

## CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA E MICROESTRUTURAL DA LIGA Ti-6Al-4V APÓS PROCESSO DE IMPLANTAÇÃO IÔNICA POR IMERSÃO EM PLASMA

**Filipe Estevão de Freitas<sup>1</sup>, Helder Souza de Oliveira<sup>2</sup>, Tarcila Sugahara<sup>3</sup>,  
Lucila Mayumi Yogi<sup>4</sup>, Danieli Aparecida Pereira Reis<sup>5</sup>, Maria Margareth da Silva<sup>6</sup>,  
C. Moura Neto<sup>7</sup>**

<sup>1</sup> Universidade do Vale do Paraíba, UNIVAP, São José dos Campos, filipe\_estevao@hotmail.com

<sup>2</sup> Escola Técnica "Professor Everardo Passos", ETEP, São José dos Campos

<sup>3,4</sup> Escola de Engenharia de Lorena, EEL-USP, Lorena

<sup>5,6,7</sup> Instituto Tecnológico de Aeronáutica, ITA-CTA, São José dos Campos

**Resumo** - Materiais com comportamento adequado em temperaturas elevadas e ambientes agressivos tornaram-se uma necessidade científica, tecnológica e economicamente viável nos dias de hoje. O objetivo deste trabalho é a caracterização mecânica e microestrutural da liga Ti-6Al-4V após processo de implantação iônica por imersão em plasma. A finalidade deste processo é a modificação das propriedades superficiais da liga Ti-6Al-4V, com intuito de se obter melhorias nas suas propriedades tribológicas. A liga selecionada (Ti-6Al-4V) após processo de implantação iônica por imersão em plasma foi submetida a ensaios de fluência ao ar em temperaturas de 600 °C, na modalidade de carga constante de 250 e 319 MPa. As técnicas de caracterização utilizadas neste trabalho foram de microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura. A análise fractográfica da liga Ti-6Al-4V, tratadas por IIIP após ensaio de fluência, foram evidenciados os fenômenos de estrição e o desenvolvimento de microcavidades. Os resultados de fluência apresentaram aumento significativo na resistência do material, podendo ser utilizado como forma de proteção do material à oxidação em aplicação em altas temperaturas.

**Palavras-chave:** caracterização microestrutural; Ti-6Al-4V; implantação iônica; fluência.

**Área do Conhecimento:** Engenharia de Materiais

### Introdução

A liga Ti-6Al-4V é a mais importante das ligas de titânio usadas em engenharia, combinando propriedades atrativas com trabalhabilidade. Tem sido muito utilizada nas indústrias aeronáutica e aeroespacial, particularmente para aplicações que requerem resistência em altas temperaturas (SAKAI et al., 1988). Com o propósito de se projetar novas ligas de titânio com melhores propriedades, e para otimizar as condições de processamento de forjamento a quente da liga Ti-6Al-4V, é necessário entender os mecanismos associados à deformação, sob temperaturas elevadas (LEE; LIN, 1998).

A afinidade do titânio por oxigênio é um dos principais fatores que limitam a aplicação de suas ligas como materiais estruturais em altas temperaturas. A oxidação resulta na perda de material pelo crescimento na camada de óxido e endurecimento da liga pela dissolução de oxigênio (WELSCH; KAHVECI, 1988). Apesar dos notáveis avanços no desenvolvimento de ligas de titânio com alta resistência à tração, ductilidade e resistência à fluência em altas temperaturas, problemas com oxidação limitam o uso dessas ligas em temperaturas superiores a 600 °C (KEARNS; RESTALL, 1998). Revestimentos de proteção que servem como barreiras à ação de oxigênio seriam, em princípio, passíveis de serem

usados em ligas de titânio por longo tempo em altas temperaturas. Todavia, problemas de aderência durante o ciclo térmico e a difusão dos elementos do recobrimento no substrato são as atuais dificuldades encontradas na pesquisa destes materiais (KEARNS; RESTALL, 1998).

