



MINISTÉRIO DA CIÊNCIA E TECNOLOGIA
INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS



ESTUDO DA FLUÊNCIA EM LIGAS DE Ti6Al4V TRATADAS VIA IMPLANTAÇÃO IÔNICA POR IMERSÃO EM PLASMA EM ALTA TEMPERATURA

**RELATÓRIO FINAL DE PROJETO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA
(PIBIC/CNPq/INPE)**

**Thales de Moura Koba (UNIFESP-São José dos Campos, Bolsista
PIBIC/CNPq)**

E-mail: thales.koba@hotmail.com

Aline Capella de Oliveira (LAP/CTE/INPE, Orientador)

E-mail: alinecapella@gmail.com

COLABORADORES

Dra. Danieli A. P. Reis (Unifesp-São José dos Campos)

Julho de 2013

SUMÁRIO

CONTEÚDO

| | |
|---|-----------|
| RESUMO | 3 |
| 1. INTRODUÇÃO | 3 |
| 2. RESUMO DAS ETAPAS CONCLUÍDAS NO PERÍODO | 4 |
| 3.1. APRENDIZAGEM TEÓRICA / PRÁTICA | 5 |
| 3.2. MATERIAIS E MÉTODOS | 6 |
| 3.3. RESULTADOS E DISCUSSÕES | 8 |
| 4. CONCLUSÕES | 12 |
| 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS | 13 |

RESUMO

O presente trabalho tem como objetivo estudar o comportamento mecânico da liga de Ti6Al4V martensítica tratada termicamente via implantação iônica por imersão em plasma em alta temperatura, submetida a ensaio de fluência.

Dos resultados obtidos, foi observado que os valores da rugosidade média superficial das amostras após o tratamento térmico via IIP, aumentam, devido à presença de aglomerados e ao fenômeno de *sputtering* presentes durante o tratamento, aspectos inerentes ao processo de implantação em alta temperatura. Fase do tipo Ti- α' foi observada nas superfícies de Ti6Al4V, evidenciando a presença de martensitas no material base.

Através da análise de fases realizada por difratometria de raios X identificou-se picos de nitreto nas amostras tratadas, comprovando a eficácia do tratamento via IIP.

Como sequência foram realizados ensaios a fim de caracterizar e comparar o material tratado com o que se encontrava em seu estado padrão. Assim foram medidos a microdureza Vickers (HV), o desgaste superficial e o comportamento em fluência em alta temperatura dos materiais. Esses resultados indicaram melhorias das propriedades superficiais da liga tratada via IIP, promovendo aumento da dureza e diminuição da taxa de desgaste superficial. Em termos de fluência observou-se diminuição da taxa de fluência secundária e aumento da vida em fluência do material tratado, evidenciando o efeito da formação de nitratos como barreira protetora do material submetido à condição de elevada temperatura.

1- INTRODUÇÃO

Titânio e suas ligas são empregados com frequência em aplicações industriais do setor aeronáutico e aeroespacial, devido às suas ótimas propriedades mecânicas como: boa resistência à corrosão, baixa massa específica, estabilidade metalúrgica e alto ponto de fusão. Outra característica interessante é a possibilidade de manipulação de suas fases e microestruturas, escolhendo as melhores propriedades para cada aplicação, através de técnicas de deformação plástica e/ou tratamentos térmicos [1].

Entre as ligas de titânio, a liga Ti6Al4V é uma das mais importantes. Suas boas propriedades mecânicas como: baixa massa específica, baixo módulo de elasticidade e resistência à fluência, torna-a importante nas indústrias aeronáutica e aeroespacial, principalmente em aplicações que envolvem temperaturas elevadas. No entanto, a afinidade das ligas de titânio com oxigênio resulta na formação de uma camada de

óxido quando expostas a temperaturas superiores à 500° C. Neste caso, a penetração de oxigênio no material causa a diminuição da vida útil e do tempo de ruptura por fluência [2].

Fluência é a deformação lenta e contínua de um sólido em função do tempo. Para o cálculo da taxa de fluência, aplica-se uma carga estática no material sob temperaturas elevadas, medindo-se a deformação em função do tempo. Por isso, o aumento da temperatura influi diretamente no tempo de ruptura do material por fluência [1].

A fim de melhorar as características mecânicas e tribológicas das ligas de titânio, diversos tipos de tratamento podem ser realizados. Um deles é o tratamento térmico superficial chamado de Implantação Iônica por Imersão em Plasma (IIIP) em alta temperatura, que possibilita a geração de camadas superficiais mais resistentes com a formação, por exemplo, de nitretos, óxidos, carbonetos e/ou hidretos por meio da imersão do material a ser tratado em plasma de nitrogênio, oxigênio, hidrogênio ou misturas destes. Esse método permite implantação iônica tridimensional em peças já acabadas, sem que ocorra mudança tridimensional, além de relativamente possuir baixo custo [3].

