de bicicletas e sapatos de corrida [8],[12]. Também tem vindo a aumentar a sua utilização na área da engenharia civil em aplicações para paredes exteriores e material para telhados [8].

As ligas de titânio podem apresentar-se na forma de chapa, folha, tubo, barra e arame. Tendo em conta o seu processo de fabrico, relaciona-se as ligas com as suas aplicações. As ligas fundidas têm sido utilizadas em estruturas complexas como o caso de bombas e válvulas para a indústria da marinha e em centrais químicas, em componentes de turbinas a gás e implantes cirúrgicos. As aplicações das ligas fundidas na marinha devem-se essencialmente às suas propriedades anti corrosão. A liga Ti-6Al-4V é usada para este fim, no estado recozido. A Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo é utilizada para ambientes de altas temperaturas. Em termos de ligas de titânio obtidas por pós metálicos, temos principalmente a Ti-6Al-4V [12].

No caso do titânio não ligado, pelas suas propriedades relacionadas com a corrosão e pela sua boa condutividade térmica, é muito usado, nomeadamente, em permutadores de calor, condensadores, componentes de motores a jato e componentes de submarinos [12].

## **2.2 Tântalo**

### **2.2.1 História do Tântalo**

O tântalo (Ta) é um elemento relativamente pouco abundante na crosta terrestre encontrando-se predominantemente no minério tantalita e no minério columbita, em menor concentração. A sua descoberta data de 1802. A autoria da descoberta foi atribuída a um químico, mineralogista e professor sueco de nome Anders Gustaf Ekeberg. Este professor da Universidade de Uppsala, Suécia, cedo se interessou pelo estudo dos minerais e seus constituintes e em 1802, enquanto analisava minerais que tinham sido recolhidos em Kimito, Finlândia e em Ytterby, Suécia, descobriu um óxido de um elemento metálico desconhecido que não se dissolvia em ácidos. Deu-lhe o nome de Tântalo em homenagem a um dos filhos de Zeus, Tantalus, da mitologia grega [6],[18].

Em 1824, o primeiro tântalo metálico foi produzido por Berzelius, embora com um grau de impurezas muito elevado. Devido à dificuldade do processo, só no ano de 1866 é que o químico suíço Jean-Charles Galissard de Marignac conseguiu isolar os óxidos de tântalo e os de nióbio (descobertos em

simultâneo por provirem também do minério columbita) provocando uma reação da columbita com ácido fluorídrico, que resultou na separação do sal fluortantalato de potássio ( $K_2TaF_7$ ) e do fluor-oxi-columbato de potássio ( $K_3NbOF_5 \cdot 2H_2O$ ) [6],[18].

Só em 1903 é que o químico alemão Werner von Bolton conseguiu preparar o metal com boas qualidades, principalmente a nível da ductilidade. Inicialmente, o tântalo metálico começou a ser usado na produção de filamentos de lâmpadas elétricas, devido ao seu característico alto ponto de fusão, substituindo na época os filamentos frágeis de carbono [6],[18].

O aumento significativo da utilização do tântalo, considerado atualmente um metal refratário bastante versátil em termos de aplicabilidade, aconteceu apenas na segunda metade do século XX [19]. Atualmente, a disponibilidade mundial do tântalo ronda as 193,3 mil toneladas que estão distribuídas pela América do Sul e do Norte, pela Austrália, África, Ásia e Médio Oriente, sendo o Brasil e a Austrália os maiores fornecedores mundiais [18].

## 2.2.2 Propriedades do Tântalo e das suas Ligas

O tântalo é um sólido metálico raro de cor prateada, macio e dúctil. Posiciona-se no grupo V, período VI da tabela periódica, correspondendo à classe dos metais de transição como o titânio. O seu número atômico é 73 e tem uma massa atômica aproximada de 180,95. É um material de elevada massa volúmica ( $16650 \text{ kg/m}^3$ ) e de elevado ponto de fusão e ebulição, respetivamente com os valores aproximados de  $2980^\circ\text{C}$  e  $5534^\circ\text{C}$  [18],[19],[20],[21],[22]. Este metal apresenta uma estrutura cristalina cúbica de corpo centrado, no entanto têm sido reportadas descobertas da existência de uma segunda estrutura cristalina, tetragonal, referida como a fase  $\beta$  do tântalo, que apresenta propriedades elétricas diferentes da estrutura CCC [23]. Das experiências feitas, como o caso dos trabalhos descritos por Moseley e Seabrook [23], exclui-se a hipótese da estrutura  $\beta$  ser obtida por aumento de temperatura.

O tântalo é um material refratário e tem uma grande afinidade com elementos gasosos como o oxigénio, o azoto, o carbono ou o hidrogénio. As suas propriedades são muito influenciadas pelo nível de impurezas destes elementos e quando a percentagem destes elementos excede determinado valor, são formados certos compostos como óxidos, carbonetos, nitretos ou hidratos que contribuem para o aumento da resistência mas também para a diminuição da ductilidade do tântalo [12],[19]. Quando funciona como cátodo permite a passagem de corrente e quando funciona como ânodo impede a passagem da mesma. Como ânodo, em condição de oxidação, dá-se a criação sobre o metal de uma película isoladora de óxido, chamada de camada de passivação (película protetora de óxido de tântalo,  $Ta_2O_5$ ), sendo que este filme óxido de natureza impermeável e resistente lhe confere uma boa resistência à corrosão (aproximadamente igual à do vidro), principalmente a materiais como o ácido nítrico, clorídrico, brômico e sulfúrico. Esta película também é resistente a alguns metais líquidos como o bismuto, chumbo, lítio, magnésio, mercúrio, potássio, sódio e a ligas sódio-potássio, para além de fornecer ao tântalo estabilidade térmica, uma alta resistividade e boas propriedades dielétricas (maior constante dielétrica, maior capacitância do material, maior possibilidade de armazenamento de energia). A película de  $Ta_2O_5$  persiste mesmo em condições de défice de oxigénio, no entanto a sua

integridade pode ser posta em causa quando o metal é exposto ao ar ou a uma atmosfera oxidante que se encontra a uma temperatura abaixo dos 260°C, sendo que neste caso o tântalo facilmente oxida [12],[18],[19],[20].

Apesar da estabilidade conhecida do tântalo não ligado e das suas boas propriedades a elevadas temperaturas, as suas ligas conferem-lhe uma melhor resistência mecânica a elevadas temperaturas [12],[19].

Apesar das dificuldades na obtenção coerente, entre referências, das propriedades mecânicas do tântalo, através da ASM – *American Society for Metals* [12] verificou-se que o tântalo possui boa ductilidade e baixo coeficiente de encruamento, o que permite que ele e as suas ligas sejam materiais que podem ser facilmente trabalhados a frio. Quando o tântalo está em estado de recozimento, à temperatura ambiente a sua tensão de rotura (UTS) pode variar entre 210 a 390 MPa, atingindo os 1400 MPa com encruamento [12]. No entanto, durante esta pesquisa bibliográfica, verificou-se que as características do tântalo recozido pelo *MatWeb* [21] são diferentes em relação à tensão de rotura (UTS), rondando neste caso os 450 MPa, dando ainda informação sobre o módulo de Young de 186 GPa, dureza Vickers de 100 HV e coeficiente de Poisson de 0,35. O tântalo é soldável pelo processo de soldadura TIG – *Tungsten Inert Gas* ou soldadura por arco elétrico com eletrodo não consumível de tungsténio, com proteção gasosa de gás inerte, pelo processo de soldadura MIG – *Metal Inert Gas* ou soldadura por arco elétrico com fio sólido consumível e proteção gasosa inerte, pela soldadura MAG – *Metal Active Gas* ou soldadura por arco elétrico com fio sólido consumível e proteção gasosa ativa ou ainda pelo processo de soldadura por resistência. O tântalo apresenta ainda boas propriedades de maquinação e de estampagem, como no caso do cobre. Em adição, o tântalo de elevada pureza tem propriedades mecânicas e características de enformabilidade semelhantes às do aço-carbono com baixa percentagem de carbono, no entanto com módulo de elasticidade mais reduzido (186 GPa) [12].

O tântalo apresenta uma completa solubilidade sólida em tungsténio, nióbio, molibdénio e solubilidade elevada em háfnio, zircónio, rénio e vanádio, disponibilizando uma variada gama de elementos de liga disponíveis para endurecimento do metal base por solução sólida. Ta-2,5W (tântalo com 2,5% de W) é usado em permutadores de calor e em aplicações de tubos soldados que requerem uma elevada enformabilidade. A adição de tungsténio permite um endurecimento, aumentando a tensão de rotura (UTS) à temperatura ambiente em cerca de 25%, ou aumentando a mesma entre 35 a 70 MPa, mas duplicando a tensão de cedência a elevadas temperaturas relativamente à do tântalo não ligado. Aos 1000°C, esta liga tem 69 MPa de tensão de cedência e 124 MPa de tensão de rotura (UTS). A liga Ta-10W oferece uma elevada tensão de rotura (UTS) à temperatura ambiente (482 MPa) e maior módulo de elasticidade (207 GPa) que o tântalo não ligado. Esta liga é usada em aplicações aeroespaciais e pode ser usado até temperaturas de 2480°C. A liga de solução sólida Ta-40Nb é considerada uma alternativa barata às ligas mais ricas em tântalo. Esta liga endurecida combina a tensão de rotura (UTS) do Ta-2,5W com uma massa volúmica mais baixa (12100 kg/m<sup>3</sup>) e um módulo de elasticidade de 152 GPa [12].

### 2.2.3 Aplicações do Tântalo e das suas Ligas

As propriedades do tântalo, das ligas de tântalo e ainda do óxido de tântalo têm atraído o interesse científico e em específico na área da engenharia, apresentando-se como um elemento muito versátil em termos de aplicações, principalmente devido à sua elevada massa volúmica e elevado ponto de fusão, boa enformabilidade e resistência à fratura, boa condução do calor e da eletricidade, elevada capacitância, resistência à corrosão e soldabilidade e baixa reatividade química [18],[24].

Dados do fim do século XX demonstram que por volta de 25% da produção anual de tântalo é feita em forma de chapa, de barra ou tubo, sendo estas as geometrias que são maioritariamente utilizadas nas aplicações referidas em seguida [12],[19].

Considerando as propriedades do tântalo referentes à alta resistividade e ao elevado valor e estabilidade a altas temperaturas da constante dielétrica do seu óxido, uma das aplicações atuais mais significativas do tântalo é no fabrico de componentes eletrónicos, mais especificamente no fabrico de condensadores, com o intuito de diminuir as dimensões dos circuitos eletrónicos. Os condensadores de tântalo são constituídos pelo metal e pela camada protetora de óxido de tântalo que se forma sobre o mesmo. Considerando que quanto maior é a constante dielétrica da camada de óxido que se forma sobre o tântalo, maior a capacitância do material, sendo maior a quantidade de energia que armazena. A redução do tamanho dos circuitos consegue-se pelo facto da constante dielétrica do tântalo ser elevada, sendo necessária uma menor área de condensador para atingir a mesma capacitância de outro qualquer óxido metálico, resultando em componentes finais de menores dimensões e mais leves, uma vez que se reduz o tamanho dos circuitos que os constituem. As indústrias que mais procuram estes materiais leves e de dimensões mais reduzidas são a indústria das telecomunicações, dos equipamentos eletrónicos (computadores, câmaras digitais fotográficas e de filmar, televisores, carregadores de bateria) e outras indústrias que requerem muitos dispositivos eletrónicos como a indústria aeroespacial, a naval, a automóvel e a de armamentos [12],[18],[19].

Pela sua biocompatibilidade ou pela sua pouca reatividade e também resistência à corrosão, o tântalo (com pureza de 99,9%) e as suas ligas são muito utilizados na área da medicina, nomeadamente na produção de implantes cirúrgicos como o caso de placas flexíveis para reparação de fraturas no crânio, parafusos para fixar ossos fraturados, fios para suturas cirúrgicas e para reparação de nervos, grampos para ligação de vasos e para cirurgia abdominal. Para além disto é também aplicado em implantes dentários, na fabricação de próteses e para revestir a espuma de carbono que é atualmente utilizada como substituto das vértebras. Estas aplicações devem-se ao facto de pelas suas características o tântalo não reagir com os fluidos corporais, não permitindo ser rejeitado pelo organismo. Ainda na indústria médica, a liga Ta-Nb é muito utilizada na fabricação dos *stents* vasculares que permitem evitar o colapso das artérias por entupimento [17],[18],[19].

Para tirar partido do seu elevado ponto de fusão, o tântalo e as suas ligas são muito usadas em aplicações sujeitas a estarem constantemente em serviço a altas temperaturas, como o caso dos componentes de fornos industriais ou componentes da indústria aeroespacial como os motores a jato. Nestes exemplos de aplicações também interessa que o material possua uma elevada resistência e,

para isso, o tântalo é frequentemente ligado ao tungstênio que proporciona aumento da resistência mecânica a altas temperaturas [12],[19].

No caso do carboneto de tântalo (TaC), como liga metálica do tântalo, apresenta propriedades melhoradas, por exemplo para a aplicação em ferramentas de corte e furação e em trefiladoras, uma vez que esta liga apresenta um ponto de fusão superior (aproximadamente 3800° C) e uma maior dureza relativamente ao tântalo puro [18].

Principalmente devido à sua boa resistência à corrosão por ser bom condutor térmico, tal como as suas ligas, nomeadamente a liga tântalo-tungstênio (Ta-W) e tântalo-nióbio (Ta-Nb), apresenta também como área de aplicação a indústria dos processos químicos, em permutadores de calor ou em revestimento de certos tanques [12],[19].

Relativamente ao óxido de tântalo, pela sua baixa reatividade química, elevado índice de refração e coeficiente de absorção muito reduzido este pode, como exemplo, ser utilizado como material de revestimento antirreflexo para as células fotovoltaicas constituídas por silício [18].

## **2.3 Ligas de Titânio-Tântalo (Ti-Ta)**

O tântalo é usado nas ligas de titânio, no entanto ainda existe pouco conhecimento acerca das propriedades mecânicas das várias ligas de Ti-Ta. Principalmente, no que diz respeito ao comportamento mecânico das mesmas à fadiga não se conhecem informações documentadas. Em seguida, são revistos alguns estudos que exemplificam o que já se conhece sobre estes materiais e que evidenciam o foco dos estudos nas aplicações das ligas na área dos biomateriais.

Como já foi referido, as propriedades do titânio puro e do tântalo puro têm sido alvo de análise e posterior reconhecimento por parte de vários investigadores principalmente afetos à área dos biomateriais. Entre essas propriedades destacam-se principalmente a excelente biocompatibilidade e resistência à corrosão que são propriedades que o material ideal para uso em implantes biomédicos deve possuir, para além de uma elevada resistência e um reduzido módulo de elasticidade (semelhante àquele que o osso humano possui). Por este facto, nos anos 40 do século XX, o tântalo puro foi introduzido em implantes cirúrgicos como o caso das suturas, dos parafusos para fixação de ossos ou placas. Também nos anos 50, o titânio surgiu como material usado em implantes cirúrgicos e instrumentos médicos. No entanto, apesar das suas vantagens quando utilizados individualmente, testes metalúrgicos provaram que ligar os dois materiais consegue melhorar as propriedades mecânicas em relação às propriedades de cada um dos materiais no estado puro [1].

Conforme trabalho de Song *et al.* [2], referido num artigo de Zhou *et al.* [1], foi possível realizar o cálculo das energias de ligação entre diferentes elementos de adição e o titânio, tendo obtido um resultado que sugere que o tântalo presente numa liga de titânio tem potencial para proporcionar aumento de resistência e, por outro lado, redução do módulo de elasticidade à liga relativamente ao titânio não ligado. Quanto mais parecido é o módulo de elasticidade do implante metálico do osso humano, mais favorável vai ser a consolidação da fratura do osso e a sua remodelação [3].

Segundo os resultados de um trabalho de Zhou *et al.* [3] em que ligas de 10 a 70 wt.% de tântalo foram produzidas por fundição num forno de arco elétrico com atmosfera de argon, com posterior deformação plástica entre rolos para obtenção de placas tratadas depois termicamente, foi possível concluir, a partir de provetes das ligas, mais especificamente que o módulo de elasticidade dinâmico se reduz, quase linearmente, com o aumento da percentagem de tântalo até este atingir um valor mínimo (69 GPa) aos 30% de tântalo. Após este mínimo, o módulo passa a aumentar à medida que a percentagem de tântalo continua também a aumentar, até o módulo de Young atingir os 88 GPa para a liga Ti-50%Ta. O módulo de elasticidade volta a decrescer, atingindo um novo mínimo de 67 GPa, aos 70% de tântalo (Figura 2.3) [3].

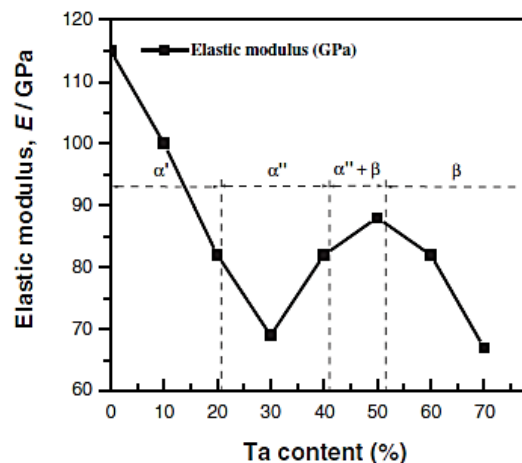


Figura 2.3-Módulo de elasticidade do Ti puro e das ligas de Ti-Ta consoante a percentagem de Ta [3]

Num trabalho anterior de Zhou *et al.* [1], em que também foram estudadas as ligas Ti-Ta produzidas pelo processo de fundição (em atmosfera argon), com posterior deformação plástica entre rolos para obtenção de placas das ligas seguida de tratamento térmico, concluiu-se ainda que continuando a aumentar a quantidade de tântalo após o mínimo atingido de 67 GPa, a tendência será do módulo de Young aumentar até ao valor correspondente ao tântalo puro.

Retomando o trabalho [3] de Zhou *et al.*, relativamente à tensão de rotura (UTS) e tensão de cedência obtidas, conclui-se que estas são muito maiores do que as que caracterizam o titânio puro, variando de acordo com o gráfico apresentado na Figura 2.4. Exemplificando para uma destas tensões, para o caso da tensão de rotura (UTS) cuja variação se visualiza na Figura 2.4 já referida, é possível identificar uma tensão de 510 MPa para um conteúdo de 10 wt.% de tântalo, que vai aumentando ligeiramente, segundo a linha de tendência, com o aumento da percentagem de tântalo na liga, atingindo um máximo de 690 MPa para 60% de tântalo, decrescendo de novo em seguida. Em relação à extensão após fratura das ligas Ti-Ta, pelo contrário, esta apresenta um decréscimo com o aumento da percentagem de tântalo presente nas ligas, o que está de acordo com a relação normalmente observada entre a tensão de cedência e a ductilidade, em que quando a tensão de cedência aumenta, a ductilidade vai reduzindo.

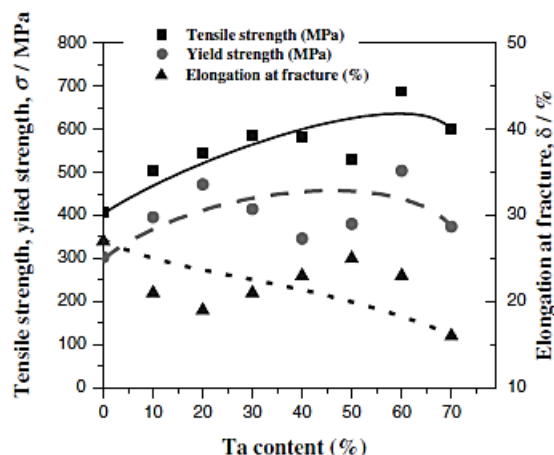


Figura 2.4-Variação das propriedades das ligas Ti-Ta consoante a percentagem massa de Ta [3]

Ainda segundo Zhou *et al.* [1], em relação à liga Ti-6Al-4V já estabelecida na indústria dos biomateriais, das ligas estudadas por este autor, a liga Ti-30%Ta e a liga Ti-70%Ta em *wt.%*, apresentam módulos de elasticidade que se aproximam de metade do valor obtido para esta liga mais clássica. Apresentam também menores módulos de elasticidade e rácios entre tensão de rotura (UTS) e módulo de elasticidade superiores face, por exemplo, ao titânio puro comercial e à liga Ti-6Al-4V. Provou-se ainda, de acordo com o mesmo trabalho de Zhou *et al.* [1], que a resistência à corrosão das ligas Ti-Ta é superior à do titânio, aumentando com a adição do tântalo. Demonstrou-se também neste mesmo estudo que não existe diferença entre as características de biocompatibilidade da liga Ti-5%Ta e do titânio puro.

Considerando estudos mais recentes realizados nos últimos 4 anos, num estudo experimental de Faria *et al.* [25], foi realizada uma comparação das propriedades mecânicas e biocompatibilidade das ligas Ti-5Zr, Ti-5Ta e Ti-5Ta-5Zr (em *wt.%*) com as do titânio comercialmente puro. As ligas e o titânio foram produzidos por fundição num forno de arco elétrico com atmosfera de argón, de onde se obtiveram os provetes dos materiais para o estudo experimental. Os resultados obtidos permitiram concluir que a liga Ti-5Ta produzida apresenta o módulo de Young e a tensão de rotura (UTS) mais baixos entre as 3 ligas e a Ti-5Zr e Ti-5Ta-5Zr apresentam estas propriedades muito semelhantes, em termos estatísticos, às do titânio. Ao nível da biocompatibilidade testada a partir de testes *in vitro*, tanto nas 3 ligas como no titânio não foi encontrada nenhuma diferença significativa quando colocados em comparação, concluindo-se que as ligas produzidas são biocompatíveis como o titânio.

Num estudo de Kesteven *et al.* [4], foi investigado o comportamento à degradação por corrosão das ligas Ti-Ta com as composições Ti10Ta, Ti20Ta e Ti30Ta, para avaliar a sua possível aplicação em implantes permanentes. Para tal, realizaram-se testes eletroquímicos *in vitro* para proporcionar degradação por corrosão através da colocação de amostras das ligas num fluido corporal simulado. Os resultados da degradação foram comparados com os do titânio comercialmente puro e com os da liga Ti6Al4V, materiais também testados e habitualmente usados em implantes. As 3 ligas de Ti-Ta foram produzidas por fundição num forno de arco elétrico, a vácuo com atmosfera inerte de argón, tendo as mesmas sido sujeitas posteriormente a um tratamento térmico para as homogeneizar, elevando-as a uma temperatura de 1000°C durante 12 horas, seguindo-se um arrefecimento até aos 0°C. De entre as

3 ligas, a Ti20Ta demonstrou ser a que menos se degradou, com degradação estimada de  $6,3 \times 10^{-4}$  mm/ano, seguindo-se a Ti30Ta com  $1,2 \times 10^{-3}$  mm/ano e, por fim, a Ti10Ta com  $1,4 \times 10^{-3}$  mm/ano, tendo apresentado todas uma taxa de degradação inferior à do titânio comercialmente puro ( $1,8 \times 10^{-3}$  mm/ano), o que deu indicação da vantagem da utilização do tântalo. Relativamente à liga Ti6Al4V para a qual se determinou uma taxa de degradação por corrosão de  $8,1 \times 10^{-4}$  mm/ano, apenas a liga Ti20Ta apresentou uma taxa inferior (aproximadamente 22% inferior). A Ti30Ta, com o módulo de elasticidade mais equiparado ao do osso, apresentou uma taxa superior à da liga Ti6Al4V em aproximadamente 48%. Por este facto, a liga Ti30Ta foi também testada com um revestimento de fosfato de cálcio (CaP) formado por eletrodeposição, tendo nesta forma demonstrado uma taxa de degradação de  $3,8 \times 10^{-3}$  mm/ano, aproximadamente 53% inferior à da Ti6Al4V e aproximadamente 79% inferior à do titânio. Concluiu-se do estudo que a liga Ti30Ta revestida, com um módulo de elasticidade semelhante ao do osso, pode ser uma boa alternativa ao titânio comercialmente puro e à Ti6Al4V para uso em implantes permanentes que suportam grande parte do peso corporal.

No trabalho de Liu *et al.* [5], foram produzidas ligas Ti-Ta, em 5 composições distintas em at.% (Ti-20Ta, Ti-25Ta, Ti-30Ta, Ti-35Ta e Ti-50Ta) por sinterização, após compactação numa forma cilíndrica de cada mistura de pós de titânio e tântalo. Todas as ligas foram sinterizadas em vácuo à mesma temperatura (1400°C), excetuando a Ti-30Ta que foi sinterizada a várias temperaturas entre 1200 e 1500 °C, com intervalos de 100°C. As ligas apresentaram-se no entanto não homogéneas, uma vez que eram constituídas por zonas ricas em tântalo e outras em titânio, pelo facto de à temperatura de sinterização conhecida do tântalo, o seu coeficiente de difusão ser muito pequeno, impedindo a ligação completa do titânio com o tântalo. Do trabalho realizado concluiu-se que a densidade obtida para estas ligas sinterizadas varia com a sua composição e temperatura de sinterização (observado no caso da liga Ti-30Ta) e que a porosidade das ligas aumenta com o conteúdo de tântalo, principalmente pela dificuldade aumentada em sinterizar. Ao nível das propriedades mecânicas, pôde-se também concluir que estas ligas sinterizadas apresentaram um baixo módulo de Young e elevada tensão de rotura (UTS), sendo estas propriedades quase dobradas em relação às mesmas ligas produzidas por fundição a vácuo, seguida de vazamento (*ingot metallurgy*). Verificou-se também que a presença do tântalo nas ligas realizadas por sinterização contribui para o aumento da tensão de rotura (UTS), que se deveu por exemplo, ao refinamento do grão induzido pela baixa temperatura de sinterização e baixa taxa de difusão na liga provocada pela presença do tântalo a essa temperatura, e reduz o módulo de Young. Adicionando-se ainda a presença de porosidades pela baixa difusividade do tântalo, o módulo de Young apresenta-se ainda mais reduzido. Ao nível das propriedades biológicas, concluiu-se também deste estudo que todas estas ligas Ti-Ta apresentam boa biocompatibilidade devido à presença de tântalo nas mesmas.

Relativamente a ligas de Ti-Ta produzidas por LASER *cladding*, encontra-se o trabalho de Morgado *et al.* [6], no qual foi desenvolvido um estudo experimental para avaliar o comportamento ao desgaste destas ligas, mais concretamente das ligas Ti-30%Ta e Ti-52%Ta (wt.%). As ligas em pó foram depositadas num substrato de titânio *grade 2* pelo processo de LASER *cladding*. Para o estudo do comportamento ao desgaste das ligas foram realizados testes de desgaste e os resultados obtidos, semelhantes para as duas composições, demonstraram que o volume das ligas que sofre desgaste

aumenta linearmente com o aumento da rotação da esfera de desgaste, da distância que sofre desgaste (*sliding distance*) e do tempo de duração do teste. Da análise feita à cratera formada pela esfera de desgaste que executou os testes também foi possível determinar que para o teste executado apenas ocorre abrasão que resulta numa superfície caracterizada por riscos paralelos (*grooving abrasion*) e que o volume de desgaste é maior para a liga com menor dureza (Ti-52%Ta), apesar da dureza de ambas as ligas ser semelhante, apresentando a Ti-52%Ta 2,2 GPa e a Ti-30%Ta os semelhantes 2,3 GPa, de acordo com os valores obtidos no presente estudo. Pelo seu baixo módulo de Young obtidos, 32 GPa para a que possui maior percentagem de tântalo e 50 GPa para a que possui menor, concluiu-se que ambas podem ser usadas em aplicações biomédicas.

Mais recentemente, no ano presente, num estudo elaborado por Yin *et al.* [26] foi produzida a liga Ti-28%Ta (*at.% - atomic percentage*) por fundição, tendo-se extraído uma amostra da mesma para seguidamente ser reduzida a pó pelo PREP - *Plasma Rotating Electrode Process*. Através deste processo obtiveram-se pós de geometria esférica numa gama de 30 a 260  $\mu\text{m}$ . Deste estudo, entre outras conclusões, concluiu-se relativamente à dureza Vickers obtida por micro indentação dos pós que esta aumenta com a diminuição do tamanho das partículas de pó, pensa-se que devido ao maior refinamento e maior densidade de deslocamentos presente nas partículas de menor dimensão pela sua mais rápida solidificação (de notar que para se obterem partículas de pó da liga através do PREP, estas sofreram um processo de solidificação, porque a amostra ao ser fundida e ao estar em rotação, característica do processo, emite gotas do metal em fusão por ação da força centrífuga, solidificando-as por arrefecimento de um gás inerte, originando as partículas estudadas). O aumento significativo da dureza que permitiu tirar a anterior conclusão foi verificado entre as partículas de 226  $\mu\text{m}$  com uma dureza de  $148,8 \pm 6,7$  HV e as de 198,8  $\mu\text{m}$  com  $164,3 \pm 7,1$  HV, denotando-se no entanto um aumento da dureza quase insignificante quando reduzimos a dimensão das partículas de 198 para 126  $\mu\text{m}$ . Abaixo dos 126  $\mu\text{m}$ , pequenas reduções na dimensão das partículas já resultam de novo em aumentos significativos da dureza.

## **2.4 LASER Cladding**

### **2.4.1 História do Processo**

O processo de LASER *cladding* que surgiu com o propósito de melhorar as características da superfície dos componentes metálicos, principalmente no que diz respeito à resistência à corrosão e ao desgaste, veio aproveitar as vantagens do LASER inventado por Maiman na década de 60 e foi considerado na altura uma grande invenção para a ciência. O LASER viria a servir de resposta a uma enorme variedade de questões científicas, até então sem resposta durante anos, como no caso da área do processamento dos materiais que sofreu um rápido desenvolvimento na década de 70, assim que a potência e a eficiência dos LASER comerciais aumentaram. A tecnologia de LASER *cladding* foi introduzido e patenteado por Daniel S. Gnanamuthu em 1976, nos Estados Unidos da América [27],[28],[29]. O motivo da sua criação, como referido anteriormente, foi melhorar a qualidade da superfície dos componentes, ultrapassando as desvantagens já conhecidas em processos tradicionais como a

soldadura TIG por arco elétrico com eletrodo não consumível de tungstênio e proteção gasosa de gás inerte, o *plasma spray* ou o HVOF - *High Velocity Oxy Fuel*, sendo essas desvantagens a elevada diluição do material do substrato no revestimento, o grande aumento de temperatura imposto pelo processo que resulta em distorções na peça, a pouca precisão na deposição do material, porosidades, micro fendas, defeitos de ligação e problemas na aderência ao substrato. A aplicação da tecnologia de LASER para processos de adição/deposição de material veio, por exemplo, melhorar a precisão da deposição do material, reduzir a diluição do substrato e reduzir o aumento de temperatura do componente a ser revestido [30],[31].

O processo de LASER *cladding* com o material de adição (*cladding material*) pré-colocado no substrato foi usado inicialmente por Gnanamuthu na *Rockwell International Corporation*, na Califórnia, para a investigação da viabilidade do processo na aplicação de revestimento cerâmico denso em componentes metálicos. Um dos grupos de investigação que teve impacto significativo no desenvolvimento desta nova tecnologia, liderado por William M. Steen, introduziu o LASER *cladding* por injeção de pó. Outro dos grupos, conduzido por Jyoti Mazumder na década de 80, contribuiu já para o conhecimento dos possíveis princípios do processo e aplicou a tecnologia a vários metais e cerâmicos para poder investigar o seu potencial de *cladability* e ainda a sua posterior resistência à corrosão e desgaste. Note-se que uma das definições consideradas para *cladability*, termo relacionado com o material depositado/de revestimento/de adição (*cladding material*), inclui a aptidão do material para formar um revestimento contínuo de alta densidade, com uma microestrutura uniforme ou homogênea, possuindo forte ligação metalúrgica ao substrato, com baixa diluição [28].

Ainda nos anos 80, o LASER *cladding* começou a despertar a atenção da indústria, tendo sido identificado como um processo que apresenta grandes vantagens ao nível da melhoria da resistência à corrosão e ao desgaste dos revestimentos sobre os processos convencionais. O primeiro relato do seu uso na indústria ocorreu em 1981, na *Rolls Royce*, no revestimento de componentes de pás de turbina feitas de Nimonic, que viriam a ser utilizadas no motor a jato *RB-211*, tendo depois a sua utilização estendido às companhias que lideravam o ramo da produção de motores na altura. No caso da indústria automóvel, a tecnologia passou a ser aplicada também no revestimento das válvulas dos motores, como no caso da *Fiat*, da *Toyota* ou da *Mercedes-Benz*. Ainda na mesma década, a técnica foi largamente reconhecida pelo mercado da reparação, principalmente no caso das pás de turbina, tanto nos Estados Unidos como na Europa [28].

Nos anos 90, foram introduzidos e patenteados um largo número de métodos de prototipagem rápida e também de manufatura por camadas para produção de estruturas tridimensionais, que já recorriam aos princípios do processo de *cladding*, fazendo agora parte das soluções comercialmente disponíveis [28],[29].

A tecnologia de LASER *cladding* tem-se tornado cada vez mais reconhecida no meio industrial e pelos mais variados grupos de investigação. O seu potencial tem vindo a aumentar à medida que a investigação sobre a tecnologia continua [28].

Para além da larga utilização da denominação de LASER *cladding* para designar este processo, outras denominações são encontradas na literatura, sendo escolhidos de acordo com a aplicabilidade

concreta do processo a que os autores se referem [28]. Tendo isto em conta, como alternativas ao nome LASER *cladding* para denominar o processo, que parece ser a mais comumente utilizada, encontram-se outras denominações como *direct metal deposition*, *LASER engineered net shapping*, *LASER direct casting*, *LASER consolidation*, *LASER powder fusion*, *LASER metal forming*, *directed light fabrication*, *LASER powder deposition*, entre outras também referidas por Toyserkani *et al.* [28] e por Costa e Vilar [32]. Ao longo deste trabalho, torna-se mais conveniente, no entanto, adotar um único termo para descrever o processo de deposição de material assistida por LASER com alimentação contínua do material de adição (que engloba a deposição do material na forma de pós, arame ou pasta) e com pré-colocação dos pós, considerando para isso a designação única de LASER *cladding*, como simplificado por Toyserkani *et al.* [28].

## 2.4.2 Princípios de Funcionamento do Processo

O LASER *cladding* é considerado uma técnica de tratamento superficial com LASER. É possível distinguir três grupos de técnicas de tratamento superficial com LASER. O grupo das técnicas sem fusão da superfície ou com têmpera da superfície (*surface hardening*), o grupo das técnicas com fusão da superfície (*surface melting*) e o grupo das técnicas com fusão da superfície e com material de adição [33],[34]. No caso em que não é possível que o material base melhore por si mesmo as propriedades mecânicas com técnicas de fusão ou têmpera da superfície, torna-se necessário ou mais barato recorrer-se à aplicação de uma camada de outro material na superfície do material base [33]. Apresenta-se em seguida a Figura 2.5 exemplificativa da distinção considerada para as técnicas de tratamento superficial com LASER.

