

INFLUÊNCIA DA RUGOSIDADE SUPERFICIAL NO TRATAMENTO DE LIGAS DE Ti6Al4V VIA IMPLANTAÇÃO IÔNICA POR IMERSÃO EM PLASMA EM ALTA TEMPERATURA

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

Cibele Fernades (FATEC-São José dos Campos, Bolsista PIBIC/CNPq)
E-mail: belefel@yahoo.com.br

Aline Capella de Oliveira (LAP/CTE/INPE, Orientador)
E-mail: alinecapella@gmail.com

Julho de 2013

SUMÁRIO

CONTEÚDO

RESUMO	3
1. INTRODUÇÃO	3
2. MATERIAIS E MÉTODOS	4
3. RESULTADOS E DISCUSSÕES	6
4. CONCLUSÕES	10
5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	11

RESUMO

O presente trabalho tem como finalidade estudar a influência da rugosidade superficial prévia das ligas de Ti6Al4V nas modificações de suas propriedades superficiais quando submetidas ao processo de tratamento superficial de implantação iônica por imersão em plasma em alta temperatura. Foi observado que, após o tratamento via IIP em alta temperatura, a rugosidade média da região tratada é aproximadamente constante, independentemente do acabamento prévio da superfície tratada. Nitretos do tipo TiN e Ti₂N foram observados nas superfícies tratadas de Ti6Al4V. Com isso, foram obtidos aumento na dureza e diminuição do coeficiente de atrito superficial significativos, quando comparados aos valores padrões de uma liga Ti6Al4V não tratada. Valores de microdureza de até três vezes maior que o valor de referência foram obtidos em todas as amostras tratadas, em suas camadas mais superficiais. Baixos coeficientes de atrito (μ), da ordem de 0,2, foram obtidos em amostras tratadas pelo processo IIP.

Dos resultados obtidos, pode-se afirmar que o acabamento superficial prévio das amostras de Ti6Al4V não tem influência direta na eficiência do tratamento de implantação iônica por imersão em plasma em alta temperatura. Observa-se que após o tratamento térmico todas as amostras, lixadas ou polidas, apresentam comportamentos semelhantes em termos de rugosidade, dureza superficial, formação de nitretos e desgaste.

1- INTRODUÇÃO

Atualmente, com o grande progresso tecnológico, diferentes técnicas experimentais têm sido desenvolvidas e aplicadas em materiais metálicos convencionais a fim de sanar sua necessidade de aprimoramento, melhorando com isso, suas características específicas [1]. Dentre os diversos materiais de engenharia usados em campos industriais e biomédicos, sujeitos ao desgaste tribológico, corrosivo e fadiga em suas condições de trabalho, o titânio é um dos materiais de aplicação mais abrangentes. Em geral, suas propriedades podem ser modificadas e/ou melhoradas com a adição e/ou deposição de determinados elementos de liga ou aplicação de tratamentos térmicos, químicos e superficiais específicos, onde cada um dos processos exerce um papel específico visando à melhoria em seus aspectos físico-químicos, especialmente: aumento do ponto de fusão, aumento da resistência à corrosão, maior resistência à fadiga, melhor usinabilidade, dentre outros [2,3].

No setor aeroespacial, uma das ligas de titânio mais utilizada é a Ti6Al4V por apresentar uma das melhores combinações de propriedades mecânicas como, baixo módulo de elasticidade, resistência à corrosão, biocompatibilidade e propriedades antimagnéticas. No entanto, tal liga exibe pobres propriedades tribológicas [4,5]. Neste sentido, são pesquisadas e desenvolvidas diferentes técnicas de tratamentos térmicos, químicos e superficiais voltadas especialmente para melhoria das propriedades tribológicas da liga Ti6Al4V [1,4].

