

COMPARAÇÃO DOS TRATAMENTOS SUPERFICIAIS DE IIP E LASER PULSADO Nd:YAG NA FLUÊNCIA DA LIGA Ti-6Al-4V¹

*Filipe Estevão de Freitas²
Helder Souza de Oliveira²
Danieli Aparecida Pereira Reis²
Maria Margareth da Silva²
Carlos de Moura Neto²
Mario Ueda³
Javier Onôro⁴
Miguel Justino Ribeiro Barboza⁵*

Resumo

O objetivo deste trabalho foi avaliar a resistência da liga Ti-6Al-4V em fluência após tratamentos superficiais de IIP e laser pulsado Nd:YAG. Foi utilizada a liga Ti-6Al-4V na forma de barras cilíndricas, na condição forjada e recozida a 190 °C durante 6 horas e resfriada ao ar. A liga Ti-6Al-4V após tratamentos superficiais de IIP e laser pulsado Nd:YAG foi submetida a ensaios de fluência a 600 °C e tensão de 125 a 319 MPa, na modalidade de carga constante. Para o tratamento de IIP as amostras foram colocadas em reator a vácuo (76×10^{-3} Pa) e implantadas por íons de nitrogênio em intervalos de tempo entre 15 e 120 minutos. Para o tratamento de laser pulsado Nd:YAG utilizou-se uma atmosfera de 40% N e 60% Ar, com potência de 2,1 W, velocidade de 10 m/s. Os resultados obtidos sugerem que o tratamento superficial por laser Nd:YAG na liga Ti-6Al-4V conferiu maior resistência à fluência.

Palavras-chave: Fluência; Ti-6Al-4V; Laser pulsado Nd:YAG; Implantação iônica.

COMPARATION BETWEEN IIP AND Nd:YAG PULSED LASER SUPERFICIAL TREATMENTS IN CREEP OF Ti-6Al-4V ALLOY¹

Abstract

The objective of this work was evaluate the creep resistance of the Ti-6Al-4V alloy with superficial treatment of IIP and pulsed Nd:YAG laser. It was used Ti-6Al-4V alloy as cylindrical bars under forged and annealing of 190 °C by 6 hours condition and cooled by air. The Ti-6Al-4V alloy after the superficial treatment of IIP and pulsed Nd:YAG laser was submitted to creep tests at 600 °C and 125 at 319 MPa, under constant load mode. In the IIP treatment the samples was put in a vacuum reactor (76×10^{-3} Pa) and implanted by nitrogen ions in time intervals between 15 and 120 minutes. In the Nd:YAG pulsed laser treatment was used an environment of 40% N and 60% Ar, with 2,1 W of power and 10 m/s of speed. The obtained results suggest the superficial treatment by Nd:YAG laser on Ti-6Al-4V alloy improved its creep resistance.

Key words: creep; Ti-6Al-4V; Nd:YAG pulsed laser; ion implantation.

¹ *Contribuição técnica ao 64º Congresso Anual da ABM, 13 a 17 de julho de 2009, Belo Horizonte, MG, Brasil.*

² Instituto Tecnológico de Aeronáutica, ITA, São José dos Campos 12228-900, Brasil

³ Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, LAS, São José dos Campos 12201-970, Brasil

⁴ Escola Politecnica de Madri, EPM, Madri, Espanha

⁵ EEL-USP, Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, CEP 12602-810, Lorena – SP – Brasil.

1 INTRODUÇÃO

Entre as ligas de titânio a mais importante é a Ti-4Al-4V em função de sua combinação de propriedades, entre elas: alta resistência mecânica, baixa massa específica, boa resistência à corrosão e estabilidade metalúrgica.^(1,2) 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.⁽³⁾ 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.⁽⁴⁾

A irradiação por laser em metais na presença de gases ativos quimicamente leva à formação de camadas superficiais compostas, como óxidos ou nitretos, que aumentam as propriedades mecânicas dos materiais. As principais vantagens do método são a boa aderência da camada formada e a velocidade da reação é alta quando comparada com as técnicas convencionais. Dentre as desvantagens mais freqüentes citam-se: irregularidades superficiais, formação de trinca e alta rugosidade das camadas obtidas.^(5,6)

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.⁽⁷⁾

O objetivo deste trabalho foi avaliar a resistência da liga Ti-6Al-4V à fluência após tratamentos superficiais de IIIP e laser pulsado Nd:YAG.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 A Liga Ti-6Al-4V

Para a realização deste trabalho, foi 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 seis horas e resfriada ao ar. A configuração microestrutural resultante dos tratamentos térmicos e mecânicos corresponde à condição de maior aplicação na indústria aeronáutica. A caracterização quanto à composição química dos principais elementos (percentual em peso), atende aos requisitos da norma ASTM B265-89.⁽⁸⁾

2.2 Nitretação por Laser Pulsado Nd:YAG

A nitretação por laser pulsado Nd:YAG foi realizada por meio de cooperação já existente com a Universidade Politécnica de Madrid (Madrid – Espanha). Foi utilizado o laser ROFIN DY 033 e software Talymap Silver 4.0. Os tratamentos foram realizados em uma combinação de gases de 40% N e 60% Ar, com potência de 2,1 W, velocidade de 10 m/s, diâmetro de *spot* de 7 mm e vazão de gases de 12,5 L/min. As amostras foram lixadas com lixas de SiC com 600 mesh de granulometria e limpas em ultra-som com solução de acetona + etanol, para a preparação do tratamento com laser. Após o tratamento por laser, as amostras foram

caracterizadas microestruturalmente e ensaiadas em ensaio de fluência. A Tabela 1 apresenta os valores dos parâmetros utilizados na nitretação por laser pulsado das amostras.