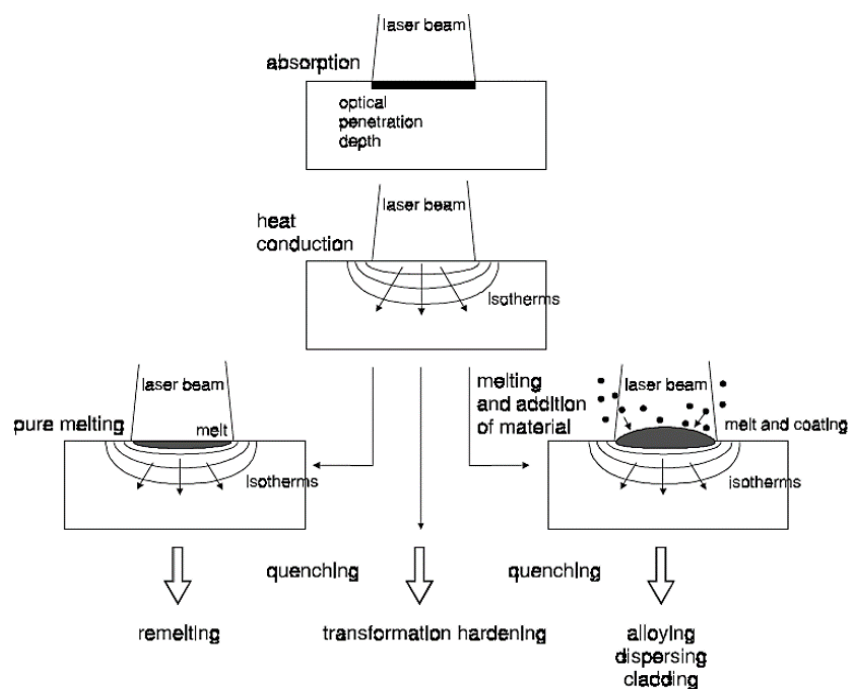


Figura 2.5-Técnicas de tratamento superficial com LASER [33]

Dentro das técnicas que permitem a melhoria das propriedades do material por alteração da composição da camada superficial com a adição de material e que têm em comum a formação de um banho de fusão ao qual o material de adição é aplicado, encontra-se a técnica do LASER *cladding* que a seguir se caracteriza [33]. As outras técnicas pertencentes a este grupo são o LASER *alloying* e o LASER *dispensing* que, ao contrário do LASER *cladding*, caracterizam-se pela fusão intensiva do material do substrato onde o material a adicionar para criar o revestimento vai ser incorporado, interagindo com esta massa fundida. Por outro lado, a técnica do LASER *cladding* engloba a fusão do material de adição, minimizando a fusão do material do substrato [30].

O LASER *cladding* é uma técnica que tem como principal propósito, como já foi referido anteriormente, melhorar as propriedades mecânicas da superfície dos materiais com a adição de finas camadas de outro material [6], apesar da sua aplicação também no fabrico de componentes 3D. Esta técnica utiliza o LASER como fonte de calor, na deposição de uma fina camada de um certo material com propriedades desejadas sobre um certo substrato, que proporciona a fusão da superfície do material de adição e a do substrato [28],[34]. A área a ser revestida é aquecida por absorção de energia fornecida pelo feixe de LASER. O input de calor fornecido por um feixe de LASER de elevada potência (na indústria a potência mais usada é superior a 5 kW) é bem confinado e muito intenso, promovendo uma elevada taxa de aquecimento da camada superficial. A camada superficial já aquecida fica temperada, após a passagem do LASER por difusão do calor para a parte mais fria da massa. As elevadas taxas de aquecimento/arrefecimento na camada superficial resultam no refinamento do grão e na formação de fases metastáveis e/ou na alteração das microestruturas. O processo de LASER *cladding* recorre tradicionalmente aos LASER de CO<sub>2</sub> e a vários tipos de LASER Nd:YAG – *Neodymium-doped Yttrium Aluminium Garnet*, sendo que mais recentemente se tem vindo a apostar na utilização dos LASER de fibra [33],[35].

O material de adição pode ser transferido para o substrato por alimentação de material por injeção de pós ou por alimentação de material na forma de arame ou na forma de uma pasta (métodos de alimentação contínua de material de adição durante o processo) e pelo método de pré-colocação dos pós do material no substrato [28],[33]. Em seguida, na Figura 2.6, apresenta-se um esquema dos dois tipos de métodos de LASER *cladding*.

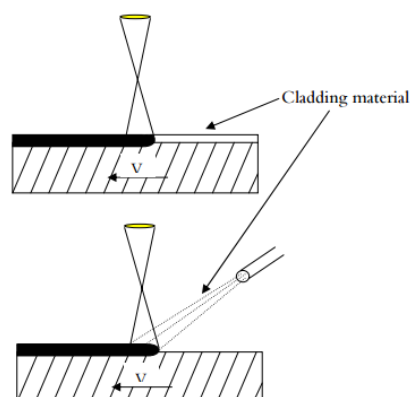


Figura 2.6-Esquemas do processo de LASER *cladding* executado pelo método de pré-colocação de pós (imagem superior) e pelo método de injeção de pós (imagem inferior) correspondente a uma das variantes do método de alimentação contínua de material de adição durante o processo [36]

O método de pré-colocação dos pós corresponde a um método de duas etapas, começando a primeira etapa com a aplicação do pó no substrato. O pó deve ser misturado com um ligante químico, formando uma pasta distribuída pelo substrato, assegurando a boa ligação entre material de adição e substrato ao longo do processo. O ligante vai evaporando durante o processo, o que pode ser causa de algumas porosidades na camada de revestimento. Na segunda etapa, dá-se a formação de um banho de fusão na superfície do material de adição, propagando-se subsequentemente para a interface com o substrato. Continuando o aquecimento, é possível fazer com que o banho de fusão se estenda até ao substrato, criando-se uma ligação forte entre o material de adição e o próprio substrato [33],[34].

Relativamente ao método de alimentação contínua de material durante o processo por injeção de pós, que apenas apresenta uma etapa, o banho de fusão forma-se inicialmente no substrato, sendo o material de adição injetado, em simultâneo, para esse banho de fusão. Na interação dos pós com o feixe de LASER à medida que estão a ser alimentados para o banho de fusão, os pós sofrem um aquecimento antes ainda de incidirem no banho de fusão a ser criado no substrato. Ao atingir o banho de fusão criado, o material de adição vai ser fundido, criando uma forte ligação entre material de adição e substrato do material base. É comum a utilização de um caudal de um gás inerte como meio de transporte das partículas de pó até ao banho de fusão. Neste método, ao invés do pó, o material de adição pode vir na forma de arame ou até de uma pasta constituída pelos pós e por um ligante adequado ao mesmo que vai sendo fornecida ao longo do processo (permitindo uma prévia formação de ligas a depositar no substrato), sendo, no entanto, esta última forma de alimentação do material menos comum do que as outras duas formas (muito menos comum quando comparada com a alimentação contínua por injeção de pós – o mais comum) e que por isso se apresenta menos descrita na literatura [33],[34],[37].

Em relação à alimentação de material na forma de arame, pequenas mudanças na posição do arame ou na velocidade de alimentação podem provocar alterações significativas na forma e dimensão do banho de fusão, resultando num cordão de revestimento pouco uniforme e assimétrico, requerendo por isso maior precisão ao longo do processo. O arame provoca ainda uma certa obstrução ao LASER, diminuindo assim a percentagem do feixe de LASER que chega à superfície do material base, quando em comparação com a alimentação de material por injeção de pós, na qual o LASER pode passar mais facilmente pelo fluxo de partículas. O que permite ainda reforçar a vantagem da adição do material na forma de pó é a possibilidade de permitir a variação da quantidade dos elementos presentes na mistura de pós, durante a deposição dos mesmos, possibilitando assim a produção de uma maior variedade de ligas [34]. Na Figura 2.7 apresentam-se os dois métodos descritos acima e as variantes do método de alimentação contínua de material.

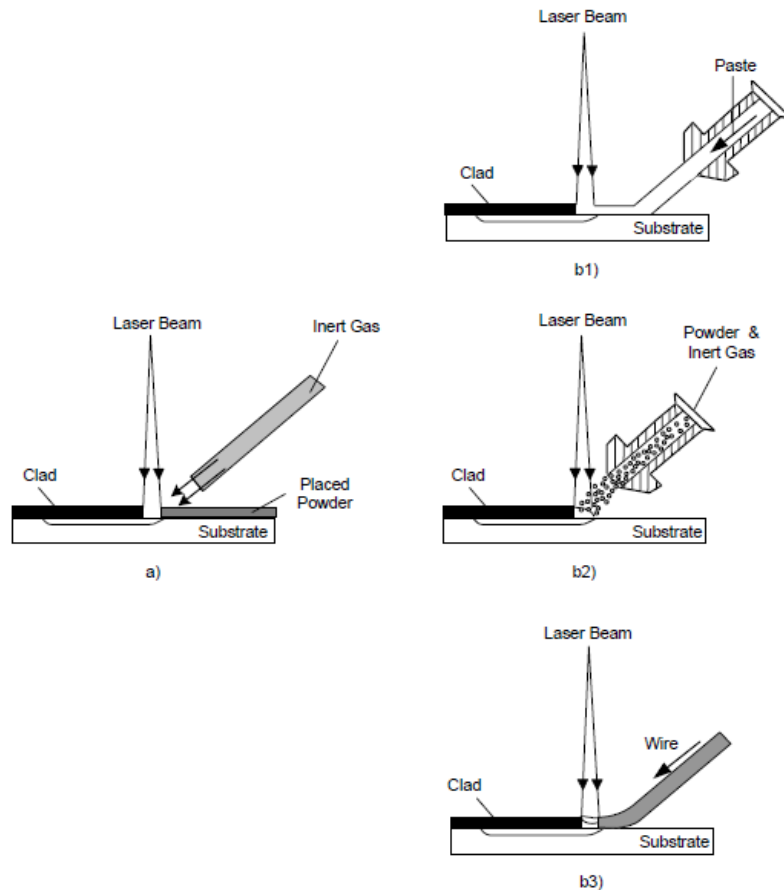


Figura 2.7-Esquemas dos diferentes métodos de LASER cladding e variantes do método de uma etapa. a)Método da pré-colocação dos pós; b)Método de aplicação contínua de material durante o processo (método de uma etapa): b1)na forma de pasta; b2)na forma de pó; b3)na forma de arame [28]

Assim, o método de injeção dos pós que corresponde ao método utilizado para a produção dos provetes a testar no presente trabalho, tem-se mostrado como o mais eficaz e o mais usado. Existe já uma grande variedade de materiais que podem ser usados como material de adição no LASER *cladding* por injeção de pós, formando usualmente camadas com espessuras de 0,05 a 2 mm e larguras de 0,4 mm [28],[33],[34].

Esta tecnologia de LASER *cladding* pode ser considerada interdisciplinar, na medida em que engloba várias áreas tecnológicas, nomeadamente a tecnologia do LASER, a área do desenho e produção assistida por computador (mais especificamente os *softwares* de CAD – *Computer-Aided Design* e CAM – *Computer-Aided Manufacturing*), a área da robótica e controlo e ainda a área da metalurgia dos pós [28]. Na Figura 2.8 observa-se o *setup* utilizado para o processo de LASER *cladding* com alimentação de pós feita por um bocal (*nozzle*) lateral.

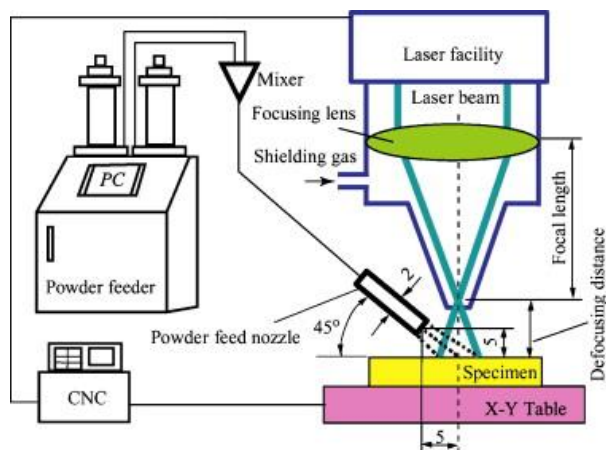


Figure 2.8-Setup utilizado num processo de LASER cladding [38]

Para a realização do processo de LASER *cladding*, considerando o caso do método de alimentação contínua de material de adição, é necessário um conjunto de dispositivos capaz de trazer o fluxo de pó num gás transportador, o arame ou a pasta que vai corresponder ao material depositado, o gás de proteção do banho de fusão e uma fonte de calor LASER [29].

A autora chama a este conjunto de dispositivos LASER *cladding head* (cabeça de LASER *cladding*), nome usado em [30], que corresponde ao conjunto de uma fonte LASER, do(s) bocal(ais) que permite(m) a alimentação de pó transportado num fluxo de gás ou a alimentação de fio ou pasta e de um bocal que fornece o gás protetor do banho de fusão. Um exemplo deste equipamento é demonstrado na Figura 2.9, sem bocais exteriores por ser um equipamento com bocal coaxial, sendo a denominação de coaxial resultante do facto do bocal exterior visível com forma cónica permitir no seu interior que o bocal que faz a alimentação de pó, a faça coaxialmente ao fornecimento de gás feito pelo bocal do gás protetor.

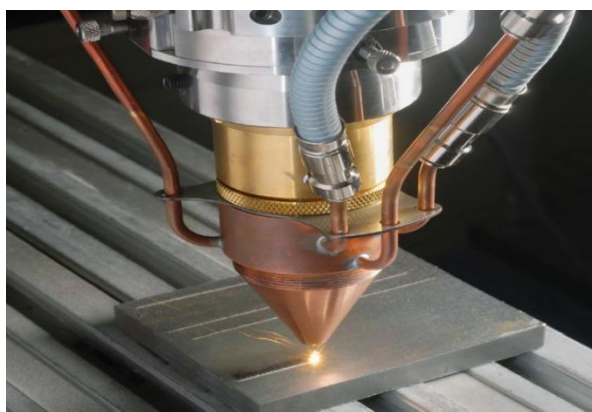


Figure 2.9- LASER cladding head [39]

Na Figura 2.10 apresentada em seguida, é possível visualizar um tipo de bocal coaxial assim denominado por permitir alimentação coaxial entre pó e gás protetor, a fornecer o material de adição (pó, no caso demonstrado) transportado por um gás, o feixe de LASER e o gás de proteção (igual ao transportador) durante o processo de LASER *cladding* com injeção de pó.

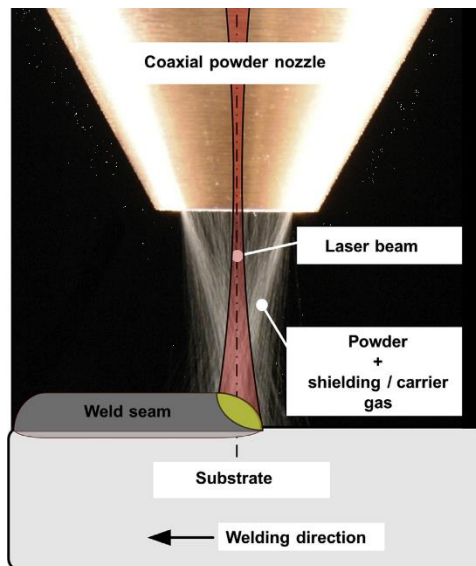


Figura 2.10-Processo de LASER cladding com visualização do bocal coaxial de uma LASER cladding head [30]

Relativamente à alimentação contínua de pó, que é a alimentação normalmente utilizada, esta pode ser realizada com *nozzles* laterais e com *nozzles* coaxiais (Figura 2.11). O argon é o gás normalmente usado como gás inerte fornecido durante o processo, partilhando a função de gás transportador dos pós e de gás protetor. Como o nome indica, o gás protetor é utilizado para proteger a região do banho de fusão, prevenindo a ocorrência de oxidação [40],[41],[42].

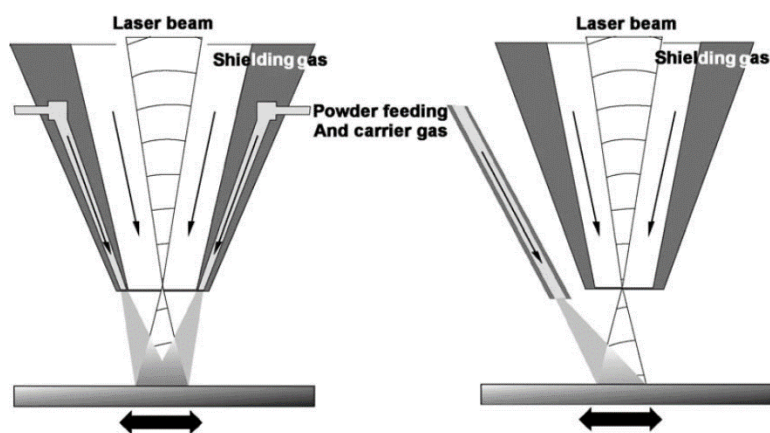


Figure 2.11-LASER cladding coaxial (à esquerda na figura) e lateral (à direita na figura) com alimentação contínua de pó sobre um substrato em movimento [40]

No entanto, além da LASER *cladding head* que permite a chegada do LASER à superfície a ser tratada, o equipamento total para a execução do LASER *cladding* contém mais dois componentes essenciais, um sistema de posicionamento XYZ (mesa de posicionamento com 2 eixos) e um alimentador de pós como foi demonstrado no trabalho de Torres *et al.* [43] de desenvolvimento e automação do equipamento de LASER *cladding* com injeção de pós do Laboratório de LASER do IST-UL - Instituto Superior Técnico da Universidade de Lisboa, usado pelo CeFEMA – Centro de Física e Engenharia de Materiais Avançados. Neste trabalho foi desenvolvido o processo de controlo do equipamento de LASER *cladding* através de um computador portátil. Na Figura 2.12 é possível visualizar esse esquema de controlo essencial do equipamento necessário para executar o processo de LASER *cladding*.

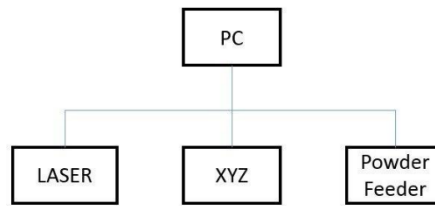


Figura 2.12-Esquema de controle essencial do equipamento de LASER cladding [43]

Esta automação do processo, que foi conseguida através do desenvolvimento do processo de controlo, teve em vista a otimização da utilização simultânea dos componentes do equipamento e permitir assim o controlo dos parâmetros do processo como a sobreposição dos cordões (*clads*) de revestimento, o número de cordões, a taxa de deposição, a potência do LASER e a taxa de alimentação de material. O controlo destes parâmetros é essencial para a obtenção de um revestimento de qualidade, uma vez que estes vão influenciar as propriedades mecânicas e durabilidade do mesmo [6],[43].

### 2.4.3 Aplicabilidade do Processo

A tecnologia de LASER *cladding* tem uma forte aplicação no setor dos revestimentos superficiais (principalmente em superfícies metálicas), no entanto, tem despertado cada vez mais interesse, por ser uma técnica revolucionária, no setor da reparação de componentes e da prototipagem rápida e produção de componentes por camadas [28],[44].

O revestimento realizado pela tecnologia de LASER *cladding* resulta da deposição de uma camada fina de um material (metálico ou cerâmico, por exemplo) na superfície de outro material. Isto permite a modificação das propriedades do substrato para as propriedades melhoradas pelo material de adição, que dificilmente seriam atingidas exclusivamente com o material de base. O revestimento vai proporcionar uma camada superficial resistente, principalmente à corrosão e ao desgaste, e o material base vai fornecer a capacidade de resistir à aplicação de cargas. Apesar do grande potencial apresentado pela tecnologia para a aplicação em várias indústrias que utilizam o revestimento metálico, a sua aplicação está um pouco limitada pelo seu elevado custo e pouca rapidez de processo. No entanto, o melhoramento da eficiência dos LASER, a redução dos seus preços, o desenvolvimento dos novos tipos de LASER e o aumento das publicações científicas sobre o LASER *cladding* aplicado numa variedade de materiais, tem reforçado esse potencial reconhecido para a aplicação em revestimentos a nível industrial [28].

A maior parte das publicações científicas sobre o revestimento metálico por LASER *cladding* referem-se principalmente à sua utilização com um conjunto importante de materiais na indústria aeroespacial, médica e automóvel. Alguns dos materiais pertencentes a esse conjunto que foram estudados e são usados como materiais de adição, são as ligas de titânio, as superligas de níquel e as ligas de cobalto, que são depositadas em substratos de materiais como aços não-ligados, ligados, endurecidos e inoxidáveis, ligas de alumínio, ferros fundidos, ligas de níquel ou as de cobalto. Como exemplo da aplicação destes materiais por LASER *cladding*, ligas de cobalto (Stellite) e ligas de níquel, por se caracterizarem por serem resistentes ao desgaste e a altas temperaturas, foram já depositadas em

ferramentas expostas a temperaturas muito elevadas e ambientes com possibilidade de ocorrência de choques térmicos, aumentando assim o seu tempo de vida. Mais recentemente, desde há pouco mais de 10 anos, tem sido realizado revestimento biocerâmico em ligas de titânio pela tecnologia de LASER *cladding*, sendo para isso utilizados, para revestir, materiais como o exemplo do fosfato de cálcio. Este tipo de revestimento tem vindo, assim, como exemplo, a ser aplicado em implantes ortopédicos revestindo-os com fosfato de cálcio, material este que promove o crescimento do osso quando o implante é aplicado [28].

No que diz respeito ao principal mercado atual das aplicações de revestimentos metálicos obtidos por LASER *cladding*, tem-se o revestimento de turbinas a gás de aeronaves. Demonstrando mais uma vez o sentido da aplicação do LASER *cladding*, em resposta à procura pelo aumento da eficiência e redução dos custos das turbinas a gás, têm sido usados materiais de revestimento com elevada resistência mecânica e resistência a altas temperaturas, como é o caso das superligas de níquel, para fazer o revestimento de partes das turbinas que estão sujeitas à passagem do gás quente. Atualmente, já é também conhecida a utilização do LASER *cladding* para deposição deste tipo de materiais, referidos neste parágrafo, em componentes de naves espaciais. Prevê-se que com os melhoramentos que têm vindo a ocorrer nos novos tipos de LASER, a tecnologia de LASER *cladding* passe a representar um papel mais importante ainda neste mercado das turbinas a gás e na indústria aeroespacial em geral [28].

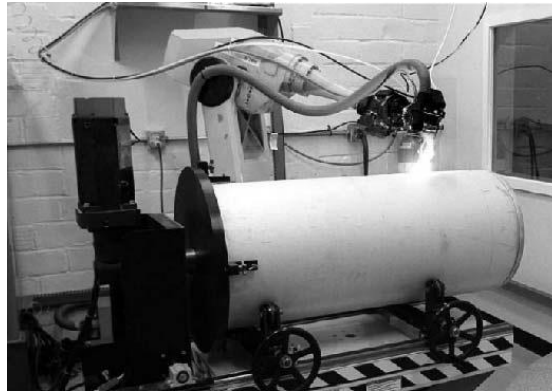
O revestimento obtido por LASER *cladding* possui ainda outras aplicações em termos de revestimento para componentes industriais (ver exemplo da Figura 2.13) tendo em vista a produção de superfícies que também sejam resistentes ao desgaste abrasivo, erosivo e adesivo, que sejam resistentes à corrosão em meio líquido e ainda à oxidação e corrosão a altas temperaturas. Alguns exemplos de produtos que já receberam revestimento metálico por LASER *cladding*, adquirindo as referidas características, foram ferramentas de perfuração, anéis de assento das válvulas de motores, componentes de bombas hidráulicas e moldes, bem como ferramentas revestidas para endurecimento da superfície das mesmas - *tools hardfacing* [28].



*Figura 2.13-Revestimento por LASER cladding de uma ferramenta de perfuração para a prospeção de petróleo sujeita a desgaste significativo [28]*

A tecnologia de LASER *cladding* é também usada na reparação de componentes de elevado valor, como o caso de algumas ferramentas, pás de turbinas e componentes para a indústria militar. Essa reparação pode ter em vista o restabelecimento das dimensões originais do componente que sofreu desgaste e/ou permitir a recuperação das suas propriedades mecânicas. Como exemplo de algo

reparado por *LASER cladding*, tem-se uma superfície constituída por ligas de alumínio de alta resistência (ligas 7075 e 7175, não soldáveis). Este tipo de superfície, também denominada de casca por Toyserkani *et al.* [28], corresponde à superfície exterior de componentes de armas integradas em submarinos que estão sujeitos a desgaste e a danos causados pelo manuseamento difícil, pela atividade própria da arma e ainda pela natureza corrosiva da água salgada. A Figura 2.14 demonstra o tratamento de *LASER cladding* realizado na casca do componente da arma, que teve como resultado o término do efeito da corrosão e o aumento da sua integridade estrutural [28],[44].



*Figura 2.14-Reparação por LASER cladding da superfície exterior de um componente de uma arma integrada num submarino [28]*

No setor da prototipagem rápida, da manufatura por camadas (*layered manufacturing*) e da ferramentaria, a aplicação do *LASER cladding* permite a fabricação em relativamente pouco tempo de componentes complexos e ferramentas com recurso a modelos CAD. A tecnologia de *LASER cladding* é já conhecida como uma tecnologia que permite a produção de componentes muito aproximados da forma final, com necessidade reduzida de maquinaria posterior, utilizando um modelo CAD (dividido logo por uma série de camadas) para a construção do produto camada a camada. A pouca necessidade de maquinaria e o recurso a modelos CAD contribuem para as tais reduções no tempo de fabricação. A pá de um rotor apresentada de seguida na Figura 2.15 está a ser produzida por um processo de prototipagem rápida de metais por *LASER cladding* desenvolvido nos *Sandia National Laboratories*, nos EUA, com o nome de *LASER Engineering Net Shaping™*, sendo este um dos nomes pelos quais é em geral conhecido o processo de prototipagem rápida e o de *layered manufacturing* que utiliza a tecnologia de *LASER cladding* [28],[44].



*Figura 2.15-Produção de uma pá nos Sandia National Laboratories nos EUA pelo processo denominado por LASER Engineering Net Shaping™ [28]*

#### 2.4.4 Materiais Utilizados no Processo

Existe já uma enorme quantidade de materiais que podem ser utilizados como material base (substrato) no processo, nos quais se incluem diferentes *grades* de aço, ferros fundidos e metais não-ferrosos como as ligas de níquel, de titânio e de alumínio [30],[45]. Em relação aos materiais depositados no material base, também já existe um número muito alargado de metais e ligas metálicas (principalmente ligas duras de base níquel, cobalto ou ferro) a serem aplicados(as), assim como uma larga variedade de composições dos mesmos(as) [30].

Tuominen na sua tese de doutoramento intitulada *Engineering Coating by Laser Cladding – The Study of Wear and Corrosion Properties* faz uma descrição detalhada dos grupos de materiais mais comumente usados no LASER *cladding* na vertente de revestimento do processo e dos que têm sido mais estudados quando sujeitos ao processo neste ramo de revestimento, tanto no papel de material base como no de material de adição. Relativamente aos materiais base, o autor refere como grupos principais o grupo dos materiais com base de ferro que inclui os aços carbono-manganês (C-Mn), os aços ligados, os aços inoxidáveis, os aços-ferramenta e os ferros fundidos, o grupo das ligas de alumínio fundidas e forjadas, o grupo das superligas de níquel reforçadas (com precipitados, por exemplo) na forma forjada e fundida, o grupo do titânio e das suas ligas, o grupo das ligas de magnésio e o grupo do cobre (forjado e fundido) e ligas de cobre. No que respeita aos materiais de adição, são referidos como grupos predominantes o grupo das ligas de cobalto para endurecimento superficial (*Co-based hardfacing alloys*), o grupo das ligas de níquel, o grupo dos materiais com base de ferro (nomeadamente os aços inoxidáveis, aços ferramenta e ligas de ferro que permitem o endurecimento superficial), o grupo das ligas de cobre, o grupo das ligas de alumínio, o grupo das ligas de titânio e ainda o grupo dos compósitos de matriz metálica, o dos materiais com composição e estrutura variada ao longo do volume (*functionally graded materials*), dos lubrificantes sólidos, dos elementos de adição raros e o grupo dos intermetálicos [45].

No caso da vertente de LASER *cladding* menos referida de prototipagem rápida ou manufatura por camadas que, entre outros nomes, se conhece por LASER *Engineering Net Shaping* ou *three-dimensional LASER cladding*, o material base é usualmente metálico e serve de base de construção ao componente. Além disso, geralmente o material base corresponde ao mesmo material que vai ser depositado (normalmente em forma de alimentação contínua de pó) para produzir o componente, excetuando nos casos em que o uso de um material base diferente do material de adição é conveniente por permitir uma melhor dissipação do calor. Alguns dos exemplos de materiais já testados nesta vertente de prototipagem rápida ou de manufatura por camadas do processo de LASER *cladding*, que permite a produção de componentes, englobam o alumínio, os aços inoxidáveis como o 304L e o 316, os aços-ferramenta como o H13 e as ligas de base níquel como a Inconel 600, 625, 690 e a 718 [28],[46].

## 2.4.5 Vantagens e Limitações do Processo

A tecnologia de LASER *cladding* apresenta-se vantajosa, visto que as propriedades dos materiais, como o caso da resistência ao desgaste e corrosão e também da dureza, podem ser melhoradas com a sua utilização. Estas representam algumas das propriedades que se apresentam como vantagens quando aumentadas, por exemplo, em componentes mecânicos sujeitos a condições ambientais agressivas, a ciclos térmicos com grandes amplitudes ou que se encontrem expostos a ambientes corrosivos. Além destas propriedades, também o tempo de vida útil dos componentes vem aumentado com a aplicação do LASER *cladding*. O LASER *cladding* também apresenta vantagens como técnica de prototipagem rápida ou de manufatura por camadas (produção de componentes 3D) e também como técnica de reparação de componentes. O seu uso como técnica de produção de componentes permite obter componentes, camada por camada, com uma combinação de características que se consideram únicas do processo de LASER *cladding*, tanto no caso do método da pré-colocação dos pós como no de alimentação contínua de material na forma de pós. Entre essas características encontram-se a obtenção de uma estrutura homogénea, boas propriedades mecânicas, como já é característica dos materiais sujeitos a LASER *cladding*, e a produção rápida de componentes com estruturas complexas que adquirem logo uma forma muito próxima da final desejada. Comparando com outras técnicas já existentes de prototipagem rápida ou até mesmo de manufatura por camadas, como o caso da impressão 3D – 3 Dimensões, o LASER *cladding* apresenta mais qualidade na produção de componentes metálicos. No que respeita à reparação de componentes, a tecnologia de LASER *cladding*, principalmente com injeção de pós, tem como vantagem possibilitar reparar componentes (maioritariamente ferramentas, nas suas superfícies de contacto críticas), aumentando o seu tempo de vida útil e nalguns casos salvar mesmo componentes de elevado valor que, de outro modo, teriam mesmo de ser substituídos, o que comportaria custos elevados. Representa também uma alternativa aos processos de soldadura mais utilizados que produzem elevadas temperaturas nos materiais a reparar e que apresentam um carácter destrutivo [6],[28].

É de notar que algumas das características competitivas do LASER *cladding* têm a sua origem no uso da tecnologia de LASER. A utilização do feixe de LASER como fonte de calor apresenta vantagens em relação às fontes de calor tradicionais, nomeadamente [33],[35]:

- a fonte de energia pode ser bem controlada devido à natureza do feixe de LASER, que se apresenta confinado e estreito;
- permite realizar tratamentos superficiais muito localizados;
- o calor fornecido é reduzido, resultando em distorções térmicas mínimas;
- a obtenção de microestruturas de grão fino em resultado das elevadas taxas de aquecimento e de arrefecimento;
- permite que não ocorra contacto direto, não provocando desgaste ou aplicação de forças em ferramentas/peças;
- a profundidade de penetração do LASER é bem definida.

Além destes benefícios trazidos para o processo de LASER *cladding* pela utilização do LASER, o processo possui outras vantagens únicas como a mínima diluição do substrato, a ligação resistente

criada entre o substrato e o material de adição, a maior facilidade de prevenção de porosidades e a possibilidade de atingir uma distribuição homogênea dos elementos depositados no substrato, principalmente no caso do LASER *cladding* com injeção de pós [33],[35].

É de notar que as características da superfície dos componentes melhoradas com a utilização do processo, que são visíveis no caso de superfícies tratadas por LASER *cladding* em aplicações de revestimento ou reparação (apesar das igualmente boas propriedades obtidas pelos componentes construídos integralmente por LASER *cladding*), devem-se a uma diluição reduzida que ocorre entre o substrato e o material de adição, que permite a preservação das excelentes propriedades mecânicas do revestimento. No entanto, este melhoramento das características da superfície não é só devido às características metalúrgicas do revestimento, depende também dos ciclos térmicos aplicados durante o processo. As taxas de aquecimento e arrefecimento elevadas a que os componentes são sujeitos durante o processo vão resultar num refinamento do grão da microestrutura, o que resulta num aumento da resistência mecânica dos materiais [6],[28].

No entanto, apesar das vantagens apresentadas, o processo apresenta também algumas limitações. Distúrbios no processo podem resultar em alterações significativas na qualidade do revestimento, mesmo quando as condições de operação se mantêm. Esta baixa reprodutibilidade observada nas alterações significativas, advém da elevada sensibilidade do LASER *cladding* a pequenas alterações nos parâmetros operacionais como a potência do LASER, a velocidade do feixe e a taxa de alimentação do material, como pode também resultar de perturbações inesperadas que ocorrem no processo como o caso de variações na absorvidade. Também se apresentam como desvantagens deste processo, principalmente, o elevado custo de investimento nos LASER e a baixa eficiência das fontes de LASER, tanto na aplicação de revestimentos como na área da reparação e também na área da produção de componentes. No entanto, com um contínuo desenvolvimento tecnológico na área dos LASER e em sofisticados programas para o controlo do processo, o LASER *cladding* revela grande potencial industrial para o uso na área do revestimento metálico (que inclui o potencial para reparação) e, mais recentemente, em aplicações de prototipagem rápida e *layered manufacturing*, havendo já desenvolvimento de sistemas autónomos nesta área do LASER *cladding* que dispensam uma formação dispendiosa de pessoal qualificado para esta recente tecnologia, tornando este processo mais competitivo em relação a processos como a impressão 3D devido à redução no seu custo [28].