O tratamento superficial de metais pode ser efetuado por revestimento de uma camada metálica, não metálica ou orgânica. Em vários casos, os diferentes processos de proteção são usados conjuntamente dependendo da necessidade de melhoria das propriedades dos metais [6]. O processo de implantação iônica por imersão em plasma (IIP) em alta temperatura é uma tecnologia avançada de implantação tridimensional de íons na superfície do material, a qual possibilita tratar componentes de geometrias complexas altamente interessantes para o meio industrial, gerando modificações estruturais e/ou químicas em materiais metálicos e alterando principalmente suas propriedades mecânicas e tribológicas. Esse processo apresenta a maioria das qualidades do processamento com feixe iônico, um método de modificação de superfícies metálicas. Dentre estas, pode-se citar: a ausência de alteração dimensional dos componentes tratados, a não descontinuidade entre a interface do material tratado e a camada implantada e a possibilidade da formação de novas estruturas e compostos metálicos. Dentre as diversas áreas de aplicação desta tecnologia inclui-se, com destaque, a do setor aeroespacial [7-9].

Estudos realizados mostram uma grande variação no perfil da rugosidade nas superfícies das amostras, após o processo IIP em alta temperatura. Tal aspecto tem sido associado a diferentes fenômenos, dentre eles, à formação de aglomerados superficiais, gerados pela reação entre o plasma do processo e os átomos presentes na superfície, ou ainda, à presença do *sputtering*, onde átomos superficiais são ejetados da amostra devido ao bombardeamento iônico durante o tratamento [10, 11]. Entretanto, a influência do acabamento superficial da amostra sobre as modificações das propriedades mecânicas e tribológicas, causadas após o tratamento via IIP, não têm sido criteriosamente investigadas.

Dessa forma, o presente trabalho visou analisar a influência da rugosidade superficial prévia de amostras metálicas de Ti6Al4V sobre os resultados obtidos com o

tratamento via IIP em alta temperatura. Para isso, amostras com diferentes acabamentos superficiais foram consideradas. Espera-se a obtenção do levantamento minucioso de tal influência sobre os resultados obtidos no tratamento IIP em alta temperatura, estabelecendo com isso, uma correlação entre os parâmetros avaliados e o comportamento da liga tratada.

2- MATERIAIS E MÉTODOS.

Foram utilizadas amostras da liga Ti6Al4V com 3 mm de espessura e 15 mm de diâmetro, a serem utilizadas como corpos-de-prova. 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.

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

Para obtenção de dois acabamentos superficiais diferentes foi usada uma Lixadeira-Politriz mecânica (*Strues - modelo LaboPol-2*). No primeiro deles, as amostras foram lixadas com material de SiC de granulação de 240, 400, 600 e 1200, sendo respectivamente polidas com alumina de 1 μm . No segundo acabamento, amostras foram somente lixadas com SiC de granulação de 240, 400, 600 e 1200, respectivamente. 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 (N_2) utilizando uma câmara de vácuo (Figura 1). Quatro amostras de Ti6Al4V foram inseridas e dispostas na câmara tratadas a 800°C, posteriormente outras duas amostras foram tratadas na mesma câmara, porém com temperatura de 900°C. As condições experimentais de tratamento estão apresentadas na Tabela 2.

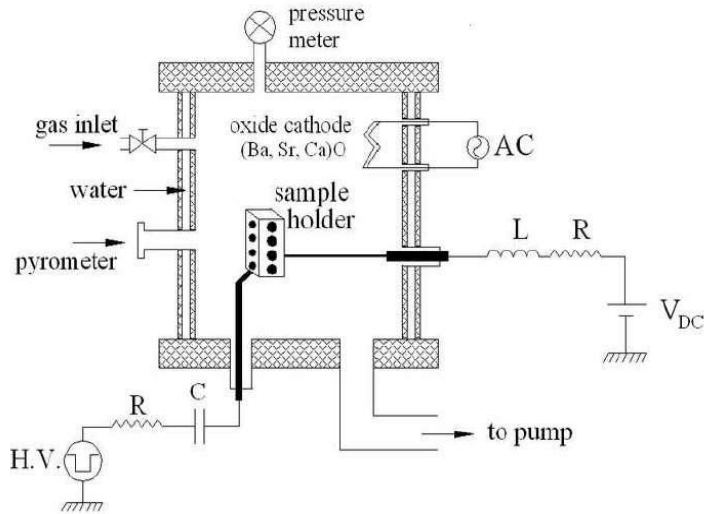


Figura 1: (a) Desenho esquemático do aparato experimental utilizado para tratamento IIIIP em temperatura controlada