Neste sentido, o presente trabalho tem como objetivo analisar o comportamento mecânico da liga Ti6Al4V martensítica tratada via processo de IIIP em alta temperatura, submetidas a ensaio de fluência em alta temperatura. Primeiramente, amostras serão submetidas à implantação iônica em alta temperatura, tendo suas superfícies caracterizadas por meio de técnicas experimentais como: perfilometria óptica, microscopia eletrônica de varredura (MEV), difratometria por raios X (DRX), ensaios de microdureza e de desgaste (Pin-on-disc). A partir de condições pré-estabelecidas amostras tratadas via IIIP serão submetidas aos ensaios de fluência em alta temperatura.

Espera-se com isso a obtenção de melhoria na resistência à fluência da liga tratada quando comparada à amostra martensítica sem tratamento de implantação.

2- RESUMO DAS ETAPAS CONCLUÍDAS NO PERÍODO

Conforme proposto no presente projeto de iniciação científica, as etapas propostas para o período e cumpridas foram:

- ✓ Levantamento e estudo bibliográfico do processo de implantação iônica por imersão em plasma (IIIP).

- ✓ Levantamento e estudo bibliográfico do estudo da fluência em ligas de titânio.
- ✓ Realização do processo de implantação iônica por imersão em plasma em aproximadamente 800° C e 900° C em amostras cilíndricas.
- ✓ Realização de perfilometria óptica das amostras, para a caracterização de suas rugosidades superficiais antes e após o tratamento de IIP.
- ✓ Caracterização microestrutural do material após a realização do tratamento de IIP em alta temperatura, incluindo análises por DRX, ensaios de microdureza, MEV e desgaste superficial.
- ✓ A partir de condições otimizadas, a realização do processo de implantação iônica por imersão em plasma em corpos-de-prova padrão para ensaios de fluência.
- ✓ Realização de ensaios de fluência.

3- ATIVIDADES DESENVOLVIDAS NO PERÍODO

3.1- Aprendizagem teórica / prática

A primeira fase do trabalho foi focada na aprendizagem teórica/prática de alguns equipamentos de caracterização superficial das amostras metálicas, disponíveis no LAS/INPE. O primeiro deles foi o Perfilômetro Óptico (VECCO WYKO – modelo NT1100), equipamento utilizado para a obtenção de parâmetros de rugosidade (Ra, Rt e Rz) em áreas pré-determinadas da superfície da amostra. Tais medidas são importantes no levantamento da rugosidade média da superfície sem tratamento e após ser submetida ao processo de IIP, tornando possível a correlação dos valores obtidos com os parâmetros experimentais utilizados no tratamento.

Em seguida, o treinamento foi realizado no equipamento de difratometria de raios X (DRX Panalytical – modelo x' Pert Powder). Tal equipamento é utilizado na identificação de fases e/ou compostos, presentes no material submetido ou não ao tratamento térmico, permitindo com isso, a identificação da estrutura cristalina do material. A medida permite, ainda, a análise de tensões residuais existentes, importante na identificação do estado de tensões mecânicas presentes na superfície tratada.

Para os ensaios mecânicos foi feito o acompanhamento dos equipamentos de microdureza, desgaste e fluência.

A dureza de um material pode ser calculada a partir da resistência à penetração em sua superfície. A técnica escolhida para o ensaio de dureza é chamada de microdureza

Vickers (HV). O microdurômetro (FutureTech FM 700, pertencente ao Instituto de Estudos Avançados) possui um microindentador de diamante em formato piramidal com ângulo de face de 136°. O microindentador é pressionado contra a superfície do material e forma uma impressão quadrada na superfície do material. A microdureza do material é dada pela equação abaixo:

$$HV = \frac{\text{carga}}{\text{Área da superfície piramidal}} = \frac{2 Q \text{sen}(136/2)}{L^2} \approx 1,8544 \frac{Q}{L^2}$$

Onde:

HV = Dureza Vickers

Q = Carga Aplicada (kgf)

L = Média aritmética entre as duas diagonais obtidas pela impressão no material (mm).

O treinamento para o cálculo da taxa de fricção e desgaste foi feito em um tribômetro pertencente ao LAP/INPE e é do tipo Pin-on-disk (CSM-Instruments). Esse tribômetro é composto por um pequeno cilindro de alguns milímetros de diâmetro que apóia sua seção transversal sobre um disco que gira a uma velocidade constante.

Variando-se a carga normal podemos medir a fricção do material. O coeficiente de fricção é dado pelo coeficiente de desgaste em função do número de voltas do disco. A taxa de desgaste é dada pela equação abaixo:

$$K = \frac{V_p}{NL} = \frac{V_p}{N2\pi Rn}$$

Onde:

K = Taxa de desgaste

V_p = Volume perdido pelo desgaste (mm³)

N = Carga aplicada (N)

R = Raio da pista de desgaste (mm)

n = Número de revoluções

O volume perdido pelo desgaste é calculado seguinte equação:

$$K = 2\pi R [r^2 \text{sen}^{-1}(d/2r) - (d/4) \sqrt{(4r^2 - d^2)}]$$

Onde:

R = Raio da pista de desgaste (mm)

r = Raio da esfera (mm)

d = é a largura da pista (mm)

Os ensaios de fluência foram conduzidos no Instituto Tecnológico de Aeronáutica. Os fornos utilizados possuem um software que grava a hora de início e a deformação que o material sofre durante o ensaio. Calculando a deformação em função da variação do tempo podemos obter a taxa de fluência secundária do material.