#### **2.4.6 Desenvolvimentos Recentes do LASER *cladding***

Considerando os últimos anos, o processo de LASER *cladding* tem sido usado, por exemplo, para investigar o seu potencial na reparação de certos materiais como o caso do aço AerMet® 100 como descrito no trabalho de investigação de Sun *et al.* [47], sendo este um tipo de aço de elevada resistência muito utilizado em aplicações aeroespaciais, sujeitas a condições críticas, como o caso dos trens de aterragem. São aços que estão expostos a altas tensões em serviço, são sensíveis à fratura e têm tendência a ter uma tenacidade limitada. Em aplicações em aeronaves, os danos causados por impacto e corrosão e a integridade estrutural requerida, tornam a reparação essencial. A dificuldade da

reparação deste tipo de aços deve-se ao facto de ser essencial que esta reparação permita suportar elevadas tensões sem qualquer diminuição da resistência dos aços à fadiga e à fratura. Nesta investigação, o aço AerMet® 100 foi usado como pó e como substrato. Como substrato, para a execução da reparação, utilizaram-se provetes normalizados obtidos a partir de barras de secção circular de diâmetro 13,6 mm, recebidas no estado recozido sendo depois tratadas termicamente. Os pós utilizados foram maioritariamente de geometria esférica, principalmente na gama de dimensões entre os 45 e 106 µm. O LASER *cladding* foi executado com recurso ao LASER Nd:YAG *Rofin Sinar CW025* e um bocal que permitiu a injeção lateral dos pós. Os resultados obtidos acerca da metalurgia, tração, fadiga e fratura para o aço AerMet® 100 em condição reparada (com deposição de pó do mesmo material) e para o aço AerMet® 100 em condição de substrato, isto é, sem reparação, foram comparados. Os autores do estudo obtiveram algumas conclusões como a verificação da boa qualidade do revestimento produzido que se obtém com o LASER *cladding* e, como resultados menos favoráveis a este tipo de aplicações, verificaram também para o aço revestido uma redução ao nível da tensão de cedência, da tensão de rotura (UTS) e da extensão e uma redução significativa da vida à fadiga do material. Identificaram ainda que o LASER *cladding* não é a opção ideal para substratos de pequeno diâmetro, devido à criação de uma zona termicamente afetada demasiado extensa.

No estudo de Arias-González *et al.* [48], foi realizada uma análise do potencial do LASER *cladding* na vertente de prototipagem para produção de implantes dentários de titânio comercial puro, que atualmente consistem em parafusos feitos de titânio comercial puro (biocompatível, resistente à corrosão, etc.) com superfície rugosa para melhorar a osseointegração (união do osso com a superfície do implante), fabricados com métodos convencionais de corte. Para esta análise foi produzida por LASER *cladding* uma “coluna” de cordões (*clads*) de titânio comercialmente puro *grade 4* sobrepostos, cujo esquema de produção se apresenta na Figura 2.16. O processo de LASER *cladding* foi realizado com um LASER de 100 W, com um bocal de injeção lateral de partículas de titânio comercialmente puro *grade 4* para o banho de fusão, na gama dos 75-180 µm. Da “coluna” foram extraídas amostras que serviram para analisar o módulo de Young, medir a rugosidade da superfície e a hidrofobicidade do material. O módulo de Young apresenta-se semelhante ao referido na literatura para o titânio comercialmente puro *grade 4* produzido por outro processo (material mais usado em implantes dentários). A rugosidade média obtida foi alta, o que é vantajoso por aumentar a área de superfície de contacto disponível e conseqüentemente a adesão celular. Algumas das superfícies das amostras são hidrofílicas, o que no caso dos implantes dentários é importante por promover a cicatrização e a osseointegração. Assim, concluiu-se também que o LASER *cladding* nesta vertente de produção é uma técnica promissora para a criação de novos implantes dentários de titânio comercialmente puro.

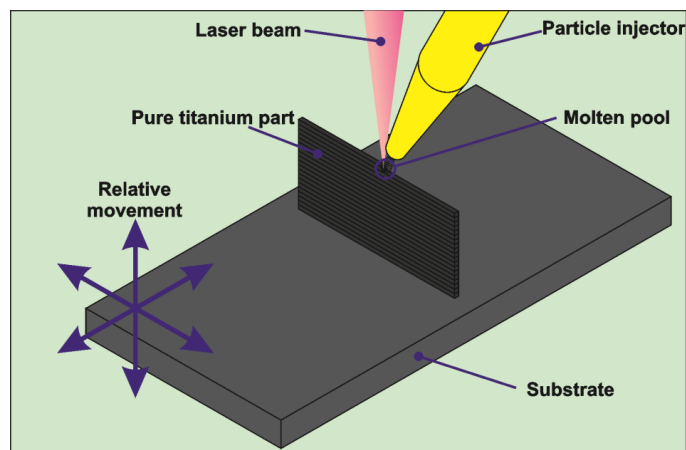


Figura 2.16-Esquema do processo de produção por LASER cladding usado na vertente de prototipagem rápida [48]

Num estudo experimental recente de Ansari *et al.* [49], o processo de LASER *cladding* coaxial (com LASER Nd:YAG pulsado de 700 W) com deposição de pós de NiCrAlY, na gama de 50-100  $\mu\text{m}$ , numa superliga de base níquel, mais especificamente na superliga Inconel 738 com dimensões de 100x100x5 mm, foi realizado e investigado com o objetivo de propor um modelo empírico-estatístico para o processo que relacionasse as características geométricas de um cordão de revestimento obtido por LASER *cladding* (largura -  $w$ , altura -  $h$ , profundidade de penetração -  $b$ , ângulo de molhagem -  $\theta$  e diluição geométrica -  $D$ ) identificadas na Figura 2.17, com os parâmetros desse processo. A diluição que não aparece identificada na Figura 2.17 foi nomeada diluição geométrica pelos autores do estudo e é dada em percentagem por  $D = \frac{b}{h+b}$ . Os autores consideraram como principais parâmetros do processo a taxa de alimentação de pós -  $F$ , a potência do LASER -  $P$  e a velocidade de deslocamento do LASER sobre o substrato -  $V$ . As correlações entre a geometria e os parâmetros foram estabelecidas como combinações de parâmetros do tipo  $P^\alpha V^\beta F^\gamma$  para cada uma das características geométricas estudadas para um cordão de revestimento. Com este estudo, é possível assim utilizar as correlações obtidas para a seleção dos parâmetros do processo de LASER *cladding* mais adequados, reduzindo assim a necessidade de trabalhos experimentais extensivos e consumidores de tempo. Um dos principais resultados referidos no estudo indicou que a altura do cordão de revestimento obtido dependeu, em termos estatísticos, da potência do LASER, tendo sido pouco influenciada pela taxa de alimentação de pós e pela velocidade de deslocamento do LASER, sendo que esta relação estatística foi descrita por  $P^2 V^{-3/2} F^1$ . Também foi indicado como resultado em relação à largura do cordão, que esta tinha sido maioritariamente controlada pela combinação da potência e da velocidade do LASER, tendo esta relação sido traduzida por  $P^{3/2} V^{-1/3}$ . Relativamente à profundidade de penetração, obteve-se o resultado de que esta característica era principalmente proporcional à combinação de parâmetros descrita por  $P^1 V^{2/3} F^{-2/3}$  e a diluição proporcional a  $V^1 F^{-1}$ . Concluíram ainda que o ângulo de molhagem tinha sido controlado pela combinação de parâmetros expressa por  $P^1 V^{-1} F^{1/2}$ .

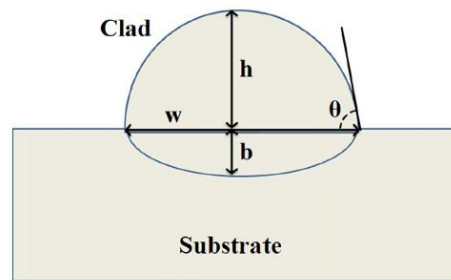


Figura 2.17-Esquema de um cordão de revestimento por LASER cladding (clad) com identificação das suas características geométricas [49]

O LASER *cladding* tem sido também estudado como método para a melhoria do desempenho dos carris de material standard ao nível do desgaste e da fadiga por contacto de rolamento (RCF – *Rolling Contact Fatigue*), como descrito por Lewis *et al.* [50]. Diversos tipos de metais, escolhidos pela sua elevada dureza e provada/esperada elevada resistência ao desgaste e à RCF, foram utilizados como revestimento de discos de material standard R260 usado nos carris, tendo estes sido testados em movimento de rolamento, contra discos feitos de material standard R8 sem revestimento, utilizado nas rodas em contacto com os carris. Os cordões de revestimento obtidos por LASER *cladding* (*clads*) tinham uma largura típica de 4 mm, sendo necessária a deposição de vários cordões para cobrir a largura de 10 mm dos discos, largura esta que entra em contacto com o disco de R8. Os revestimentos finais obtidos por LASER *cladding* tinham espessura nominal de 1-2 mm obtida por uma/duas camadas de cordões. De entre os diversos materiais testados para revestimento de carris, as amostras revestidas com aço inoxidável martensítico, com Stellite 6 e com Stellite 12 foram as que demonstraram taxas de desgaste reduzidas em relação aos discos de material standard para utilização em carris, R260, e produziram ainda redução no desgaste dos discos de amostra do material das rodas em contacto com os carris. Obteve-se ainda uma resistência à iniciação da RCF, para todas as amostras revestidas com os diferentes metais, superior à do material R260.

Num trabalho de investigação recente de Feng *et al.* [51] foram analisados e comparados revestimentos de Inconel 625 fabricados por LASER *cladding* e por SER - Soldadura com Eléctrodo Revestido, à temperatura ambiente e a elevadas temperaturas, tanto ao nível da sua microestrutura, da sua dureza, como ao nível da sua resistência ao desgaste. Estes revestimentos, obtidos com um sistema equipado com um LASER de fibra de itérbio de elevada potência (10 kW) denominado *IPG YLS-10000*, tiveram como substrato válvulas de turbinas a vapor de aço martensítico COST E, com dimensões de 700x400x40 mm, que foram submetidas ao processo com vista ao seu endurecimento superficial. Os resultados indicaram que o revestimento por LASER *cladding* com pós de Inconel 625 (partículas esféricas de dimensões de 75-100  $\mu\text{m}$ ), quando comparado com o obtido pela aplicação da soldadura SER, proporcionou uma microestrutura mais fina, uma maior presença de elementos endurecedores remanescentes numa matriz de solução sólida como os elementos molibdénio (Mo) e Nióbio (Nb) e uma menor diluição do ferro no revestimento, proveniente do material base. Também foi possível determinar que, comparando os dois processos, o revestimento obtido por LASER *cladding* tinha, à temperatura ambiente, uma dureza apenas ligeiramente superior na zona do revestimento sendo muito superior na zona onde ocorre diluição do ferro e, a elevadas temperaturas, tinha também uma dureza

superior em todo o revestimento (ver Figura 2.18). Independentemente da temperatura, o revestimento obtido por LASER *cladding* teve sempre uma taxa de desgaste inferior (ver Figura 2.19) devido à baixa diluição do ferro e à dureza superior. Sendo assim, os autores concluíram que o revestimento por LASER *cladding* era preferível, uma vez que apresentou um melhor desempenho a nível mecânico à temperatura ambiente e a elevadas temperaturas.

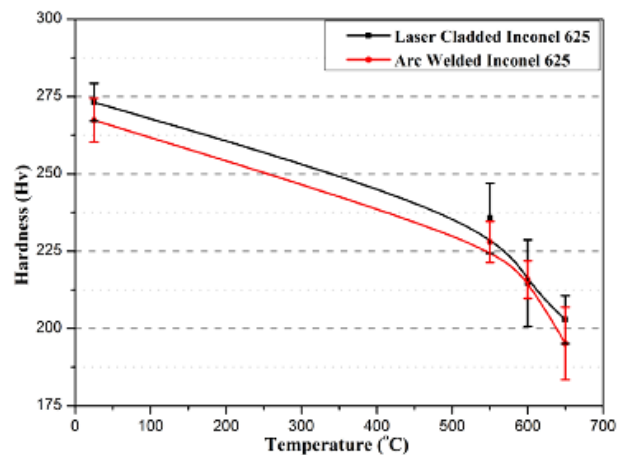


Figura 2.18-Microdureza média em função da temperatura para o revestimento produzido com Inconel 625 por soldadura por arco elétrico e por LASER *cladding* [51]

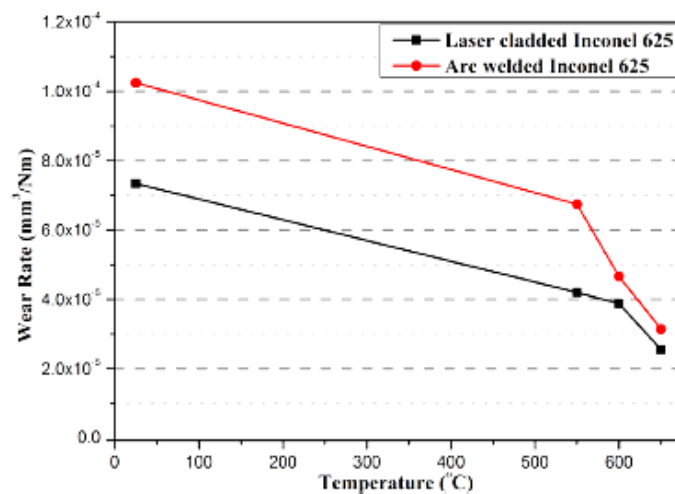


Figura 2.19-Taxa de desgaste em função da temperatura para o revestimento produzido com Inconel 625 por soldadura por arco elétrico e por LASER *cladding* [51]

## 2.5 Ensaios Mecânicos

Qualquer ensaio mecânico tem como finalidade principal obter resultados acerca do comportamento mecânico dos materiais. Os resultados obtidos relativamente às propriedades mecânicas que se ficam a conhecer com estes ensaios são muito importantes, por exemplo, na parte de projeto, uma vez que permitem avaliar características de resistência e ductilidade de materiais, possibilitando a fixação das tensões e deformações admissíveis. Uma outra característica importante dos ensaios mecânicos é

permitir a comparação entre o comportamento dos materiais a nível qualitativo e quantitativo, auxiliando na seleção dos mesmos para uma dada aplicação. Podem também servir para efetuar estudos a nível da metalurgia dos materiais, verificando a influência de variáveis como a microestrutura, o tamanho de grão e o tratamento térmico a que foram sujeitos sobre as propriedades mecânicas [52].

Os ensaios mecânicos alvo de revisão bibliográfica em seguida são os ensaios de tração e os ensaios de fadiga.

### 2.5.1 Ensaios de Tração

O ensaio de tração é largamente utilizado na indústria tanto para o caso de se pretenderem obter dados sobre as propriedades dos materiais como em testes de aceitação que se executam na fase de controlo de qualidade, tendo por isso já sido alvo de extensa revisão bibliográfica [52].

Este ensaio consiste em submeter um provete a um esforço de tração continuamente crescente, geralmente até à rotura, com vista à determinação de uma ou várias características mecânicas. A força que é aplicada é uniaxial, sendo feita uma observação com registo simultâneo do alongamento que o provete vai sofrendo. Os provetes apresentam geralmente uma geometria e dimensões normalizadas [10],[52]. Como exemplo apresenta-se na Figura 2.20 um provete normalizado de secção transversal circular para ensaios de tração.

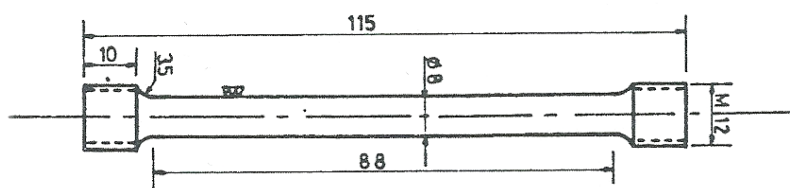


Figura 2.20-Provete normalizado para ensaio de tração [52]

Os provetes utilizados nestes ensaios apresentam normalmente secção transversal retangular ou circular e são ensaiados em máquinas que dispõem de dispositivos de fixação apropriados como amarras ou garras que devem garantir uma perfeita axialidade na aplicação da carga, impedindo o escorregamento do provete no dispositivo de fixação. Desvios que ocorram na linha de aplicação da carga axial criam uma componente de flexão que conduz a resultados incorretos. Nas máquinas de ensaios de tração, a carga é aplicada mediante o deslocamento de um travessão, onde o provete e as amarras estão fixos, estando normalmente a extremidade contrária do provete ligado pela outra amarra a um travessão fixo. O travessão que se desloca apresenta uma velocidade que pode ser mantida constante ou ajustada durante o ensaio, dependendo do tipo de máquina [52].

Durante o ensaio é possível obter uma curva tensão nominal-extensão nominal ( $\sigma$ - $\epsilon$ ). A tensão nominal,  $\sigma$ , corresponde à tensão média no provete de tração, que se obtém dividindo a carga pela área inicial da secção transversal do provete, sendo dada pela equação (2.1)

$$\sigma = \frac{P}{A_0} \quad (2.1)$$

em que  $P$  é a carga aplicada e  $A_0$  é a área inicial da secção transversal do provete. A extensão,  $\varepsilon$ , que se regista na curva tensão nominal-extensão nominal corresponde à extensão linear média obtida dividindo o aumento do comprimento  $\Delta l$ , pelo comprimento inicial registado,  $l_0$ , sendo a extensão dada pela equação (2.2)

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0} = \frac{l - l_0}{l_0} \quad (2.2)$$

com  $l$  a representar o comprimento instantâneo medido no provete [52]. Na Figura 2.21 que se segue encontra-se a representação da curva nominal.

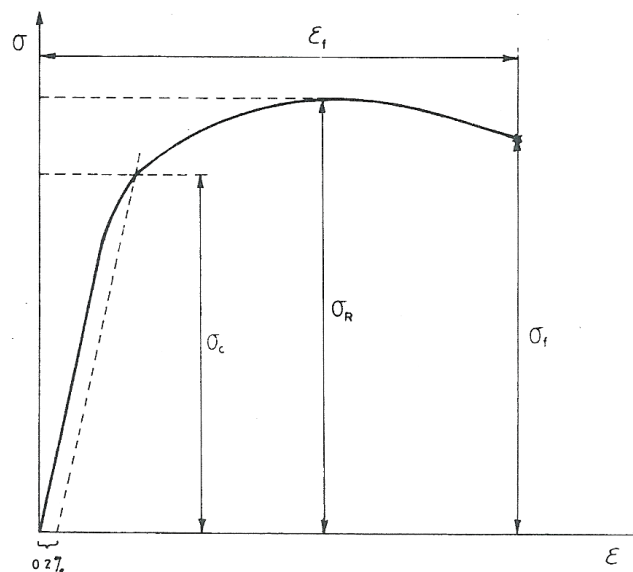


Figura 2.21-Curva tensão nominal-extensão nominal, obtida num ensaio de tração uniaxial de um material dúctil [52]

Os parâmetros que podem descrever a curva de tensão-extensão são a tensão de rotura ou tensão última (UTS) ou resistência à tração,  $\sigma_R$ , a tensão de cedência,  $\sigma_C$ , a tensão de fratura,  $\sigma_f$ , e a extensão após fratura,  $\varepsilon_f$ , [52],[53], indicando-se aqui as variáveis nominais.

Como medidas de ductilidade, que dão indicação sobre o grau de deformabilidade de um material até à fratura, pode-se indicar a extensão (nominal) após fratura já referida,  $\varepsilon_f$ , e a redução de área,  $q$ , da secção transversal do provete após fratura, também conhecida por coeficiente de estrição [52],[53]. Ambas as medidas são normalmente expressas em percentagem [53]. As fórmulas (2.3) e (2.4) para o cálculo destas medidas que caracterizam a ductilidade de um material são dadas por

$$\varepsilon_f = \frac{l_f - l_0}{l_0} \quad (2.3)$$

e

$$q = \frac{A_0 - A_f}{A_0} \quad (2.4)$$

sendo  $l_f$  o comprimento final de fratura medido no provete e  $A_f$  a área da secção transversal do provete no instante de fratura do mesmo, que se apresenta menor do que a inicial [52].

A curva nominal de tensão-extensão não fornece a indicação verdadeira das características de deformação do material, pelo facto de se basear exclusivamente nas dimensões iniciais do provete, que variam ao longo do ensaio. Tendo isto em conta, a área da secção transversal reduz durante o ensaio e a carga necessária aplicar para continuar a deformação também. Usando uma extensão verdadeira que se baseie na área instantânea da secção do provete, a curva tensão-extensão vai crescer continuamente até ao instante da fratura. Se os valores da extensão forem também instantâneos, a curva obtida denomina-se curva tensão verdadeira-extensão verdadeira ( $\bar{\sigma}$ - $\bar{\epsilon}$ ). Para além da carga máxima, a tensão verdadeira,  $\bar{\sigma}$ , deve ser medida a partir de valores medidos de carga e área da secção transversal do provete, no entanto, até se atingir a estricção, para obter a tensão verdadeira, pode recorrer-se à equação (2.5)

$$\bar{\sigma} = \sigma(1 + \epsilon) \quad [52]. \quad (2.5)$$

Da mesma forma, a equação (2.6) para a extensão verdadeira,  $\bar{\epsilon}$ , só deve ser aplicada até à estricção, sendo ela

$$\bar{\epsilon} = \ln(1 + \epsilon) \quad [52]. \quad (2.6)$$

Após se ultrapassar a carga máxima, a extensão e a tensão verdadeira devem ser obtidas recorrendo aos valores que vão sendo medidos sucessivamente para a área da secção transversal ou diâmetro do provete, respetivamente através das equações (2.7) e (2.8)

$$\bar{\epsilon} = \ln \frac{A_0}{A} = 2 \ln \frac{d_0}{d} \quad (2.7)$$

e

$$\bar{\sigma} = A \frac{d_0}{d} \quad (2.8)$$

em que  $A$  significa a área da secção do provete medida num dado instante e, no caso de um provete de secção circular,  $d_0$  e  $d$  significam o diâmetro inicial e o diâmetro instantâneo do provete, respetivamente [54].

A curva verdadeira ou real na região de deformação plástica uniforme, compreendida entre a cedência e a rotura (UTS), é traduzida pela equação (2.9)

$$\bar{\sigma} = K \bar{\epsilon}^n \quad (2.9)$$

em que  $n$  corresponde ao coeficiente de encruamento, com valores entre 0 e 1, e  $K$  ao coeficiente de resistência. Estes coeficientes são característicos dos materiais e dependem, por exemplo, do tratamento térmico a que foram sujeitos. O  $K$  dá indicação sobre a resistência do material e corresponde à tensão verdadeira para uma extensão verdadeira de 1 ( $\bar{\epsilon} = 1$ ). O  $n$  indica sobre a capacidade de

encruamento do material, descrevendo adequadamente a ductilidade do material, ou seja, a aptidão do mesmo para deformar plasticamente. Um  $n$  elevado significa ductilidade elevada, permitindo elevados níveis de conformação no material, fazendo com que os materiais com elevado  $n$  apresentem, por norma, boas características para processos de enformação. A representação num gráfico bilogarítmico da equação (2.9) na Figura 2.22 apresentada de seguida, corresponde a uma linha reta cuja inclinação é  $n$  [52],[54].

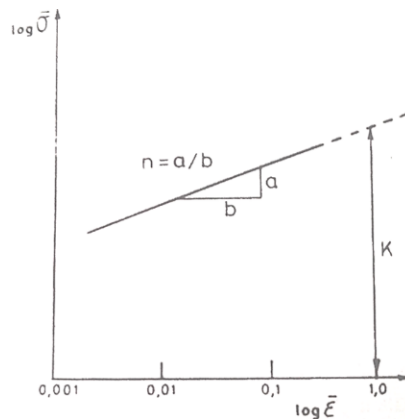


Figura 2.22-Representação num gráfico bilogarítmico da equação  $\bar{\sigma} = K\bar{\epsilon}^n$  [52]

## 2.5.2 Ensaio de Fadiga

As solicitações dinâmicas aplicadas a uma peça podem provocar um tipo de rotura a que se dá o nome de fadiga, a qual causa entre 80 a 90% de todas as ruínas de peças ou estruturas sujeitas a esforços mecânicos. Sendo esta a principal causa da rotura de equipamentos mecânicos, a investigação em fadiga tem-se mostrado como a principal área de investigação respeitante ao comportamento mecânico dos materiais. Atualmente, os estudos efetuados neste âmbito visam fundamentalmente o desenvolvimento de materiais económicos que possuam a máxima resistência à fadiga possível e o desenvolvimento de métodos para a conceção e cálculo de estruturas sujeitas à fadiga [52].

### 2.5.2.1 Processo de Fadiga

A rotura por fadiga resulta da nucleação e propagação de uma fenda ou fendas que surgem numa peça que se encontre sujeita a solicitações dinâmicas, e pode ocorrer a níveis de tensão pouco elevados, muitas vezes inferiores ao limite de elasticidade mas cuja repetição de aplicação desses esforços resulta num possível perigo. Podem considerar-se quatro fases no processo de fadiga: a nucleação da fenda, o crescimento microscópico da fenda, a propagação da fenda e a rotura final. As duas primeiras fases dizem respeito ao período de iniciação da fenda e a propagação macroscópica corresponde ao período de propagação da fenda [10],[52].

A fadiga é um processo de alteração estrutural permanente, progressivo e localizado, que ocorre num material sujeito a condições que produzem tensões e extensões dinâmicas num ponto ou pontos, podendo culminar em fendas ou numa fratura completa depois de um número suficiente de variações

de carga. Esta é a definição apresentada pela ASTM - *American Society for Testing and Materials*, na norma *ASTM E1823-23* que contem a terminologia standard relacionada com os ensaios de fadiga e fratura. A capacidade de resistir a ciclos repetidos de esforços denomina-se por resistência à fadiga. A tensão limite de fadiga corresponde ao valor abaixo do qual o material tem provavelmente vida infinita [10],[52],[55].

### **2.5.2.2 Leis Fenomenológicas do Comportamento à Fadiga**

As leis que definem o comportamento dos materiais à fadiga são normalmente obtidas através do ensaio de provetes dos materiais que se pretendem estudar. Estas leis traduzem-se em equações que permitem relacionar a amplitude das tensões ou extensões com o número de ciclos de esforços aplicados até à fratura. Torna-se necessário definir os principais tipos de ciclos de tensão que levam à fadiga e os parâmetros que caracterizam esses ciclos de tensão [52].

Um ciclo de tensão de fadiga representa a variação da tensão aplicada em função do tempo ou do número de ciclos de aplicação da tensão, uma vez que a fadiga apenas se manifesta se a tensão for dinâmica, ou seja, variar ao longo do tempo. Os principais ciclos podem dividir-se essencialmente em dois grandes grupos: os ciclos ou solicitações a amplitude de tensão constante e os ciclos ou solicitações a amplitude de tensão variável. O primeiro grupo pode ainda ser dividido em ciclos alternados, repetidos ou pulsantes (com tensão mínima nula,  $\sigma_{min} = 0$ ) e o segundo em ciclos de blocos e ciclos aleatórios [52]. Os tipos de ciclos referidos e outros menos comuns podem ser identificados de seguida na Figura 2.23.

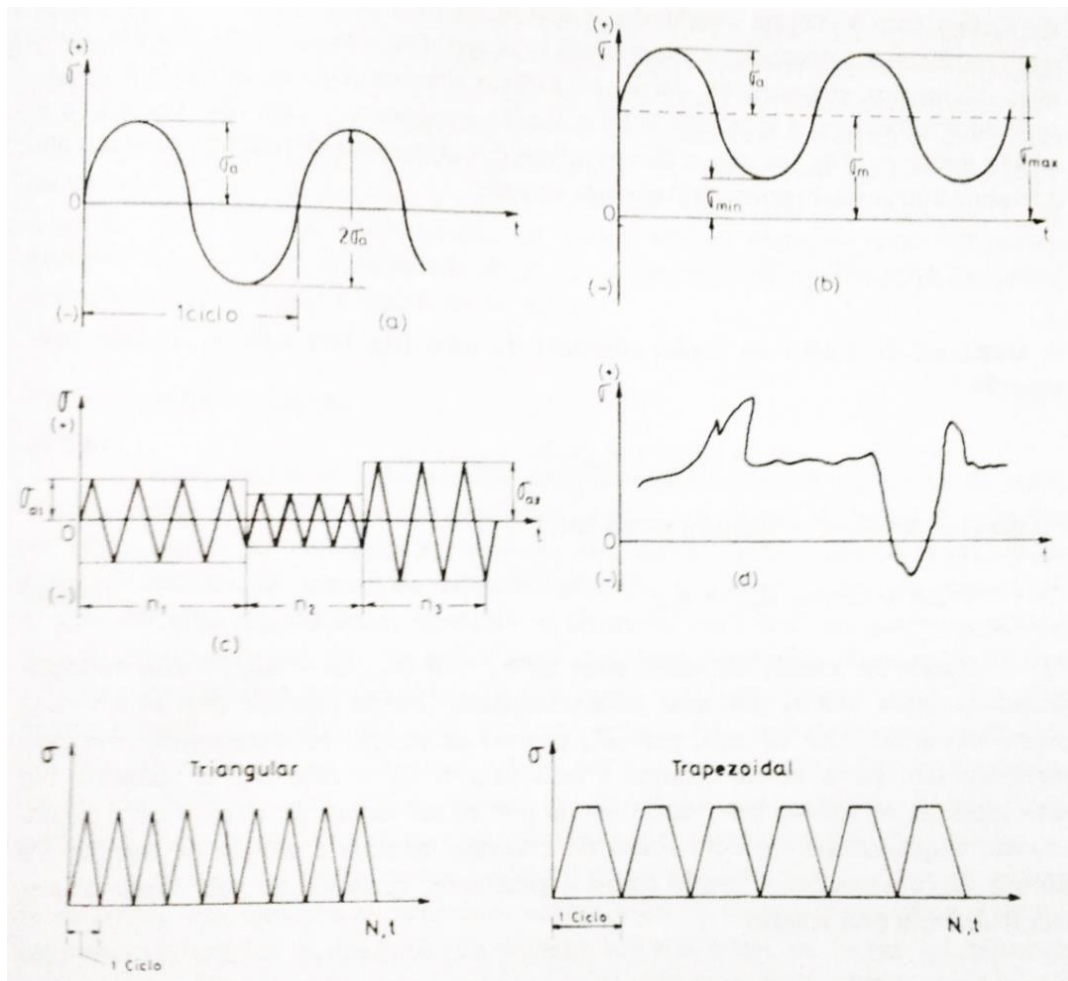


Figura 2.23-Tipos de ciclo de tensão de fadiga. (a) ciclo alternado; (b) ciclo repetido; (c) ciclo de blocos; (d) ciclo aleatório; ciclo com onda de tensão triangular e trapezoidal nos dois gráficos inferiores [52]

Uma solicitação dinâmica realizada, a amplitude de tensão constante, é constituída por  $N$  ciclos com a mesma onda como o caso do ciclo de tensão alternado, repetido ou pulsante. O mesmo não acontece no caso de solicitações com amplitude de tensão variável (ciclos de tensão de blocos ou aleatórios). O tempo e o número de ciclos relacionam-se pela equação (2.10)

$$f = \frac{N}{t} \quad (2.10)$$

que fornece a frequência de aplicação da carga (tensão ou força) em ciclos/segundo ou ciclos/minuto, considerando  $N$  o número de ciclos de carga, ou ciclos de tensão (por exemplo), e  $t$  o tempo que corresponde a esse número de ciclos [52].

Em geral, a forma da função que descreve o ciclo de tensões assume forma sinusoidal, sendo descrita pela equação (2.11)

$$\sigma = \sigma_{m\acute{a}x} \cdot \text{sen}(2\pi t f) \quad [52]. \quad (2.11)$$

No entanto, existem outras formas como a triangular ou trapezoidal que também representam ciclos de tensão [52].

Um ciclo de tensões caracteriza-se pela definição de uma amplitude de tensão ( $\sigma_a$ ) que representa a diferença entre a tensão máxima,  $\sigma_{m\acute{a}x}$ , ou mínima,  $\sigma_{m\acute{i}n}$ , e a tensão média,  $\sigma_m$ , média da tensão máxima e mínima. A amplitude da tensão, também denominada de tensão alternada do ciclo, é dada pela equação (2.12)

$$\sigma_a = \sigma_{m\acute{a}x} - \sigma_m \quad [52]. \quad (2.12)$$

A equação (2.12) pode ser reescrita como

$$\sigma_a = \frac{\sigma_{m\acute{a}x} - \sigma_{m\acute{i}n}}{2}, \quad (2.13)$$

uma vez que a tensão média,  $\sigma_m$ , é dada pela equação (2.14)

$$\sigma_m = \frac{\sigma_{m\acute{a}x} + \sigma_{m\acute{i}n}}{2} \quad [52]. \quad (2.14)$$

A gama de tensão,  $\Delta\sigma$ , corresponde ao dobro da amplitude de tensão traduzida pelas equações (2.12) ou (2.13), sendo dada por

$$\Delta\sigma = 2\sigma_a = \sigma_{m\acute{a}x} - \sigma_{m\acute{i}n} \quad [52]. \quad (2.15)$$

O ciclo de tensão alternado pode ter  $\sigma_m = 0$ , o repetido tem  $\sigma_m$  diferente de zero, podendo esta ser de tração ou compressão. No ciclo repetido, as tensões máxima e mínima podem ser as duas de tração ou compressão, enquanto que no alternado a máxima corresponde à tração e a mínima à compressão [52].

Outra variável que também caracteriza os ciclos é a razão de tensões,  $R$ . É representada pela relação (2.16)

$$R = \frac{\sigma_{m\acute{i}n}}{\sigma_{m\acute{a}x}} \quad (2.16)$$

e no ciclo alternado tem o valor de  $R = -1$  e no pulsante  $R = 0$  [52].

No que diz respeito aos ciclos de blocos, cada bloco é caracterizado por ter uma tensão constante, por um determinado número de ciclos e por uma tensão máxima e mínima. O ciclo de tensões aleatório não apresenta uma lei definida entre as tensões e o tempo [52].

### 2.5.2.3 Ensaios

Os ensaios de fadiga podem ocorrer em provetes do material ou nas próprias peças, estruturas ou detalhes. Os ensaios de fadiga executados em provetes destinam-se maioritariamente, e a título de exemplo, à seleção de materiais, de tratamentos térmicos (mecânicos ou químicos) e de condições de processamento. São os ensaios mais realizados por serem os de mais fácil execução e menor custo, possuindo normas em vários países. Têm também um interesse mais comparativo em termos de materiais, visto não terem uma geometria parecida à da peça em serviço. Os ensaios executados em

peças utilizam-se principalmente na melhoria das geometrias e estabelecimento de tensões admissíveis, apesar de também possuírem um carácter comparativo ao nível dos materiais. Os ensaios em estruturas são geralmente mais dispendiosos, só se justificando a sua realização no caso do custo da construção ser elevado e caso a informação que se possa retirar seja importante para a otimização do projeto em causa [52].

Os ensaios mais simples e mais vulgarmente utilizados são o ensaio de flexão rotativa, em maior percentagem, e os ensaios de carga axial. O caso do ensaio por flexão rotativa simula o estado de tensão de um veio rotativo, submetido a cargas transversais. Ambos são ensaios normalizados e caracterizam-se pela imposição de esforços periódicos sinusoidais aos provetes testados [10],[52].