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

Pulsador				Temperatura média	Tempo De Tratamento
Tensão	Corrente	Tempo de pulso	Taxa de repetição pulso		
7,5 kV	2A	30 μ s	500 Hz	800 \pm 13° C	60 min
7,5 kV	2A	30 μ s	500 Hz	900 \pm 10° 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 de valores Ra de regiões diferentes de cada amostra (área de 300 μ m x 300 μ m). O levantamento das fases e compostos intermetálicos presentes em amostras não tratadas e tratadas por IIIIP foi realizado utilizando a técnica de difratometria de raios X (DRX Panalytical – modelo x' Pert Powder).

Ensaio de microdureza Vickers foram realizados nas amostras com e sem tratamento térmico utilizando um Microdurômetro (Shimadzu, modelo HMV-2), disponibilizado pelo Instituto de Estudos Avançados (IEAv/DCTA).

Para o método de determinação do coeficiente de atrito, as amostras foram submetidas ao ensaio de *pin-on-disc* (pino sobre o disco) utilizando um tribômetro (+CSM Instruments TRIBOMETER), mantendo-se fixos a carga aplicada sobre as amostras, 1N e o número de voltas, 10.000 voltas. Em todos os ensaios tribológicos,

uma esfera de alumina com 3 mm de diâmetro foi posicionada sobre a superfície do material metálico com carga pré-estabelecida. A norma ASTM G99-95a foi utilizada no cálculo da taxa de desgaste superficial durante o deslizamento em equipamento do tipo *pin-on-disc*. O cálculo é feito por meio da medida da espessura da trilha, convertida em volume de desgaste. A taxa de desgaste é a razão entre o volume perdido pela distância percorrida e a carga aplicada.

3- RESULTADOS E DISCUSSÕES

O parâmetro mais utilizado para quantificar a rugosidade de uma superfície é o parâmetro de rugosidade média (Ra), que corresponde à média entre as alturas dos picos e vales da superfície analisada, dada pela norma 904287/1, 1984. A Figura 2 apresenta os valores de Ra obtidos para as amostras de Ti6Al4V antes e depois do tratamento superficial via IIP com temperatura de 800°C, já a Figura três apresenta também os valores de Ra das amostras de Ti6Al4V, antes e após o tratamento, porém essas foram tratadas a 900°C.

Conforme o esperado, os valores de Ra em amostras não tratadas são menores em superfícies polidas do que em superfícies somente lixadas. Porém, após o tratamento IIP, não houve diferença significativa na rugosidade média das amostras com diferentes acabamentos superficiais. Desta forma, é possível dizer 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 [4].

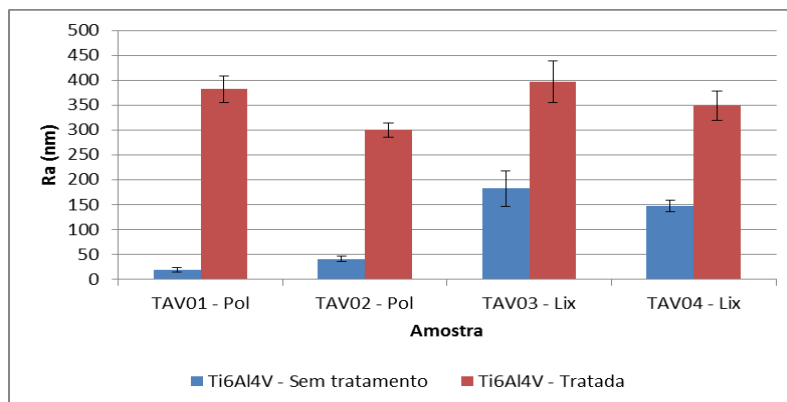


Figura 2: Rugosidade média superficial de Ti6Al4V antes e depois do tratamento via IIP em alta temperatura de 800°C.