Tabela 1. Valores dos parâmetros utilizados na nitretação por laser pulsado das amostras⁽⁹⁾

| Parâmetros | Nd-YAG Laser |
|--|----------------------------------|
| Potência | 1,6 - 10 W |
| Comprimento focal das lentes | 100-160 mm |
| Velocidade de varredura do laser | 50 mm/s |
| Atmosfera | 40% N + 60% Ar |
| Profundidade sobre a superfície da amostra | 0,2-4,5 μm |
| Distância entre a lente-focal e o alvo | 89 mm |
| Energia do laser pulsado | 1,9-9,0 mJ |
| Diâmetro do <i>spot</i> do laser | 0,17-0,98mm |
| Diâmetro da zona central | 0,04-0,24 mm |
| Intensidade de laser incidente | $3,1 \times 10^9 \text{ W/cm}^2$ |
| Distribuição | Gaussiana |

2.3 Implantação iônica por Imersão em Plasma

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). A Figura 1 apresenta um diagrama esquemático do sistema IIIP.

O reator foi 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. Para a produção de vácuo foi utilizado um conjunto de bombas de vácuo, sendo uma do tipo mecânica e outra do tipo difusora. As amostras devidamente polidas e limpas foram fixadas no dispositivo que foram introduzidos no reator. O processo ocorre à pressão de $76 \times 10^{-3} \text{ Pa}$, visando execução de processos de tratamento de superfície dos materiais. As amostras da liga de titânio foram implantadas por íons de nitrogênio por intervalos de tempo entre 15 minutos e 120 minutos e apresentaram rugosidade média de 0,1857 μm e espessura de camada de 0,60 nm.

2.4 Ensaio de Fluência

Para os ensaios de fluência, foram utilizados os fornos da marca MAYES. Nos fornos foram adaptados sistemas elétricos e controladores, segundo as exigências da norma ASTM E139/83.⁽¹⁰⁾ Os dados relativos ao alongamento dos corpos-de-prova e as medidas de temperatura em períodos de tempo pré-determinados foram coletados pelo software Antares. Para a alimentação do software, foram utilizados um calibrador de extensômetro de alta resolução Instron modelo 2602-004, e um transdutor do tipo LVDT (*Linear Variable Differential Transformer*) Schlumberger D 6,50, com especificação de 53,18 mV/V/mm, à temperatura de aproximadamente 35°C. Os termopares utilizados para o controle de temperatura foram do tipo Cromel-

Alumel AWG24. O sinal de saída do *LVDT* foi enviado a dois sistemas independentes: a um registrador gráfico tipo x-t, modelo RB101, série 1000, 110V e 60Hz da ECB – Equipamentos Científicos do Brasil Ltda; e a uma unidade de processamento que converte os sinais em medidas de alongamento por períodos de tempo pré-definidos pelo operador e alimenta o software Antares.

As ligas Ti-6Al-4V tratadas foram analisadas sob condições de fluência ao ar em temperatura de 600°C e tensão de 250 MPa e 319 MPa, na modalidade de carga constante. Foram obtidos conjuntos de curvas e parâmetros experimentais relativos às regiões primária, secundária e terciária como função da tensão inicialmente aplicada.

2.5 Preparação Metalográfica

A preparação das amostras para análise de microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura seguiu os padrões usuais de metalografia, ou seja, embutimento a quente (150°C) sob pressão de 21 MPa, seguido do lixamento manual com lixas à base de SiC, na seqüência de 120 mesh, 240 mesh, 320 mesh, 400 mesh, 600 mesh e 1.200 mesh. O polimento foi realizado com uma solução de sílica coloidal (OP-S). Pela análise via MEV foram estudadas as principais características das superfícies de fratura. Foi utilizado microscópio óptico Leica modelo DMRXP e microscópio eletrônico de varredura da marca LEO modelo 435 VPI.

3 RESULTADOS

Os resultados obtidos (% massa) na análise via espectroscopia de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado são: Ti = 89,16 %, Al = 6,61% e V = 4,23%. A composição química dos principais elementos (% massa), atende aos requisitos da norma ASTM B265-89.⁽⁸⁾

A Figura 1 apresenta uma micrografia da liga Ti-6Al-4V como-recebida.