Nos ensaios de fadiga, cada provete é submetido a uma determinada amplitude de tensão (ou tensão alternada) que se mantém constante ao longo do ensaio, terminando este quando a rotura do provete é verificada ou, quando não ocorre rotura, o ensaio cessa assim que se ultrapassar um determinado número suficientemente grande de ciclos de aplicação da tensão ( $10^7$  a  $10^8$  ciclos). A representação das curvas  $S-N$  (ou diagramas de Wöhler) da tensão aplicada ( $S$  - stress) em função do número de ciclos até à fratura por fadiga ( $N$  - number of cycles) é o método mais utilizado na análise dos resultados obtidos através dos ensaios de fadiga e permite que para um modo de solitação se saiba qual é o comportamento do material. Normalmente para ciclos até à fratura superiores a um valor aproximado de  $10^4$ , a representação da tensão  $S$  em função de  $N$  dá uma linha reta num gráfico bilogarítmico [52]. De notar que a tensão considerada pode ser a tensão máxima,  $\sigma_{m\acute{a}x}$ , a amplitude de tensão,  $\sigma_a$ , ou a gama de tensão,  $\Delta\sigma$  [54]. A equação da curva  $S-N$  que caracteriza o comportamento à fadiga de um material pode ser do tipo da equação (2.17) ou (2.18)

$$\log S = \log C' - c \log N \quad (2.17)$$

ou

$$SN^c = C' \quad (2.18)$$

em que  $c$  e  $C'$  correspondem a constantes do material e das condições em que se deram os ensaios. Os valores de tensão que entram na curva são normalmente valores nominais. Vários parâmetros podem ser utilizados para dar conta das magnitudes das tensões aplicadas, no entanto, apenas são necessários dois para descrever completamente o ciclo de fadiga, com amplitude constante. Podem-se combinar o parâmetro da tensão máxima,  $\sigma_{m\acute{a}x}$ , e a razão de tensões,  $R$ , ou combinar o parâmetro da amplitude de tensão,  $\sigma_a$ , e a tensão média,  $\sigma_m$  [52]. Na Figura 2.24 é possível visualizar o exemplo de 2 curvas  $S-N$  num gráfico bilogarítmico para uma liga de alumínio, sendo uma correspondente ao ensaio de fadiga por flexão (pontos experimentais a azul) e outra à fadiga por tração/compressão (pontos experimentais a rosa).

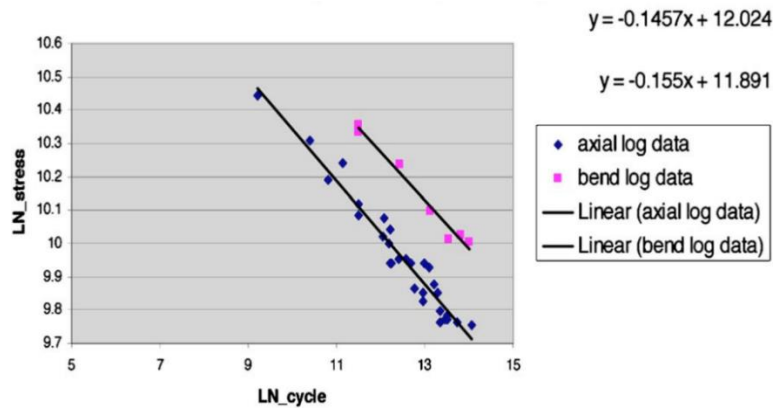


Figura 2.24-Curvas S-N num gráfico  $\ln(S)$  em função de  $\ln(N)$  [56]

O comportamento dos materiais à fadiga, descrito pelas curvas  $S-N$ , é influenciado por certos fatores como [52]:

- o acabamento superficial, revestimento e tensões residuais à superfície da peça;
- a geometria e o tamanho da peça a ser ensaiada;
- a concentração de tensões;
- o estado de tensões;
- o meio envolvente e a temperatura em específico;
- o material e o seu tratamento térmico.

Existem três domínios de fadiga, que se verificam nos próprios diagramas das curvas  $S-N$ , de acordo com o número de ciclos até à fratura e os níveis de tensão. No domínio de fadiga oligocíclica, o número de ciclos até à fratura situa-se abaixo dos  $10^4 - 10^5$  ciclos e corresponde a níveis de tensão aplicados entre a tensão referente a 0,2% de deformação plástica do material ou tensão de cedência e a resistência à tração ou tensão de rotura (UTS),  $\sigma_R$  (ponto mais elevado da curva tensão-extensão). A fadiga oligocíclica (ou zona de fadiga a baixo número de ciclos) apresenta-se interessante, uma vez que muitas fraturas observadas são verificadas para tensões elevadas e baixo número de ciclos de aplicação de esforços, o que não significa que o tempo até à fratura seja curto, podendo significar que as frequências baixas dos ciclos de aplicação das cargas podem tornar o tempo de duração dos componentes superior. Observa-se em reservatórios sob pressão, turbinas a vapor ou reatores nucleares. O domínio de fadiga limitada/finita ocorre a um número de ciclos entre  $10^4 - 10^5$  a  $10^7 - 10^8$ , com níveis de tensão inferiores à tensão limite de elasticidade (tensões nominais elásticas). Por fim, tem-se o domínio de fadiga ilimitada que se verifica para tensões máximas inferiores à chamada tensão limite de fadiga, em que o tempo de vida refere-se a um  $N$  superior a  $10^7$  a  $10^9$  ciclos (vida infinita) [10],[52].

### 3 Materiais e Procedimento Experimental

#### 3.1 Provetes

Para o estudo do comportamento mecânico da liga de Ti-Ta, Ti10Ta, foram utilizados provetes de perfil retangular, testados ao nível da dureza, tração e fadiga. A percentagem dos componentes da liga encontrava-se em percentagem massa (wt.%) e as dimensões dos provetes foram seleccionadas de acordo com a norma *ASTM E8/E8M-09* [57] para os *subsize specimens* (Figura 3.1).

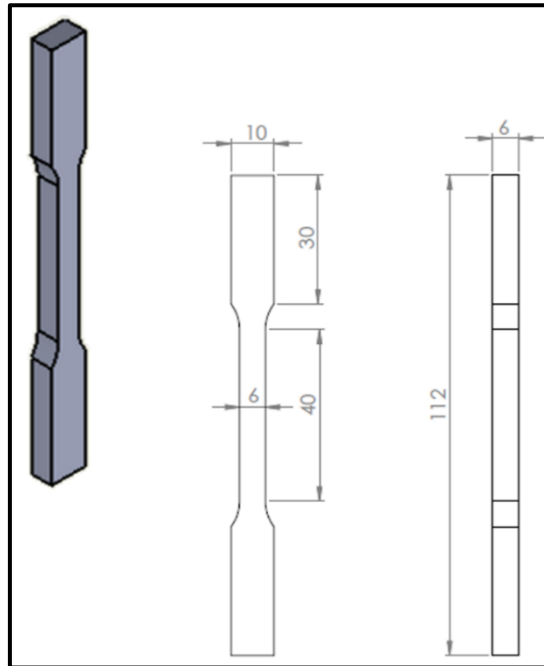


Figura 3.1-Esquema dos provetes de Ti10Ta normalizados segundo a ASTM E8/E8M-09

Foram fabricados 18 destes provetes dos quais 6 para testar à tração e 12 para testar à fadiga, tendo-se produzido primeiramente para esse fim 2 blocos de revestimento (com várias camadas – *multilayer coating*), cada um sobre uma placa de titânio *grade 2*, recorrendo ao processo de *LASER cladding*. A partir de cada um destes 2 blocos foram extraídos 9 provetes, perfazendo o referido total de 18 provetes.

O corte dos blocos para a extração final dos referidos provetes normalizados pretendidos, como o apresentado na Figura 3.2, foi executado por *wire-EDM* - *wire-Eletrical Discharge Machining* (corte por electroerosão por fio).



Figura 3.2-Provete de Ti10Ta

### 3.1.1 Processo de Fabrico dos Provetes

A produção dos blocos de revestimento foi feita no centro tecnológico espanhol *IK4-TEKNIKER* pelo Sr. Josu Leunda, tendo sido utilizado para o efeito um equipamento de LASER *cladding* (Figura 3.3) com um alimentador de pós (*powder feeder*), onde se encontravam os funis de alimentação (*powder hoppers*). O equipamento era também constituído por um bocal (*nozzle*) exterior coaxial da *Fraunhofer ILT - Institute for LASER Technology* que permitiu focalizar a deposição dos pós, transportados até ao substrato por um gás inerte (árgon), e uma fonte de LASER Nd:YAG da *Rofin* para a fusão do material.

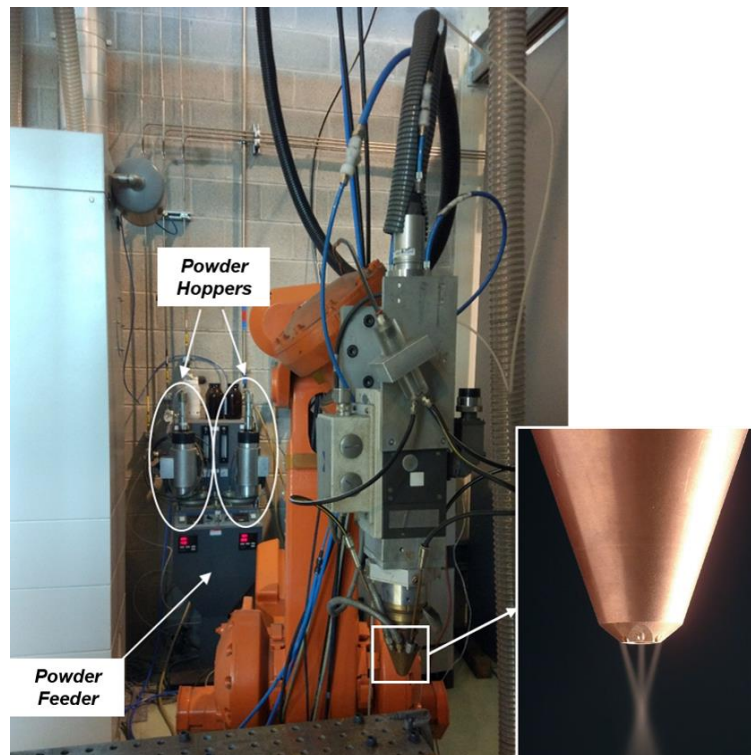


Figura 3.3-Equipamento de LASER *cladding* do *IK4-TEKNIKER* usado na produção dos blocos de revestimento de Ti10Ta com o *nozzle* coaxial usado à direita, onde o fluxo de pós passa à volta do LASER por 3 orifícios com 120° entre eles (cortesia do Sr. Josu Leunda do centro tecnológico *IK4-TEKNIKER* - adaptada)

Foram as seguintes as operações conducentes à produção de cada um dos blocos de revestimento da liga Ti10Ta sobre cada uma das placas de titânio *grade 2*, por recurso ao processo de LASER *cladding*:

- Para efeitos de efetuar a mistura para formar a liga, juntaram-se inicialmente os pós na proporção 90 de titânio (*grade 2*) para 10 de tântalo (UNS R05400) em wt.%. Ambos os pós tinham uma geometria poligonal, dimensões num intervalo de 45-90  $\mu\text{m}$ , uma pureza de 99,9% e foram fornecidos pela empresa inglesa *NewMet Ltd. – New Metals and Chemicals Ltd.*
- Manteve-se a mistura, ainda sem estar homogénea, numa estufa a 100°C para a secar, durante aproximadamente 20 horas, antes da mesma ser introduzida no funil alimentador de pós (*powder hopper*) pertencente ao sistema de alimentação de pós (*powder feeder*).
- Depois disso, foi introduzida no *powder hopper* e misturada durante 2 horas no misturador desse *powder hopper*, de forma a garantir a homogeneidade da mistura antes da sua deposição.

- Finalmente, e de acordo com o descrito anteriormente sobre o processo de LASER *cladding*, com o material de adição (mistura de titânio e tântalo) já no funil alimentador de pós (*powder hopper*), foi possível proceder-se à sua deposição através do *nozzle*, sobre um substrato de titânio *grade 2* com 15x160x160 mm, com a fonte de calor LASER a aquecer os pós e o substrato, em simultâneo com a deposição. O transporte da mistura de pós até ao substrato para ser depositada, foi feito por um gás inerte transportador (árgon), também usado como gás protetor do banho de fusão criado.

De referir ainda, que os pós de titânio e tântalo já na proporção requerida foram colocados no sistema de LASER *cladding* num só *powder hopper*, em alternativa à opção de serem aplicados no substrato vindos de *hoppers* diferentes uma vez que, como verificado, as partículas de pó de tântalo comercialmente puro têm tendência para aglomerarem facilmente e, com a mistura prévia dos pós de titânio e tântalo o escoamento dos mesmos durante a deposição é facilitado, uma vez que a aglomeração entre os pós de tântalo é reduzida.

Recorreu-se então ao LASER *cladding* para produção de blocos de revestimento sobre superfícies de titânio *grade 2*, a partir dos quais se extraíram os provetes com as dimensões normalizadas finais, uma vez que com dimensões de provetes tão pequenas seria muito difícil utilizar a tecnologia de LASER *cladding* para realizar um revestimento em volta de provetes sem os produzir de raiz a partir de blocos da liga. Isto porque, logo que se revestisse a primeira face do provete, ocorreria uma dobragem do mesmo devido ao calor elevado produzido pelo processo, ficando o provete final com uma curvatura significativa, como nos foi confirmado pelo Sr. Josu Leunda.

Sendo assim, foram utilizadas 2 placas de titânio *grade 2* como substrato, com as dimensões acima referidas onde, em cada uma, se depositaram e fundiram camadas de cordões (*clads*) de Ti10Ta ligeiramente sobrepostos entre si. Cada camada de cordões foi sobreposta perpendicularmente à anterior como é visível na Figura 3.4 que ilustra a estratégia cruzada usada na deposição de camadas de revestimento consecutivas, culminando na obtenção de um bloco de revestimento de 10x120x120 mm em cada uma das 2 placas de titânio *grade 2* (Figura 3.5), a partir dos quais se obtiveram 18 provetes de Ti10Ta, extraíndo 9 de cada bloco.

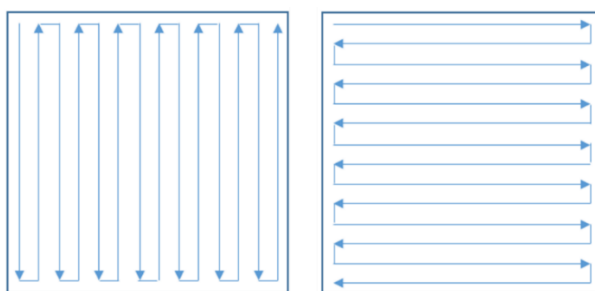
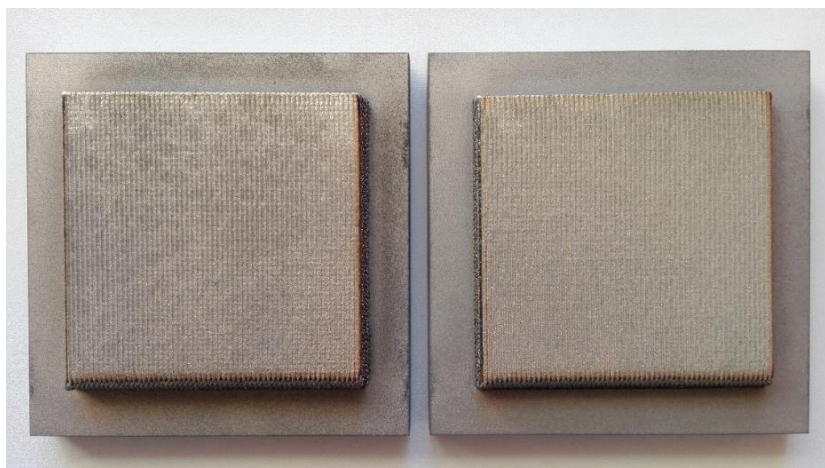


Figura 3.4-Estratégia de deposição das camadas usada na produção dos dois revestimentos multicamada de Ti10Ta, tendo as camadas ímpares sido produzidas na orientação da esquerda e as pares na da direita (cortesia do Sr. Josu Leunda do centro tecnológico IK4-TEKNIKER - adaptada)



*Figura 3.5-Blocos de revestimento da liga Ti10Ta sobre placas de Ti grade 2 onde foram depositados por LASER cladding*

Em seguida, foi necessário efetuar o corte por eletroerosão por fio para obter as dimensões finais normalizadas dos provetes. O esquema do corte para extração dos provetes normalizados dos blocos pode ser visto na Figura 3.6.



*Figura 3.6-Bloco de revestimento da liga Ti10Ta sobre a placa de titânio grade 2 com esquema do corte para extração de 9 provetes normalizados do bloco*

O corte por eletroerosão por fio foi executado na empresa JDEUS, S.A. - João de Deus & Filhos, S.A., em Setúbal, supervisionado pelo Sr. Engenheiro Eduardo Pimentel. Descrevendo a sequência de operações até à extração final do conjunto de 9 provetes de um dos 2 blocos, a mesma iniciou-se com uma retificação da base da placa de titânio *grade 2* que serviu de base ao bloco da liga, assentando para o efeito o topo do bloco da liga na retificadora. Esta retificação foi executada para que quando a placa com o bloco depositado na mesma fossem colocados na vertical (assentes na espessura da placa) na próxima operação, a placa tivesse a sua base com perpendicularidade completamente garantida relativamente à sua face lateral/espessura e por conseguinte ao plano onde estava assente, fazendo com que o corte a executar em seguida fosse paralelo à base da placa na vertical e perpendicular ao plano onde estava assente.

Em seguida, foi executada a retificação da superfície de topo do bloco da liga, assentando para o efeito na retificadora a base de titânio já retificada. Ambas as retificações foram executadas na retificadora GER S-100/60 da GER Máquinas Herramienta, S.L.U. existente na empresa JDEUS, S.A. (Figura 3.7).



*Figura 3.7-Retificadora GER S-100/60 existente na JDEUS, S.A usada na retificação das placas base e das superfícies de topo dos blocos de revestimento da liga*

Na operação seguinte a placa base de titânio foi colocada na vertical, assente na sua espessura, dentro da máquina de eletroerosão por fio *ONA PRIMA E-400 + AWF* da *ONA Electroerosión S.A.* existente na JDEUS, S.A., e cortou-se, do bloco de revestimento efetuado por *LASER cladding*, uma “fatia” com a espessura pretendida para os provetes de 6 mm, obtendo-se um corte uniformemente paralelo à base. No corte foi usado um fio condutor (elétrodo) de latão com 0,25 mm de diâmetro e 900 MPa de limite de resistência à tração (tensão de rotura – UTS).

Em seguida, ainda na já mencionada máquina de eletroerosão por fio, foi efetuado o corte da geometria dos provetes normalizados na “fatia” de 6 mm já destacada, com a mesma assente na máquina em posição horizontal (ver Figura 3.8). A “fatia” já com os provetes cortados é também apresentada na Figura 3.9.

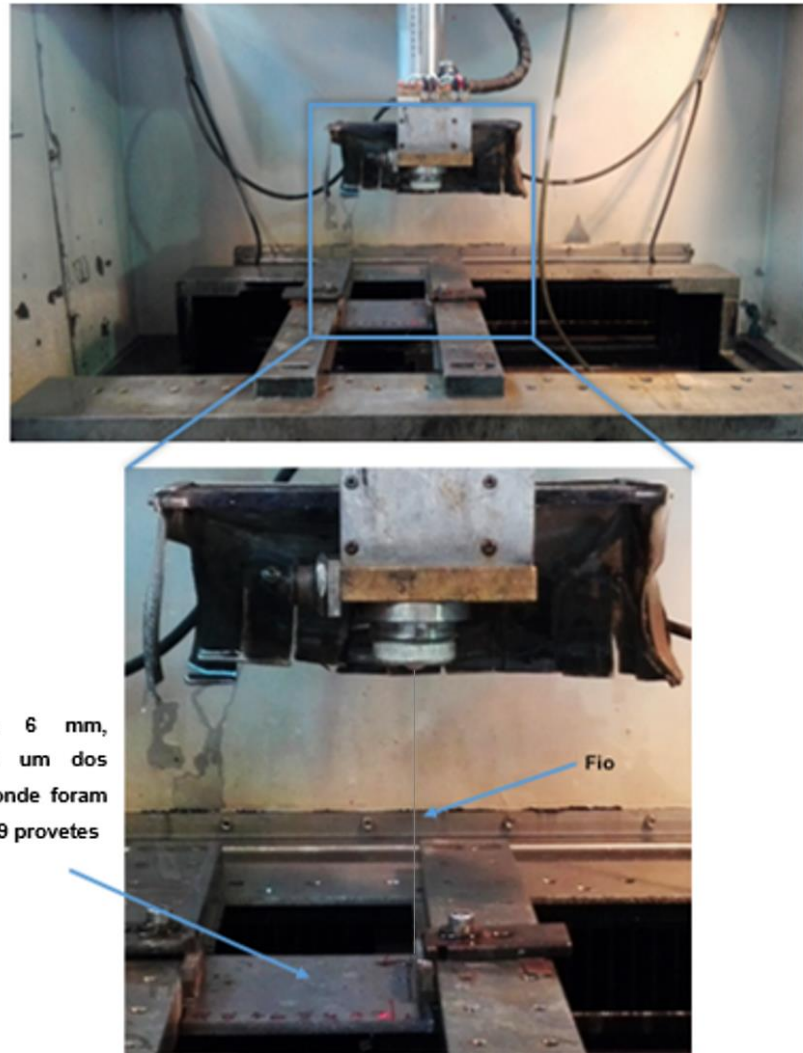


Figura 3.8-Execução do corte de 9 provetes por eletroerosão por fio a partir da "fatia" de Ti10Ta, tendo o corte sido efetuado na máquina de eletroerosão por fio ONA PRIMA E-400 + AWF existente na JDEUS, S.A.

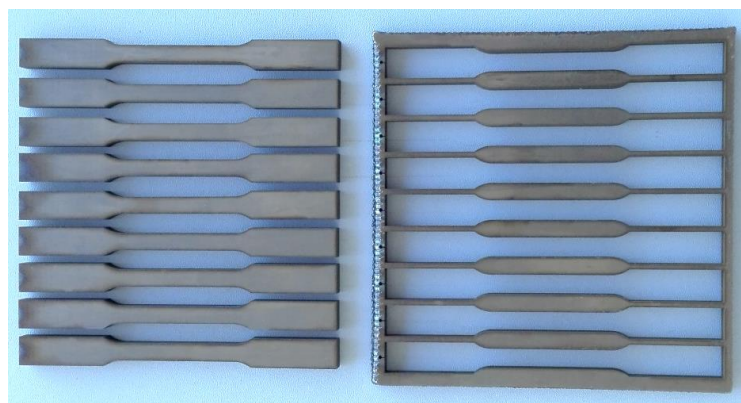


Figura 3.9-Provetes já destacados da "fatia" de 6 mm

De referir que, no início da sequência de corte descrita optou-se por não destacar o bloco da liga da placa base de titânio, antes do corte da "fatia" de 6 mm, essencialmente porque como indicado pelo Sr. Engenheiro Eduardo Pimentel, destacando inicialmente o bloco da placa base, era impossível agarrar

o bloco para cortar a “fatia” inicial de 6 mm sem que as garras tapassem toda a espessura, impossibilitando a entrada do fio no bloco.

### 3.1.1.1 Parâmetros do Processo de Fabrico – LASER *Cladding*

Face à escassez de dados disponíveis sobre a liga Ti10Ta produzida por LASER *cladding* foi necessário um estudo empírico prévio para decidir os parâmetros do processo que otimizavam as características do material obtido.

Os parâmetros considerados relevantes neste processo, fornecidos ao software de controlo da máquina foram os seguintes: potência do LASER, velocidade de deslocamento do LASER, taxa de alimentação dos pós, pressão do gás de proteção e seu caudal fornecido, tamanho do diâmetro do foco de incidência do LASER, distância entre deposição de cordões consecutivos, distância de trabalho (distância vertical do bocal da cabeça de LASER *cladding* ao material onde depositar), número de cordões por camada x número de camadas e o incremento de posição vertical entre camadas consecutivas (*height offset*) para manutenção da distância de trabalho.

Para o estudo destes parâmetros produziram-se um total de 9 pequenas amostras de Ti10Ta sobre placas de titânio *grade 2*, amostras estas que foram posteriormente polidas para serem analisadas no microscópio. Cada amostra foi obtida com a deposição de 20 cordões em cada uma das 4 camadas, excetuando a primeira amostra em que se depositaram 20 cordões em cada uma das 20 camadas. Começou-se pela produção de uma amostra na qual se verificou elevada porosidade (Figura 3.10), sendo que esta amostra serviu como ponto de partida para alterar certos parâmetros do processo de LASER *cladding* nas seguintes 8 amostras, com vista à diminuição da porosidade identificada.

Apresentam-se em seguida as imagens (micrografias) das secções transversais de 3 das 9 amostras, já polidas (Figura 3.10 a 3.12). A primeira imagem corresponde à primeira amostra produzida que serviu de ponto de partida para a avaliação dos parâmetros a alterar, tendo em vista a redução da porosidade (característica identificada como a melhorar logo na primeira amostra). A segunda corresponde à amostra que apresentou menos percentagem de poros de entre as 9. Por último, apresenta-se a imagem de uma das restantes amostras que apresentaram maior percentagem de poros para efeitos de comparação com a que apresentou menor quantidade, que foi a segunda amostra.

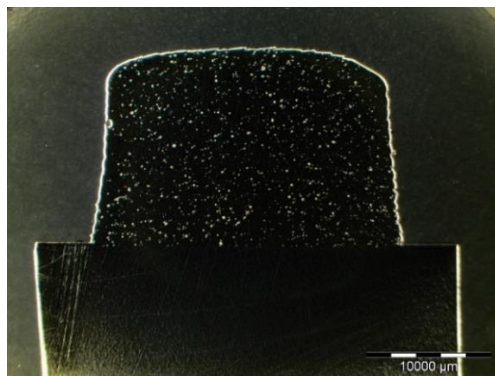


Figura 3.10-Micrografia da secção transversal da amostra 1, após polimento (cortesia do Sr. Josu Leunda do centro tecnológico IK4-TEKNIKER)

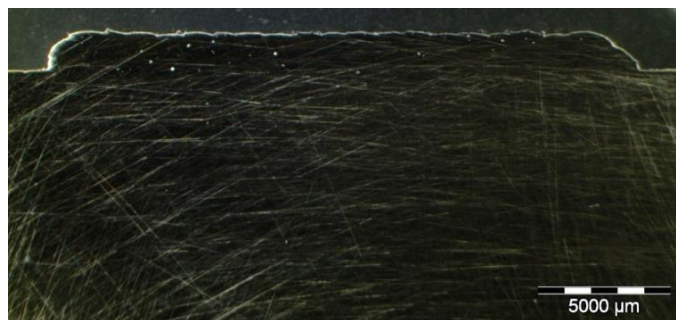


Figura 3.11-Micrografia da secção transversal da amostra 2, após polimento (cortesia do Sr. Josu Leunda do centro tecnológico IK4-TEKNINKER)

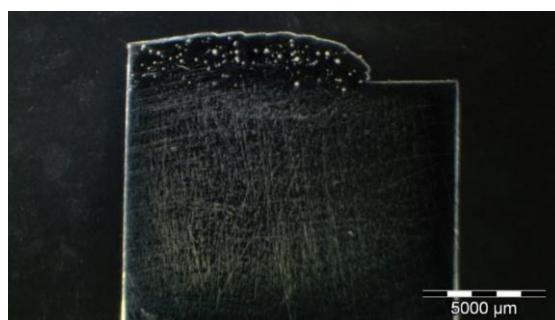


Figura 3.12-Micrografia da secção transversal da amostra 9, após polimento (cortesia do Sr. Josu Leunda do centro tecnológico IK4-TEKNINKER)

Apresentam-se também na Tabela 3.1 e 3.2 os parâmetros relevantes para o processo fornecidos ao software que permite o controlo do mesmo, que se variaram para cada amostra (Tabela 3.1) e os que se mantiveram constantes para as 9 amostras por não terem sido variados pelo operador (Tabela 3.2).

Tabela 3.1-Parâmetros relevantes para o processo de produção dos blocos de revestimento obtidos por LASER cladding que foram variados (dados fornecidos pelo Sr. Josu Leunda do centro tecnológico IK4-TEKNINKER)

Amostra	Potência do LASER (W)	Taxa de Alimentação dos Pós (g/min)	Pressão do Gás de Proteção (bar)	Nº de Cordões por Camada x Nº de Camadas
1	1000	3,95	1	20 x 20
2	700	3,95	1	20 x 4
3	700	2,96	1	20 x 4
4	1300	3,95	1	20 x 4
5	1300	2,96	1	20 x 4
6	1000	3,95	1	20 x 4
7	1000	2,96	1	20 x 4
8	700	2,96	0,5	20 x 4
9	1300	2,96	0,5	20 x 4

Tabela 3.2-Parâmetros relevantes para o processo de produção dos blocos de revestimento obtidos por LASER cladding que foram mantidos constantes para todas as amostras, sem variação importa pelo operador (dados fornecidos pelo Sr. Josu Leunda do centro tecnológico IK4-TEKNIKER)

Velocidade de Deslocamento do LASER (mm/min)	Caudal do Gás de Proteção (l/min)	Diâmetro do Foco de Incidência do LASER (mm)	Distância entre Deposição de Cordões Consecutivos (mm)	Distância de Trabalho (mm)	Height Offset (mm)
900	20	2,7	1	13	0,45

Após o polimento e análise das amostras, verificou-se uma boa adesão entre o substrato e os blocos de revestimento para todas as amostras, incluindo para a primeira amostra que, no entanto, apresentou elevada porosidade, variando-se por este facto os parâmetros do processo nas seguintes para, empiricamente, chegar aos parâmetros mais indicados para a sua redução.

A amostra 2, apresentada anteriormente na Figura 3.11, foi a que demonstrou porosidade mais reduzida e na qual o único parâmetro alterado em relação à primeira amostra foi a potência do LASER, não contando com o parâmetro número de cordões por camada x número de camadas, o qual não influenciou na redução da percentagem de poros. O valor do referido parâmetro número de cordões por camada x número de camadas foi reduzido a partir da execução da amostra 2, apenas para se gastar muito menos material para poder produzir o maior número de amostras, varrendo assim o maior número de hipóteses a nível de valores de parâmetros, afinando ao máximo os parâmetros finais utilizados.

Pelo facto da amostra 2 ter sido a que demonstrou menor porosidade entre as produzidas, os parâmetros selecionados para esta amostra, com exceção de dois, foram os utilizados na produção dos 2 blocos de revestimento finais para posterior extração dos provetes. Assim, na produção dos 2 blocos de revestimento finais não foi utilizado o parâmetro número de cordões por camada x número de camadas, uma vez que dependia do tamanho do revestimento que se queria obter, sendo que esse tamanho era muito menor para as amostras realizadas para apuramento dos parâmetros do que para os blocos finais. Também não foi utilizado o parâmetro *height offset*, que na produção dos 2 blocos finais foi ajustado para o valor da altura das camadas produzidas, o que segundo o Sr. Josu Leunda é ideal que se faça logo após a produção da primeira camada, uma vez que não é possível prever a altura das camadas antes do início da produção.

Apresentam-se em seguida todos os parâmetros utilizados na produção dos blocos finais:

Potência do LASER = 700 W

Velocidade de Deslocamento do LASER = 900 mm/min

Taxa de Alimentação dos Pós = 3,95 g/min

Pressão do Gás de Proteção = 1 bar

Caudal do Gás de Proteção = 20 l/min

Diâmetro do Foco de Incidência do LASER = 2,7 mm

Distância entre Deposição de Cordões Consecutivos = 1 mm

Distância de Trabalho = 13 mm

Número de Cordões por Camada x Número de Camadas = 120 x 50

*Height offset* = 0,2 mm

Uma razão pela qual se pensa que a redução na potência do LASER para 700 W reduziu a porosidade da amostra deve-se ao facto de que com esta potência, que permitiu na mesma a fusão necessária do substrato e dos póis segundo o Sr. Josu Leunda, a liga ter solidificado mais rapidamente após ter sido depositada do que no caso do uso da potência de 1000 W, fazendo com que houvesse maior dificuldade de incorporação de gases no material durante o processo de solidificação, reduzindo a formação de poros.

### **3.1.1.2 Parâmetros do Processo de Fabrico – Corte por Eletroerosão por Fio**

Na realização do corte por eletroerosão por fio na máquina *ONA PRIMA E-400 + AWF* já apresentada, para obtenção dos provetes de Ti10Ta com as dimensões finais normalizadas a partir de blocos de revestimento produzidos por *LASER cladding*, foram utilizados os parâmetros relevantes para o corte por eletroerosão por fio que a seguir se apresentam. Estes foram selecionados tendo em conta, principalmente, o conhecimento da JDEUS, S.A. sobre os parâmetros utilizados de acordo com a quantidade de material em profundidade que é necessária cortar. Estes foram os parâmetros de corte relevantes utilizados no corte das 2 “fatias” de 6 mm de espessura, a partir das quais se obtiveram os provetes com essa espessura, e no próprio corte final dos 2 conjuntos de 9 provetes.

São os seguintes os parâmetros relevantes de corte utilizados:

Corrente entre o fio de latão e o material = 10 A

Tensão entre o fio de latão e o material = 110 V

Velocidade vertical do fio de latão = 7 mm/s

Força de tração aplicada no fio de latão = 18 N

### **3.1.2 Processo de obtenção dos orçamentos para fabrico dos provetes e aquisição dos mesmos**

O processo de obtenção dos orçamentos para o fabrico dos provetes de Ti10Ta e consequente aquisição dos mesmos foi bastante morosa, tendo demorado cerca de 5 meses e meio até à recolha do material produzido por *LASER cladding* e já cortado por eletroerosão por fio. O processo conducente ao fabrico e aquisição dos provetes de Ti10Ta foi iniciado em fevereiro com os pedidos de orçamentos

a diversas empresas/centros tecnológicos, e terminou apenas no dia 1 de agosto, data em que a empresa JDEUS, S.A. de Setúbal, finalizou o corte dos provetes do primeiro bloco, tendo os provetes do segundo bloco sido cortados dia 3, conjuntamente com as amostras para análise da dureza. Assim, foi possível iniciar os ensaios logo de seguida (tração e dureza), tendo os mesmos sido interrompidos logo dia 4 por motivo de encerramento para férias da faculdade.