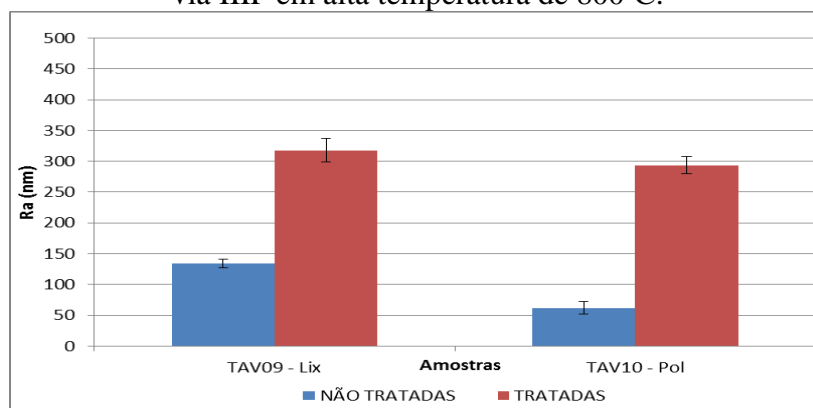


Figura 3: Rugosidade média superficial de Ti6Al4V antes e depois do tratamento via IIP em alta temperatura de 900°C.

A eficiência do tratamento de IIP é confirmada por meio dos espectros de difração de raios X (DRX) de amostras, submetidas ao tratamento de IIP em alta temperatura e comparados ao espectro de uma amostra de Ti6Al4V sem tratamento (padrão) – Figura 4. Os resultados indicam a formação de nitretos de titânio, TiN (CFC) e Ti₂N (tetragonal), gerados em função do tratamento e característicos do conteúdo de nitrogênio implantado.

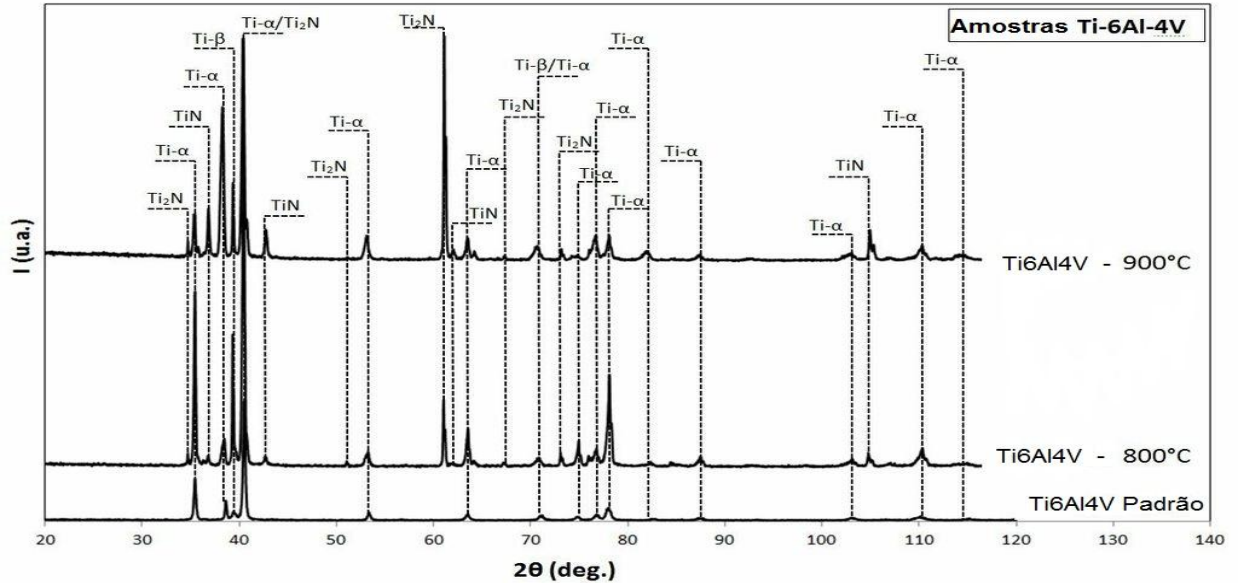


Figura 4: Difração de Raios-X de uma amostra de Ti6Al4V padrão comparada com amostras tratadas a 800°C e 900°C