3.2- Materiais e Métodos

Foram utilizadas amostras cilíndricas da liga Ti6Al4V martensítica com 15 mm de espessura e 3 mm de diâmetro e corpos-de-prova padrão para os ensaios de fluência.

O tratamento martensítico realizado na liga de Ti6Al4V geralmente é feito para se obter um reforço mecânico adicional do material. Neste tratamento, a liga foi aquecida a 1050° C por uma hora e rapidamente resfriada em água até atingir a temperatura ambiente obtendo-se a microestrutura martensítica (α' -Ti). Ao contrário da martensita presente nos aços, que provoca alta distorção da rede cristalina, acompanhada por um aumento de dureza e resistência, a martensita gerada na liga Ti6Al4V causa um efeito de endurecimento apenas moderado [2]. A Tabela 1 apresenta os dados obtidos por espectroscopia de raios x por energia dispersiva (EDS) da amostra considerada.

Tabela 1: EDS de amostra padrão da liga Ti6Al4V martensítica.

| Elemento | % Atômica | % Peso |
|---------------|-----------|--------|
| Alumínio (Al) | 10,75 | 6,34 |
| Titânio (Ti) | 85,02 | 88,96 |
| Vanádio (V) | 4,23 | 4,70 |

Para realização do tratamento térmico de IIIP em alta temperatura, amostras foram lixadas e polidas utilizando uma Lixadeira-Politriz mecânica (Strues - modelo LaboPol-2). Primeiramente, as amostras foram lixadas com material de SiC de granulação de 240, 400, 600 e 1200, sendo respectivamente polidas com alumina de 1 μ m e Sílica Coloidal. Finalmente, tais amostras foram imersas em álcool etílico e limpas em ultrassom durante 5 minutos.

Após a preparação das amostras, o tratamento de implantação iônica por imersão em plasma em alta temperatura foi realizado no laboratório do LAP/INPE. Para isso, as amostras foram imersas em plasma de nitrogênio (N₂) utilizando uma câmara de vácuo (Figura 1-a). As condições experimentais dos tratamentos realizados estão apresentadas na Tabela 2.

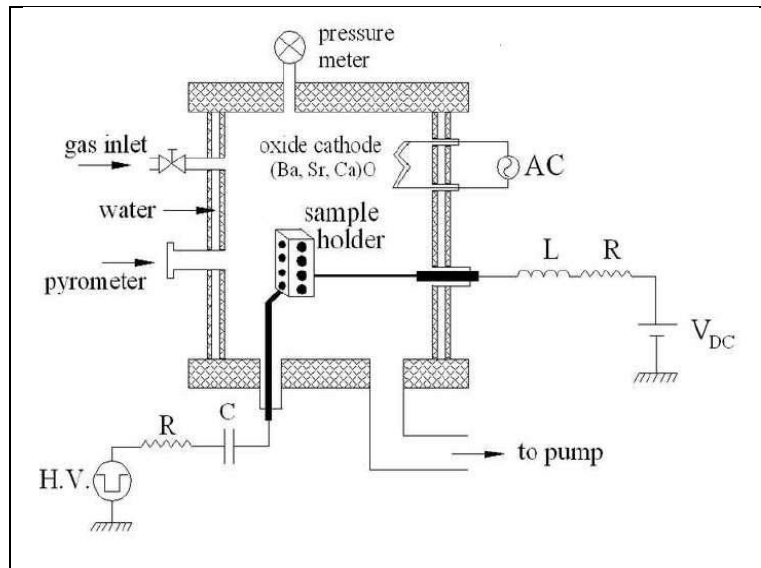


Figura 1: Desenho esquemático do aparato experimental utilizado para tratamento IIP em temperatura controlada.

Tabela 2: Condições experimentais do tratamento IIP em alta temperatura.

| Pulsador | | | | Temperatura média | Tempo tratamento |
|----------|----------|----------------|-------------------------|-------------------|------------------|
| Tensão | Corrente | Tempo de pulso | Taxa de repetição pulso | | |
| 7,5 kV | 2 A | 30 μ s | 500 Hz | 790 \pm 20° C | 60 min |

As rugosidades superficiais das amostras pré e pós-tratamento foram determinadas utilizando um Perfilômetro óptico (VECCO WYKO – modelo NT1100), onde foram coletados valores de rugosidade média (R_a) de sete regiões diferentes de cada amostra (área de 300 μ m x 300 μ m) e calculados a média e o desvio padrão dos valores obtidos.

O levantamento das fases e compostos intermetálicos presentes nas amostras tratadas e não tratadas foi realizado utilizando a técnica de difração de raios X (DRX Panalytical – modelo x' Pert Powder). As análises das curvas obtidas foram feitas pelo software X'pert HighScore Plus, que contém cartas padrão de difração, ou powder diffraction files (PDF).