Tratou-se de um trabalho algo moroso e complicado, com trocas constantes de emails, reuniões via *Skype* e uma deslocação a Espanha. Isto deveu-se ao facto de, para além das variadas empresas/centros tecnológicos contactadas sem resposta, o processo de LASER *cladding* ser ainda pouco conhecido e pouco utilizado pelas empresas/centros tecnológicos, tendo-se verificado após alguns meses de trabalho, que não existem em Portugal empresas que utilizem este processo. E a nível de centros de investigação nacionais, existe no IST - Instituto Superior Técnico, no Centro de Investigação CeFEMA, um sistema LASER *cladding*, atualmente a funcionar mas que não permite a produção de várias camadas de cordões sobrepostas [34],[43]. A morosidade deveu-se também ao facto destas ligas serem recentes e, por esse facto, pouco estudadas em termos da produção das mesmas por esta tecnologia, requerendo assim um estudo prévio para a determinação de parâmetros de fabrico adequados a cada percentagem de composição destas ligas Ti-Ta, que faz com que os preços finais dos orçamentos de produção sejam elevados, dificultando a escolha dos fornecedores. A acrescer a isto, o facto de a matéria-prima (principalmente o tântalo) apresentar valores de aquisição muito elevados, para além da raridade do tântalo, atrasaram ainda mais o processo de escolha do fornecedor e consequente aquisição dos materiais. Tendo isto em conta, a maior parte dos orçamentos recebidos para a produção dos provetes apresentaram valores inoportáveis para o centro de investigação UNIDEMI – Unidade de Investigação e Desenvolvimento em Engenharia Mecânica e Industrial, tanto no que respeita aos orçamentos para o processo de fabrico dos provetes por LASER *cladding*, como em relação aos orçamentos dos pós de titânio e tântalo necessários à criação das ligas por este processo e aos relacionados com a aquisição de um sistema LASER *cladding*. Além disto, o tempo de espera indicado por alguns fornecedores para o envio dos pós de tântalo, para posterior produção dos provetes era elevado, provavelmente devido à sua raridade e pouca utilização dos mesmos até ao momento, como anteriormente referido.

Para efeitos da obtenção dos orçamentos, foram contactadas desde fevereiro várias empresas/centros tecnológicos tanto da área do revestimento/produção por LASER *cladding* como da relativa ao fornecimento de metais em pó, bem como empresas que executassem o corte por eletroerosão por fio e, como alternativa, empresas especializadas no fornecimento de equipamentos de LASER *cladding*.

Relativamente aos orçamentos para produção dos provetes por LASER *cladding*, contactaram-se os centros tecnológicos espanhóis *AIMEN* e *IK4-TEKNIKER*, a empresa inglesa *GoodFellow* e a espanhola *TMCOMAS – TALLERES MECÁNICOS COMAS, S.L.U.* Quanto aos orçamentos para aquisição dos pós de titânio e tântalo, e nalguns casos também para a aquisição de placas de titânio para servirem de substrato, foram contactadas as empresas inglesas *NewMet Ltd.*, a *Atomising Systems Ltd.*, a *S.J.M Alloys & Metals Ltd.*, a *Metalysis* e a *GoodFellow* e as alemãs *H.C. Starck GmbH* e a *Tantec GmbH*.

Caso não fosse possível contratar uma entidade para produzir os provetes, pensou-se na alternativa de aquisição de um equipamento de LASER *cladding*, tendo-se contactado, para o efeito, as empresas inglesas *Metallisation Ltd.* e a *TLM Laser Ltd.* e a alemã *O.R. Lasertechnology GmbH*. Verificou-se que esta alternativa era inoportuna face aos custos de aquisição do equipamento.

No que respeita à decisão da escolha dos fornecedores, a autora e a orientadora Professora Teresa Morgado deslocaram-se, inclusive, no dia 12 de abril ao centro tecnológico *AIMEN*, em Espanha, um dos centros tecnológicos contactados e recomendado pelo Professor Doutor Altino Loureiro, do DEM – Departamento de Engenharia Mecânica, da FCTUC – Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade de Coimbra, tendo havido uma reunião no centro de aplicações LASER com o Sr. Engenheiro Jorge Otero da área dos processos de fabricação avançada. O objetivo da reunião foi averiguar a capacidade de produção por LASER *cladding* do centro tecnológico e de solicitar o acompanhamento de todo o processo de fabrico dos provetes, desde a determinação dos parâmetros do processo até ao corte dos provetes e amostras. Verificou-se que este centro tinha capacidade para a produção dos provetes da nova liga e que estavam recetivos à participação da autora em todo o processo. No entanto, o primeiro orçamento, que nos foi enviado em 11 de abril, apresentava um valor muito superior ao limite estipulado pelo UNIDEMI (ver ANEXO A). Na referida reunião foi-lhes solicitado um outro orçamento com um valor mais baixo, e embora tenham acedido a tal pedido, o valor do novo orçamento continuou a ser demasiado elevado (ver ANEXO B), pelo que a decisão tinha que passar por outro fornecedor.

Dos orçamentos recebidos, o que se apresentou mais vantajoso em termos de valor foi o do centro tecnológico espanhol *IK4-TEKNIKER*, o qual englobava a produção dos provetes por LASER *cladding*, o fornecimento dos materiais e das placas de titânio necessárias, bem como o corte dos provetes por eletroerosão por fio. Além disso, existia experiência demonstrada em relação ao processo, como é visível em [31], e ainda grande disponibilidade. Este orçamento foi recebido no dia 12 de Maio. Embora globalmente o orçamento já fosse melhor do que o proposto pelo centro tecnológico *AIMEN*, o seu valor ainda tinha que ser reduzido e tinha ainda outro senão, que era o de a entrega dos pós de tântalo ao centro para início de produção demorarem 70 dias, o que teria como consequência igual atraso na entrega dos provetes finais (ver ANEXO C). Assim, como os preços apresentados principalmente para os materiais e para o corte dos provetes por eletroerosão por fio ainda eram muito elevados, decidiu reduzir-se o número de provetes que se tinha pensado produzir inicialmente para este trabalho e optar por um outro fornecedor de pós e outra empresa de corte, diferentes das propostas pelo Sr. Josu Leunda, responsável pelo processo de LASER *cladding* na unidade de tecnologias avançadas de fabrico do centro tecnológico *IK4-TEKNIKER*, e que se encontram já apresentadas no orçamento no ANEXO C. Foi então solicitado um novo orçamento a este centro tecnológico apenas com o custo do processo de LASER *cladding* e das placas de titânio necessárias à produção de apenas 20 provetes (ver ANEXO D), o qual nos foi enviado em 26 de maio, tendo sido este o que foi aceite.

Entretanto, também já se tinham contactado várias empresas fornecedoras de pós, tendo-se obtido apenas respostas e orçamentos da empresa alemã *H.C.Starck GmbH* e também das inglesas *GoodFellow* e *NewMet Ltd.*, sendo que a opção foi pela proposta desta última uma vez que apresentava

valores mais acessíveis. A proposta para o material em pó da *NewMet Ltd.* surgiu no mesmo dia em que o orçamento para a produção dos 20 provetes por LASER *cladding* foi recebido, tendo-se procedido à aceitação do orçamento da *IK4-TEKNIKER* para a produção (incluindo placas de titânio) e encomendado os pós à *NewMet Ltd.*, no dia de 26 de maio, dia em que se receberam ambas as propostas.

De referir que os pós de tântalo e titânio foram encomendados à *NewMet Ltd.*, visto esta empresa ter apresentado, como é visível no orçamento (ver ANEXO E), um prazo de entrega muito mais reduzido (2-3 semanas), para além do preço competitivo e vantajoso, comparando com o orçamento apresentado pela *IK4-TEKNIKER* em relação aos pós, cujo valor se manteria na mesma elevado mesmo com redução de quantidade de material encomendada, que foi reduzida por se ter passado a uma produção de 20 provetes para minimizar os custos elevados do material.

Os pós foram enviados diretamente do fornecedor *NewMet Ltd.* para o centro tecnológico *IK4-TEKNIKER*, tendo os mesmos chegado dia 19 de junho. Dia 3 de julho iniciaram-se os testes iniciais para afinação dos parâmetros do processo, tendo o trabalho de produção efetiva dos 20 provetes de Ti10Ta apenas começado dia 19 de julho principalmente devido a compromissos do centro tecnológico nas duas semanas que antecederam a produção. Durante este lapso temporal, desde a entrega dos pós, foram trocados vários emails e efetuadas reuniões via *Skype* com o Sr. Josu Leunda, tendo em vista não só a agilização do processo como também garantir o melhor trabalho final.

Os 2 blocos de revestimento da liga Ti10Ta produzidos pelo centro tecnológico *IK4-TEKNIKER*, dos quais se cortaram por eletroerosão por fio os provetes e também as amostras para os ensaios de dureza, foram recebidos em 25 de julho.

O corte dos provetes finais por electroerosão por fio foi adjudicado à empresa portuguesa JDEUS, S.A., que não cobrou pelo trabalho realizado, iniciando o mesmo logo que tiveram disponibilidade após a entrega dos blocos no dia 27 de julho ao Eng. Eduardo Pimentel, responsável pelo corte. O corte do primeiro conjunto de provetes provenientes de um bloco foi terminado dia 1 de agosto e recolhido nesse mesmo dia. O corte do segundo mais o corte das amostras para dureza foi terminado dia 3, recolhendo-os nesse dia. Isto permitiu ainda a realização de ensaios antes do período de férias da faculdade.

## **3.2 Procedimento dos Ensaios de Dureza com Micro Indentação**

O conceito de dureza (propriedade mecânica) de um material é definido como a medida da resistência apresentada pelo material a uma deformação plástica localizada (como exemplo, uma indentação pequena ou um risco) [58].

Determinar a dureza tem como objetivo saber se o material atingiu uma certa condição metalúrgica e/ou mecânica, podendo até servir para fazer uma aproximação, pouco rigorosa, do valor da tensão de rotura (UTS) do material. Os ensaios de dureza (os mais usados na indústria são os ensaios de dureza Vickers, Brinell e Rockwell) são dos mais utilizados a nível industrial, principalmente na indústria metalomecânica. As aplicações dos ensaios de dureza englobam a determinação aproximada de

características de ductilidade e resistência dos materiais, o controlo de qualidade em tratamentos térmicos e mecânicos, em processos de enformação plástica e em certas etapas de fabrico [52].

### 3.2.1 Preparação das amostras

O procedimento de preparação das amostras para determinação da dureza da liga Ti10Ta produzida por LASER *cladding* seguiu a norma *ASTM E3-95* [59] e foi quase inteiramente executado no Laboratório de Processamento Técnico de Materiais e no Laboratório de Caracterização de Materiais, ambos no DEMI – Departamento de Engenharia Mecânica e Industrial da FCT-UNL – Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa, tendo apenas o corte das amostras sido executado na empresa JDEUS, S.A..

Foram preparadas 3 amostras para o estudo da dureza da liga. A preparação iniciou-se com o corte para a obtenção das amostras da liga, efetuado na máquina de eletroerosão por fio *GF AgieCharmilles CUT 30 P* da *GF Machining Solutions* existente na JDEUS, S.A. (Figura 3.13).



Figura 3.13-Máquina de eletroerosão por fio (wire-EDM) AgieCharmilles CUT 30 P da JDEUS, S.A (cortesia do Sr. Engenheiro Eduardo Pimentel da JDEUS, S.A.)

As amostras foram cortadas com forma cilíndrica de 20 mm de diâmetro (dimensão de acordo com a norma *ASTM E3-95* já referida [59]), sendo a sua altura constituída por cerca de 4 mm da liga Ti10Ta (espessura que restou de um dos blocos de revestimento da liga, após obtenção dos provetes) e pela espessura da placa de titânio *grade 2*. Na Figura 3.14 apresenta-se à esquerda a parte que restou, depois de obtidos os provetes, do bloco de revestimento da liga depositado na placa de titânio *grade 2* de onde se extraíram as amostras. À direita ainda na Figura 3.14, apresentam-se as amostras já destacadas viradas com a face de Ti10Ta para cima onde se determinou a dureza, após polimento, já que a face contrária pertencia à base de titânio.

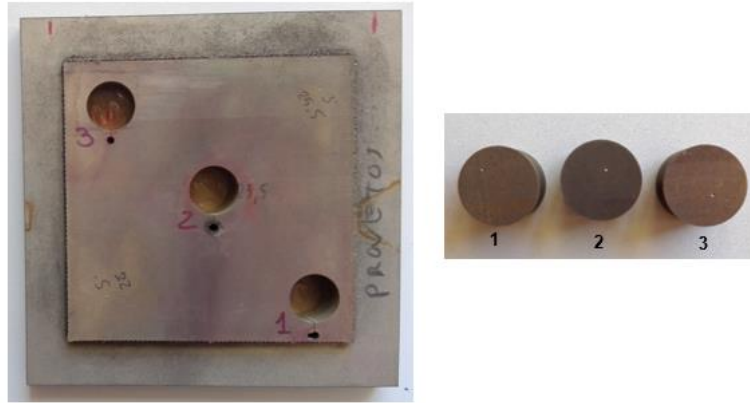


Figura 3.14-Parte restante, após corte dos provetes, do bloco de revestimento da liga Ti10Ta depositado sobre a placa base com identificação do corte das amostras (à esquerda na figura) e amostras destacadas (à direita na figura)

Na Figura 3.15 são demonstradas as amostras viradas ao contrário, com a face de titânio *grade 2* para cima, onde se fez a identificação das mesmas, sendo esta face contrária à face da liga Ti10Ta.

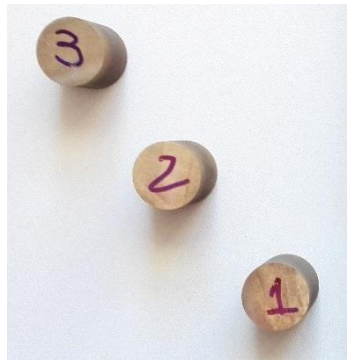


Figura 3.15-Amostras para determinação da dureza com a base de titânio *grade 2* evidenciada

De referir que a opção de retirar as amostras para os ensaios de dureza, não só da parte restante do bloco de revestimento da liga mas também da placa base (substrato), deveu-se ao facto de, como indicado pelo Eng. Eduardo Pimentel, o fio de latão usado na eletroerosão não dar garantia de permitir destacar apenas a restante parte do bloco de Ti10Ta do substrato de titânio onde estava depositado, sem lhe retirar grande parte da sua espessura, uma vez que o que restou do bloco apresentava uma espessura pequena.

Após o corte das amostras, já no Laboratório de Processamento Técnico de Materiais procedeu-se à preparação da mistura da resina (*EpoxiCure™ 2 Epoxy Resin 20-3430-064*) com o endurecedor (*EpoxiCure™ 2 Epoxy Hardener 20-3432-016*), ambos da *BUEHLER* (Figura 3.16), mistura esta que após o seu endurecimento constituiu a designada montagem das amostras (denominação encontrada na norma *ASTM E3-95* [59]). Esta realização da montagem das amostras permitiu que as amostras coubessem nos locais que lhes estavam destinados no porta-amostras da máquina de lixar/polir utilizada após endurecimento da mistura.



*Figura 3.16-Resina e endurecedor utilizados na mistura que permitiu a realização da montagem das amostras*

A mistura foi feita numa proporção de 3 copos de medição de resina para 3 de endurecedor, não podendo exceder-se esta proporção devido ao aquecimento que assim se podia provocar no recipiente onde foi feita a mistura. Os copos usados na medição da resina e do endurecedor que constituíram a mistura podem ser visualizados na Figura 3.17.



*Figura 3.17-Copos de medição da quantidade de resina (à direita na figura) e do endurecedor (à esquerda na figura) necessários à mistura*

A mistura foi batida num recipiente com uma batedeira. Encheram-se em seguida copos com a mistura, nos quais já estavam colocadas as amostras no fundo dos mesmos (Figura 3.18) e onde posteriormente a resina endureceu, ficando feita a montagem das amostras, como já referido. Estes copos foram previamente untados com vaselina nas zonas de contacto da mistura com o copo para facilitar o posterior desenformar. Foram utilizados um total de 3 copos, um para cada uma das amostras da liga.



*Figura 3.18-Copos com a mistura de resina e endurecedor a envolver as amostras ainda no processo de endurecimento da mesma*

Após o endurecimento da mistura nos copos, que demorou por volta de 12h, as amostras incluídas no interior e junto a uma das superfícies planas das formas cilíndricas que constituíram a montagem das amostras, cuja forma cilíndrica derivou do endurecimento da mistura nos copos também de geometria cilíndrica (ver Figura 3.19), foram lixadas no Laboratório de Caracterização de Materiais. Para o efeito utilizou-se a roda de lixar/polir *EcoMet™ 250* da *BUEHLER* complementada com uma cabeça *AutoMet™ 250* com um porta-amostras que permitiu lixar/polir em simultâneo as 3 amostras com

rotação automática do porta-amostras contrária à da lixa/pano de polir. A utilização desta cabeça permitiu ainda a aplicação de uma carga constante e central nas amostras de forma automática. As duas máquinas da *BUEHLER* referidas, montadas e a funcionar em conjunto podem ser visualizadas na Figura 3.20. O processo de lixar das 3 amostras iniciou-se com uma das lixas de maior grão disponível no laboratório, prosseguindo até à de grão mais fino.

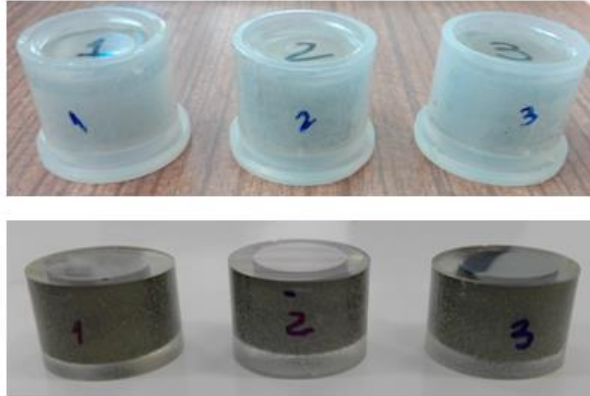


Figura 3.19-Amostras secas antes e após o desenformar das mesmas



Figura 3.20-Conjunto roda de lixar/polir EcoMet™ 250 e cabeça AutoMet™ 250 da BUEHLER a suportar as 3 amostras a serem lixadas (Laboratório de Caracterização de Materiais)

Os papéis de lixa da *BUEHLER* e da *HERMES* utilizados foram o 240, 320, 400, 600, 1200, 2500, aumentando a sua numeração com o aumento do refinamento do grão da lixa. Na Figura 3.21 podem ser visualizadas as lixas de menor e de maior número utilizadas nas amostras.

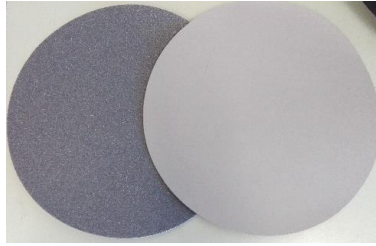


Figura 3.21-Papel de lixa 240 da BUEHLER (à esquerda na figura) e o 2500 da HERMES (à direita na figura)

Aquando da mudança de lixa, foi-se visualizando no microscópio do Laboratório de Caracterização de Materiais se os riscos encontrados nas amostras estavam paralelos entre si. Caso isso não acontecesse ou caso se visualizassem riscos nas amostras mais escurecidos que os outros, pela sua maior profundidade, continuava-se a utilizar a mesma lixa ou até uma lixa de maior grão (a anterior com menor numeração) no caso de haver grande contraste de profundidades ou até de larguras, uniformizando os riscos provocados nas amostras. As amostras foram sempre lavadas e passadas por um jato de ar seco para as secar, antes de serem visualizadas no microscópio. O microscópio utilizado foi o *OLYMPUS CX40*, apresentado na Figura 3.22, que possui objetivas que permitem ampliar a imagem em 5, 10, 20 e 50x, uma câmara digital acoplada *OLYMPUS DP21* que permite a transferência das imagens para o PC para depois as captar e transferir para uma *flash drive* e um regulador de luminosidade *OLYMPUS TH3* (ao centro da Figura 3.22).



Figura 3.22-Microscópio OLYMPUS CX40 (Laboratório de Caracterização de Materiais)

No final de utilizar toda a sequência de lixas e após verificação da uniformidade dos riscos nas amostras, passou-se ao seu polimento com o pano de polir *MicroFLoc* da *BUEHLER* que se introduziu também na roda de lixar/polir e ao qual se adicionou pasta diamantada de diamantes mono cristalinos da *BUEHLER*, inicialmente de 3  $\mu\text{m}$  passando-se posteriormente para a de 1  $\mu\text{m}$  pela dificuldade que

a liga apresentou em ser polida. Além da pasta diamantada, durante o polimento utilizou-se sempre lubrificante para evitar o aquecimento em excesso das amostras (Figura 3.23 e Figura 3.24).



Figura 3.23-Polimento a ser realizado com o pano de polir (rosa) e pasta diamantada de 3  $\mu\text{m}$  e lubrificante usados (ambos na parte inferior direita da figura) – Laboratório de Caracterização de Materiais



Figura 3.24-Pasta diamantada de 1  $\mu\text{m}$  utilizada no polimento

Após o polimento lavaram-se as amostras e secaram-se com um jato de ar seco, visualizando-as depois no microscópio para confirmar que as mesmas se encontravam uniformes, sem observação de riscos ainda possíveis de eliminar.

No decorrer deste processo, garantiu-se que as amostras foram lixadas e polidas até ao máximo de 3 mm, dimensão inferior à espessura do bloco de Ti10Ta que restou depois do corte dos provetes que constituiu a parte de Ti10Ta das amostras. Para tal, marcou-se essa dimensão desde o topo de Ti10Ta da amostra, como se pode observar na amostra 2 na Figura 3.25, para se garantir que a determinação da dureza era feita na liga de Ti10Ta produzida por LASER *cladding* e não no titânio *grade 2* ou numa mistura dos dois materiais, se fosse feita numa zona em que existisse difusão de material.



Figura 3.25-Amostra 2 após polimento, evidenciando o risco que delimita a altura de 3 mm, medida desde o topo

### 3.2.2 Ensaios

No procedimento dos ensaios para a determinação da dureza por micro indentação da liga Ti10Ta produzida por LASER *cladding*, realizados no Laboratório de Caracterização de Materiais, foi seguida a norma *ASTM E384-16* [60]. De acordo com o procedimento descrito na norma, para a determinação da dureza por micro indentação, foi necessária a realização de indentações de pequenas dimensões, com aplicação de cargas de magnitude relativamente baixa nas amostras previamente preparadas, quando comparadas com as dos ensaios de dureza tradicionais. A partir da medição dos comprimentos das diagonais das micro indentações foi possível determinar a dureza Vickers (*HV*) das amostras recorrendo à fórmula (3.1) referida na norma [60] e computada pelo durómetro usado, que se apresenta em seguida,

$$HV = 1854.4 \times P/d^2 \quad (3.1)$$

com *P* a significar a força aplicada em gf e *d* a significar a média do comprimento das diagonais da indentação em  $\mu\text{m}$  [60].

Foram assim executadas 6 micro indentações nas 3 amostras da liga, sendo que na primeira amostra, a primeira indentação foi executada para determinar a distância mínima normalizada entre indentações consecutivas, como indica a norma *ASTM E384-16* [60], tendo essa distância normalizada sido também utilizada nas amostras seguintes. A distância mínima normalizada da indentação à extremidade da amostra, também foi garantida ao selecionar o centro da amostra para início das indentações, como se explica mais adiante. As indentações foram realizadas com aplicação de uma carga de 0,5 kgf e um tempo de indentação de 10 segundos. O durómetro utilizado nestes ensaios foi o *Mitutoyo Micro Hardness Testing machine HM-112* (Figura 3.26), com objetivas que ampliam a imagem visualizada em 10 e 50x e um indentador Vickers de diamante com geometria piramidal. O durómetro tem também associada uma consola com um display que permite a atribuição de comandos ao durómetro e a visualização de informações como a força aplicada, tempo de indentação e ainda os comprimentos das diagonais e durezas medidas para cada indentação, calculadas pelo durómetro a partir da fórmula (3.1). O durómetro está ligado a um software que permite também a visualização do valor medido para o comprimento das diagonais e da dureza para cada indentação, bem como da posição da indentação segundo o referencial indicado, permitindo a transferência desses dados para uma *flash drive* para posterior tratamento dos mesmos.



*Figura 3.26-Durómetro Mitutoyo HM-112 com a consola associada (à direita na figura) – Laboratório de Caracterização de Materiais*

Antes da determinação efetiva da dureza da primeira amostra, foi necessário realizar a verificação da calibração do durómetro com o bloco padrão fornecido para o efeito, apresentado na Figura 3.27. Depois de ligado o durómetro, introduziu-se o bloco padrão na base onde se introduziram posteriormente as amostras, apertaram-se as garras de forma a segurar o bloco numa posição central da base, regulou-se a focagem e fez-se uma indentação no bloco com a força indicada pelo fornecedor para verificar a calibração. Para essa verificação, mediram-se as diagonais da indentação e obteve-se a dureza do bloco. A dureza Vickers indicada para o bloco pelos fornecedores foi de 700 HV 0,3, em que 0,3 corresponde à força aplicada de 0,3 kgf. O valor obtido para a dureza do bloco padrão foi de 701,8 HV 0,3, o que indicou que a máquina se encontrava calibrada, já que a pequena diferença pode ter sido devida à grande quantidade de indentações já realizada no bloco.



*Figura 3.27-Bloco padrão usado para a verificação da calibração do durómetro*

Descrevendo o procedimento seguido para a determinação da dureza da amostra inicial, o mesmo começou com a introdução da amostra entre as garras do durómetro, ajustando-se as mesmas para prender a amostra numa posição central da base do durómetro onde se coloca a amostra. Prosseguiu-se com a regulação da altura da amostra face às objetivas e indentador até se obter uma visualização focada da imagem através da objetiva de ampliação de 10 ou 50x. Esta regulação foi feita aproximando a amostra das objetivas e do indentador, tendo sempre em atenção que a objetiva de maior ampliação (com maior comprimento) não poderia tocar na amostra.

Em seguida, com auxílio da visualização através da ocular do equipamento, vista em pormenor na Figura 3.28, e após regulação dos dois micrómetros que permitem variar o posicionamento das amostras em x e y, centrou-se a amostra na visualização fornecida pela ocular, identificando-se o centro aproximado da amostra ao qual se atribuiu a posição zero do referencial, carregando no botão do meio existente nos 2 micrómetros para esse efeito (Figura 3.29).



Figura 3.28-Ocular do durómetro Mitutoyo HM-112



Figura 3.29-Visualização dos micrómetros instalados no durómetro responsáveis pela movimentação bidimensional da amostra e indicação do botão para indicação do zero na amostra

Teve ainda de se indicar o zero referente à distância entre as linhas pretas que permitiram a posterior medição pelo durómetro do comprimento das diagonais das indentações. O posicionamento destas linhas foi visualizado através da ocular, tendo este passo sido realizado com recurso à utilização da objetiva 50x. Para fixar este zero referente às linhas de medição, com o botão esquerdo e direito nas laterais da ocular do durómetro com função de reguladores da posição das linhas (de cor cinzenta, visíveis anteriormente na Figura 3.28), ajustaram-se as posições das referidas até estas se encontrarem sobrepostas. Assim que ficaram nesta posição, indicou-se ao durómetro o zero da distância entre as linhas, através de um botão na consola do durómetro.

Um esquema da utilização das linhas pretas de medição para a posterior medição do comprimento das diagonais das indentações, conforme foi observada durante os ensaios através da ocular, é apresentado na Figura 3.30, sendo o esquema adaptado do manual de instruções do durómetro Mitutoyo HM-112.

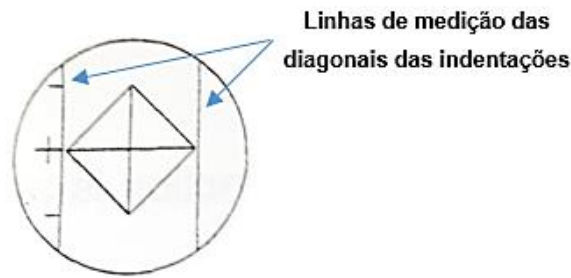


Figura 3.30-Esquema do que se visualiza através da ocular durante a utilização das linhas pretas para medição do comprimento das diagonais de uma indentação (adaptado do manual de instruções do durômetro Mitutoyo HM-112)

Depois de passar da objetiva de 50x para o indentedor, posicionando-o por cima da amostra, procedeu-se ao efetivo início das indentações na posição zero indicada depois de se carregar no botão na consola que permite dar início às indentações. Um esquema, retirado da norma *ASTM E384-16* [60], do indentedor Vickers e da indentação produzida é apresentado de seguida na Figura 3.31.

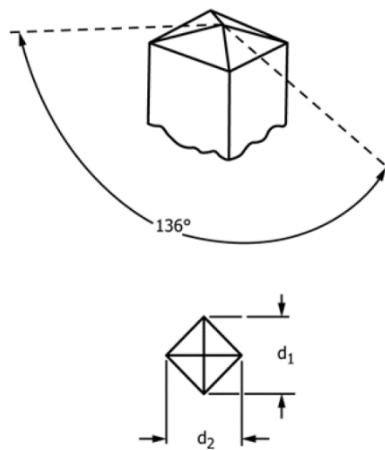


Figura 3.31-Indentedor Vickers (na parte superior da figura) e a indentação produzida pelo mesmo (na parte inferior) com as duas diagonais representadas por  $d_1$  e  $d_2$  (adaptado de [60])

Esta primeira indentação foi iniciada no zero já estabelecido no plano  $xy$ , ao centro da amostra de 20 mm de diâmetro, tendo sido possível, a partir desta indentação, determinar o comprimento das suas diagonais e aplicar ao comprimento medido (por segurança considerou-se o da diagonal maior) um fator multiplicativo de 2,5. O produto majorado dos 2,5 com a dimensão dessa diagonal constitui a distância mínima recomendada pela norma *ASTM E384-16* [60], ou seja, a distância mínima entre a posição da indentação e a extremidade da amostra e também a distância mínima entre indentações consecutivas (Figura 3.32).

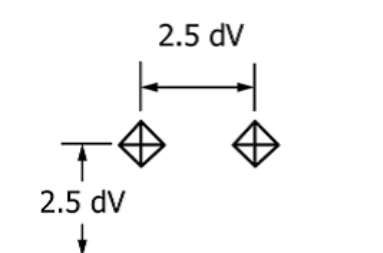


Figura 3.32-Distâncias mínimas recomendadas para a indentação Vickers, com  $dV$  a significar Vickers diagonal (adaptado de [60])

Pelo facto desta indentação inicial ter sido executada ao centro da amostra com raio de 10 mm, como nas 2 amostras seguintes, garantiu-se desde logo para esta primeira indentação a distância mínima recomendada no que respeita à distância entre indentação e extremidade da amostra. Assumindo que normalmente o comprimento das diagonais não ultrapassa 100  $\mu\text{m}$  e fazendo uma majoração do valor da diagonal para 100  $\mu\text{m}$  e aplicando-lhe um fator de 2,5, a distância mínima normalizada seria 250  $\mu\text{m}$  = 0,25 mm, pelo que esta distância ficou desde logo garantida com os 10 mm (raio da amostra) de distância do local da primeira indentação à extremidade da amostra. Posteriormente verificou-se após a medida do comprimento das diagonais da primeira indentação que a distância mínima normalizada à extremidade seria um valor majorado de 0,16 mm, abaixo de 0,25 mm, confirmando a normalização da distância da primeira indentação à extremidade.

Após o término de aplicação da carga que produziu a indentação, passou-se de novo para a objetiva de 50x e visualizou-se a indentação obtida através da mesma. Com os botões reguladores presentes na ocular posicionaram-se as linhas pretas (perpendiculares a uma das diagonais), de acordo com esquema já apresentado na Figura 3.30, por forma a não haver passagem de luz entre vértices da indentação e linhas. Depois de posicionadas as linhas, o durómetro fez a medição do comprimento da primeira diagonal  $D1$  - diagonal horizontal. Rodando a ocular a 90° anti-horários, foi executado o mesmo procedimento de ajuste das linhas à outra diagonal da indentação e obtido o valor do comprimento dessa segunda diagonal  $D2$ . Além do comprimento das diagonais, o durómetro forneceu ainda ao PC as coordenadas da indentação e o valor da dureza Vickers, com recurso à computação da fórmula (3.1) já apresentada anteriormente que utiliza o valor da força e a média dos comprimentos das diagonais.

Os comprimentos das diagonais obtidos para esta primeira indentação no centro da amostra foram 61,13  $\mu\text{m}$  para  $D1$  e 60,64  $\mu\text{m}$  para  $D2$  e a dureza obtida foi 250,1 HV 0,5. Sendo esta a primeira indentação executada na primeira amostra, a mesma serviu de referência como já foi referido, para a determinação da posição normalizada das indentações seguintes. Depois de ter sido aplicado o fator multiplicativo à medida da diagonal maior da indentação obtida ( $2,5 \times 61,13 = 152,825 \mu\text{m}$ ), as indentações efetuadas a seguir nessa amostra tiveram já posições que cumpriram a distância normalizada entre indentações consecutivas, uma vez que todas as indentações foram executadas a partir da primeira com incrementos de posição em  $y$  de 0,16 mm, valor que foi majorado face à diagonal maior multiplicada por 2,5 ( $152,825 \mu\text{m} = 0,152825 \text{ mm} < 0,16 \text{ mm}$ ). Este incremento foi executado com o micrómetro que permite variar a posição em  $y$  com a objetiva de 50x por cima da amostra. As indentações piramidais efetuadas numa amostra podem ser visualizadas na Figura 3.33.



Figura 3.33-Micrografia da amostra polida com a identificação das micro indentações afastadas em  $y$  de 0,16 mm (primeira indentação na base da micrografia)

Além da primeira, as outras 5 indentações também cumpriram a distância mínima normalizada face à extremidade da amostra (0,16 mm como a distância entre indentações consecutivas), uma vez que o centro da última indentação distanciou-se apenas 0,8 mm em  $y$  do centro da primeira. Assim, não se verificou uma diferença significativa de posição em relação à primeira que ponha em causa o cumprimento dos 0,16 mm de distância normalizados da indentação à extremidade, uma vez que esta última indentação se encontra a aproximadamente 9,2 mm de distância mínima à extremidade, conforme esquema apresentado na Figura 3.34.



Figura 3.34-Esquema da posição da primeira e última indentações na amostra

O procedimento aqui descrito repetiu-se para todas as amostras a partir do que se seguiu à verificação da calibração do durómetro, tendo apesar disso sido utilizadas nas restantes amostras as distâncias normalizadas obtidas na primeira indentação desta primeira amostra, pelo facto das diagonais obtidas na primeira indentação das restantes serem semelhantes.

### 3.3 Procedimento dos Ensaios de Tração

Os ensaios de tração dos provetes normalizados foram realizados no Laboratório de Análise Térmica e Mecânica do CENIMAT – Centro de Investigação de Materiais da FCT-UNL na máquina de ensaios mecânicos universal *Shimadzu AG-50kNG* para tração, compressão e flexão com 50kN de capacidade de carga máxima (Figura 3.35), associada a um computador com o software *Trapezium2*. Os ensaios foram realizados à temperatura ambiente como é indicado na norma *ASTM E8/E8M-09* [57] de onde foram também retiradas as dimensões normalizadas para os provetes utilizados.