Observa-se que nas amostras tratadas à 900°C há um aumento na intensidade do pico de Ti_2N e TiN no ângulo 2θ se comparado aos picos obtidos nas amostras tratadas à 800°C. Isso se deve à melhor difusividade de íons, diretamente ligada ao aumento de temperatura do substrato (900°C). Em outras palavras, com o aumento da temperatura de tratamento há uma maior difusividade de íons no volume do material, proporcionando maior eficiência no tratamento de implantação iônica.

Valores da dureza superficial obtidos de amostras tratadas em ambas as temperaturas, 800°C e 900°C, são comparados aos valores obtidos de amostras sem tratamento (padrão) na Figura 5. Constatou-se um aumento significativo na microdureza das amostras tratadas, cerca de 850 Hv de dureza para amostras tratadas a 800°C e 1100 Hv para amostras tratadas a 900°C comparadas com valores de dureza da amostra padrão, cerca de 300 Hv. Valores expressivos são obtidos de amostras tratadas à 900°C, resultado da formação eficiente de nitretos do tipo Ti e Ti_2N que são compostos duros. Maiores valores médios são obtidos em camadas mais superficiais nas amostras tratadas, devido à eficiência de implantação e maior concentração de nitrogênio nessas regiões.

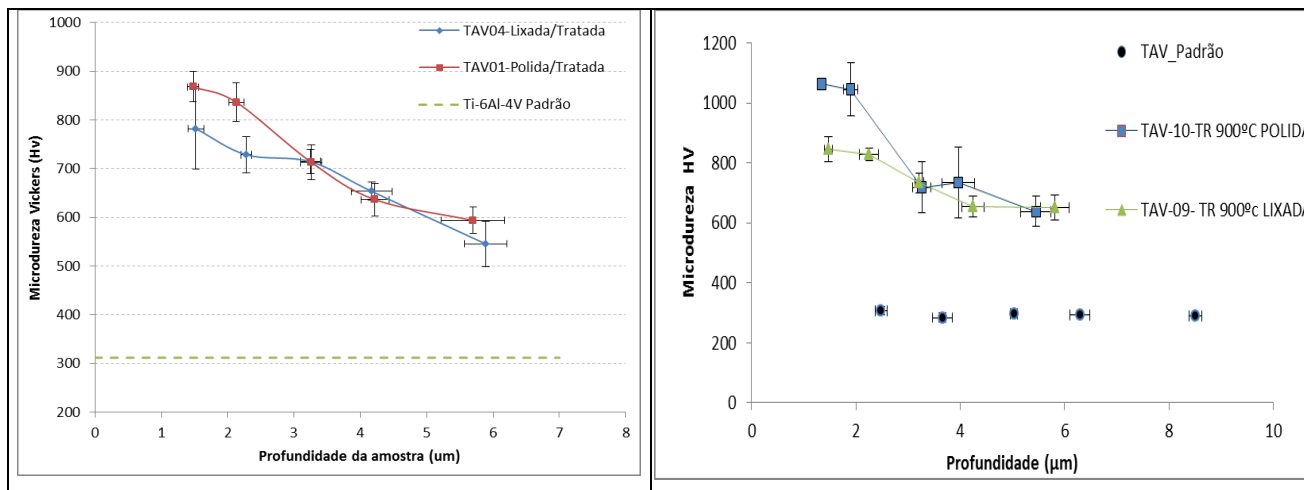


Figura 5: Microdureza média de amostras de Ti6Al4V submetidas ao tratamento IIP em alta temperatura de 800°C e 900°C respectivamente, comparadas à amostra sem tratamento.