A Implantação Iônica por Imersão em Plasma (IIIP) é uma tecnologia emergente para a engenharia de superfícies de semicondutores, metais e dielétricos. Essa técnica tem recebido atenção redobrada de pesquisadores da área, por possibilitar o tratamento superficial de peças de geometrias complexas, mesmo as peças tridimensionais, o que não é possível por meio da implantação convencional por feixes. Em IIIP, a amostra a ser tratada é colocada numa câmara de vácuo, onde é produzido o plasma, contendo íons de espécies a serem implantadas. O sistema de implantação por plasma não utiliza métodos de extração e aceleração de íons como nos métodos de implantação convencionais. A amostra é repetidamente pulsada a altas voltagens negativas (2 – 300 kV), para implantar a superfície com fluxo de íons que constituem o plasma energético (SILVA, 2007).

O objetivo deste trabalho é a caracterização mecânica por meio de ensaio de fluência e de caracterização microestrutural (Microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura) da liga

Ti-6Al-4V após processo de implantação iônica por imersão em plasma.

## Metodologia

Para a realização deste trabalho, foram utilizada a liga Ti-6Al-4V na forma de barras cilíndricas, adquiridas junto à Empresa Multialloy Eng. Mat. Ltda, na condição forjada e recozida a 190 °C durante 6 horas com resfriamento ao ar. A configuração microestrutural resultante dos tratamentos térmicos e mecânicos corresponde à condição de maior aplicação na indústria aeronáutica (McQUEEN, 1988; SAKAI et al., 1988). A caracterização quanto à composição química dos principais elementos (percentual em peso), atende aos requisitos da norma ASTM B265-89 (ASTM, 1990).

Os ensaios foram realizados em um reator para a implantação iônica por imersão em plasma do Laboratório Associado de Plasmas (LAP), do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE). O reator é alimentado por um pulsador de alta tensão, modelo RUP-40, com tensão de saída de 30 kV e pulso com duração entre 1 µs e 1 ms e a frequência máxima de 1 kHz. Para a produção de vácuo é utilizado um conjunto de bombas de vácuo, sendo uma do tipo mecânica e outra para a região de mais alto vácuo, do tipo difusora. As amostras devidamente polidas e limpas foram fixadas no dispositivo que foram introduzidos e fixados no reator, que deve ser adequadamente vedado para que o nível de vácuo desejado seja atingido ( $76 \times 10^{-3}$  Pa), visando execução de processos de tratamento de superfície dos materiais. As amostras da liga de titânio foram implantadas por intervalos de tempo entre 15 e 120 minutos.

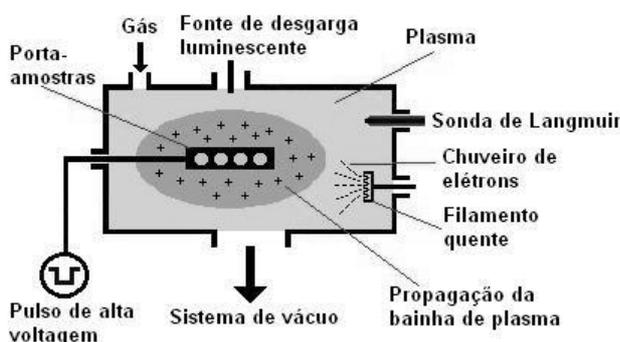


Figura 1 - Diagrama esquemático do sistema IIIIP

Para os ensaios de fluência, foram utilizados os fornos pertencentes ao Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA/CTA), adquiridos junto à EMEC (*The Electronic and Mechanical Engineering Co. Ltda.*). Nos fornos estão adaptados sistemas elétricos e controladores, desenvolvidos pela BSW Tecnologia, Indústria e Comércio Ltda., segundo

as exigências da norma ASTM E139/83 (ASTM, 1995).

As ligas Ti-6Al-4V tratadas foram analisadas sob condições de fluência ao ar em temperaturas de 600 °C, na modalidade de carga constante de 250 e 319 MPa. Foram obtidos conjuntos de curvas e parâmetros experimentais relativos às regiões primária, secundária e terciária como função da tensão inicialmente aplicada. Parâmetros experimentais relativos a estas regiões permitiram estabelecer uma análise comparativa com os resultados obtidos da liga recozida em estudos anteriores (BARBOZA; 2001, 2004; PEREZ, 2004; REIS; REIS et al, 2003, 2004a, 2004b, 2005a, 2005b, 2005c).