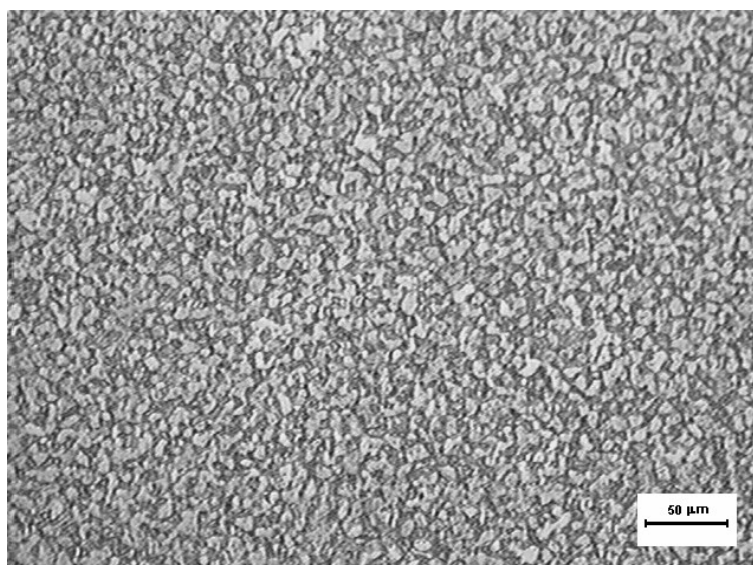


Figura 1. Micrografia da liga Ti-6Al-4V como-recebida.⁽¹¹⁾

As Figuras 2 e 3 apresentam, respectivamente, as micrografias da liga Ti-6Al-4V tratadas por nitretação por laser pulsado Nd:YAG e por IIIP após ensaio de fluência a 600°C com tensão de 250 MPa.

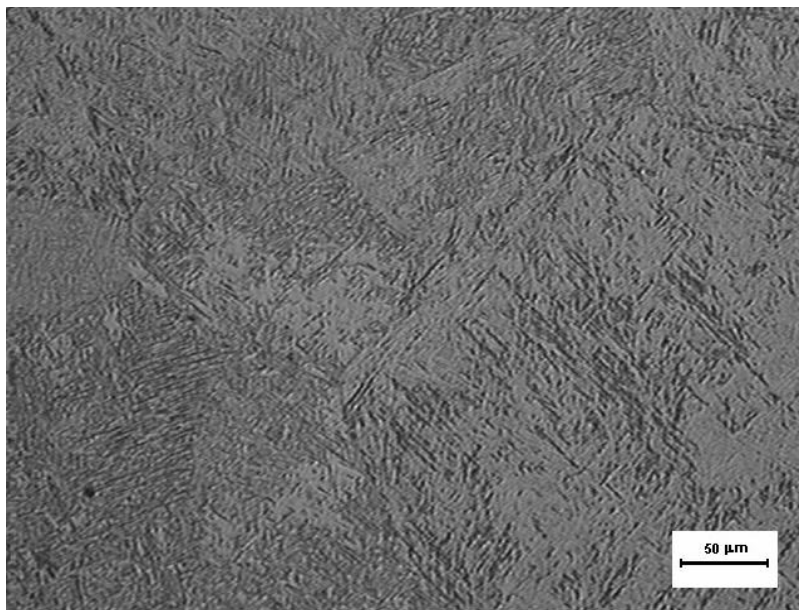


Figura 2. Micrografia da liga Ti-6Al-4V tratada por nitretação por laser pulsado Nd:YAG após ensaio de fluência a 600°C e 250 MPa (aumento de 200X).⁽⁹⁾

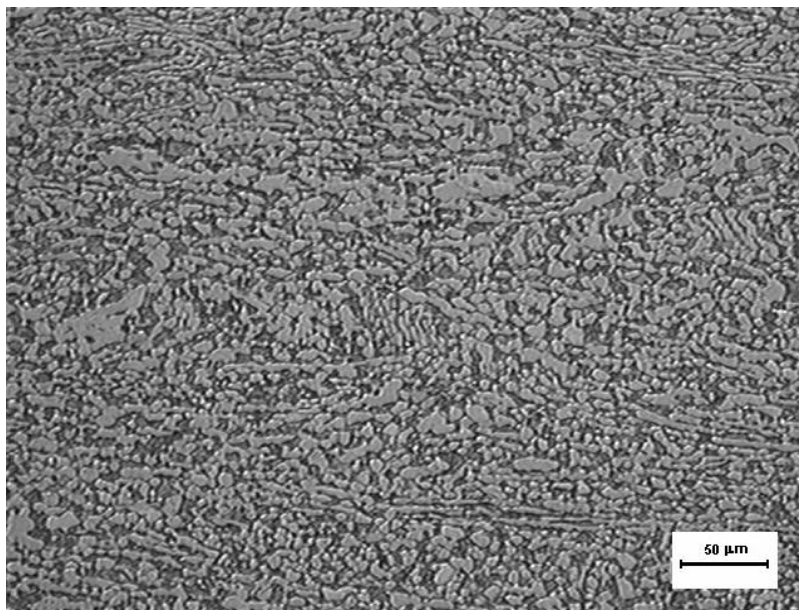


Figura 3. Micrografia da liga Ti-6Al-4V tratada por IIIP após ensaio de fluência a 600°C e 250 MPa (aumento de 200X).⁽¹¹⁾

As Figuras 4 e 5 apresentam, respectivamente, as micrografias da liga Ti-6Al-4V tratadas por nitretação por laser pulsado Nd:YAG e por IIIP após ensaio de fluência a 600°C com tensão de 319 MPa.