Figura 3.35- Máquina de ensaios mecânicos universal Shimadzu AG-50kNG (Laboratório de Análise Térmica e Mecânica)

A aplicação do ensaio de tração aos provetes de Ti10Ta visou a determinação, a partir da análise das curvas tensão-extensão obtidas, das propriedades mecânicas desta liga feita pelo processo de LASER *cladding*, nomeadamente do módulo de Young, da tensão de cedência (a 0,2% de extensão), da tensão de rotura (UTS) e ainda da extensão de cedência e extensão de rotura.

Os ensaios de tração foram executados em 6 provetes extraídos de um dos blocos produzidos da liga Ti10Ta, identificados com uma numeração de 1T a 6T. Todos estes 6 provetes foram retirados da mesma altura do bloco (mesma “fatia” de 6 mm) tendo alguns deles sido retirados de um local mais central da “fatia” e outros de mais perto da extremidade, como se observa na Figura 3.36.

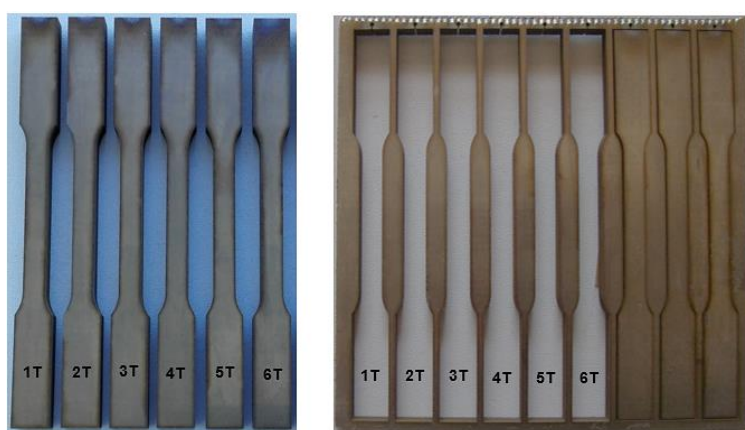
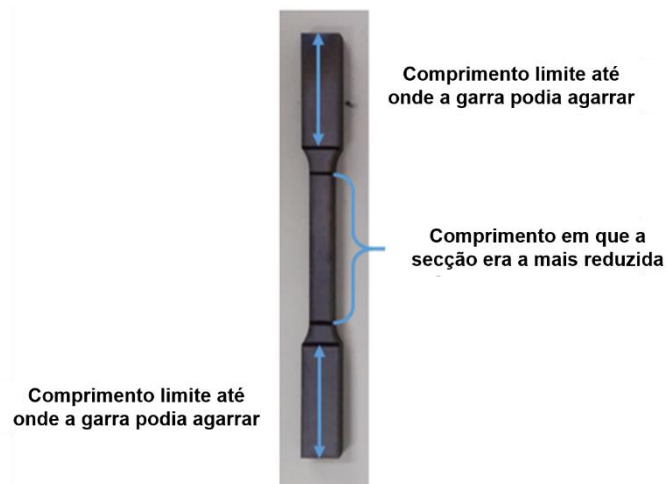


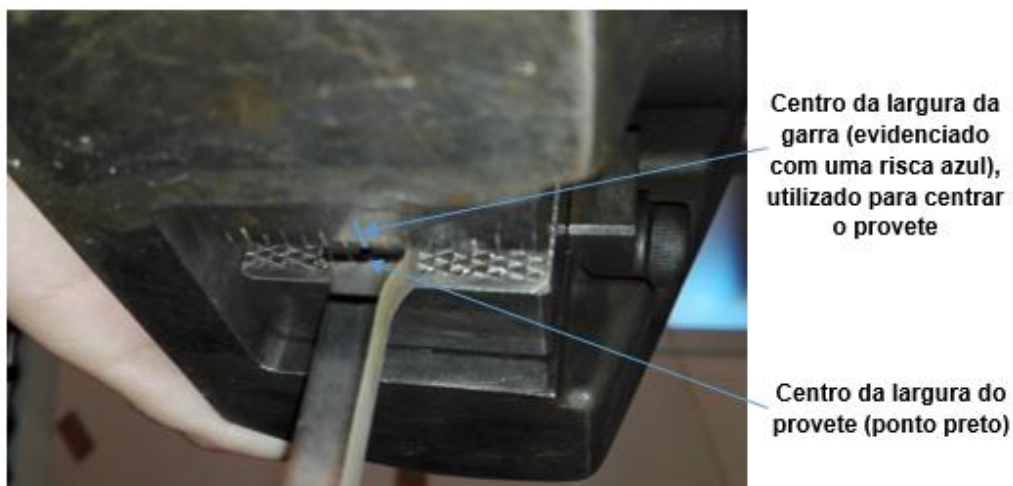
Figura 3.36-Indicação da posição de onde os provetes 1T a 6T (à esquerda na figura) foram destacados da “fatia” de 6mm retirada do bloco (à direita na figura).

Descrevendo o procedimento seguido durante o ensaio de tração de um dos provetes, começou por se ligar o computador e também a unidade de alimentação da máquina. Em seguida, desenharam-se no provete com auxílio de um esquadro, marcas que delimitaram o comprimento em que a sua secção era a mais reduzida e marcas indicativas do limite até ao qual cada garra podia agarrar o provete, sendo todas as marcas (pretas) visíveis na Figura 3.37.



*Figura 3.37-Exemplo de um provete com as marcas mais interiores que delimitaram o comprimento do provete em que a sua secção era a mais reduzida e marcas mais exteriores indicativas do limite até onde cada garra podia agarrar o provete*

Depois de medido o comprimento do provete em que a secção era a mais reduzida possível (entre as marcas pretas limite marcadas, as mais interiores), e a espessura e largura dessa secção, dimensões estas necessárias ao software *Trapezium2* para o início do ensaio, introduziu-se o provete nas garras da máquina. Ao introduzir o provete nas garras, centrou-se primeiro o mesmo no centro da largura da garra superior, de modo que a garra não ultrapasse a marca preta indicativa do comprimento limite até onde podia agarrar, como é visível na Figura 3.38. A seguir, depois de apertada (não até ao limite) fez-se descer a garra, segurando já o provete, até mais perto da garra inferior, centrado de novo o provete com o centro da largura da garra inferior sem que esta, ao apertar o provete na sua parte inferior, ultrapassasse a marca preta indicativa do limite estabelecido até onde a garra podia apertar o provete.



*Figura 3.38-Procedimento para centrar o centro da largura da garra (evidenciado o centro na régua da garra a azul) com o centro da largura do provete (indicado com um ponto preto) sobre a marca preta (linha preta superior) executado nas 2 garras*

Depois de efetuados todos os ajustes na posição do provete, as duas garras foram apertadas até ao máximo, puxando o manípulo da garra superior e o da garra inferior (Figura 3.39).



Figura 3.39-Exemplo de um provete inserido nas garras com as mesmas já completamente apertadas

Depois do provete estar completamente introduzido nas garras, abriu-se o software *Trapezium2* e o chamado método de ensaio do *Trapezium2* criado antes de introduzir o provete nas garras, utilizado também em todos os 5 ensaios seguintes. Neste método foram indicadas características do ensaio necessárias para fornecer à máquina, nomeadamente o tipo de ensaio (tração), o limite de tensão de 45 kN que a máquina podia aplicar abaixo do limite de carga máxima da mesma, a velocidade de alongamento de 3 mm/min e as medidas da secção do provete (espessura e largura) e o comprimento onde o provete apresentava a secção mais reduzida. Com o método já aberto no *Trapezium2* onde as características do ensaio estavam já definidas e guardadas, indicou-se a este software que se queria iniciar o ensaio e para isso teve de se levar a zero o valor da força e extensão aplicada pela máquina clicando-se, por fim, no botão do software que permitia a confirmação do efetivo início do ensaio.

Terminado este primeiro ensaio, foi preciso retirar o provete das garras (como o visível na Figura 3.40), anotaram-se em seguida as medidas após fratura da secção mais reduzida e o comprimento após fratura onde essa secção ocorre, e exportaram-se para um ficheiro *.txt* os dados de força e deslocamento obtidos no ensaio até ao momento da fratura. Estes dados foram posteriormente copiados para um ficheiro *.xls* para proceder ao tratamento dos dados no *Excel*, dando-se em seguida indicação ao software para terminar o ensaio.



Figura 3.40-Exemplo de um provete fraturado após ter sido retirado das garras (escala da régua em cm)

Como anteriormente referido, nos seguintes 5 ensaios de tração foi seguido o mesmo procedimento descrito acima a partir do desenho das marcas pretas no provete, tendo já para os restantes ensaios

um método criado, que abreviou a execução dos mesmos porque não foi necessária a definição das características do ensaio, sendo só preciso abrir o método para novo ensaio e indicar as dimensões novas do provete, se variassem.

### 3.4 Procedimento dos Ensaios de Fadiga

No que diz respeito aos ensaios de fadiga, estes foram realizados em 12 provetes, 9 extraídos do bloco da liga Ti10Ta ainda não utilizado nos ensaios de tração, e 3 do primeiro bloco de onde se extraíram também os 6 provetes testados à tração. Na Figura 3.41, à direita no topo, é possível visualizar a localização dos 9 provetes (numerados de 1F a 9F) na “fatia” de 6 mm com a mesma espessura da “fatia” cortada do primeiro bloco de onde se extraíram os restantes 3 provetes, numerados de 10F a 12F (à esquerda no topo da Figura 3.41). Todos os provetes foram extraídos aproximadamente de uma mesma altura de cada bloco, altura de onde foram cortadas cada uma das “fatias” de 6 mm, sendo o corte de uma das “fatias” a partir de um dos blocos evidenciado também na Figura 3.41.

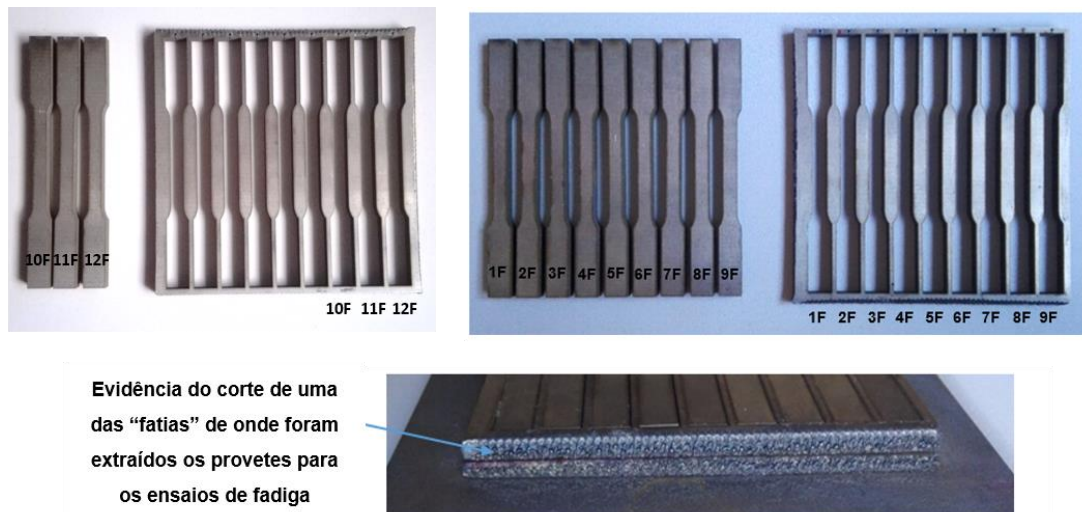


Figura 3.41-Indicação da posição de onde os provetes 1F a 12F (no topo da figura) foram extraídos das 2 “fatias” de 6 mm retiradas cada uma de um dos 2 blocos da liga, evidenciando o corte de uma das “fatias”

Os ensaios de fadiga foram realizados noutra máquina de ensaios universal (também à temperatura ambiente), mais precisamente na servohidráulica *Instron 1342* associada a um controlador *Instron 8800* (Figura 3.42), existente no Laboratório de Mecânica dos Meios Sólidos do Departamento de Engenharia Mecânica da ESTS-IPS – Escola Superior de Tecnologia de Setúbal do Instituto Politécnico de Setúbal. O controlador associado permitia para além de fornecer os inputs à máquina, acompanhar o andamento do ensaio em termos de ciclos, de carga aplicada e alongamento a ocorrer em cada instante.

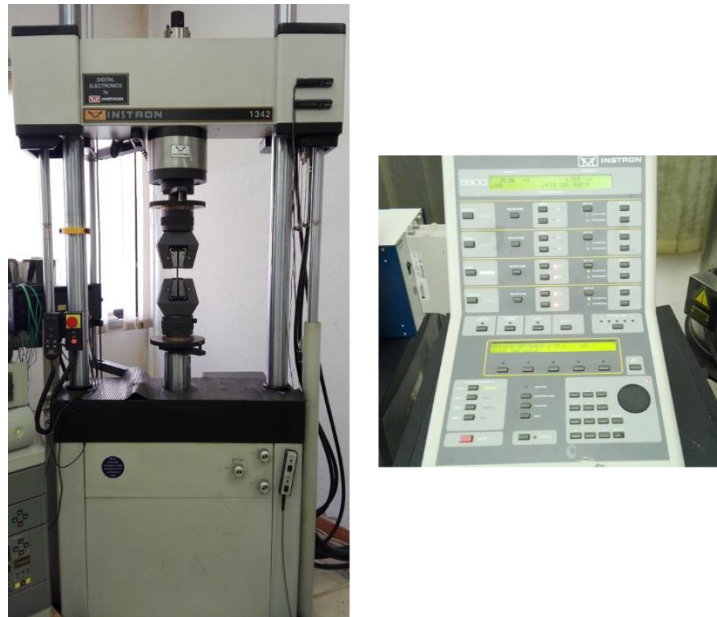


Figura 3.42-Máquina de ensaios universal servohidráulica Instron 1342, associada ao controlador Instron 8800 (à direita na figura) – Laboratório de Mecânica dos Meios Sólidos

Relativamente ao procedimento seguido nestes ensaios, este foi muito semelhante aos de tração no que toca à preparação dos provetes para o ensaio e à própria colocação dos mesmos nas garras. No procedimento seguido nos ensaios de fadiga, desde o desenho das marcas indicativas do limite até ao qual cada garra podia agarrar o provete, até ao aperto final das garras, todas as etapas intermédias foram muito semelhantes às seguidas para os ensaios de tração. No entanto, ao contrário do que ocorreu nos ensaios de tração, não se utilizou nenhum software para fornecer os inputs necessários à máquina para o início de cada ensaio, tendo esses dados sido fornecidos através do controlador referido. Após feita a ligação da máquina e do controlador, para cada ensaio foi dada indicação ao controlador do tipo de ensaio a realizar. Para todos os provetes foi indicado à máquina que a mesma realizasse ensaios do tipo cíclico com onda sinusoidal, isto porque nos ensaios de fadiga executados com carga axial no presente trabalho, fez-se variar a força/tensão (carga) aplicada ao longo do tempo de acordo com um ciclo de amplitude de carga constante repetido (Figura 3.43), ciclo este em que a tensão/força máxima e a mínima é de tração ( $R = 0,5 > 0$ ) e que é descrito por uma função sinusoidal.

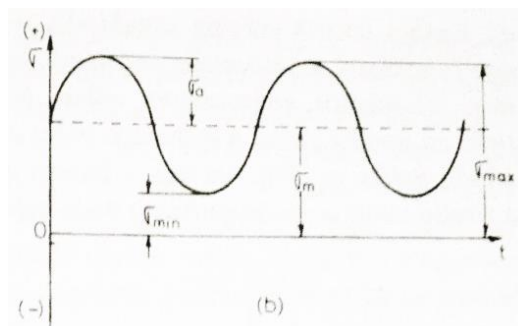


Figura 3.43-Ciclo de amplitude de tensão constante repetido (adaptado de [52])

Adicionalmente, teve também de se indicar para cada ensaio, a média e a amplitude da carga do ciclo de fadiga a exercer em cada provete, sendo a amplitude constante do ciclo garantida pela não variação

da amplitude imposta. As forças indicadas para cada provete como média e amplitude do ciclo de fadiga, foram calculadas para cada provete consoante as forças máximas e mínimas obtidas previamente para serem aplicadas em cada um. De notar que cada provete teve uma força máxima e mínima diferentes e conseqüentemente uma média e amplitude do ciclo diferentes. Isto pela razão de que para cada 4 provetes se considerou um mesmo patamar de tensão nominal máxima para a obtenção da curva  $S-N$  mas para cada um desses 4 provetes, uma vez que a área da secção transversal variava ligeiramente entre eles, a força máxima aplicada teve de variar para que a tensão nominal aplicada a cada um correspondesse ao patamar de tensão requerido. O mesmo se coloca para o caso da força mínima obtida, uma vez que a obtenção dessa a partir da tensão nominal mínima (calculada a partir da tensão nominal máxima e do  $R$ ), necessita do valor da área transversal do provete, que variou de provete para provete. Deu-se ainda indicação à máquina da velocidade do ensaio, que foi de 20 Hz, e ainda de um limite de segurança para a força e alongamento, iniciando-se de seguida cada ensaio.

No decorrer dos ensaios, foi possível ir verificando através do display do controlador o número de ciclos contabilizado em cada ensaio, bem como as forças/alongamentos instantâneos e os valores máximos e mínimos registados para as mesmas o que permitiu verificar, principalmente, se a força mínima e máxima estavam a ser atingidas. Terminado cada ensaio, foi registado o número de ciclos até à fratura do provete para posterior obtenção da curva  $S-N$  característica da liga.

Este procedimento foi seguido para os 12 provetes, divididos em 3 grupos de 4 provetes (3 de um bloco e 2 do outro), sendo cada grupo ensaiado à fadiga a um de 3 patamares de tensão nominal máxima diferente (650, 550, 450 MPa), para possibilitar a obtenção da curva  $S-N$  com 3 pontos correspondentes ao número médio de ciclos para cada uma das 3 tensões nominais máximas. Esta curva permite analisar os resultados dos ensaios de fadiga e caracterizar a vida à fadiga da liga Ti10Ta e é apresentada mais adiante.

Apresenta-se em seguida a Tabela 3.3 com as dimensões da secção inicial dos provetes, as tensões nominais máximas aplicadas em cada provete (3 patamares de tensão diferenciados por cores), que aparecem nas ordenadas da curva  $S-N$ , as tensões nominais mínimas (obtidas a partir da  $R$  e da tensão nominal máxima, de acordo com a relação (2.16) da revisão) e as forças máxima e mínima obtidas com base na multiplicação das tensões pela área de secção inicial de cada provete, de acordo com a equação (2.1). Como já referido, a partir destas tensões nominais máximas e mínimas e da secção transversal de cada um dos 12 provetes, foi possível determinar a força máxima e mínima a aplicar aos provetes pela máquina, e também a média e a amplitude do ciclo em kN que foram calculados de modo semelhante ao descrito na revisão sobre o cálculo da média das tensões, equação (2.14), e da amplitude de tensão, equação (2.13). Os valores da média e amplitude, também apresentados na Tabela 3.33, foram os valores de carga fornecidos ao controlador. Foram fornecidos na forma de força e não de tensão, porque a máquina só recebe inputs de força. De notar que a razão de tensões  $R = 0,5$  utilizada foi selecionada arbitrariamente, uma vez que não se está a fazer um estudo de um componente em que se conheçam as tensões a que está sujeito.

Tabela 3.3-Valores necessários ao cálculo das forças (média e amplitude) a fornecer à máquina (valores arredondados)

Provete	Espessura [mm]	Largura [mm]	Tensão Nominal Máxima [MPa]	Tensão Nominal Mínima [MPa]	Força Máxima [kN]	Força Mínima [kN]	Média das Forças [kN]	Amplitude de Força [kN]
1F	5,6	6,15	650	325	22,39	11,19	16,79	5,60
2F	5,75	6,1	550	275	19,29	9,65	14,47	4,82
3F	5,9	6,15	450	225	16,33	8,16	12,25	4,08
4F	6	6,15	650	325	23,98	11,99	17,99	6,00
5F	6	6,15	550	275	20,29	10,15	15,22	5,07
6F	6,15	6,15	450	225	17,02	8,51	12,77	4,26
7F	6,2	6,15	650	325	24,78	12,39	18,59	6,20
8F	6,25	6,2	550	275	21,31	10,66	15,98	5,33
9F	6,3	6,15	450	225	17,44	8,72	13,08	4,36
10F	6,3	6,1	450	225	17,29	8,65	12,97	4,32
11F	6,25	6,1	650	325	24,78	12,39	18,59	6,20
12F	6,2	6,1	550	275	20,80	10,40	15,60	5,20

## 4 Resultados dos Ensaios e Discussão

### 4.1 Ensaios de Dureza

Os resultados de dureza obtidos nos ensaios de dureza Vickers com micro indentação devem ser apresentados segundo a norma *ASTM E384-16* [60]. Assim, é necessária a indicação a nível estatístico da média, desvio padrão e intervalo de confiança de 95% para os 3 conjuntos de valores de dureza obtidos para as 3 amostras da liga Ti10Ta, além da indicação do número de ensaios efetuados em cada amostra e a carga aplicada em cada micro indentação.

Sendo assim, nestes ensaios de dureza com micro indentação, foram executadas 6 micro indentações em cada um dos topos das 3 amostras, sendo que na realização das indentações foi aplicada uma carga de 0,5 kgf durante um tempo padrão de 10 s.

Apresentam-se seguidamente as Tabelas 4.1, 4.2 e 4.3 referentes aos dados recolhidos nos ensaios de dureza Vickers com micro indentação dos topos das amostras 1, 2 e 3 respetivamente, nas quais se dá indicação do valor da dureza Vickers obtida em cada micro indentação e das dimensões das diagonais (*D1*, *D2*) medidas para cada micro indentação.

*Tabela 4.1-Valores recolhidos no ensaio de dureza Vickers com micro indentação para a amostra 1*

Indentação	D1 ( $\mu\text{m}$ )	D2 ( $\mu\text{m}$ )	Dureza Vickers (HV)
1	61,13	60,64	250,1
2	59,83	60,32	256,9
3	61,33	60,69	249,1
4	60,34	60,66	253,3
5	61,84	60,34	248,5
6	61,48	60,09	251,0

*Tabela 4.2-Valores recolhidos no ensaio de dureza Vickers com micro indentação para a amostra 2*

Indentação	D1 ( $\mu\text{m}$ )	D2 ( $\mu\text{m}$ )	Dureza Vickers (HV)
1	60,00	61,52	251,1
2	60,14	60,84	253,4
3	59,38	59,18	263,8
4	60,80	59,73	255,2
5	61,22	60,76	249,3
6	59,64	61,33	253,4

Tabela 4.3-Valores recolhidos no ensaio de dureza Vickers com micro indentação para a amostra 3

Indentação	D1 ( $\mu\text{m}$ )	D2 ( $\mu\text{m}$ )	Dureza Vickers (HV)
1	58,12	59,34	268,9
2	57,94	59,88	267,2
3	60,15	61,35	251,2
4	60,91	61,64	247,0
5	60,09	59,78	258,1
6	59,90	58,37	265,2

Para a realização do tratamento estatístico segundo a norma [60], começou então por se verificar se o conjunto de valores obtidos para a dureza em cada das 3 amostras seguia uma distribuição de probabilidade, determinando posteriormente com a ferramenta *Excel* o intervalo de confiança de 95% ( $IC_{95\%}$ ) associado à distribuição de valores de cada amostra. Neste caso optou-se por verificar se os valores de dureza seguiam uma distribuição normal, tendo este passo sido feito com recurso ao software estatístico *MiniTab17*. Este software permite a partir do teste de *Anderson-Darling* aferir se o conjunto de valores, neste caso da dureza, recolhidos em cada amostra segue uma distribuição estatística particular, fazendo-o através do desenho de gráficos de probabilidade que exibem o valor de probabilidade (*valor-p* ou *p-value*) determinado a partir da estatística *AD* – parâmetro estatístico do teste *Anderson-Darling*. Sendo o *valor-p* superior ou igual a um  $\alpha$  (nível de significância) de 0,05, aceita-se como verdadeira a hipótese dos dados seguirem a distribuição de probabilidade que se está a testar, que neste caso foi a distribuição normal. Nos gráficos obtidos com o software para cada conjunto de valores de dureza medidos, é também indicada a média e o desvio padrão do conjunto de valores para além do número de indentações (referido como *N* no gráfico), do *AD* (parâmetro estatístico computado pelo software que permite a obtenção posterior do *valor-p*) e do próprio *valor-p*.

Em seguida, apresentam-se nas Figuras 4.1 a 4.3 os gráficos de probabilidade obtidos que permitem aferir sobre se o conjunto de valores recolhidos para a dureza, nos ensaios de dureza Vickers com micro indentação, para as amostras 1, 2 e 3 de Ti10Ta respetivamente, segue ou não uma distribuição normal. De notar que o  $IC_{95\%}$  representado nos gráficos pelas linhas exteriores curvas diz respeito aos intervalos de confiança de 95% estabelecidos para cada percentil e não para a distribuição dos valores como um todo, tendo por este facto sido feito mais à frente o cálculo do  $IC_{95\%}$  para a distribuição dos valores de cada amostra.

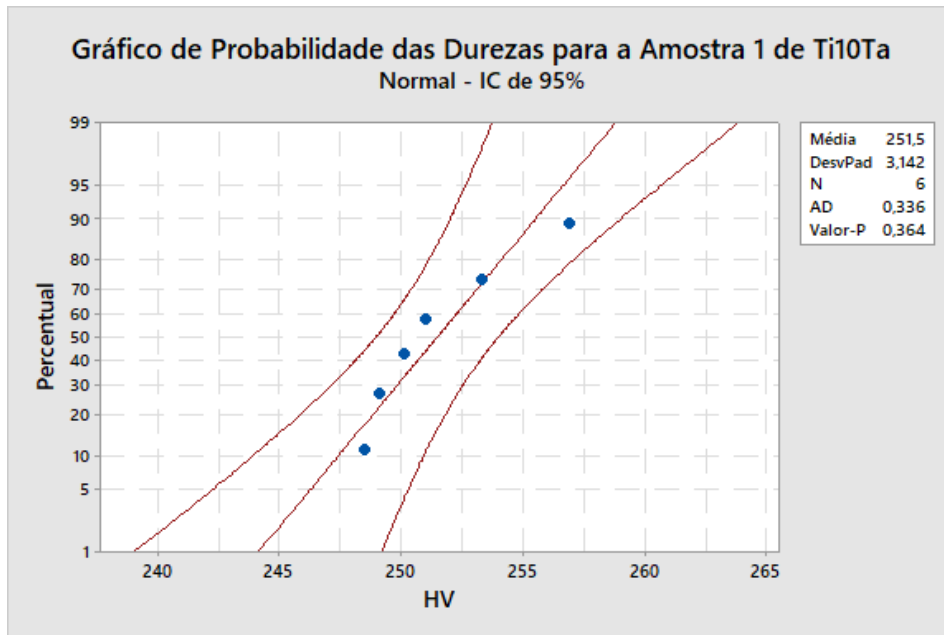


Figura 4.1-Gráfico de probabilidade para a amostra 1 de Ti10Ta

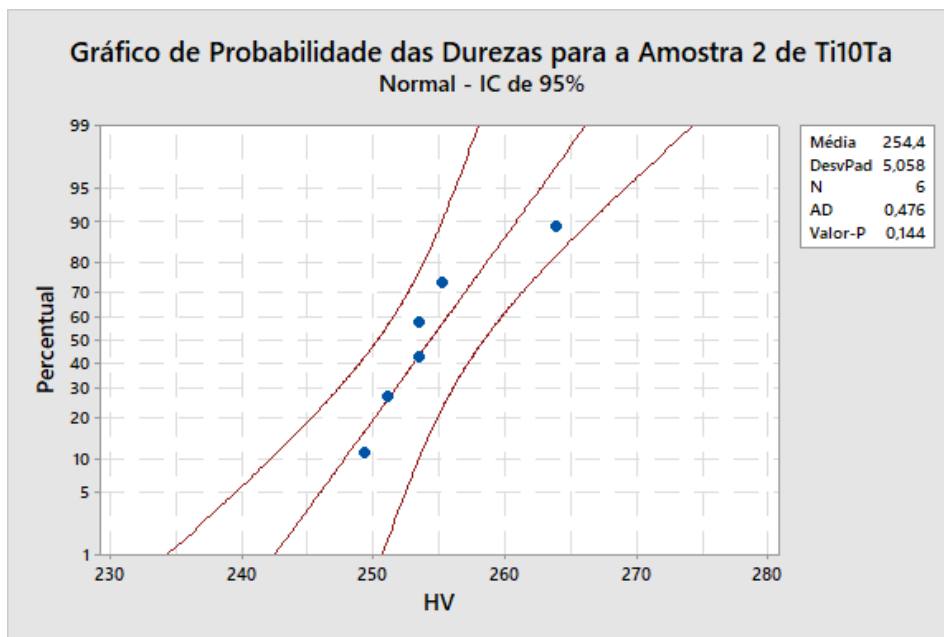


Figura 4.2-Gráfico de probabilidade para a amostra 2 de Ti10Ta

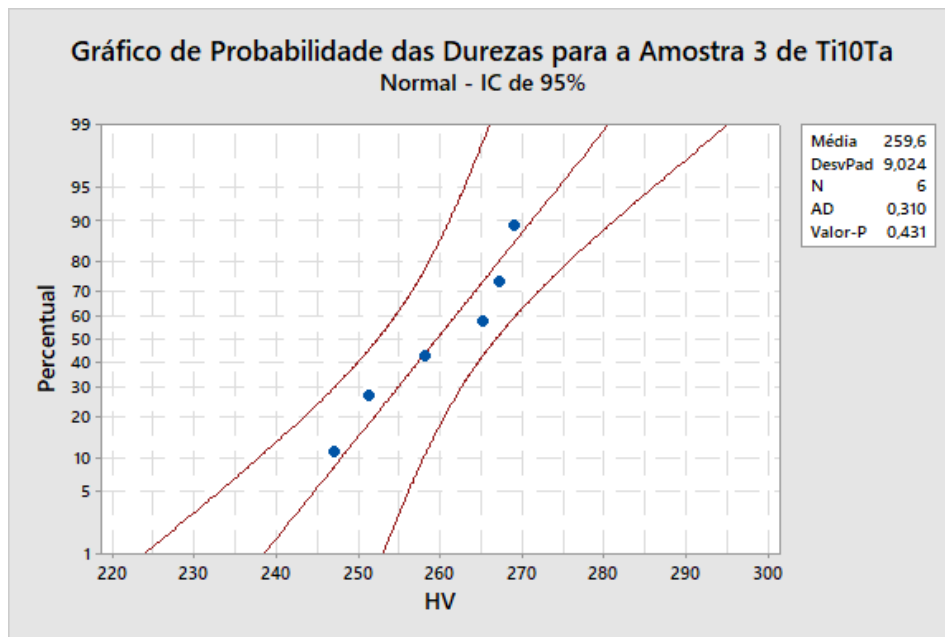


Figura 4.3-Gráfico de probabilidade para a amostra 3 de Ti10Ta

Como se pode observar nos gráficos anteriores (Figuras 4.1 a 4.3), cada um dos 3 conjuntos de valores medidos para as durezas (um em cada topo de cada uma das amostras) pode ser tratado como seguindo uma distribuição normal, uma vez que se ajustam à linha desta distribuição e que todos os conjuntos de valores apresentam um *valor-p*  $\geq 0,05$ . Uma vez verificado que os conjuntos de valores seguem uma distribuição normal, calculou-se para cada conjunto de valores de dureza o  $IC_{95\%}$  para uma distribuição normal, com recurso à ferramenta *Excel*. Como o cálculo do  $IC_{95\%}$  necessita do valor do desvio padrão, calculou-se também no *Excel* o desvio padrão amostral (escolheu-se o amostral pelo facto da amostra ser pequena, menor que 50), para não acumular erro ao utilizar o valor arredondando fornecido pelo software. Nas Tabelas 4.4 a 4.6 apresenta-se no topo das mesmas o valor da dureza Vickers apresentado de acordo com a norma *ASTM E384-16* [60] e ainda a média (calculada no *Excel* e verificada no *MiniTab17*), o desvio padrão amostral e o  $IC_{95\%}$  associado à média, com valores finais arredondados no caso dos 2 últimos, para cada uma das 3 amostras.

Tabela 4.4-Valor da dureza Vickers obtido e indicação da média, desvio padrão amostral e  $IC_{95\%}$  associado à média para o conjunto de valores de dureza Vickers medidos para a amostra 1

Amostra 1 – 251,5 HV 0,5	
Média (HV)	251,5
Desvio Padrão Amostral (HV)	3,142
Média $\pm$ $IC_{95\%}$ (HV)	251,5 $\pm$ 2,514

Tabela 4.5- Valor da dureza Vickers obtido e indicação da média, desvio padrão amostral e  $IC_{95\%}$  associado à média para o conjunto de valores de dureza Vickers medidos para a amostra 2

Amostra 2 – 254,4 HV 0,5	
Média (HV)	254,4
Desvio Padrão Amostral (HV)	5,058
Média $\pm$ $IC_{95\%}$ (HV)	254,4 $\pm$ 4,047

Tabela 4.6- Valor da dureza Vickers obtido e indicação da média, desvio padrão amostral e  $IC_{95\%}$  associado à média para o conjunto de valores de dureza Vickers medidos para a amostra 3

Amostra 3 – 259,6 HV 0,5	
Média (HV)	259,6
Desvio Padrão Amostral (HV)	9,024
Média $\pm$ $IC_{95\%}$ (HV)	259,6 $\pm$ 7,221

Sendo assim, feita a média das médias da dureza Vickers de cada amostra, estima-se o valor aproximado de  $255,2^{+4,4}_{-3,7}$  HV 0,5 para a dureza Vickers da liga Ti10Ta.

De referir que a diferença verificada entre os valores médios de dureza das 3 amostras pode dever-se à presença de mais ou menos porosidades perto do local onde foram realizadas as indentações (principalmente em volume, por baixo das indentações), o que pode, respetivamente, reduzir ou aumentar o valor médio obtido para a dureza de cada uma das amostras relativamente às restantes. Sendo assim, é possível que a existência de porosidades tenha influência na diminuição da dureza final determinada para o material, em relação ao caso do mesmo material sem ou com menos poros, produzido pelo mesmo processo. Refere-se como defeitos do material as porosidades, uma vez que foram, por exemplo, visualizadas algumas na superfície das amostras de dureza, através da ocular do durómetro aquando da realização dos ensaios de dureza (ver Figura 3.33, apresentada anteriormente).