A preparação das amostras para análise via MO e MEV seguiu os padrões usuais de metalografia, ou seja, embutimento a quente (150 °C) sob pressão de 21 MPa, seguido de lixamento manual com lixas à base de SiC, na seqüência de 100, 150, 220, 320 400, 500 e 600 mesh. Os polimentos foram feitos com uma solução de sílica coloidal (OP-S). Foi utilizado o microscópio óptico Leica modelo DMRXP e o microscópio eletrônico de varredura da marca LEO modelo 435 VPI pertencentes à Divisão de Materiais do Instituto de Aeronáutica e Espaço do CTA (AMR/IAE/CTA).

## Resultados

Os resultados obtidos (% peso) na análise via espectroscopia de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado, em um equipamento ARL modelo 3410 foram: Ti = 89,16 %, Al = 6,61% e V = 4,23%.

A Figura 2 apresenta a micrografia da liga Ti-6Al-4V como recebida (sem tratamento).

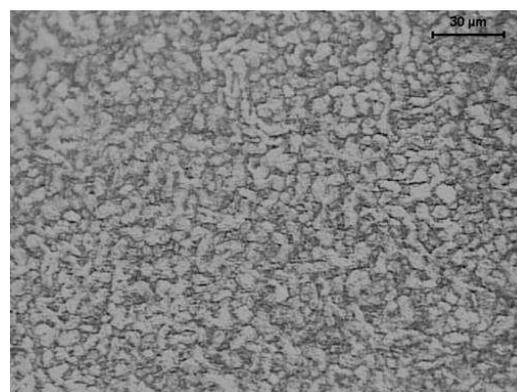


Figura 2 - Micrografia da liga Ti-6Al-4V como recebida.

As Figuras 3 e 4 apresentam as micrografias da liga Ti-6Al-4V tratadas por IIIIP após ensaio de fluência a 600 °C com tensão de 250 MPa e 319 MPa, respectivamente.

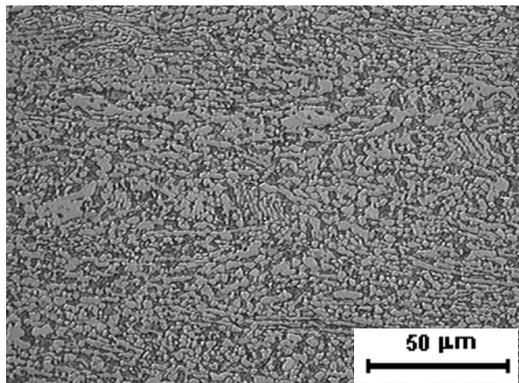


Figura 3 - Micrografia da liga Ti-6Al-4V tratada por IIIP após ensaio de fluência a 600 °C e 250 MPa (aumento de 200X).

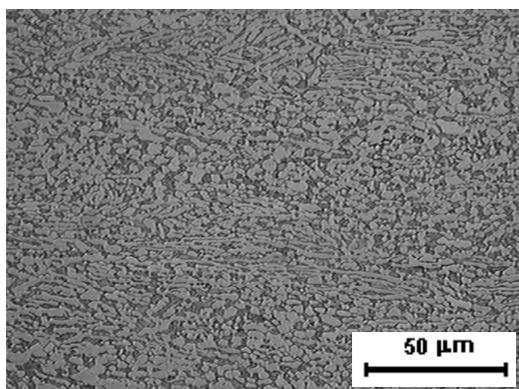


Figura 4 - Micrografia da liga Ti-6Al-4V tratada por IIIP após ensaio de fluência a 600 °C e 319 MPa (aumento de 200X).

As Figuras 5 e 6 apresentam imagens obtidas por MEV para análise fractográfica da liga Ti-6Al-4V tratadas por IIIP após ensaio de fluência a 600 °C com tensão de 250 MPa e 319 MPa, respectivamente.

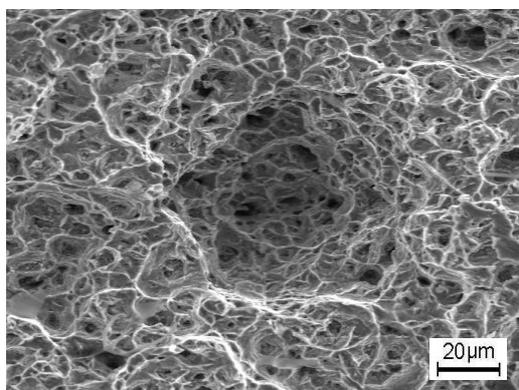


Figura 5 - Região central da superfície de fratura a 600 °C e 250 MPa da liga Ti-6Al-4V tratadas por IIIP após ensaio de fluência (aumento de 500X).