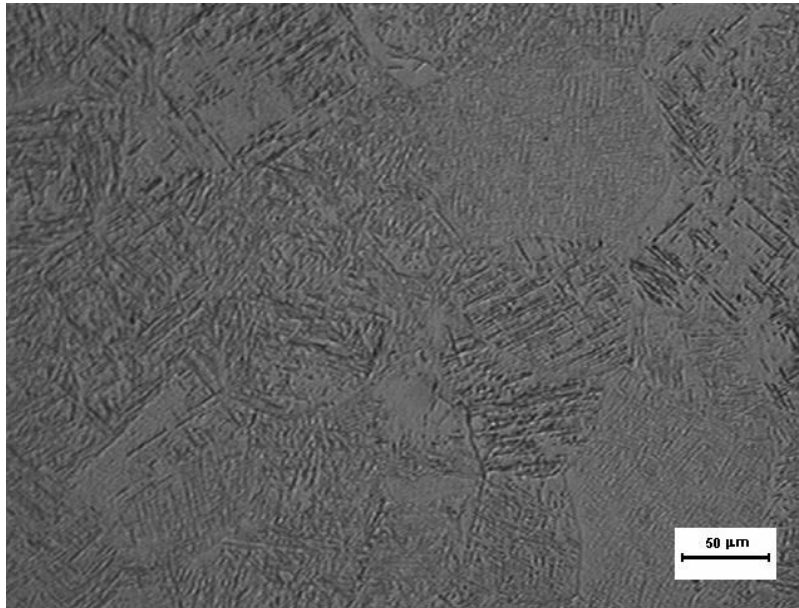


Figura 4. Micrografia da liga Ti-6Al-4V tratada por nitretação por laser pulsado Nd:YAG após ensaio de fluência a 600 °C e 319 MPa (aumento de 200X).⁽⁹⁾

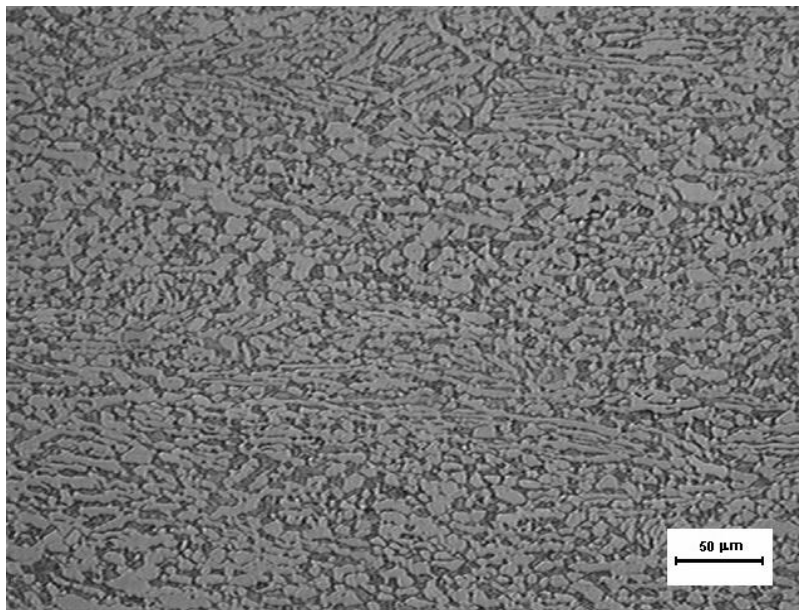


Figura 5. Micrografia da liga Ti-6Al-4V tratada por IIIP após ensaio de fluência a 600 °C e 319 MPa (aumento de 200X).⁽¹¹⁾

A Figura 6, 7 e 8 apresentam as comparações das imagens obtidas por MEV para análise fractográfica da liga Ti-6Al-4V tratadas por nitretação por laser pulsado Nd:YAG e por IIIP após ensaio de fluência a 600 °C com tensão de 250 MPa, sob aspecto geral e das regiões centrais e laterais.

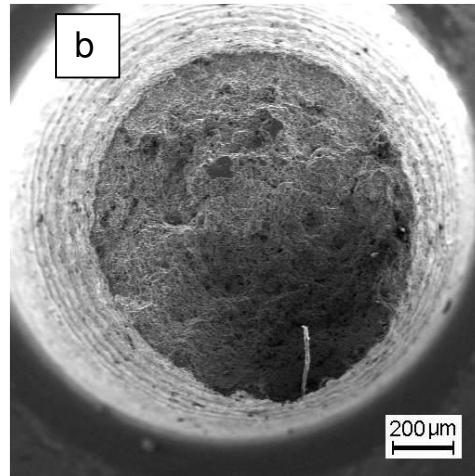
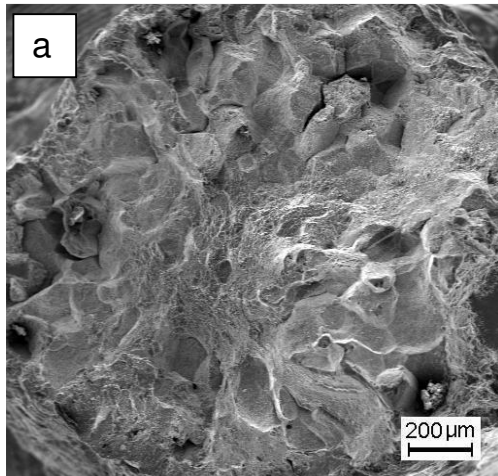