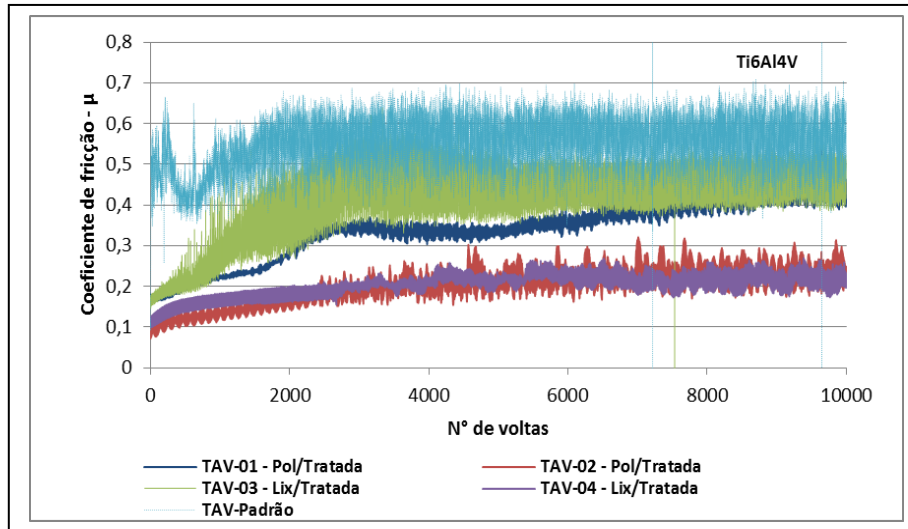
A presença de nitretos nas superfícies dos materiais tratados pode ser ainda evidenciada pelos resultados de espectroscopia de raios X por energia dispersiva (EDS). A Tabela 3 mostra a análise semi-quantitativa, obtida via EDS, das superfícies tratadas evidenciando o teor de nitrogênio em função da profundidade do material.

Tabela 3: EDS das superfícies de Ti6Al4V tratadas pelo processo IIP.

Amostras	Profundidade (nm)	Teor N (% at)	Teor Ti (% at)
1	600-800	43,8	55,78
2	600-800	41,76	57,92
3	600-800	39,88	60,12
4	600-800	40,74	59,26
4	1000	42,27	57,01

Para resultados de desgaste superficial, a Figura 6 mostra os valores dos coeficientes de atrito (μ) em função do número de voltas, obtidos pelo ensaio de *pin-on-disc* nas quatro amostras tratadas em 800°C, e comparadas com os valores obtidos da amostra sem tratamento (padrão). Foi constatado um valor de coeficiente de atrito (μ) da amostra padrão da ordem de 0,55, enquanto amostras tratadas a 800°C, seja ela polida ou lixada, apresentaram redução nos valores de coeficiente de atrito, da ordem de 0,2.

Figura



6:

Coeficiente de atrito em função do número de voltas de amostras não tratada e tratadas via IIP em alta temperatura.

Após o ensaio de *pin-on-disc* mediu-se as trilhas de desgaste através de um microscópio eletrônico de varredura (MEV). Constatou-se que a largura da trilha das amostras tratadas, sejam elas polidas ou lixadas, é muito menor se comparado com o tamanho da trilha de uma amostra padrão que não sofreu tratamento (Figura 7).