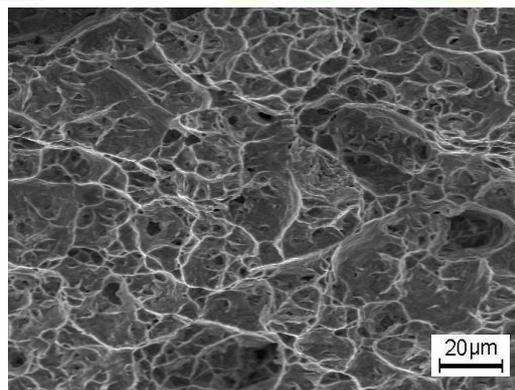


Figura 6 - Região central da superfície de fratura a 600 °C e 319 MPa da liga Ti-6Al-4V tratadas por IIIP após ensaio de fluência (aumento de 500X).

A Figura 7 apresenta as curvas de fluência obtidas para a liga Ti-6Al-4V sem tratamento e tratadas por IIIP nas condições de 600 °C com tensão de 250 MPa e 319 MPa.

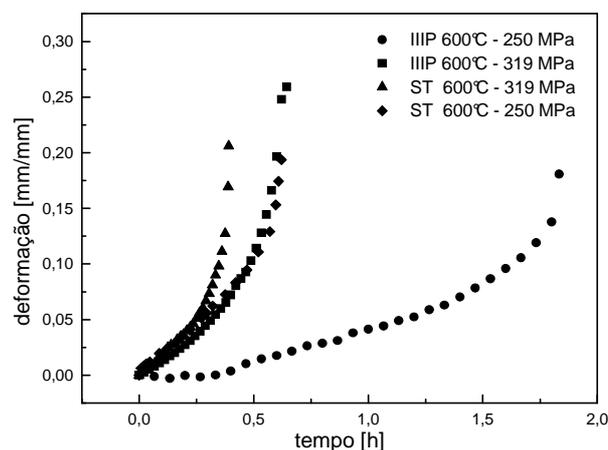


Figura 7 - Curvas de fluência obtidas para a liga Ti-6Al-4V sem tratamento e tratadas por IIIP nas condições de 600 °C, com tensões de 250 MPa e 319 MPa.

### Discussão

As micrografias da liga Ti-6Al-4V, tratadas por IIIP após ensaio de fluência a 600 °C com tensão de 250 MPa e 319 MPa (Fig. 3 e 4), apresentam uma microestrutura semelhante à da liga sem tratamento térmico e sem ter sido ensaiada em fluência (Fig.2). Observa-se a presença da fase  $\alpha$  (mais clara) e da fase  $\beta$  (mais escura) compondo uma microestrutura fina e de grãos pequenos. Nas amostras tratadas por fluência observa-se o alongamento dos grãos no sentido da tensão aplicada durante o ensaio.

As Figuras 5 e 6 apresentam imagens obtidas por MEV para análise fractográfica da liga Ti-6Al-4V tratadas por IIIP após ensaio de fluência a

600 °C com tensão de 250 MPa e 319 MPa, respectivamente. São evidenciados os fenômenos de estrição e o desenvolvimento de microcavidades. Observa-se uma estrutura uniforme com *dimples* de formato equiaxial e pouca profundidade. Prevaleram, nos dois casos, os mecanismos de fratura dúctil.

A Figura 7 apresenta as curvas de fluência obtidas para a liga Ti-6Al-4V sem tratamento e tratadas por IIIP nas condições de 600 °C com tensões de 250 MPa e 319 MPa. O tratamento de IIIP aumenta significativamente a resistência do material na vida em fluência, podendo ser utilizado como para proteção do material à oxidação na aplicação em altas temperaturas.

### Conclusão

As micrografias da liga Ti-6Al-4V tratadas por IIIP após ensaio de fluência apresentam uma microestrutura semelhante à da liga sem tratamento térmico e sem ter sido ensaiada em fluência. Observa-se a presença da fase  $\alpha$  (mais clara) e da fase  $\beta$  (mais escura) compondo uma microestrutura fina e de grãos pequenos. Nas amostras tratadas por fluência observa-se o alongamento dos grãos no sentido da tensão aplicada durante o ensaio. Nas imagens obtidas por MEV para análise fractográfica da liga Ti-6Al-4V, tratadas por IIIP após ensaio de fluência, são evidenciados os fenômenos de estrição e o desenvolvimento de microcavidades. Observa-se uma estrutura uniforme com *dimples* de formato equiaxial e pouca profundidade. Prevalcem, nos dois casos, os mecanismos de fratura dúctil. Nas curvas de fluência obtidas para a liga Ti-6Al-4V, sem tratamento e tratadas por IIIP, observa-se que o tratamento de IIIP aumenta significativamente a resistência do material na vida em fluência, podendo ser utilizado como proteção do material à oxidação na aplicação em altas temperaturas.