## 4.2 Ensaios de Tração

Nas Figura 4.4 a 4.9 são apresentadas para cada provete ensaiado à tração as curvas de tensão nominal - extensão nominal e as de tensão verdadeira – extensão verdadeira, obtidas no *Excel*, a partir dos dados criados de força e alongamento em ficheiros *.txt* pelo software *Trapezium2* em cada ensaio. A passagem dos valores de força para valores de tensão nominal foi feita com recurso à equação (2.1) e a passagem dos valores de alongamento para valores de extensão nominal realizou-se com recurso à equação (2.2), sendo ambas as equações apresentadas na revisão. A curva verdadeira foi obtida só até à estrição ou, por outras palavras, até à tensão de rotura (UTS), visto que a conversão dos valores de tensão e extensão nominais para verdadeiros, pela equação (2.5) e (2.6), respetivamente, só é válida até à estrição, tal como já indicado na revisão bibliográfica realizada sobre os ensaios de tração.

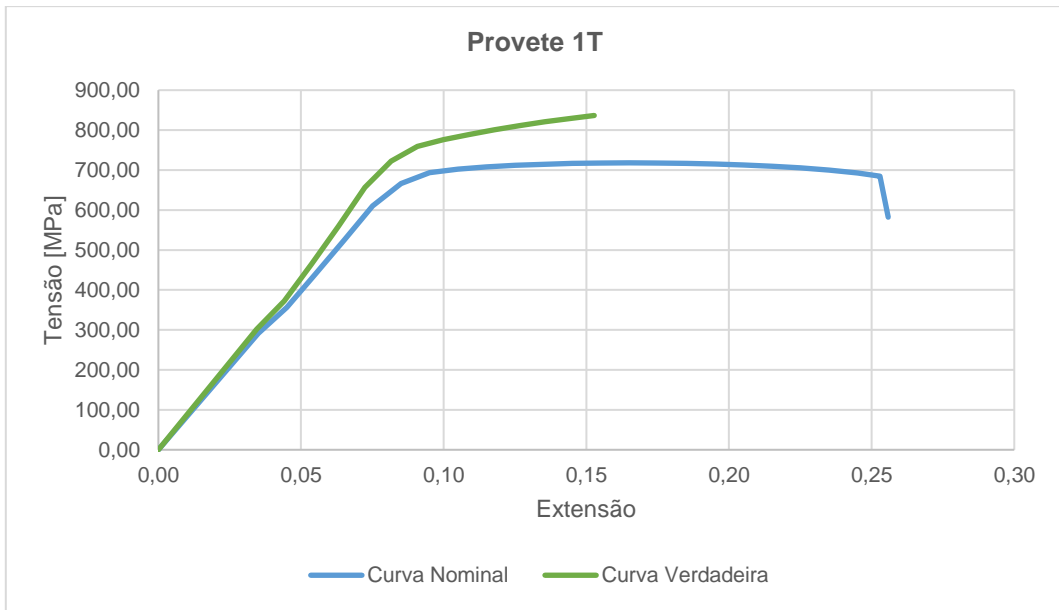


Figura 4.4-Curvas tensão nominal - extensão nominal e tensão verdadeira - extensão verdadeira obtidas para o provete 1T

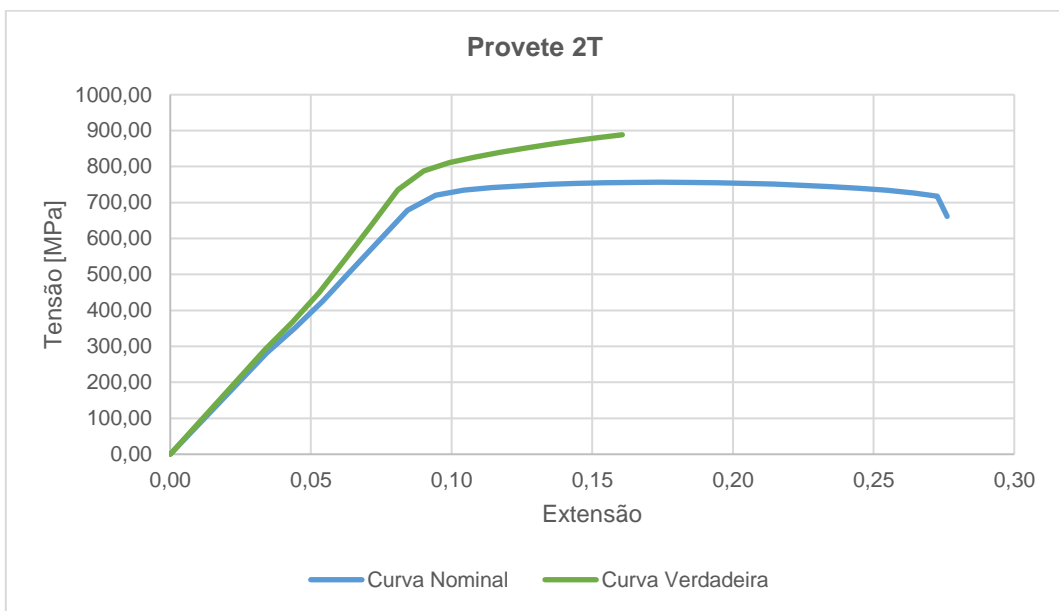


Figura 4.5-Curvas tensão nominal - extensão nominal e tensão verdadeira - extensão verdadeira obtidas para o provete 2T

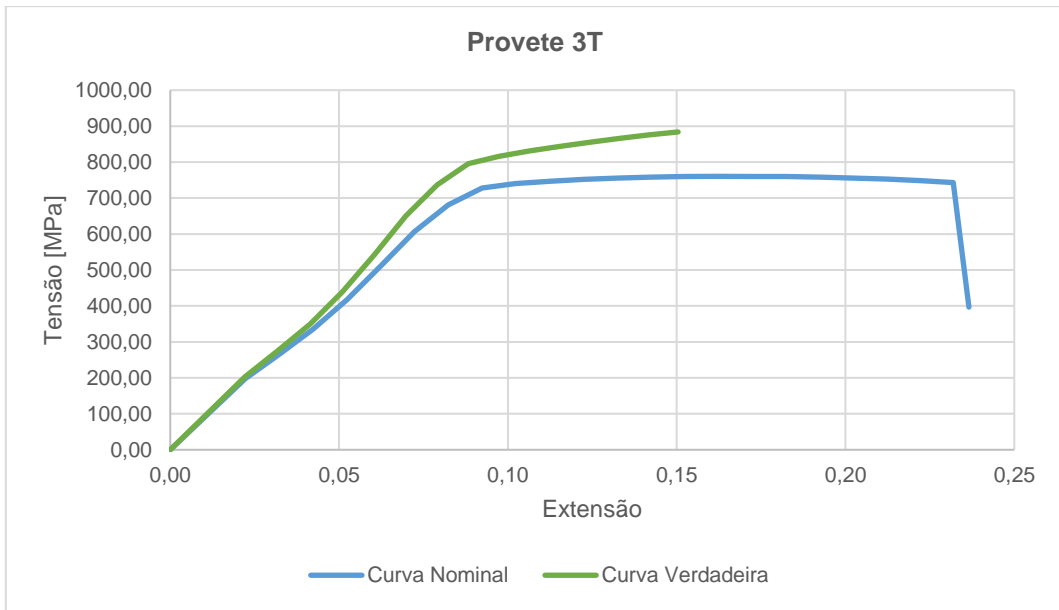


Figura 4.6-Curvas tensão nominal - extensão nominal e tensão verdadeira - extensão verdadeira obtidas para o provete 3T

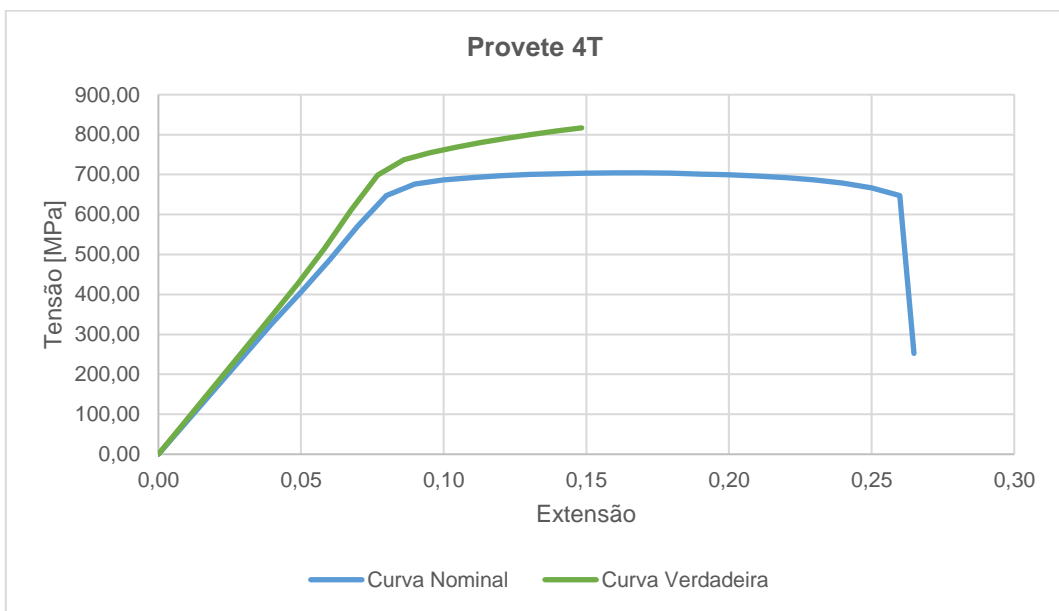


Figura 4.7-Curvas tensão nominal - extensão nominal e tensão verdadeira - extensão verdadeira obtidas para o provete 4T

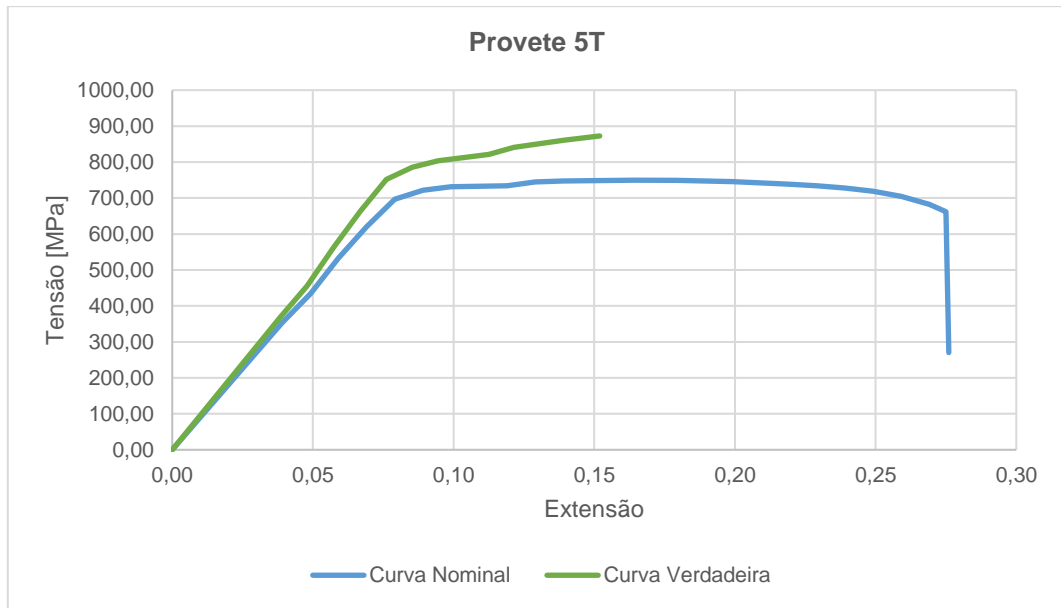


Figura 4.8-Curvas tensão nominal - extensão nominal e tensão verdadeira - extensão verdadeira obtidas para o provete 5T

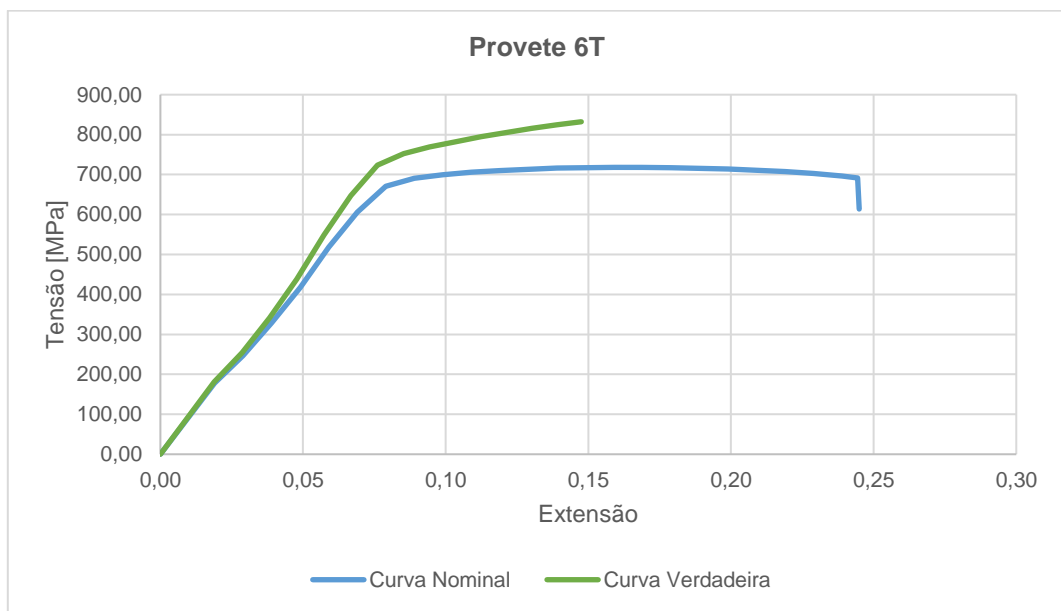


Figura 4.9-Curvas tensão nominal - extensão nominal e tensão verdadeira - extensão verdadeira obtidas para o provete 6T

A partir destas curvas foi possível efetuar um tratamento de dados com recurso ao *Excel*, para determinar os valores de propriedades que contribuem para a caracterização mecânica da liga Ti10Ta produzida por LASER *cladding*, como é o caso da dureza já determinada. Nas Tabelas 4.7 a 4.12 apresentam-se os valores das propriedades, obtidas a partir das curvas tensão-extensão para cada provete da liga, nomeadamente o módulo de Young, a tensão de cedência, a resistência à tração (tensão de rotura - UTS), a extensão de cedência e a de rotura.

Tabela 4.7-Propriedades da liga Ti10Ta obtidas no ensaio de tração do provete 1T

Provete 1T	Módulo de Young, E, Nominal [GPa]	Tensão de Cedência Nominal [MPa]	Tensão de Cedência Verdadeira [MPa]	Tensão de Rotura (UTS) Nominal [MPa]	Tensão de Rotura (UTS) Verdadeira [MPa]
		8,07247	620,790	668,531	718,128
Provete 1T	Módulo de Young, E, Verdadeiro [GPa]	Extensão de Cedência Nominal	Extensão de Cedência Verdadeira	Extensão de Rotura Nominal	Extensão de Rotura Verdadeira
		9,45518	0,0769024	0,0740888	0,165057

Tabela 4.8-Propriedades da liga Ti10Ta obtidas no ensaio de tração do provete 2T

Provete 2T	Módulo de Young, E, Nominal [GPa]	Tensão de Cedência Nominal [MPa]	Tensão de Cedência Verdadeira [MPa]	Tensão de Rotura (UTS) Nominal [MPa]	Tensão de Rotura (UTS) Verdadeira [MPa]
		7,99085	682,910	741,272	756,556
Provete 2T	Módulo de Young, E, Verdadeiro [GPa]	Extensão de Cedência Nominal	Extensão de Cedência Verdadeira	Extensão de Rotura Nominal	Extensão de Rotura Verdadeira
		9,46854	0,0854617	0,0820054	0,174321

Tabela 4.9-Propriedades da liga Ti10Ta obtidas no ensaio de tração do provete 3T

Provete 3T	Módulo de Young, E, Nominal [GPa]	Tensão de Cedência Nominal [MPa]	Tensão de Cedência Verdadeira [MPa]	Tensão de Rotura (UTS) Nominal [MPa]	Tensão de Rotura (UTS) Verdadeira [MPa]
		8,23075	684,959	741,962	760,375
Provete 3T	Módulo de Young, E, Verdadeiro [GPa]	Extensão de Cedência Nominal	Extensão de Cedência Verdadeira	Extensão de Rotura Nominal	Extensão de Rotura Verdadeira
		9,56755	0,0832198	0,0799379	0,162328

Tabela 4.10-Propriedades da liga Ti10Ta obtidas no ensaio de tração do provete 4T

Provete 4T	Módulo de Young, E, Nominal [GPa]	Tensão de Cedência Nominal [MPa]	Tensão de Cedência Verdadeira [MPa]	Tensão de Rotura (UTS) Nominal [MPa]	Tensão de Rotura (UTS) Verdadeira [MPa]
	8,12292	620,174	667,524	704,251	816,898
Provete 4T	Módulo de Young, E, Verdadeiro [GPa]	Extensão de Cedência Nominal	Extensão de Cedência Verdadeira	Extensão de Rotura Nominal	Extensão de Rotura Verdadeira
	9,77201	0,0763489	0,0735746	0,159953	0,148379

Tabela 4.11-Propriedades da liga Ti10Ta obtidas no ensaio de tração do provete 5T

Provete 5T	Módulo de Young, E, Nominal [GPa]	Tensão de Cedência Nominal [MPa]	Tensão de Cedência Verdadeira [MPa]	Tensão de Rotura (UTS) Nominal [MPa]	Tensão de Rotura (UTS) Verdadeira [MPa]
	8,96578	621,991	665,141	749,658	872,666
Provete 5T	Módulo de Young, E, Verdadeiro [GPa]	Extensão de Cedência Nominal	Extensão de Cedência Verdadeira	Extensão de Rotura Nominal	Extensão de Rotura Verdadeira
	10,4727	0,0693741	0,0670735	0,164085	0,151936

Tabela 4.12-Propriedades da liga Ti10Ta obtidas no ensaio de tração do provete 6T

Provete 6T	Módulo de Young, E, Nominal [GPa]	Tensão de Cedência Nominal [MPa]	Tensão de Cedência Verdadeira [MPa]	Tensão de Rotura (UTS) Nominal [MPa]	Tensão de Rotura (UTS) Verdadeira [MPa]
	8,69198	622,043	666,560	718,047	832,196
Provete 6T	Módulo de Young, E, Verdadeiro [GPa]	Extensão de Cedência Nominal	Extensão de Cedência Verdadeira	Extensão de Rotura Nominal	Extensão de Rotura Verdadeira
	9,87347	0,0715654	0,0691206	0,158971	0,147533

As variações verificadas nos valores das propriedades estudadas para cada provete podem-se relacionar com a possibilidade de maior ou menor ocorrência de defeitos volumétricos no local de onde cada um foi extraído, como as porosidades identificadas. Na Tabela 4.13 apresentam-se os valores médios calculados para cada uma das propriedades referidas que permitem a caracterização mecânica da liga, determinadas a partir dos ensaios de tração.

Tabela 4.13-Valores médios das propriedades da liga Ti10Ta obtidas a partir dos ensaios de tração dos provetes

	<b>Módulo de Young, E, Nominal [GPa]</b>	<b>Tensão de Cedência Nominal [MPa]</b>	<b>Tensão de Cedência Verdadeira [MPa]</b>	<b>Tensão de Rotura (UTS) Nominal [MPa]</b>	<b>Tensão de Rotura (UTS) Verdadeira [MPa]</b>
<b>Média</b>	8,34579	642,144	691,831	734,502	855,111
	<b>Módulo de Young, E, Verdadeiro [GPa]</b>	<b>Extensão de Cedência Nominal</b>	<b>Extensão de Cedência Verdadeira</b>	<b>Extensão de Rotura Nominal</b>	<b>Extensão de Rotura Verdadeira</b>
	9,76824	0,0771454	0,0743001	0,164119	0,151955

Dos valores médios obtidos para as propriedades da liga estudadas no presente trabalho, cujo valor se apresenta acima verifica-se, por exemplo, que a liga Ti10Ta produzida por LASER *cladding* apresenta baixo módulo de Young (9,77 GPa, semelhante ao do osso humano que varia entre 5 e 30 GPa [61]). Este resultado pode ser consequência da presença de tântalo na liga, uma vez que como identificou Song *et al.* [2], o tântalo como elemento de liga numa liga Ti-Ta tem potencial para proporcionar um módulo de elasticidade mais reduzido à liga do que o módulo do titânio não ligado, tendo apresentado também potencial para aumentar a resistência mecânica face ao titânio não ligado. Retira-se ainda que, segundo Kunčická *et al.* [61], para reduzir o módulo de Young da liga Ti6Al4V muito usada como biomaterial, o tântalo é um dos elementos que pode substituir alternativamente o vanádio, elemento que apresenta elevado módulo de Young, podendo ter também esse efeito na liga de Ti-Ta. O mesmo autor refere que o módulo de Young depende geralmente de outras características para além da composição química, como o caso da porosidade que pode originar decréscimos no valor do módulo de Young, podendo este facto também contribuir para o baixo valor verificado para o módulo de Young da liga, uma vez que se verificaram porosidades no material.

Relativamente às tensões de rotura (UTS) e de cedência, é possível fazer uma comparação entre as tensões médias obtidas no presente trabalho para a liga Ti10Ta produzida por LASER *cladding* e as obtidas para a mesma liga obtida por fundição seguida de laminagem e tratamento térmico para alívio de tensões residuais, no trabalho realizado por Zhou *et al.* [3]. Assim sendo, como verificado na Figura 2.4 para a liga produzida por fundição, as tensões de rotura (UTS) e de cedência rondam, respetivamente, os 510 MPa e os 400 MPa, considerando-as tensões verdadeiras, concluindo-se assim que a liga produzida por LASER *cladding* apresenta maior resistência à tração ou à entrada em

estricção (855 MPa de tensão de rotura – UTS) e maior resistência ao início da deformação plástica (692 MPa de tensão de cedência), do que a produzida por fundição.

Adicionalmente, como medidas de ductilidade do material, pertencentes ao conjunto de propriedades do material determinadas no presente trabalho, tem-se a extensão após fratura e a redução de área da secção transversal ou coeficiente de estrição. Apresentam-se em seguida na Tabela 4.14, por cada provete ensaiado, os valores calculados no *Excel* para a extensão após fratura e para a redução de área da secção transversal, a partir das fórmulas (2.3) no caso da extensão após fratura, e (2.4) no caso da redução de área da secção transversal, ambas indicadas na revisão bibliográfica. No final da Tabela 4.14 indica-se o valor médio calculado para estas duas medidas.

*Tabela 4.14-Valores das medidas extensão após fratura e redução de área da secção transversal (coeficiente de estrição) para cada provete e valores médios destas medidas*

	<b>Extensão após Fratura</b>	<b>Redução de Área ou Coeficiente de Estrição</b>
<b>Proвете 1T</b>	0,170000	0,215675
<b>Proвете 2T</b>	0,145000	0,209677
<b>Proвете 3T</b>	0,169000	0,168112
<b>Proвете 4T</b>	0,177834	0,296178
<b>Proвете 5T</b>	0,180570	0,302017
<b>Proвете 6T</b>	0,164171	0,174138
<b>Média</b>	0,167762	0,227633
<b>Média Percentual</b>	16,7762	22,7633

Segundo Callister e Rethwisch [58], os materiais frágeis possuem uma extensão após fratura menor do que 5%, valor aproximado, podendo assim concluir-se que a liga Ti10Ta é um material com comportamento dúctil, uma vez que a média obtida experimentalmente para a extensão após fratura do material ronda os 0,168 (16,8%). Além disto, o valor médio aproximado de 0,228 (22,8%) obtido para a redução de área da secção transversal dos provetes após fratura, não contraria a conclusão anterior sobre a ductilidade, pois segundo Barralis e Maeder [10] os materiais apresentam comportamento frágil para reduções de área ou coeficientes de estrição inferiores a 0,1 (10%). As curvas tensão-extensão obtidas nestes ensaios de tração também já indiciavam o comportamento dúctil da liga Ti10Ta, uma vez que demonstravam a existência de deformações plásticas significativas antes da ocorrência da fratura, como é característico dos materiais dúcteis [52].

Demonstra-se ainda em seguida, a representação gráfica bilogarítmica da equação  $\bar{\sigma} = K\bar{\varepsilon}^n$ , equação (2.9) apresentada no capítulo 2, que traduz a curva tensão verdadeira-extensão verdadeira ( $\bar{\sigma}$ - $\bar{\varepsilon}$ ) na região de deformação plástica uniforme do material. Esta representação bilogarítmica corresponde a uma linha recta de inclinação  $n$  com um valor de  $K$  que representa a tensão verdadeira para  $\bar{\varepsilon} = 1$  [52],[54], traduzida pela equação (4.1)

$$\ln(\bar{\sigma}) = \ln(K\bar{\varepsilon}^n) \Rightarrow \ln(\bar{\sigma}) = \ln(K) + n\ln(\bar{\varepsilon}). \quad (4.1)$$

Para a representação da reta de inclinação  $n$  no gráfico bilogarítmico da Figura 4.10, foi utilizado o conjunto de pontos correspondentes aos pares  $(\ln(\bar{\sigma}), \ln(\bar{\varepsilon}))$ , cujos valores de  $\bar{\sigma}$  e  $\bar{\varepsilon}$  foram os obtidos para os 6 provetes na região de deformação plástica uniforme de cada um. A partir desses pontos, que seguem uma tendência aproximadamente linear, obteve-se no *Excel* a linha de tendência linear (média) ajustada a esses valores, correspondente à linha reta de inclinação  $n$  de onde se determinaram os valores de  $n$  e  $K$  característicos do material.

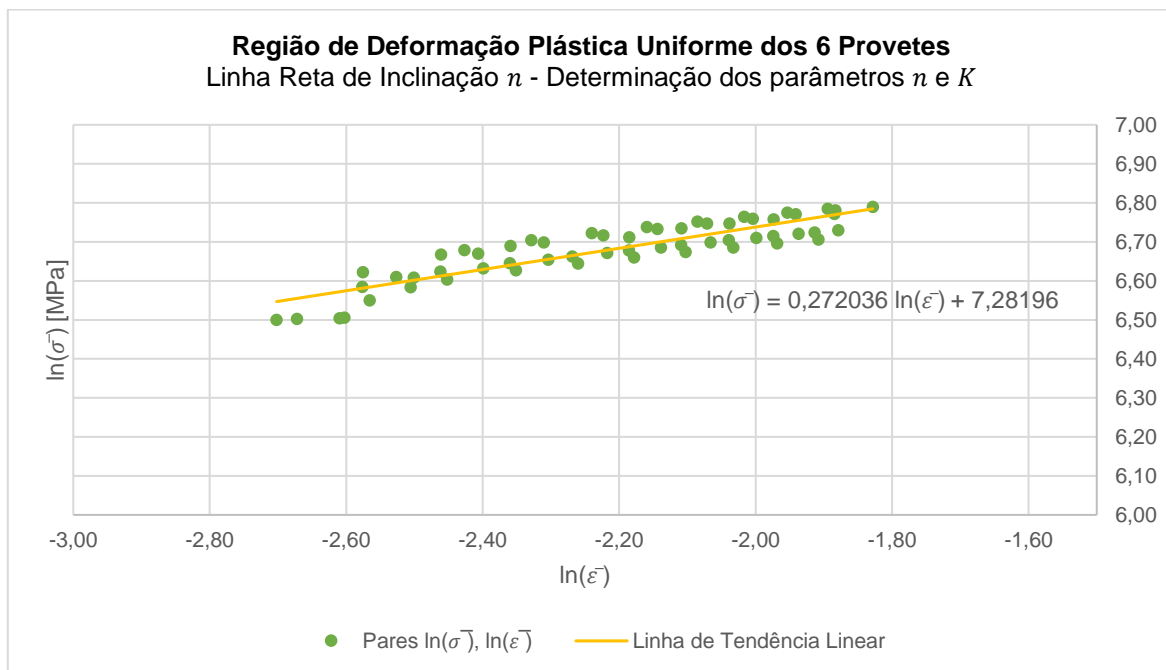


Figura 4.10-Obtenção da linha reta de inclinação  $n$  para determinação de  $n$  e  $K$

Da análise da equação da linha de tendência observada no gráfico, retira-se que  $n \cong 0,272036$  e  $\ln(K) \cong 7,28196 \Rightarrow K \cong e^{7,28196} \Rightarrow K \cong 1453,83$  MPa.

Assim, a equação do tipo  $\bar{\sigma} = K\bar{\varepsilon}^n$ , equação (2.9), que traduz a curva verdadeira da liga Ti10Ta na região de deformação plástica uniforme, considerando  $n = 0,272036$  e  $K = 1453,83$  MPa, que poderia ser obtida aplicando exponencial à equação logarítmica apresentada no gráfico, é a equação (4.2)

$$\bar{\sigma} = 1453,83\bar{\varepsilon}^{0,272036}. \quad (4.2)$$

De notar que o  $n \cong 0,27$  obtido para a liga Ti10Ta assemelha-se ao característico de um aço com 0,05% de carbono no estado recozido ( $n = 0,26$ ), usado em operações de conformação por ter um  $n$

considerado elevado, ao qual se associa um comportamento dúctil [52], comportamento este também já identificado para a liga Ti10Ta.

### 4.3 Ensaio de Fadiga

Na Tabela 4.15, é indicado para cada provete testado à fadiga o número de ciclos até à fratura que resistiu, associado ao patamar de tensão nominal máxima aplicada a esse provete. As tensões nominais máximas aplicadas foram inferiores à tensão nominal de rotura (UTS). Cada provete testado à fadiga foi sujeito a um ciclo de amplitude de carga constante do tipo repetido com onda sinusoidal, caracterizado por uma razão de tensões,  $R = 0,5$ , e uma tensão nominal máxima de 650 MPa ou 550 MPa ou 450 MPa. O provete 11F correspondeu a um ensaio inválido, uma vez que houve escorregamento do provete nas garras.

Tabela 4.15-Resultados obtidos nos ensaios de fadiga ( $R = 0,5$ ) realizados nos provetes de Ti10Ta

Provete	Tensão Nominal Máxima [MPa]	Número de Ciclos
1F	650	6 506
2F	550	29 583
3F	450	48 542
4F	650	6 719
5F	550	28 304
6F	450	46 941
7F	650	11 503
8F	550	36 906
9F	450	74 301
10F	450	58 652
11F	650	inválido
12F	550	26 905

Da análise da Tabela 4.15, denota-se que para cada patamar ocorreu uma variação do número de ciclos até à fratura para cada provete, como era esperado, devido à existência de heterogeneidades no material como, por exemplo, a maior ou menor concentração de porosidades existente em cada provete. Além da variação observada entre os provetes, os valores relativos ao número de ciclos que o material resiste à fadiga podem, no geral, ser mais baixos do que no caso do mesmo material produzido por LASER *cladding* com menor percentagem de poros.

Na Figura 4.11 apresentada em seguida, que foi observada no microscópio eletrónico de varrimento Zeiss DSM 962 com filamento de tungsténio, do laboratório de microscopia eletrónica de varrimento do CENIMAT da FCT-UNL, denotam-se os poros na superfície de fratura do provete 6F testado à fadiga.

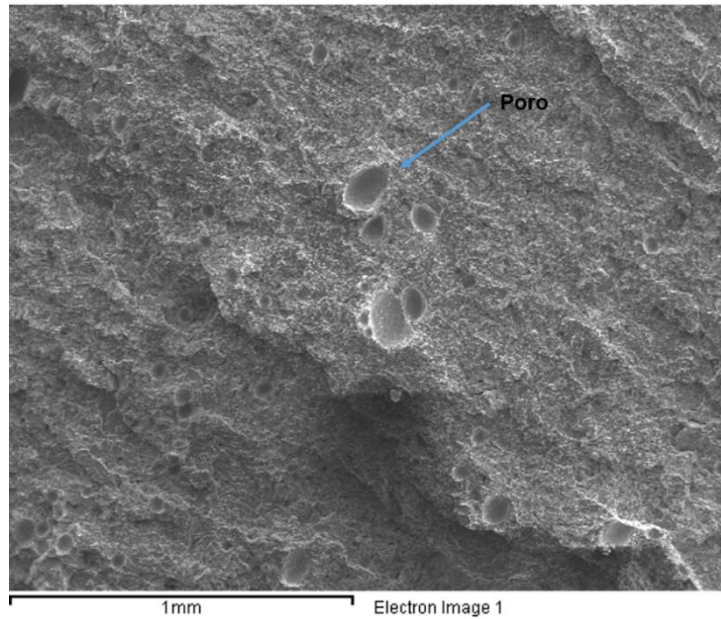


Figura 4.11-Ampliação da superfície de fratura do provete 6F no microscópio eletrônico de varrimento para visualização dos poros

Na Figura 4.12 é apresentada a curva  $S-N$  obtida no *Excel* num gráfico bilogarítmico, a partir de 3 pontos correspondentes às médias do número de ciclos a cada tensão nominal máxima ( $S = \sigma_{m\acute{a}x}$ ). O ponto representado mais à esquerda no gráfico corresponde à média do número de ciclos obtido para o conjunto de 3 provetes válidos e ensaiados a uma tensão nominal máxima de 650 MPa e o segundo e terceiro pontos, correspondem à média do número de ciclos dos 2 conjuntos de 4 provetes ensaiados, respetivamente, à tensão nominal máxima de 550 MPa e 450 MPa. Como indicado em [52], a representação da tensão em função do número de ciclos até à fratura (curva  $S-N$ ) num gráfico bilogarítmico resulta numa reta. Para a obter, foram considerados os pontos correspondentes aos pares  $(\log(\sigma_{m\acute{a}x}), \log(N))$ , referentes aos logaritmos dos valores das 3 tensões nominais máximas aplicadas e respetivos números médios de ciclos. Assim, a curva  $S-N$  no gráfico da Figura 4.12 corresponde à linha de tendência ajustada aos 3 pontos constituídos pelos pares  $(\log(\sigma_{m\acute{a}x}), \log(N))$  referidos.