A microdureza foi medida através de um microdurômetro Vickers (Shimadzu – modelo HMV-2) com carga variada entre 10 gf e 500 gf, em quatro posições diferentes para cada carga aplicada e calculando-se a média dos valores obtidos.

Para a realização dos ensaios de desgaste utilizou-se um Tribômetro do tipo Pin-on-disk (CSM-Instruments), cuja esfera de alumina possui 1,5 mm de raio e a carga de teste 1N.

Os ensaios de fluência foram conduzidos em atmosfera ambiente, mantendo-se o nível de tensão e temperatura constantes, 319 MPa e 600° C, respectivamente.

A Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) foi realizada por um microscópio eletrônico de varredura JEOL pertencente ao LAS/INPE. A MEV foi utilizada para medir a trilha de desgaste no material, calculando-se a média entre 3 valores medidos em 4 regiões diferentes da liga.

3.3. Resultados e Discussões

O parâmetro mais utilizado para quantificar a rugosidade de uma superfície é o parâmetro de rugosidade média (R_a), que corresponde à média entre as alturas dos picos e vales da superfície analisada, dada pela norma 904287/1, 1984. A Figura 2 compara o valor de R_a entre a amostra sem tratamento e as amostras tratadas via IIP. Os valores de R_a das amostras submetidas ao tratamento térmico são maiores se comparado ao valor de R_a da amostra sem tratamento. Estudo feito por Fernandes et al [4] mostra que a determinação da rugosidade final das amostras tratadas não é dependente do acabamento superficial prévio da superfície, mas sim das condições de tratamento estabelecidas no processo de IIP em alta temperatura. Em geral, este aumento de rugosidade após o processo de implantação em alta temperatura é resultado de fenômenos ocorridos durante o processo, especialmente, *sputtering*, onde átomos superficiais são ejetados da amostra devido ao bombardeamento iônico durante o tratamento e formação de aglomerados superficiais, que são gerados pela reação entre o plasma e os átomos presentes na superfície do material [5].

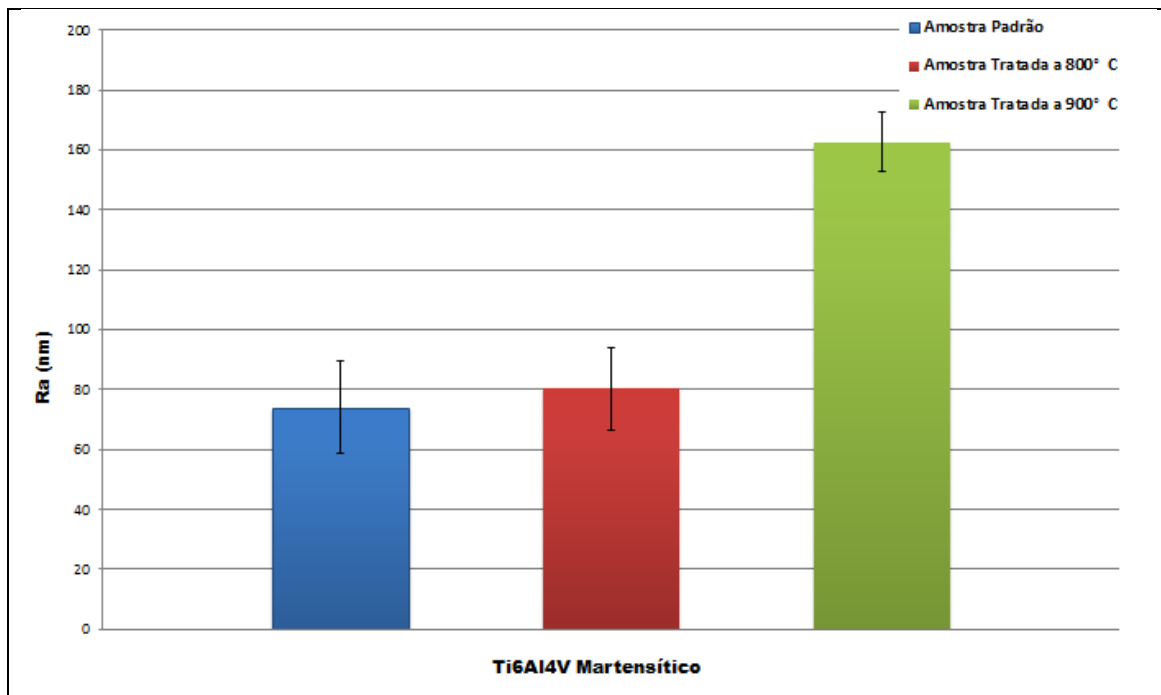


Figura 2: Comparação entre valores de Ra entre amostras de Ti6Al4V martensítico sem tratamento e amostras tratadas via IIP em alta temperatura.

O levantamento das fases presentes em amostras não tratadas foi realizado utilizando a técnica de difração de raios X (DRX Panalytical – modelo x' Pert Powder). A Figura 3 apresenta o espectro de difração de raios X de uma amostra sem tratamento térmico de IIP, analisado de acordo com o PDF 00-044-1288.