Figura 6. Aspecto geral da liga Ti-6Al-4V após ensaio de fluência a 600 °C e 250 MPa. a) tratada por nitretação por laser pulsado Nd:YAG; b) tratada por IIIP.⁽¹¹⁾

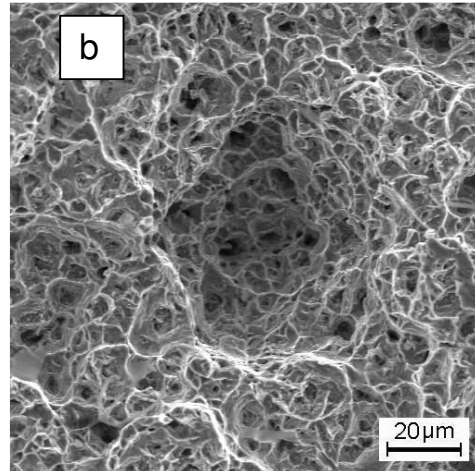
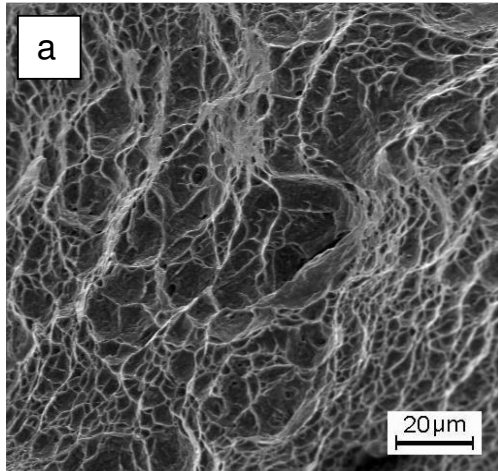


Figura 7. Região central da superfície de fratura da liga Ti-6Al-4V após ensaio de fluência a 600 °C e 250 MPa. a) tratadas por nitretação por laser pulsado Nd:YAG; b) tratada por IIIP.^(9,11)

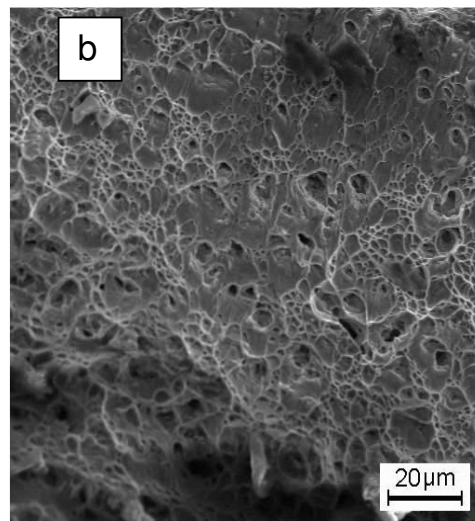
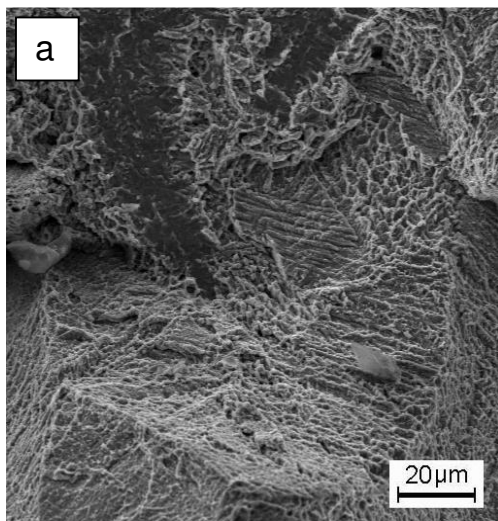


Figura 8. Região lateral da superfície de fratura da liga Ti-6Al-4V após ensaio de fluência a 600 °C e 250 MPa. a) tratadas por nitretação por laser pulsado Nd:YAG; b) tratada por IIIP.^(9,11)

A Figura 9, 10 e 11 apresentam as comparações das imagens obtidas por MEV para análise fractográfica da liga Ti-6Al-4V tratadas por nitretação por laser pulsado Nd:YAG e por IIIP após ensaio de fluência a 600 °C com tensão de 319 MPa, sob aspecto geral e das regiões centrais e laterais.

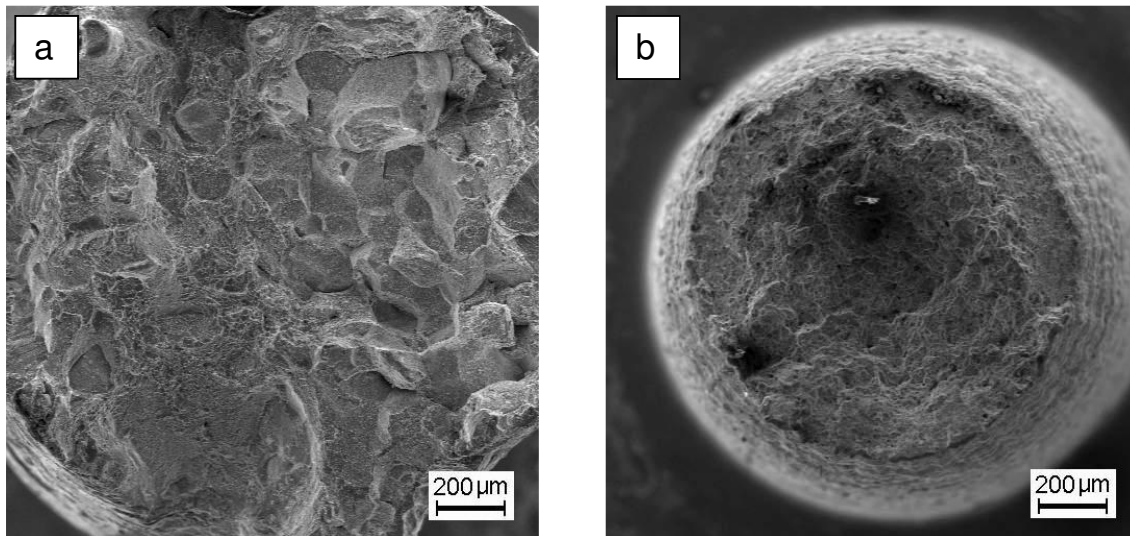


Figura 9. Aspecto geral da liga Ti-6Al-4V após ensaio de fluência a 600 °C e 319 MPa. a) tratada por nitretação por laser pulsado Nd:YAG; b) tratada por IIIP.^(9,11)

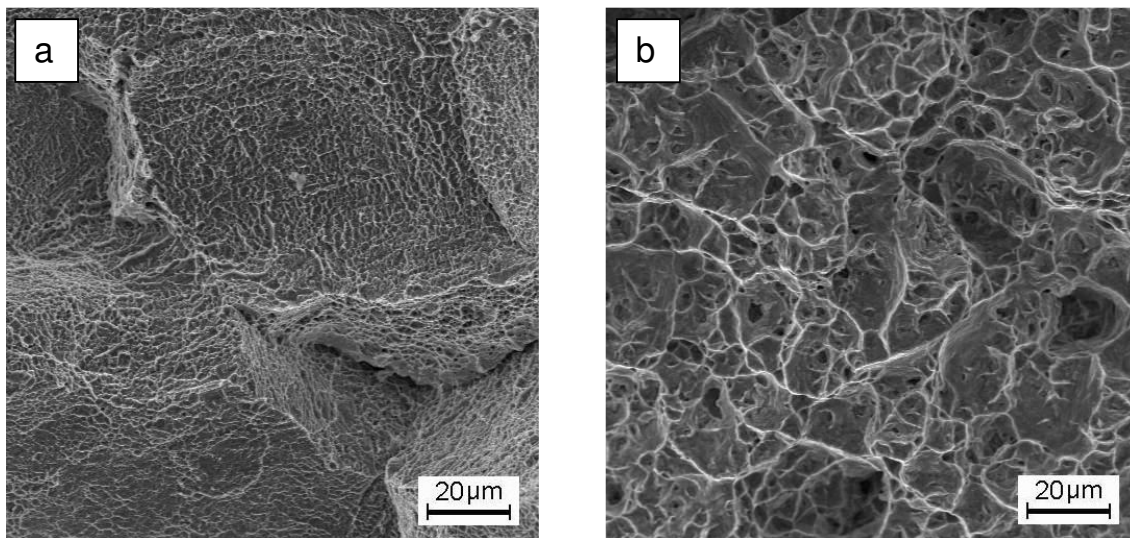


Figura 10. Região central da superfície de fratura da liga Ti-6Al-4V após ensaio de fluência a 600 °C e 319 MPa. a) tratadas por nitretação por laser pulsado Nd:YAG; b) tratada por IIIP.^(9,11)