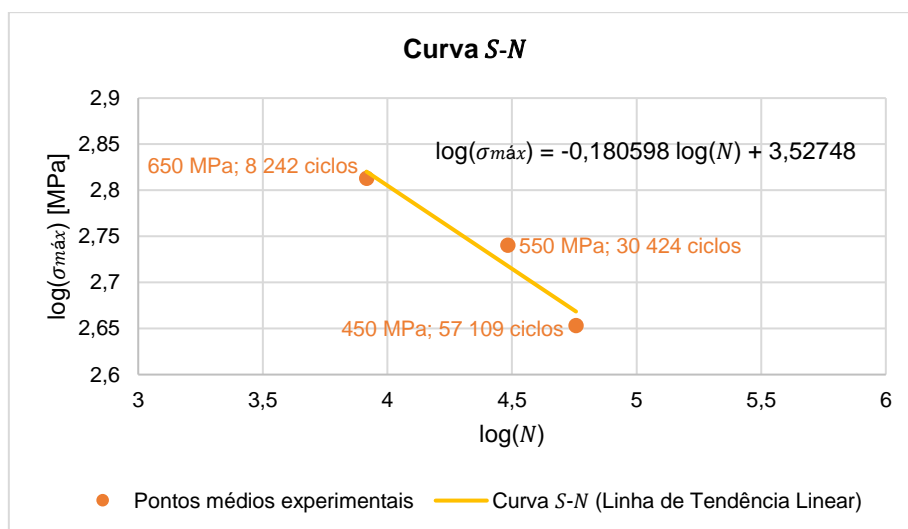


Figura 4.12-Curva  $S-N$  obtida a partir dos provetes ensaiados

De acordo com o referido na revisão bibliográfica [52], uma equação que pode traduzir a curva  $S-N$  que caracteriza a resistência à fadiga da liga Ti10Ta é do tipo da equação logarítmica (2.17), como se demonstra em seguida:

$$\log S = -c \log N + \log C' \Rightarrow \log \sigma_{m\acute{a}x} = -0,180598 \log N + 3,52748.$$

A curva  $S-N$  da liga pode também ser traduzida por uma equação do tipo  $SN^c = C'$ , equação (2.18) igualmente referida na revisão bibliográfica [52], sendo  $c$  e  $C'$  constantes do material que se obtém a partir da equação logarítmica decimal anterior com  $S = \sigma_{m\acute{a}x}$ , aplicando-lhe base 10, como demonstrado:

$$\begin{aligned} 10^{\log \sigma_{m\acute{a}x}} &= 10^{(-0,180598 \log N + 3,52748)} \Rightarrow 10^{\log \sigma_{m\acute{a}x}} = 10^{(-0,180598 \log N)} \times 10^{3,52748} \Rightarrow \\ \Rightarrow \sigma_{m\acute{a}x} &= N^{-0,180598} \times 10^{3,52748} \Rightarrow \sigma_{m\acute{a}x} = \frac{1}{N^{0,180598}} \times 10^{3,52748} \Rightarrow \sigma_{m\acute{a}x} N^{0,180598} = 3368,84. \end{aligned}$$

Assim, a relação entre a tensão aplicada e o número de ciclos até à fratura por fadiga para a liga Ti10Ta produzida (curva  $S-N$ ) pode ser traduzida pela equação (4.3) ou (4.4)

$$\log \sigma_{m\acute{a}x} = -0,180598 \log N + 3,52748 \quad (4.3)$$

ou

$$\sigma_{m\acute{a}x} N^{0,180598} = 3368,84. \quad (4.4)$$

De acordo com os domínios de fadiga indicados na revisão ([10] e [52]), pelo facto de no patamar de tensão nominal máxima de 650 MPa o valor médio de ciclos estar ligeiramente abaixo dos  $10^4$  e a tensão nominal máxima aplicada se encontrar entre as tensões nominais de cedência e de rotura (UTS) determinadas para a liga Ti10Ta, pode-se considerar que para este patamar de 650 MPa se está no domínio da fadiga oligocíclica ou zona de fadiga a baixo número de ciclos, uma vez que esta tensão nominal máxima aplicada (ou nível de tensão, como denominado em [10]) e número de ciclos contabilizado são característicos deste domínio. Para os outros dois patamares (550 MPa e 450 MPa de tensão nominal máxima), uma vez que o número médio de ciclos ultrapassa os  $10^4$  ciclos e a tensão nominal máxima aplicada se situa abaixo do limite de elasticidade, pode referir-se que se está no domínio da chamada fadiga limitada/finita, exactamente pelo facto deste se caracterizar por tensões nominais máximas ou níveis de tensão abaixo do limite de elasticidade e por ciclos até à fratura que ultrapassam os  $10^4$  -  $10^5$  ciclos.

## 5 Conclusões e Trabalhos Futuros

O trabalho realizado na presente dissertação procurou responder principalmente ao reduzido conhecimento técnico-científico identificado no que respeita ao comportamento mecânico das ligas de Ti-Ta, e em específico da liga Ti10Ta obtida por LASER *cladding*. Neste âmbito, foi também revista a tecnologia de LASER *cladding*, processo este que permite revestir e produzir estruturas tridimensionais. E, adicionalmente, abordou-se o estudo sobre os parâmetros seleccionados para a produção dos blocos obtidos por LASER *cladding* da liga estudada, o que permitiu concluir que um dos defeitos de fabrico resultante deste processo de produção da liga, com o tipo de pós utilizados, é a porosidade.

Neste trabalho, concluiu-se que a dureza Vickers da liga Ti10Ta, determinada através da realização de ensaios com micro indentação, apresenta o valor de  $255,2_{-3,7}^{+4,4}$  HV 0,5.

A partir das curvas de tensão-extensão, obtidas nos ensaios de tração após tratamento de dados, foi possível aferir que o material apresenta um comportamento dúctil e que os valores obtidos para algumas das suas propriedades mecânicas (nominais e verdadeiros), nomeadamente para o módulo de Young, tensão de rotura (UTS), tensão de cedência, extensão de rotura, extensão de cedência, extensão após fratura e coeficiente de estrição são os seguintes:

- Módulo de Young Nominal: 8,35 GPa;
- Módulo de Young Verdadeiro: 9,77 GPa;
- Tensão de Cedência Nominal: 642 MPa;
- Tensão de Cedência Verdadeira: 692 MPa;
- Tensão de Rotura (UTS) Nominal: 735 MPa;
- Tensão de Rotura (UTS) Verdadeira: 855 MPa;
- Extensão de Cedência Nominal: 0,0771 (7,71%);
- Extensão de Cedência Verdadeira: 0,0743 (7,43%);
- Extensão de Rotura Nominal: 0,164 (16,4%);
- Extensão de Rotura Verdadeira: 0,152 (15,2%);
- Extensão após Fratura: 0,168 (16,8%);
- Redução de Área/Coeficiente de Estrição: 0,228 (22,8%).

O valor reduzido de módulo de Young obtido para a liga, que indicia a biocompatibilidade do material, pode dever-se à presença de tântalo na liga, também sendo possível que se possa dever à presença de porosidades.

Na presente dissertação, foi também possível determinar a equação (4.2) que traduz a curva tensão verdadeira-extensão verdadeira ( $\bar{\sigma}$ - $\bar{\epsilon}$ ) na região de deformação plástica uniforme da liga Ti10Ta. Assim,

$$\bar{\sigma} = 1454\bar{\epsilon}^{0,272}. \quad (4.2)$$

No que se refere à curva *S-N*, que caracteriza a resistência à fadiga da liga, concluiu-se que a mesma pode ser traduzida pelas equações (4.3) ou (4.4)

$$\log \sigma_{m\acute{a}x} = -0,181 \log N + 3,53 \quad (4.3)$$

ou

$$\sigma_{m\acute{a}x} N^{0,181} = 3369. \quad (4.4)$$

Relativamente a trabalhos futuros, a autora propõe como continuidade deste trabalho:

- Realizar o estudo do comportamento à fadiga do material com obtenção de curvas *S-N* para uma ou várias razões de tensão (*R*), a partir de um maior número de provetes (segundo a norma *ASTM E739-10* [62]) para cada tensão máxima do ciclo de tensões.
- Em acréscimo ao enunciado no ponto anterior, encontrar a tensão à qual o material apresenta vida infinita à fadiga para cada razão de tensões, testando para isso mais patamares de tensão nominal máxima.
- Estudar o comportamento mecânico do material cortado de blocos como os do presente trabalho numa orientação a 45°, num plano paralelo à base/topo do bloco.
- Por complemento ao referido no ponto anterior, estudar o comportamento do material nas faces laterais dos blocos de revestimento (extraíndo provetes dessas faces) e investigar sobre eventuais diferenças nas propriedades mecânicas obtidas, face aos provetes retirados de um plano paralelo à base/topo do bloco.
- Estudar os modos de fratura, através de microscopia ótica e eletrônica de varrimento.
- Estudar a influência dos parâmetros do LASER *cladding* nas propriedades mecânicas do material, nomeadamente potência do LASER, velocidade de deslocamento do LASER, taxa de alimentação dos pós, pressão do gás de proteção e caudal fornecido, tamanho do diâmetro do foco de incidência do LASER, distância entre deposição de cordões consecutivos, distância de trabalho, número de cordões por camada x número de camadas e *height offset*.
- Caracterizar os defeitos inerentes ao processo de fabrico e relacioná-los com os parâmetros do processo de fabrico.
- Estudar a microestrutura da liga Ti10Ta e a sua influência no domínio elástico das curvas tensão-extensão nominais e verdadeiras obtidas para a liga.

Pode-se também acrescentar que seria ainda possível a realização de um estudo acerca do comportamento mecânico de outras ligas Ti-Ta, produzidas pelo mesmo processo de LASER *cladding*, tendo por objetivo concluir sobre a relação entre a variação das propriedades das ligas com a variação da percentagem de tântalo.

O estudo da influência do processo de fabrico nas propriedades da liga Ti10Ta e de outras com diferentes percentagens de tântalo também se apresenta interessante, podendo pôr em comparação as propriedades da liga quando a mesma é produzida por LASER *cladding*, por fundição, seguidos ou não de laminagem e/ou tratamentos térmicos. Este estudo da influência do processo nas propriedades

pode ser adequado para perspetivar aplicações mais adequadas para a liga consoante o processo produtivo a que é sujeita.



## Bibliografia

- [1] Y. L. Zhou, M. Niinomi, e T. Akahori, "Effects of Ta content on Young's modulus and tensile properties of binary Ti-Ta alloys for biomedical applications", *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 371, n. 1–2, pp. 283–290, 2004.
- [2] Y. Song, D. S. Xu, R. Yang, D. Li, W. T. Wu, e Z. X. Guo, "Theoretical study of the effects of alloying elements on the strength and modulus of  $\beta$ -type bio-titanium alloys", *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 260, n. 1–2, pp. 269–274, 1999.
- [3] Y. L. Zhou, M. Niinomi, T. Akahori, M. Nakai, e H. Fukui, "Comparison of Various Properties between Titanium-Tantalum Alloy and Pure Titanium for Biomedical Applications", *Mater. Trans.*, vol. 48, n. 3, pp. 380–384, 2007.
- [4] J. Kesteven, M. B. Kannan, R. Walter, H. Khakbaz, e H. C. Choe, "Low elastic modulus Ti-Ta alloys for load-bearing permanent implants: Enhancing the biodegradation resistance by electrochemical surface engineering", *Mater. Sci. Eng. C*, vol. 46, pp. 226–231, 2015.
- [5] Y. Liu *et al.*, "Synthesis of Ti-Ta alloys with dual structure by incomplete diffusion between elemental powders", *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, vol. 51, pp. 302–312, 2015.
- [6] T. L. M. Morgado, H. Navas, e R. Brites, "Wear study of Innovative Ti-Ta alloys", *Procedia Struct. Integr.*, vol. 2, pp. 1266–1276, 2016.
- [7] C. Leyens e M. Peters, Eds., *Titanium and Titanium Alloys: Fundamentals and Applications*. Alemanha: WILEY-VCH, 2003.
- [8] G. Lütjering e J. C. Williams, *Engineering Materials and Processes*, 2ª ed. USA: Springer, 2007.
- [9] F. H. Froes, Ed., *Titanium: Physical Metallurgy Processing and Applications*. USA: ASM International, 2015.
- [10] J. Barralis e G. Maeder, *Prontuário de metalurgia: elaboração, estruturas-propriedades e normalização* (tradução), 3ª ed. Portugal: Fundação Calouste Gulbenkian, 2014.
- [11] "Titanium, Ti (pure)". [Online]. Disponível em: <http://www.matweb.com/search/DataSheet.aspx?MatGUID=66a15d609a3f4c829cb6ad08f0dafc01&ck=1>. [Consult.: 06-Jun-2017].
- [12] G. E. Dieter, *ASM Handbook*, vol. 20. ASM International, 1997.
- [13] W. F. Smith e J. Hashemi, *Fundamentos de Engenharia e Ciência dos Materiais* (tradução), 5ª ed. Brasil: McGraw Hill, 2015.
- [14] V. A. Joshi, *Titanium Alloys: An Atlas of Structures and Fracture Features*. EUA: CRC Press, 2006.
- [15] M. Y. P. Costa, "Fadiga em titânio aeronáutico revestido por PVD", Tese de Doutorado, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Brasil, 2009.

- [16] V. N. Moiseyev, *Titanium Alloys: Russian Aircraft and Aerospace Applications*. EUA: CRC Press, 2006.
- [17] R. J. Narayan, Ed., *ASM Handbook*, vol. 23. EUA: ASM International, 2012.
- [18] R. Ferreira de Sousa, T. Rosa da Silva, e J. Guerra, “Tântalo : Breve histórico, propriedades e aplicações”, *Educ. QUÍMICA*, vol. 24, n. 3, pp. 343–346, 2013.
- [19] S. M. Cardonne, P. Kumar, C. A. Michaluk, e H. D. Schwartz, “Tantalum and its Alloys”, *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, vol. 13, n. 4, pp. 187–194, 1995.
- [20] F. Cardarelli, P. Taxil, e A. Savall, “Tantalum Protective Thin Coating Techniques for the Chemical Process Industry: Molten Salts Electrocoating as a New Alternative”, *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, vol. 14, n. 5–6, pp. 365–381, 1996.
- [21] “Tantalum, Ta; Annealed”. [Online]. Disponível em: <http://www.matweb.com/search/DataSheet.aspx?MatGUID=638e0acc45ad481788d5ff142b1a7e0a>. [Consult.: 06-Jun-2017].
- [22] “Tantalum, Ta; Cold Worked”. [Online]. Disponível em: <http://www.matweb.com/search/DataSheet.aspx?MatGUID=d2d75c4b1c394724a8dbe08f039d3e83>. [Consult.: 06-Jun-2017].
- [23] P. T. Moseley e C. J. Seabrook, “The crystal structure of  $\beta$ -tantalum”, Inglaterra, 1973.
- [24] S. R. Chen e G. T. Gray III, “Constitutive Behavior of Tantalum and Tantalum-Tungsten Alloys”, *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 27A, n. 10, pp. 2994–3006, 1996.
- [25] A. C. L. Faria, R. C. S. Rodrigues, A. L. Rosa, e R. F. Ribeiro, “Experimental titanium alloys for dental applications”, *J. Prosthet. Dent.*, vol. 112, n. 6, pp. 1448–1460, 2014.
- [26] J. O. Yin *et al.*, “Microstructural characterization and properties of Ti-28Ta at.% powders produced by plasma rotating electrode process”, *J. Alloys Compd.*, vol. 713, pp. 222–228, 2017.
- [27] F. Gäbler, “Cladding rises to the top Diode LASER cutting”, *Industrial LASER Solutions for Manufacturing*, vol. 31, n. 2, pp. 16–18, Mar/Abr 2016.
- [28] E. Toyserkani, A. Khajepour, e S. F. Corbin, *LASER Cladding*. USA: CRC Press, 2005.
- [29] P. KHAZAN, M. STROH, H. FREIßE, e H. KÖHLER, “Manufacturing specimens made by direct powder deposition - Industrial LASER Solutions”. [Online]. Disponível em: <http://www.industrial-lasers.com/articles/print/volume-29/issue-6/features/manufacturing-specimens-made-by-direct-powder-deposition.html>. [Consult.: 12-Fev-2017].
- [30] V. K. Sarin, D. Mari, L. Lianes, e C. E. Nebel, Eds., *Comprehensive Hard Materials*, vol. 1. Reino Unido: Elsevier, 2014.
- [31] J. Lambarri, J. Leunda, V. García Navas, C. Soriano, e C. Sanz, “Microstructural and tensile characterization of Inconel 718 LASER coatings for aeronautic components”, *Opt. LASERs Eng.*, vol. 51, n. 7, pp. 813–821, 2013.

- [32] L. Costa e R. Vilar, "LASER powder deposition", *Rapid Prototyp. J.*, vol. 15, n. 4, pp. 264–279, 2009.
- [33] M. Schneider, "LASER CLADDING WITH POWDER: effect of some machining parameters on clad properties", Tese de Doutoramento, Universidade Tecnológica de Twente, Holanda, 1998.
- [34] J. M. S. P. Torres, "Melhoramento e Automatização de um Sistema de Revestimento com LASER", Dissertação de Mestrado, FCT, UNL, Portugal, 2015.
- [35] V. Malin e S. Woods, "Efficient high-power diode LASER cladding - Industrial LASER Solutions". [Online]. Disponível em: <http://www.industrial-lasers.com/articles/print/volume-24/issue-8/features/application-report/efficient-high-power-diode-laser-cladding.html>. [Consult.: 02-Jan-2017].
- [36] H. Gedda, "LASER Cladding: An Experimental and Theoretical Investigation", Tese de Doutoramento, Universidade de Tecnologia de Lulea, Suécia, 2004.
- [37] E. Lugscheider, H. Bolender, e H. Krappitz, "LASER Cladding of Paste Bound Hardfacing Alloys", *Surf. Eng.*, vol. 7, n. 4, pp. 341–344, 1991.
- [38] G. Xu, M. Kutsuna, Z. Liu, e L. Sun, "Characteristic behaviours of clad layer by a multi-layer LASER cladding with powder mixture of Stellite-6 and tungsten carbide", *Surf. Coatings Technol.*, vol. 201, n. 6, pp. 3385–3392, 2006.
- [39] "LASER Metal Deposition with Variable Spot Sizes - VarioClad Fraunhofer ILT". [Online]. Disponível em: <https://www.ilt.fraunhofer.de/en/media-center/brochures/brochure-Varioclad-Laser-Metal-Deposition-with-Variable-spot-sizes.html>. [Consult.: 25-Jul-2017].
- [40] U. de Oliveira, V. Ocelík, e J. Th. M. De Hosson, "Analysis of coaxial LASER cladding processing conditions", *Surf. Coatings Technol.*, vol. 197, n. 2–3, pp. 127–136, 2005.
- [41] L. Quintino, "Overview of coating technologies", em *Surface modification by solid state processing*, Elsevier, 2014, pp. 1–24.
- [42] B. M. F. D. C. A. Borges, "LASER cladding using filler powder and wire - Productivity and quality", Dissertação de Mestrado, IST, ULisboa, Portugal, 2008.
- [43] J. M. S. P. Torres, T. L. M. Morgado, e H. V. G. Navas, "Innovative Automation Equipment of LASER Cladding", em *The 2015 International Conference on Systematic Innovation*, Hong Kong, 2015.
- [44] H. I. M. Souto, "LASER Cladding : sua aplicação à deposição de revestimentos em lâminas de destroçadores de madeira", Dissertação de Mestrado, FEUP, UP, Portugal, 2013.
- [45] J. Tuominen, "Engineering Coatings by LASER Cladding – The Study of Wear and Corrosion Properties", Universidade de Tecnologia de Tampere, Finlândia, 2009.
- [46] A. D. Ludovico, A. Angelastro, e S. L. Campanelli, "Experimental Analysis of the Direct LASER Metal Deposition Process", em *New Trends in Technologies: Devices, Computer, Communication and Industrial Systems*, Sciyo, 2010, pp. 253–272.

- [47] S. Da Sun, M. Leary, Q. Liu, e M. Brandt, "Evaluation of microstructure and fatigue properties in LASER cladding repair of ultrahigh strength AerMet ® 100 steel", *J. Laser Appl.*, vol. 27, n. S2, pp. S29202-1-S29202-6, 2015.
- [48] F. Arias-González *et al.*, "Additive manufacturing based on LASER cladding of cp-Ti for dental implants", em *LASERs in Manufacturing Conference*, Munique, 2015.
- [49] M. Ansari, R. Shoja Razavi, e M. Barekat, "An empirical-statistical model for coaxial LASER cladding of NiCrAlY powder on Inconel 738 superalloy", *Opt. LASER Technol.*, vol. 86, pp. 136–144, 2016.
- [50] S. R. Lewis *et al.*, "Improving rail wear and RCF performance using LASER cladding", *Wear*, vol. 366–367, pp. 268–278, 2016.
- [51] K. Feng *et al.*, "Improved high-temperature hardness and wear resistance of Inconel 625 coatings fabricated by LASER cladding", *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 243, pp. 82–91, 2017.
- [52] C. A. G. de M. Branco, *Mecânica dos Materiais*, 5ª ed. Portugal: Fundação Calouste Gulbenkian, 2011.
- [53] J. Rodrigues e P. Martins, *Tecnologia Mecânica: Tecnologia da Deformação Plástica*, vol. I, 2ª ed. Lisboa, Portugal: Escolar Editora, 2010.
- [54] A. Correia da Cruz e J. Carreira, *Ensaços Mecânicos*. Portugal: ISQ - Instituto de Soldadura e Qualidade, 1992.
- [55] A. I. Staff, *ASM Handbook*, vol. 19. ASM International, 1996.
- [56] O. Scott-Emuakpor, M.-H. H. Shen, T. George, C. J. Cross, e J. Calcaterra, "Development of an Improved High Cycle Fatigue Criterion", *J. Eng. Gas Turbines Power*, vol. 129, n. 1, pp. 162–169, 2007.
- [57] ASTM E8/E8M-09, "Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials", ASTM International, EUA, 2009.
- [58] W. D. Callister, Jr. e D. G. Rethwisch, *Ciência e engenharia de materiais: uma introdução* (tradução), 9ª ed. Brasil: LTC, 2016.
- [59] ASTM E3-95, "Standard Practice for Preparation of Metallographic Specimens", ASTM International, EUA, 2001.
- [60] ASTM E384-16, "Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials", ASTM International, EUA, 2016.
- [61] L. Kunčická, R. Kocich, e T. C. Lowe, "Advances in metals and alloys for joint replacement", *Prog. Mater. Sci.*, vol. 88, pp. 232–280, 2017.
- [62] ASTM E739-10, "Standard Practice for Statistical Analysis of Linear or Linearized Stress-Life (S-N) and Strain-Life (e-N) Fatigue Data", EUA, 2016.

# ANEXO A



Asociación de Investigación Metalúrgica del Noroeste  
Reiva, 27 A - Torrelavega  
38410 - O Porriño - Pontevedra  
Tlf. +34986344000 - Fax. +34986337302  
aimen@aimen.es

N.I.F.: E303880291

## Nº/Ref. 3003917

Fecha: 11/04/2017

## OFERTA DE SERVICIOS

**UNIVERSIDADE NOVA DE LISBOA  
FACULDADE DE CIENCIAS E TECNOLOGIA**

Campus de Caparica - Edifício VIII

2829-516 - ALMADA - Península de Setúbal

Teléfono 212948542

A la atención de D./Dña.

Teresa Morgado

t.morgado@fct.unl.pt

Teléfono 212948367

En respuesta a su petición, detallamos a continuación nuestra oferta para los siguientes trabajos:

Servicios	Precio unitario	Cant.	Total	Acepta
<b>OPCIÓN A: Incluye materiales de aporte.</b> Recubrimiento de 60 piezas de Titanio con diferentes ratios de Ti/Ta (Ti10Ta, Ti30Ta, and of Ti52Ta).	28,800.00 EUR	1	28,800.00	<input type="checkbox"/>
<b>OPCIÓN B: NO incluye materiales de aporte.</b> Recubrimiento de 60 piezas de Titanio con diferentes ratios de Ti/Ta (Ti10Ta, Ti30Ta, and of Ti52Ta).	13,200.00 EUR	1	13,200.00	<input type="checkbox"/>

### Observaciones:

#### FACTURACIÓN:

- 100% del importe de la opción escogida, a la aceptación de la oferta.

**Plazo de entrega:** A acordar, tras aceptación de la oferta.

**Envío informes:** A/A. Teresa Morgado - t.morgado@fct.unl.pt

Por defecto AIMEN realiza el envío del informe al técnico que solicita la oferta.

Si Vd. desea modificar este destinatario, debe informar al área Comercial de AIMEN.

**Impuestos:** En estos precios no está incluido el 21 % de I.V.A.

**Forma de pago:** Transferencia Prepago

Pago mediante transferencia bancaria a nuestra cuenta de ABANCA CORPORACION BANCARIA, S.A. .

(IBAN: ES45 2080 5131 68 3040005432 SWIFT: CAGLESMM)

**Validez de la Oferta:** 30 días

## ANEXO B



Asociación de Investigación Metalúrgica del Noroeste  
Rbla. 27 A - Torneo  
38410 - O Porrillo - Pontevedra  
Tlf. +34888344000 - Fax. +34888337302  
aimen@aimen.ec

N.I.F.: E8038808291

**Nº/Ref. 3003917 - REV.1**

Fecha: 19/04/2017

## OFERTA DE SERVICIOS

**UNIVERSIDADE NOVA DE LISBOA**  
**FACULDADE DE CIENCIAS E TECNOLOGIA**  
Campus de Caparica - Edifício VIII  
2829-516 - ALMADA - Península de Setúbal  
Teléfono 212948542  
A la atención de D./Dña.  
Teresa Morgado  
t.morgado@fct.unl.pt  
Teléfono 212948367

En respuesta a su petición, detallamos a continuación nuestra oferta para los siguientes trabajos:

Servicios	Precio unitario	Cant.	Total	Acepta
Optimización de parámetros para laser cladding	3,250.00 EUR	1	3,250.00	<input type="checkbox"/>
Recubrimiento de 60 piezas de Titanio con diferentes ratios de Ti/Ta (Ti10Ta, Ti30Ta, and of Ti52Ta).	6,420.00 EUR	1	6,420.00	<input type="checkbox"/>

### Observaciones:

- No se incluye el material de aporte.
- Muestras de espesor 1 mm.

### FACTURACIÓN:

- 100% del importe total, a la aceptación de la oferta.

**Plazo de entrega:** A acordar, tras aceptación de la oferta.

**Envío informes:** A/A. Teresa Morgado - t.morgado@fct.unl.pt

Por defecto AIMEN realiza el envío del informe al técnico que solicita la oferta.

Si Vd. desea modificar este destinatario, debe informar al área Comercial de AIMEN.

**Impuestos:** En estos precios no está incluido el 21 % de I.V.A.

**Forma de pago:** Transferencia Prepago

Pago mediante transferencia bancaria a nuestra cuenta de ABANCA CORPORACION BANCARIA, S.A. .  
(IBAN: ES45 2080 5131 68 3040005432 SWIFT: CAGLESMM)

**Validez de la Oferta:** 30 días

t.morgado@fct.unl.pt  
Teléfono 212948367

En respuesta a su petición, detallamos a continuación nuestra oferta para los siguientes trabajos:

Servicios	Precio unitario	Cant.	Total	Acepta
<b>OPCIÓN A: Incluye materiales de aporte.</b> Recubrimiento de 60 piezas de Titanio con diferentes ratios de Ti/Ta (Ti10Ta, Ti30Ta, and of Ti52Ta).	28,800.00 EUR	1	28,800.00	<input type="checkbox"/>
<b>OPCIÓN B: NO incluye materiales de aporte.</b> Recubrimiento de 60 piezas de Titanio con diferentes ratios de Ti/Ta (Ti10Ta, Ti30Ta, and of Ti52Ta).	13,200.00 EUR	1	13,200.00	<input type="checkbox"/>

## ANEXO C

**IK4**  **TEKNIKER**

Research Alliance

IK4-TEKNIKER  
PARKE TEKNOLOGIKOA  
Calle Irñaki Goenaga, 5  
20600 Eibar, Gipuzkoa (Spain)  
Tel.: +34 943 20 67 44  
CIF: G-20545729  
www.tekniker.es

### OFFER

<b>NORENTZAT:</b>	
<b>Company:</b>	NOVA.ID.FCT
<b>Att.:</b>	Teresa Morgado
<b>IGORLEA:</b>	<b>UNITATEA:</b>
<b>Author:</b> Leunda A., Josu	<b>UNIT:</b> Tecn. Avanzadas Fabricación
<b>GAIA:</b>	<b>ESKAINITZA Zka.:</b>
<b>SUBJECT:</b> Quotation	<b>OFFER No.:</b> 17_STAF_042
<b>DATA:</b>	<b>ORRI KOPURUA:</b>
<b>DATE:</b> 12/05/2017	<b>PAGES No.:</b> 3

Dear Teresa:

We are pleased to send you this quotation corresponding to the requested work.

We hope it is interesting for you and if you have any query do not hesitate to contact us.

We send you kind regards.

Tecn. Avanzadas Fabricación  
Leunda A., Josu

**Description:** Manufacturing of tensile samples by Laser Metal Deposition of Ti10Ta, Ti30Ta and Ti52Ta mixtures.

- 2 rectangular samples of roughly 120x120x10 mm will be deposited for each Ti-Ta mixture in order to extract the tensile samples by EDM-cutting
- Materials and EDM-cutting process are not included in this quotation

**Total price:**

**4200,00 € (ex. VAT)**

---

Tecn. Avanzadas Fabricación  
Leunda A., Josu  
jleunda@tekniker.es

VALIDITY OF THE OFFER: 31/09/2017

DELIVERY TIME OF RESULTS: 15 days from the reception of the material and the acceptance of the offer.



## INDUSTRIA AUXILIAR DE MATRICERIA, S.A.

PG ARIBAR, PAB. B, BARRIO SAN JUAN N.º 52  
20570 BERGARA  
GIPUZKOA ESPAÑA  
CIF: A20071538  
Teléfono: 943769100 Fax: 943763945  
e-Mail: iam@iam.es

Oferta			
Serie	Número	Fecha	Cliente
	1174	03/05/2017	430008218

### FUNDACION TEKNIKER

GUIÑAKI GOENAGA,5  
20600 EIBAR  
GIPUZKOA

**Attn. Sr. : JOSU LEUNDA**

Descripción	Unidades	Precio	Importe EUR
EROSIONAR PIEZA DE Ti-Ta	60,00	104,00	6.240,00

Importe neto	Base I.V.A.	%I.V.A.	Total I.V.A.	IMPORTE LIQUIDO
6.240,00	6.240,00	21	1.310,40	7.550,40

PORTES



LPW Technology Limited  
 16 Berkeley Court  
 Manor Park  
 Runcorn  
 Cheshire WA7 1TQ  
 United Kingdom

Email: sales@lpwtechnology.com

Tel: +44 (0)1928 240530

Fax: +44 (0)1928 240531

VAT: 920134667

**Quotation EUR**

**Quote Valid Until:**

**23/05/2017**

IK4 Tekniker Parke Teknologikoa c/Inaki Goenaga,5 Eibar 20600 Spain  VAT Reg No:	Quotation Date: 25/04/2017 Quote No: SQ001797
	Contact Name: Josu Leunda Phone: +34 943 20 67 44 Email: josu.leunda@tekniker.es

Product	Item Details	Quantity Unit	Unit Price	Net EUR
	Spherical CpTi Gd1 Powder, 44-90 Microns 7 Days Lead Time	3.00 Kg	299.54	898.62
	Spherical Pure Tantalum, 44-90 Microns 70 Days Lead Time	1.00 Kg	1,261.38	1,261.38
	Delivery to be charged at cost			

\* Estimated delivery days are calculated on receipt of Proforma payment/ or on receipt of order/ or on receipt of supplied sample(s) where applicable.

Deliver To: IK4 Tekniker Parke Teknologikoa c/Inaki Goenaga,5 Eibar 20600 Spain	Total Net Amount	2,160.00
	Total VAT Amount (0%)	0.00
	Quote Total EUR	2,160.00

Payment Terms: Proforms  
 Delivery Terms: Delivered at Place Eibar ES

\*Some or all of the above products are subject to controls if exported from an EU member state. Permission must be granted from the relevant EU member state prior to export from the EU. LPW's standard terms and conditions of sale (overleaf) will be incorporated into, and will govern, any contract between the above named Customer and LPW to the exclusion of any other terms and conditions of sale.

\*\*Applies to all quotations - LPW reserve the right to recalculate the invoice amount should exchange rates fluctuate by more than 5% between the time of quotation and invoicing. Internal issue no.: 1

LPW Technology Ltd. Registered in England No: 6233481. Registered Office as above.

E & O E



## ANEXO D

IK4  TEKNIKER

Research Alliance

IK4-TEKNIKER  
PARKE TEKNOLOGIKOA  
Calle Itaki Goenaga, 5  
20600 Eibar, Gipuzkoa (Spain)  
Tel: +34 943 20 67 44  
CIF: G-20545729  
www.tekniker.es

### OFFER

<b>NORENTZAT:</b>	
<b>Company:</b>	NOVA.ID.FCT
<b>Att.:</b>	Teresa Morgado
<b>IGORLEA:</b>	<b>UNITATEA:</b>
<b>Author:</b> Leunda A., Josu	<b>UNIT:</b> Tecn. Avanzadas Fabricación
<b>GAIA:</b>	<b>ESKAINITZA Zka.:</b>
<b>SUBJECT:</b> Quotation	<b>OFFER No.:</b> 17_STAF_042_02
<b>DATA:</b>	<b>ORRI KOPURUA:</b>
<b>DATE:</b> 26/05/2017	<b>PAGES No.:</b> 3

Dear Teresa:

We are pleased to send you this quotation corresponding to the requested work.

We hope it is interesting for you and if you have any query do not hesitate to contact us.

We send you kind regards.

Tecn. Avanzadas Fabricación  
Leunda A., Josu

**Description:**

Manufacturing of tensile samples by Laser Metal Deposition of Ti10Ta mixture.

- 2 rectangular samples of roughly 120x120x10 mm will be deposited the Ti10Ta mixture in order to extract 20 tensile samples by EDM-cutting
- Ti and Ta powders and EDM-cutting process are not included in this quotation

**Total price:**

**1857,00 € (ex. VAT)**

---

Tecn. Avanzadas Fabricación  
Leunda A., Josu  
[josu.leunda@tekniker.es](mailto:josu.leunda@tekniker.es)

VALIDITY OF THE OFFER: 31/09/2017

DELIVERY TIME OF RESULTS: 21 days from the reception of the material and the acceptance of the offer.

# ANEXO E

Tel: +44 (0)1992 711 111  
Fax: +44 (0)1992 768 393  
materials@newmet.com  
www.newmet.com

# NewMet

NewMet Ltd  
Newmet House, Rue De St Lawrence  
Waltham Abbey  
Essex, EN8 1PF  
United Kingdom

Quotation: **25,656**      Revision: 1  
Customer Copy

Page 1 of 1  
Date: 08/05/2017

Quote to  
NOVAID.PCT  
Campus da Caparica  
Caparica,  
Portugal  
2820-518

Your Reference: Enquiry of 03/05/17  
Your Contact: Catarina Valente  
Telephone:

Our Contact: Zakeria Nur-Hussain  
Contact Email: znh@newmet.com

Item	Part / Description / Instructions / Comments	Quantity	Unit Price	Lead Time
------	--	----------	------------	-----------

We thank you for your enquiry. Subject to our final confirmation and our general terms, available on request, we take pleasure in quoting you as follows:

1	Tantalum powder 88.8%, 45-80 microns: 0.6Kg KTA-1288	1 unit	GBP 429.00 / unit	2-3weeks
2	Titanium powder 88.8%, 45-80 microns: 4Kg KTI-1298	1 unit	GBP 560.00 / unit	2-3weeks
3	CARRIAGE	1 unit	GBP 35.00 / unit	

Terms of payment: PROFORMA

Production and despatch will be subject to prior receipt of payment against proforma invoice.  
Ex-works Our Carrier.

The delivery time quoted is approximate and subject to confirmation after receipt of order.

Zakeria Nur-Hussain