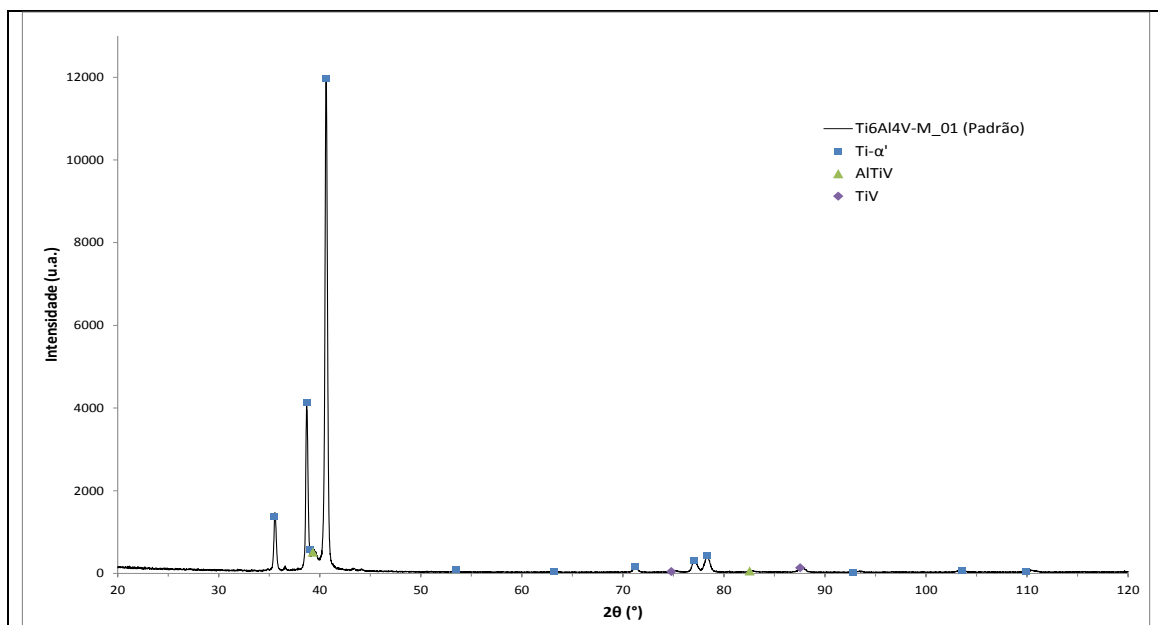


Figura 3: Espectros de DRX de amostra de Ti6Al4V martensítico sem tratamento via IIP.

O resultado indica a presença de picos intensos da fase $Ti-\alpha'$, característica da liga de Ti6Al4V martensítica [2]. Posteriormente, a análise das amostras tratadas a $800^\circ C$ e $900^\circ C$ indicou a formação de nitretos em forma de TiN e Ti_2N (PDF's 01-076-0198 e 01-087-00321) em camadas superficiais do material, como indica a Figura 4. A formação de nitretos na liga comprova a eficácia do tratamento IIIP realizado.