### Referências

- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM). E139-83. **Standard practice for conducting creep, creep-rupture and stress-rupture tests of metallic materials**. Philadelphia, 1995.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM). B265-89. **Standard specification for titanium and titanium alloy strip, sheet and plate**. Philadelphia, 1990, p.6.
- BARBOZA, M.J.R. **Estudo e Modelagem sob Condições de Fluência da Liga Ti6Al4V**. 2001. 196f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Instituto Tecnológico de Aeronáutica, Comando-Geral de Tecnologia Aeroespacial, 2001.
- BARBOZA, M.J.R.; MOURA NETO, C.; SILVA, C.R.M. Creep mechanisms and physical modeling and physical modeling for Ti-6Al-4V. **Mater. Sci. Eng. A**, v.369, p. 201-209, 2004.
- KEARNS, M.W., RESTALL, J.E. Sixth World Conf. On titanium, Cannes, 1988, paper SU8, p.396, **Les Editions de Physique**, Les Ulis, 1998.
- LEE, W.S., LIN, C.F., High temperature deformation behavior of Ti-6Al-4V alloy evaluated by strain-rate compression tests. **J. Mat. Proc. Tech.**, v.75, p.127-136, 1998.
- McQUEEN, H.J., **Mat. Sci. Eng. A**, v.101, p.149, 1988.
- PEREZ, E.A.C. **Influência da Microestrutura no Comportamento em Fluência da Liga Ti-6Al-4V**. 2004. 122f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Faculdade de Engenharia Química de Lorena, Lorena, 2004.
- REIS, D.A.P., **Efeito do recobrimento cerâmico e da atmosfera de ensaio na fluência de liga refratária**. 2004. 188f. Tese (Doutorado em Engenharia e Tecnologia Espaciais). INPE, São José dos Campos, 2004.
- REIS, D.A.P et al., Effect of environment on the creep behavior of the Ti-6Al-4V alloy. **Mat. Sci. Eng. A**, v.399, p.276-280, 2005.
- REIS, D.A.P.et al. Plasma-sprayed coatings for oxidation protection on creep of the Ti-6Al-4V alloy. **Materials at High Temperatures**, p.283-286, April 2006. Special issue on the 6<sup>th</sup> International Conference on the Microscopy of Oxidation, Birmingham, 04-06 April 2005.
- REIS, D.A.P.; SILVA, C.R.M.; NONO, M.C.A.; BARBOZA, M.J.R.; PIORINO, F. Influence of the oxidation in creep of Ti-6Al-4V Alloy. *Acta Microscopica*,v.12, 2003. Disponível em: <http://sbmm.org.br/acta>. Acessado em 06 jul.2008.
- REIS, D.A.P. et al. Study of coating and atmosphere on the creep behavior of the Ti-6Al-4V. **Brazilian Journal of Morphological Sciences**, p.367-368, Supplement, 2005.
- REIS, D.A.P et al. The influence of high temperature exposure in creep of the Ti-6Al-4V alloy. In: III CONGRESSO NACIONAL DE ENGENHARIA MECÂNICA, 2004. Belém, Pará. **Proceedings...**Belém: 2004. CD-ROM.
- SAKAI, T., OHASHI, M., CHIBA, K., *Acta Metall*, v. 36, p.1781, 1988.
- SILVA, M.M., **Modificação de propriedades superficiais da liga Ti-6Al-4V por processos assistidos a plasma, em baixas e altas temperaturas**. 2007. 206f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Instituto Tecnológico de Aeronáutica, Comando-Geral de Tecnologia Aeroespacial,, 2007.
- WELSCH G., KAHVECI A. I. In T. Grobstein and J. Doychak (eds.), **Oxidation of High-Temperature Intermetallics TMS**, Warrendale, PA, p.207, 1988.