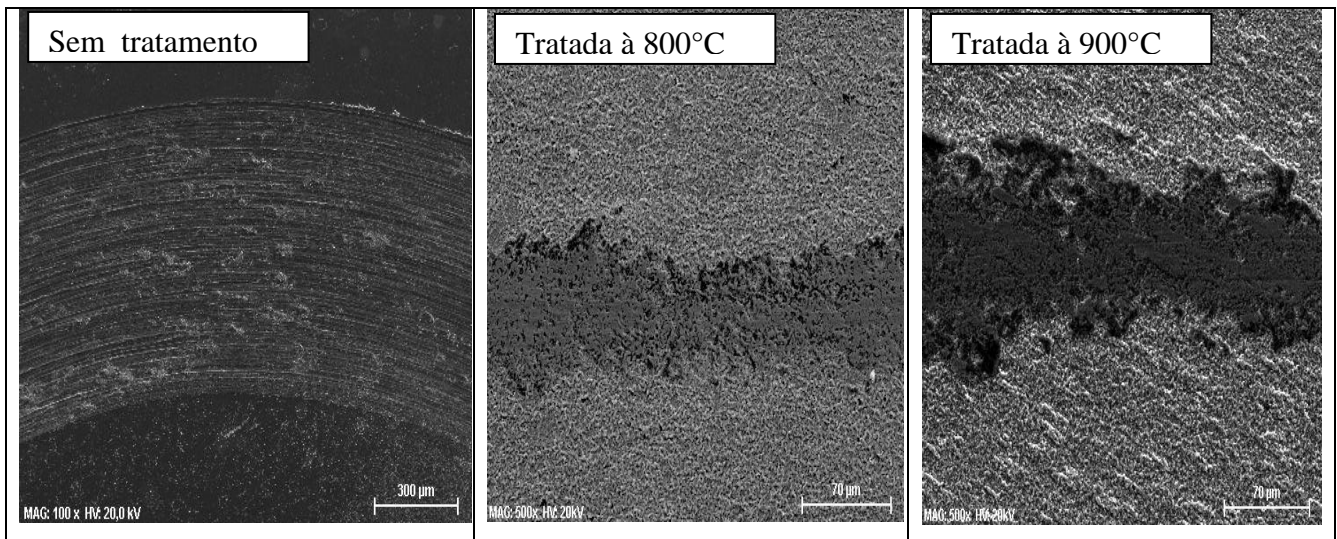


Figura 7: Medidas da trilha de desgaste de uma amostra sem tratamento comparada com amostras tratadas com IIP em 800°C lixada e polida respectivamente.

Observa-se significativa redução na taxa de desgaste das amostras tratadas, Figura 7. Como redução da taxa de desgaste está diretamente ligada ao aumento de dureza superficial, quanto mais duro for um material, mais difícil será seu desgastar em relação a outro material. Por esse motivo, as amostras que receberam tratamento de IIP em alta

temperatura apresentam valores de taxa de desgaste menores do que uma amostra sem tratamento.

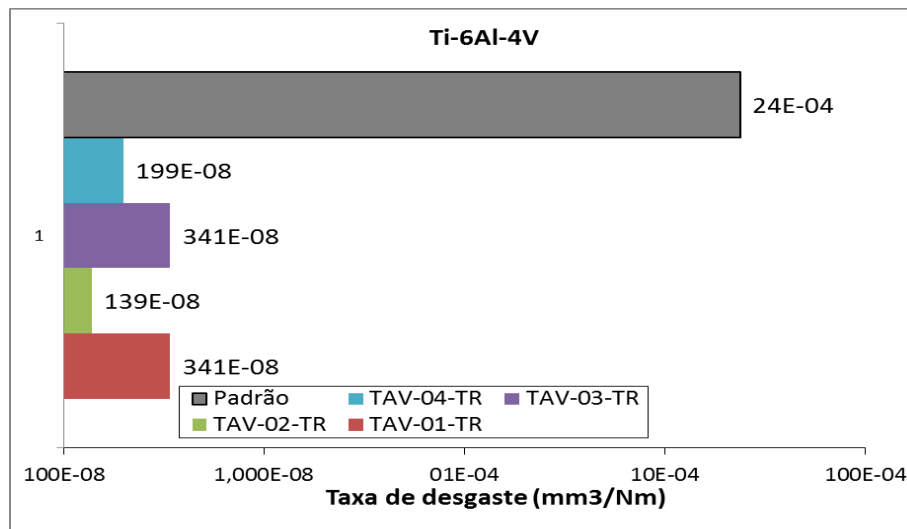


Figura 7: Taxa de desgaste de amostras de Ti6Al4V tratadas via IIP em alta temperatura.

4- CONCLUSÕES

Como conclusão geral, pode-se afirmar que o acabamento superficial prévio das amostras de Ti6Al4V não tem influência direta na eficiência do tratamento de implantação iônica por imersão em plasma em alta temperatura. Observa-se que após o tratamento térmico todas as amostras, lixadas ou polidas, apresentam comportamentos semelhantes em termos de rugosidade, formação de nitretos, dureza e desgaste superficiais.

Como conclusões específicas:

- Rugosidade: amostras de Ti6Al4V que receberam tratamento por IIP em alta temperatura, sob as mesmas condições experimentais, variando somente a temperatura apresentam valores de Ra aproximadamente constantes, após o tratamento sem ter influência o acabamento superficial prévio.
- Formação de nitretos: comprova-se a eficiência do tratamento de implantação iônica por imersão em plasma através da análise de difração de raio X, onde as amostras de Ti6Al4V após o tratamento apresentam a formação de nitretos (TiN e Ti2N) em suas superfícies.
- Dureza: observa-se que após tratamento térmico nas amostras há um aumento significativo em seus valores médios de microdureza. Comparado ao valor de

microdureza Vickers de uma amostra Ti6Al4V sem tratamento, aproximadamente 300 Hv, o valor alcançado após o tratamento foi de até 868 Hv, camada mais superficial de tratamento a 800°C e 1055 Hv nas amostras tratadas a 900°C. Quanto mais próximo da superfície melhor é a eficiência do tratamento, uma vez que os valores de profundidade e dureza são inversamente proporcionais.

- Coeficiente de fricção e taxa de desgaste superficial: Com a formação de nitretos formados pelo tratamento IIIP em alta temperatura, com consequente aumento de dureza superficial, reduções no coeficiente de fricção e taxa de desgaste superficiais são observados, confirmando a eficiência do tratamento térmico na melhoria das propriedades tribológicas do material.

5- REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.

1. SILVA, M.M. **Modificação de propriedades superficiais da liga Ti-6Al-4V por processos assistidos a plasma, em baixa e alta temperaturas.** 2007. Tese (Doutorado em Ciências na área de Engenharia Aeronáutica e Mecânica) – Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos.
2. YETIM, A. F.; YILDIZ, F.; VANGOLU Y.; ASLARAN, A. e CELIK, A. *Several plasma diffusion processes for improving wear properties of Ti-6Al-4V alloy.* **Science Direct – Decision Support Systems**, 2008.
3. ANDERS, A. **Handbook of plasma Immersion Ion Implatation and Deposition.** 2000.
4. 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.
5. MING, Q.; YONG-ZHEN, Z.; BAO, S.; SAN-MING, D. e ZHEN-WEI, Z. *The relationship between tribological behavior and heat- transfer capability of Ti-6Al-4V alloys* **Science Direct – Decision Support Systems**, 2007.
6. GRANDE ENCICLOPÉDIA. LAROUSSE CULTURAL. São Pulo: Nova Cultural 1998.
7. OLIVEIRA, R.M.; MELLO, C.B.; SILVA, G.; GONÇALVES, J.A.N.; UEDA, M.; PICHON, L. *Improved properties of Ti6Al4V by means of nitrogen high temperature plasma based ion implantation.* **Surface & Coatings Technology**, 2011.
8. OLIVEIRA, R.M.; GONÇALVES, J.A.N.; UEDA, J.O.; RIZZO, P.N. *A new high-temperature plasma immersion ion implantation system with electron heating.* **Surface & Coatings Technology**, 2010.
9. UEDA, M.; SILVA, M. M.; OTANI, C.; REUTHER, H.; YATSUZUKA, M.; LEPIENSKI, C. M.; e BERNI, L. A. *Improvement of tribological properties of Ti6Al4V by nitrogen plasma immersion ion implantation.* **Science Direct – Decision Support Systems**, 2003.

10. YILDIZ, F.; YETIM, A.F.; ALSARAN, A.; ÇELİK, A. *Plasma nitriding behavior of Ti6Al4V orthopedic alloy*. **Surface & Coatings Technology**, 2008.
11. DIAS, S. J. e MOTTA, S. M. Caracterização da rugosidade superficial através de técnica de ultra-sônica. In: XXI CONGRESSO NACIONAL DE ENSAIOS NÃO DESTRUTIVOS, 2002 Salvador, Anais 2002 Salvador 6f.