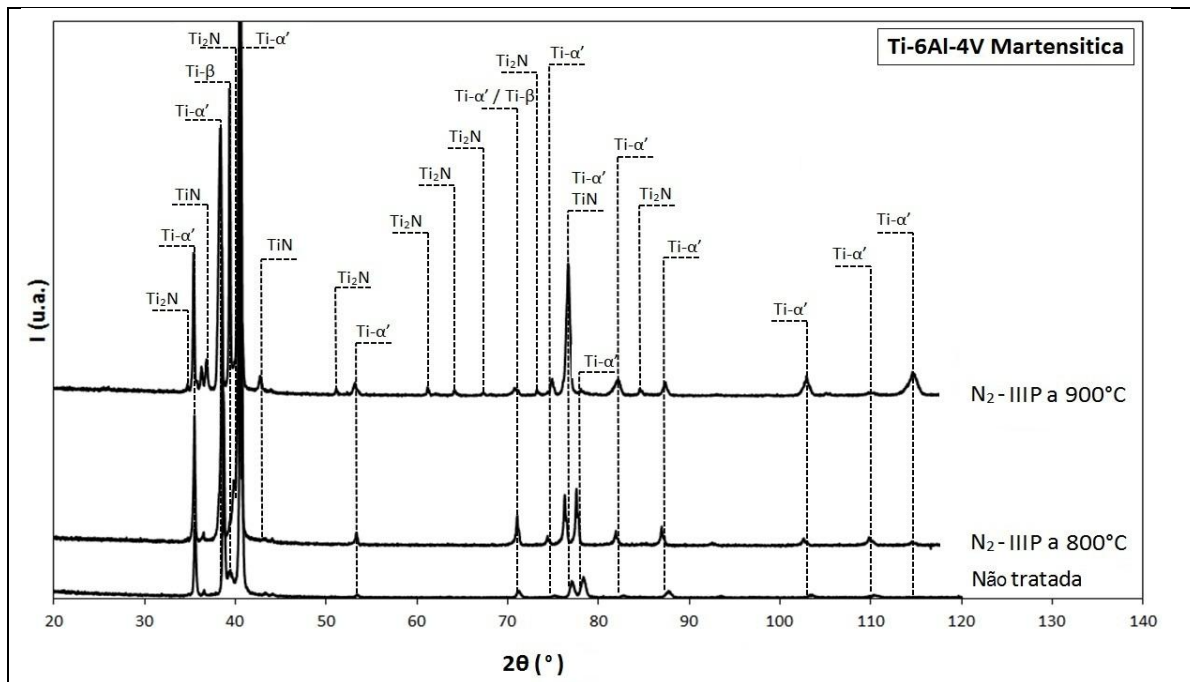


Figura 4: Análise de DRX de amostras de Ti6Al4V martensítico sem tratamento e amostras tratadas via IIIP em alta temperatura.

As figuras 5 e 6 referem-se aos dados coletados a partir dos ensaios mecânicos de microdureza e desgaste, respectivamente. Os resultados obtidos demonstraram elevação da dureza superficial e diminuição do coeficiente de fricção e taxa de desgaste das amostras tratadas. Especialmente na amostra tratada a $900^\circ C$, onde a dureza superficial se mostrou até 2,5 vezes maior, o coeficiente de fricção se mostrou cerca de 3 vezes menor e a taxa de desgaste cerca de 1500 vezes menor em comparação à amostra em estado padrão.

A Microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi utilizada para calcular o raio da trilha de desgaste sofrida pelo material. As figuras 7 -a), 7 -b) e 7 -c) indicam uma das regiões analisadas em cada amostra.

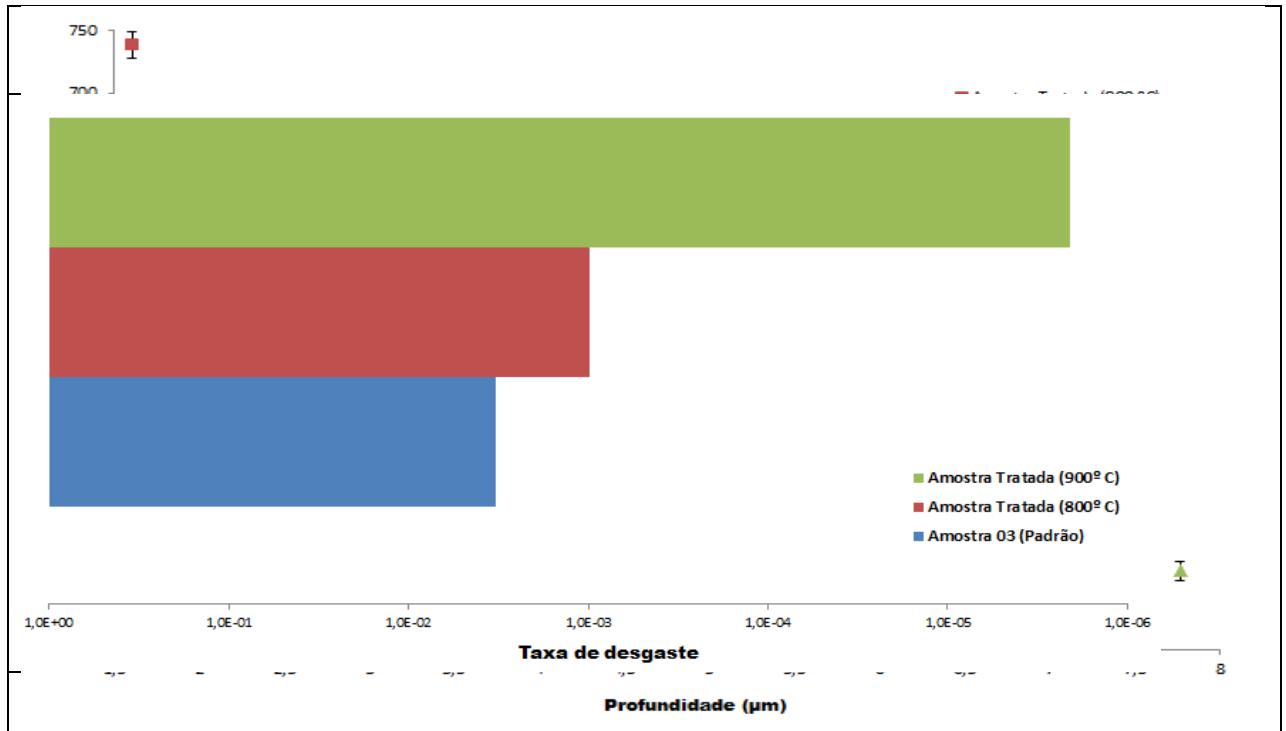


Figura 5: Comparação da microdureza de amostras de Ti6Al4V martensítico sem tratamento e amostras tratadas via IIP em alta temperatura.