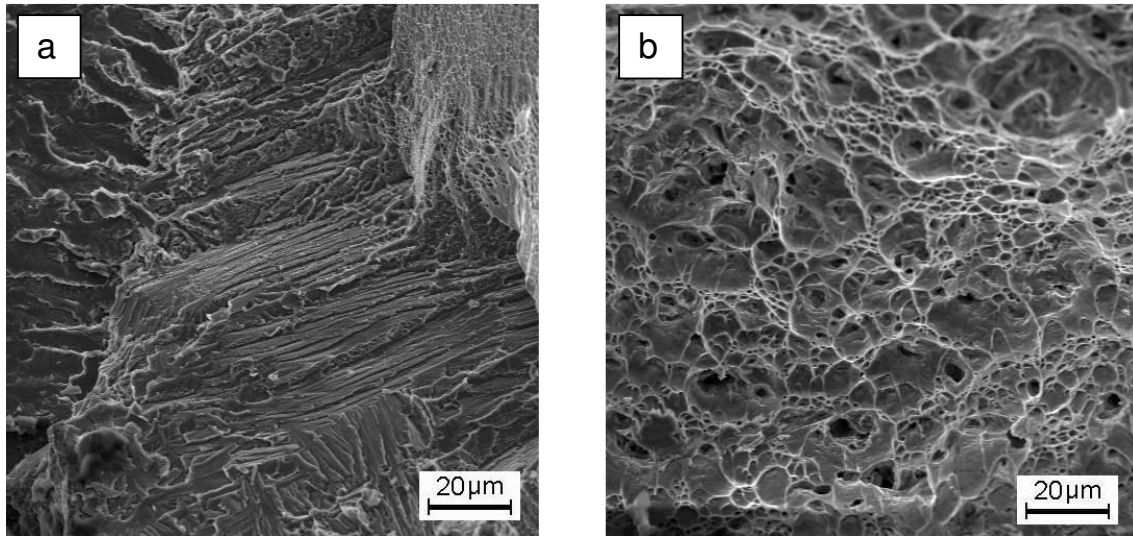


Figura 11. Região lateral da superfície de fratura da liga Ti-6Al-4V após ensaio de fluência a 600 °C e 250 MPa. a) tratadas por nitreção por laser pulsado Nd:YAG; b) tratada por IIIIP.^(9,11)

A Figura 12 apresenta as curvas de fluência obtidas para a liga Ti-6Al-4V sem tratamento, tratadas por IIIIP e por laser pulsado Nd:YAG nas condições de 600 °C, com tensões de 250 MPa e 319 MPa, correspondentes à deformação verdadeira ϵ , como função do tempo t .

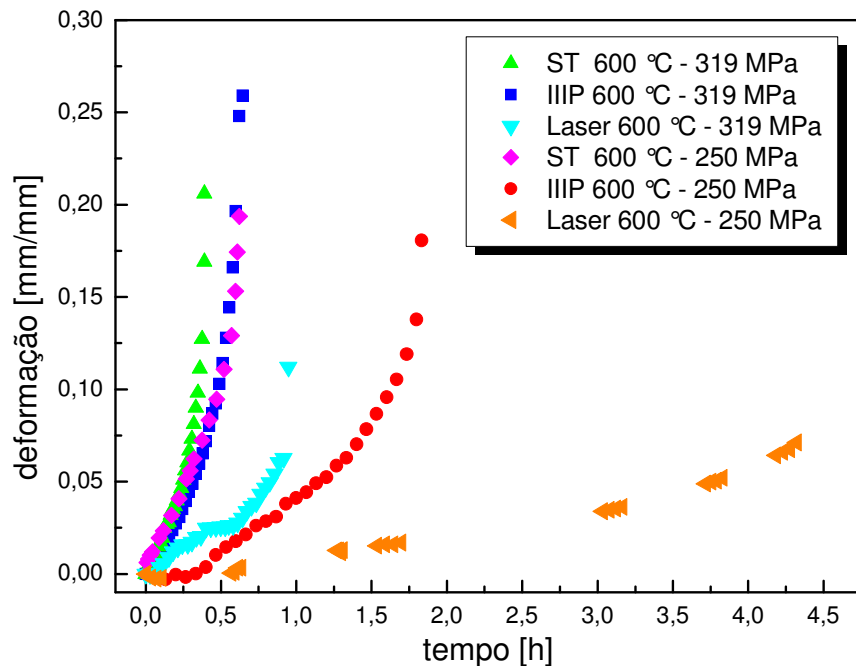


Figura 12. Curvas de fluência obtidas para a liga Ti-6Al-4V sem tratamento, tratadas por IIIIP e por laser pulsado Nd:YAG nas condições de 600 °C, com tensões de 250 MPa e 319 MPa.

A Tabela 2 apresenta a relação dos principais parâmetros experimentais obtidos a 600°C, a partir das curvas experimentais, em que σ é a tensão aplicada, $\dot{\epsilon}_s$ corresponde a taxa de fluência estacionária, obtida a partir da inclinação da região linear na curva de fluência (estágio secundário). O valor de t_p corresponde ao

constante tempo relativo a tempo primário, é obtido no final do estágio primário e/ou início do estágio secundário. O valor t_f é o tempo final de fratura, ϵ_f corresponde à deformação de fratura e RA, à redução percentual em área, na fratura.

Tabela 2. Dados de fluência a 600°C

| Tratamento | σ (MPa) | t_p (h) | $\dot{\epsilon}_s$ (1/h) | t_f (h) | ϵ_f (mm/mm) | RA (%) |
|------------|-------------------|--------------|-----------------------------|--------------|-------------------------|-----------|
| ST | 250 | 0,03 | 0,1906 | 0,62 | 0,1938 | 75,83 |
| Laser | 250 | 0,63 | 0,0127 | 4,32 | 0,0711 | 12,73 |
| IIIP | 250 | 0,27 | 0,0615 | 1,83 | 0,1807 | 29,33 |
| ST | 319 | 0,01 | 0,5698 | 0,39 | 0,1742 | 62,99 |
| Laser | 319 | 0,21 | 0,0357 | 0,92 | 0,0627 | 11,51 |
| IIIP | 319 | 0,11 | 0,1925 | 0,60 | 0,1964 | 25,67 |

3 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 (Figuras 3 e 5), apresentam uma microestrutura semelhante à da liga sem tratamento térmico e sem ter sido ensaiada em fluência (Figura 1) com a presença da fase α (mais clara) e da fase β (mais escura) compondo uma microestrutura fina e de grãos pequenos; enquanto nas micrografias da liga Ti-6Al-4V após nitretação por laser pulsado Nd:YAG (Figuras 2 e 4) observam-se as alterações na microestrutura devido à fusão superficial sofrida pelo material. Nas amostras tratadas por IIIP observa-se o alongamento dos grãos no sentido da tensão aplicada durante o ensaio e a microestrutura das amostras tratadas por nitretação por laser pulsado Nd:YAG apresenta-se mais grosseira e com marcas de fusão superficial.

As Figuras de 6 a 11 apresentam imagens obtidas por MEV para análise fractográfica da liga Ti-6Al-4V tratadas por nitretação por laser pulsado Nd:YAG e por IIIP após ensaio de fluência a 600°C com tensão de 250 MPa e 319 MPa. São evidenciados os fenômenos de estricção e o desenvolvimento de microcavidades. Observa-se uma estrutura uniforme com *dimples* de formato equiaxial com pouca profundidade e alguns poros. Prevaleram, nos dois tratamentos, os mecanismos de fratura dúctil.

A Figura 12 apresenta as curvas de fluência obtidas para a liga Ti-6Al-4V sem tratamento, tratadas por nitretação por laser pulsado Nd:YAG e por IIIP nas condições de 600°C com tensões de 250 MPa e 319 MPa. A liga Ti-6Al-4V apresenta uma curva normal de fluência consistindo dos estágios primário, secundário e terciário bem definidos. Nas curvas apresentadas levou-se o ensaio até a ruptura. Há um período inicial relativamente curto de diminuição da taxa de fluência primária que está associado com o endurecimento devido à acumulação de discordâncias. Entretanto, a maior vida em fluência é dominada pela taxa de fluência constante que está associada com a configuração constante de discordâncias, devido ao processo de recuperação e encruamento a 600°C. Os resultados apresentados na Tabela 2 sugerem que os valores mais altos de t_p e a redução da taxa de fluência estacionária demonstram a maior resistência à fluência da liga Ti-6Al-4V quando tratadas com laser. Este está relacionado ao endurecimento superficial conseguido neste tratamento. O tratamento de IIIP conferiu uma maior resistência a fluência da liga, porém apresentou uma menor resistência quando comparado com o tratamento de laser.

4 CONCLUSÃO

Neste trabalho caracterizou-se microestruturalmente a liga Ti-6Al-4V após ensaio de fluência via microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura, tratadas por IIP após ensaio de fluência a 600°C com tensão de 250 MPa e 319 MPa. Pelas imagens obtidas pela análise fractográfica evidencia-se a presença de fenômenos de estrição e o desenvolvimento de microcavidades. Observa-se uma estrutura uniforme com *dimples* de formato equiaxial e pouca profundidade em ambos os tratamentos. Prevaecem nas duas estruturas os mecanismos de fratura dúctil. As curvas e os parâmetros obtidos de fluência demonstraram que o tratamento de IIP conferiu uma maior resistência a fluência da liga, porém apresentou uma menor resistência quando comparado com o tratamento de laser.

Agradecimentos

Ao CNPq pelo apoio financeiro (bolsa PIBIC).

REFERÊNCIAS

- 1 NORRIS, G. Feeling the heat. Metal Bulletin Monthly, v.386, p.36-39, 1994.
- 2 EVANS, R.W.; WILSHIRE, B. Introduction to creep. London: The Institute of Materials, 1993. 115p.
- 3 WELSCH G., KAHVECI A. I. In T. Grobstein and J. Doychak (eds.), Oxidation of High-Temperature Intermetallics TMS, Warrendale, PA, p.207, 1988.
- 4 KEARNS, M.W., RESTALL, J.E. Sixth World Conf. On titanium, Cannes, 1988, paper SU8, p.396, Les Editions de Physique, Les Ulis, 1998.
- 5 GYÖRGY, E.; PÉREZ DEL PINO, A.; SERRA, P.; MORENZA, J.L. Surface nitridation of titanium by pulsed Nd:YAG laser irradiation. Applied Surface Science, v.186, p.130-134, 2002.
- 6 HU, C.; XIN, H.; WATSON, L.M.; BAKER, T.N. Analysis of the phases developed by laser nitriding Ti-6Al-4V alloys. Acta Mater., v. 45, p.4311-4322, 1997.
- 7 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.
- 8 American Society for Testing and Materials (ASTM). B265-89. Standard specification for titanium and titanium alloy strip, sheet and plate. Philadelphia, 1990, p.6.
- 9 OLIVEIRA, H. S., D. A. P. REIS, NETO, C. M., NETO, F. P., Caracterização Mecânica e microestrutural da liga Ti-6Al-4V após tratamento superficial com laser pulsado Nd:YAG. In: 14º Encontro de Iniciação Científica e Pós-Graduação do ITA, 2008, São José dos Campos, São Paulo.
- 10 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.
- 11 FREITAS, F. E., SILVA, M. M., REIS, D. A. P., NETO, C. M., NETO, F. P., Avaliação do tratamento de implantação iônica por imersão em plasma na fluência da liga Ti-6Al-4V. In: 14º Encontro de Iniciação Científica e Pós-Graduação do ITA, 2008, São José dos Campos, São Paulo.