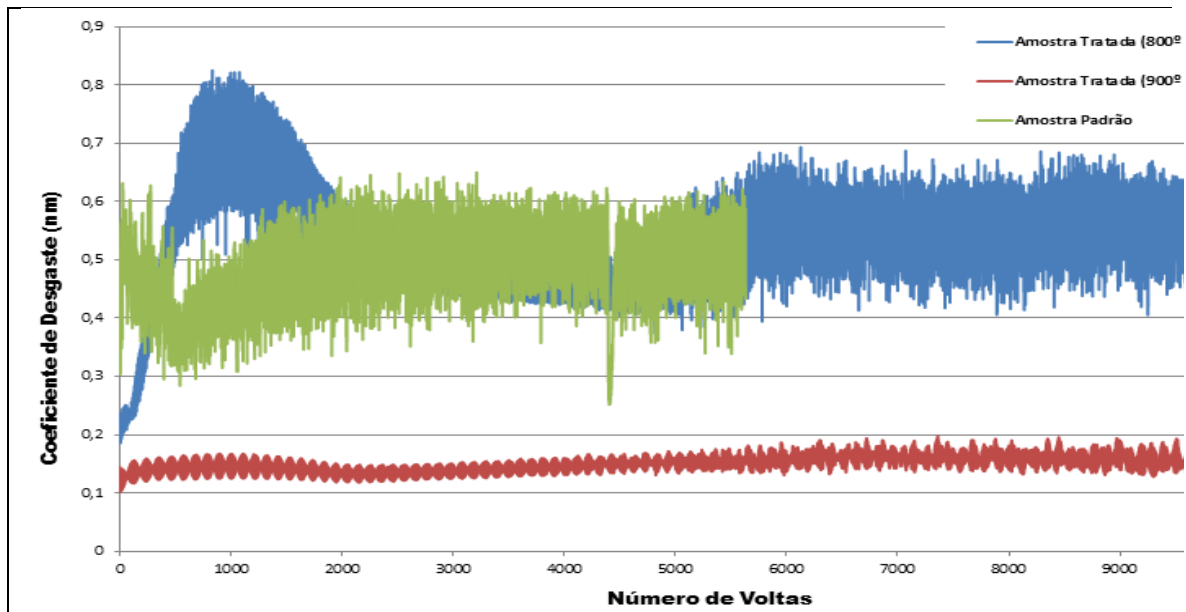


Figura 6 - (a): Comparação do coeficiente de fricção de amostras de Ti6Al4V martensítico sem tratamento e amostras tratadas via IIP em alta temperatura.

Figura 6 - (b): Comparação da taxa de desgaste de amostras de Ti6Al4V martensítico sem tratamento e amostras tratadas via IHP em alta temperatura.

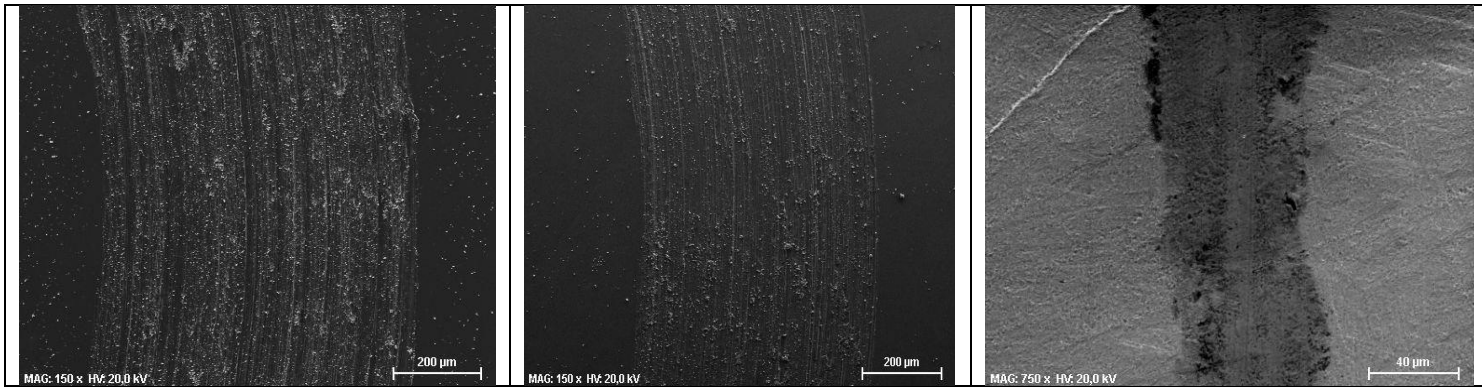


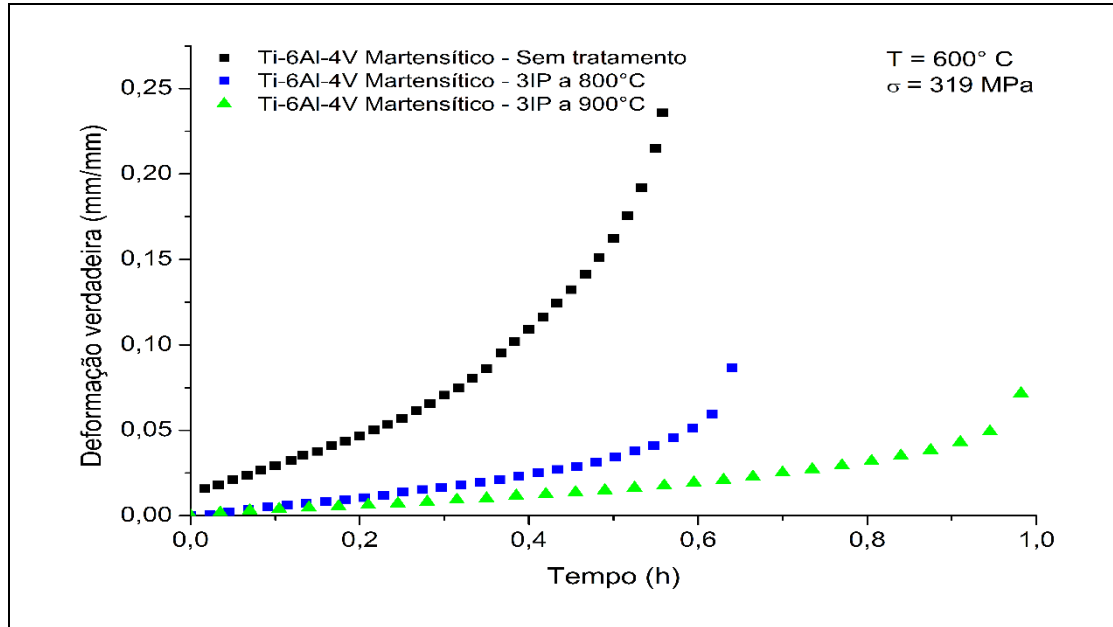
Figura 7 - (a): MEV realizada na amostra de Ti6Al4V padrão

- **(b):** MEV realizada na amostra de Ti6Al4V tratada a 800° C

- **(c):** MEV realizada na amostra de Ti6Al4V tratada a 900° C

Os ensaios de fluência demonstraram que a vida em fluência do material tratado se mostrou muito maior que no material sem tratamento. Isso se deve à formação de camadas de nitreto na superfície da liga, que coíbem a ação acentuada do oxigênio em altas temperaturas. As curvas de fluência estão representadas na figura 8. Observa-se que as amostras em estado martensítico tiveram uma redução bastante significativa na taxa secundária de fluência.

Figura 8: Curvas de fluência para amostras de Ti6Al4V martensítico.



4- CONCLUSÕES

Como conclusões específicas:

- Rugosidade: após o tratamento via IIP em alta temperatura, a rugosidade média (Ra) da liga Ti6Al4V tende a aumentar, uma vez que fenômenos com formação de aglomerados e *sputtering* são inerentes ao processo de implantação em alta temperatura.
- Fases presentes: observa-se, em amostras não tratadas via IIP, a presença de picos intensos no espectro de difração de raios X da fase Ti- α' , característica da liga de Ti6Al4V martensítico. Após o tratamento, observou-se picos de TiN e Ti2N, comprovando a formação de nitretos pelo processo de IIP.
- Ensaio mecânicos: a caracterização das amostras tratadas e não tratadas, medindo-se a microdureza e o desgaste apresentaram melhorias no

material tratado via IIP. A dureza superficial se mostrou até 2,5 vezes maior, o coeficiente de fricção se mostrou até 3 vezes menor e a taxa de desgaste até 1500 vezes menor.

- Ensaio de fluência: o tempo de vida em fluência das amostras tratadas se mostrou significativamente maior quando comparadas às amostras sem tratamento, principalmente na amostra martensítica tratada a 900° C. Esse fato explicita a ação dos nitretos como barreira de proteção da liga Ti6Al4V à exposição de oxigênio em altas temperaturas.

5- REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] OLIVEIRA, H.S.; REIS, D.A.P.; MOURA NETO, C.; PIORINO NETO, F. Caracterização mecânica e microestrutural da liga Ti-6Al-4V após tratamento superficial com laser pulsado Nd:YAG. In: **Anais do 15º Encontro de Iniciação Científica e Pós Graduação do ITA – XV ENCITA**, São José dos Campos, 2009.
- [2] REIS, A.G. **Avaliação do comportamento em fluência da liga Ti-6Al-4V submetida a tratamento superficial de nitretação por laser**. 2012. Tese (Mestrado em Ciências na área de Engenharia Aeronáutica e Mecânica), Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos.
- [3] MELLO, C.B.; UEDA, M.; SILVA, M.M.; REUTHER, H.; PICHON, L.; LEPIENSKI, C.M. Tribological effects of plasma immersion ion implantation heating treatments on Ti-6Al-4V alloys. **Wear**, 2009.
- [4] FERNANDES, C.; CAPELLA, A. Influência da rugosidade superficial no tratamento de ligas de Ti6Al4V via implantação iônica por imersão em plasma em alta temperatura. **Relatório Parcial 2013 PIBIC/CNPq**, Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos.
- [5] SILVA, M. M. **Modificação de propriedades superficiais da liga Ti-6Al-4V pelo processo de implantação iônica por imersão em plasma**. 2001. Tese (Mestrado em Ciências na área de Engenharia Aeronáutica e Mecânica) – Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos.