



# COMPORTAMENTO EM FLUÊNCIA DA LIGA Ti-6Al-4V CARBONETADA POR PLASMA<sup>1</sup>

Verônica Mara Cortez Alves de Oliveira<sup>2</sup>  
Miguel Justino Ribeiro Barboza<sup>3</sup>  
Mariane Capellari Leite da Silva<sup>4</sup>  
Cátia Gisele Pinto<sup>4</sup>  
Paulo Atsushi Suzuki<sup>3</sup>  
Danieli Aparecida Pereira Reis<sup>5</sup>  
João Paulo B. Machado<sup>6</sup>  
Francisco Piorino Neto<sup>7</sup>

## Resumo

Neste trabalho pretende-se avaliar o efeito da carbonetação por plasma na liga Ti-6Al-4V submetida a testes fluência. Os resultados permitiram concluir que a microestrutura da liga Ti-6Al-4V apresentou uma dureza média de  $334 \pm 18$  HV. Após o tratamento termoquímico por plasma observou-se a formação de uma camada de espessura média de  $1,50\mu\text{m}$  e dureza de  $809 \pm 79$  HV em função da presença da fase TiC identificada por difratometria de raios X. O tratamento aumentou os valores de rugosidade média de  $1,28$  para  $2,02\mu\text{m}$ . A carbonetação aumentou a resistência à fluência quando comparada à liga tratada termicamente.

**Palavras-chave:** Fluência; Liga Ti-6Al-4V; Carbonetação por plasma.

## CREEP BEHAVIOR OF PLASMA CARBURIZED Ti-6Al-4V ALLOY

### Abstract

This paper aims to evaluate the effect of plasma carburizing on the Ti-6Al-4V alloy submitted to creep tests. The results showed that the alloy Ti-6Al-4V had a hardness of  $334 \pm 18$  HV. After treatment thermochemical by plasma, was observed the formation of a layer of average thickness of  $1,5 \mu\text{m}$  and hardness of  $809 \pm 79$  HV due to the presence of TiC phase identified by X-ray diffraction. The treatment increased the values of average roughness of  $1,28$  to  $2,02 \mu\text{m}$ . The creep properties of carburized specimens were improved in comparison with those of the uncarburized Ti-6Al-4V alloy.

**Key words:** Creep; Ti-6Al-4V alloy; Plasma carburizing.

<sup>1</sup> Contribuição técnica ao 65º Congresso Anual da ABM, 26 a 30 de julho de 2010, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

<sup>2</sup> Aluna do programa de pós-graduação da Escola de Engenharia de Lorena, EEL – USP

<sup>3</sup> Professor/Pesquisador da Escola de Engenharia de Lorena, EEL – USP

<sup>4</sup> Aluna do curso de Engenharia de Materiais da Escola de Engenharia de Lorena, EEL – USP

<sup>5</sup> Professor/Pesquisador do Instituto Tecnológico de Aeronáutica, ITA/DCTA

<sup>6</sup> Pesquisador do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, INPE

<sup>7</sup> Pesquisador do Instituto de Aeronáutica e Espaço, IAE/DCTA

## 1 INTRODUÇÃO

Titânio e suas ligas são excelentes para aplicações como componentes estruturais submetidos a altas temperaturas devido a sua alta resistência específica, boa resistência à corrosão e estabilidade metalúrgica. Estas ligas são geralmente compostas pela combinação das fases  $\alpha$  (HC) e  $\beta$  (CCC), por apresentarem melhor adaptação e efetividade no controle dos processos de conformação. Estas características estão intimamente relacionadas às propriedades mecânicas, por serem muito sensíveis à microestrutura e fortemente dependentes da textura cristalográfica da fase hexagonal e das rotas de processamento utilizadas na produção de elementos estruturais.<sup>(1)</sup>

A indústria aeroespacial absorve 75% da produção mundial de titânio, sendo uma das ligas mais versáteis, a liga Ti-6Al-4V. Uma das características que mais tem contribuído para o crescimento do uso do titânio e suas ligas para fins estruturais, refere-se ao seu alto ponto de fusão, cuja utilização concentra-se em temperaturas onde a resistência à fluência, fadiga e a degradação são consideradas essenciais.<sup>(1)</sup> Apesar da eficiência dos tratamentos térmicos na condução de microestruturas mais resistentes aos processos de degradação, a elevada reatividade das ligas à base de titânio e a baixa resistência aos processos de erosão e desgaste em temperaturas elevadas, fazem com que esta classe de materiais seja inadequada para diversas aplicações em engenharia em diferentes meios e condições de temperatura.<sup>(2)</sup> Desta forma, com o objetivo de melhorar as condições tribológicas da liga Ti-6Al-4V, as técnicas de endurecimento e revestimento superficiais por plasma tem-se destacado em muitos trabalhos científicos voltados para produção de componentes para alta temperatura, indústria automobilística e para aplicações na área de biomateriais<sup>(3)</sup>. Neste caso, a nitretação, carbonitretação e a carbonetação além da combinação com a técnica de deposição de revestimentos por PVD (*deposição física na fase vapor*) assistida por plasma, tem apresentado excelentes resultados quando comparados aos conhecidos métodos convencionais na solução de problemas tribológicos.<sup>(3)</sup>

Dos várias técnicas utilizadas para a realização dos tratamentos termoquímicos, a carbonetação a plasma tem sido uma rota promissora. O principal mecanismo de reforço superficial destas técnicas é a formação de carbeto devido à implantação de carbono. As fases formadas sobre a superfície são duras e estáveis a altas temperaturas quando comparadas com o substrato, e contribuem para melhorar a resistência ao desgaste e dureza superficial.<sup>(3)</sup>

O processo de carbonetação pode ser realizado em temperaturas até 1.050°C em meio carbonetado.<sup>(4)</sup> Durante o processo, o endurecimento da superfície é causado pela dissolução de carbono na matriz  $\alpha$ -Ti e pela formação de uma camada de TiC com espessura variando de 1  $\mu\text{m}$  a 10  $\mu\text{m}$ . A carbonetação a plasma não é muito utilizada em função da menor solubilidade do carbono no titânio quando comparado à capacidade difusional do elemento nitrogênio.<sup>(5)</sup> Em geral, muitos fatores são considerados em um processo de seleção de um material para aplicação em temperaturas elevadas. Isto inclui custo, facilidade de fabricação do componente, peso, resistência ao ambiente sob condições normais de operação e capacidade de resistir a sérias deformações ou falhas durante o serviço. Se este material for submetido a deformações por longo período de tempo e altas temperaturas, o fenômeno da fluência deve ser considerado.<sup>(6)</sup> Nas últimas décadas, as atividades para desenvolver novas técnicas com o objetivo de minimizar os processos de degradação em altas temperaturas têm sido direcionadas para as ligas de titânio,

devido a sua excelente resistência específica.<sup>(4)</sup> Desta forma, estes estudos são indicativos de que esta técnica de endurecimento superficial pode contribuir para melhorar o desempenho deste material em condições de fluência.

O objetivo deste trabalho é analisar os efeitos da carbonetação por plasma na liga Ti-6Al-4V submetida a testes de fluência.

## **2 MATERIAL E MÉTODOS**

### **2.1 Caracterização Metalográfica**

A preparação de todas as amostras seguiram os padrões usuais de metalografia, envolvendo embutimento a quente, seguido de lixamento manual com lixas à base de SiC. O polimento foi feito com uma suspensão de sílica coloidal (OP-S) e o ataque à base de HF e HNO<sub>3</sub> (Kroll).

Para a aquisição e captura das imagens em microscopia óptica foi utilizado um microscópio óptico (MO) Nikon Epihot 200. A liga carbonetada foi observada em um microscópio eletrônico de varredura (MEV) de marca JEOL, modelo JSM-5310. Este equipamento utiliza de um filamento de tungstênio convencional e para as análises foi utilizada uma tensão de aceleração de 15 keV.

### **2.2 Tratamentos Térmico e Termoquímico**

Um conjunto de amostras foi tratado termicamente (TT) antes de sofrer processo de carbonetação para a obtenção da microestrutura de Widmanstätten constituída por lamelas grosseiras. As amostras foram limpas e encapsuladas à vácuo em tubos de quartzo com 21 mm de diâmetro. Todas as amostras foram aquecidas em um forno tubular Lindberg/Blue-M modelo STF 54434C sob atmosfera de argônio a 1050°C por 30 minutos, seguido de resfriamento (6°C/ min) até 700°C. As amostras foram mantidas a 700°C por 1 hora e resfriadas ao ar.

O tratamento de carbonetação por plasma foi realizado em um equipamento MP 400 com fonte DC-pulsada de 30 kW a 725°C por um período de 6 h em uma mistura composta por 50% Ar – 45% H<sub>2</sub> – 5% CH<sub>4</sub>.

### **2.3 Medidas de Dureza**

As medidas de microdureza Vickers foram realizadas ao longo da seção transversal como parte da caracterização mecânica do material. Para tanto, foi utilizado um microdurômetro de marca HMV microhardness tester Shimadzu. Foram utilizadas as cargas de 100 gf durante 30s e 10 gf por um período de 15s para as amostras na condição TT e carbonetada, respectivamente.

### **2.4 Caracterização por Difractometria de Raios X**

A liga foi caracterizada pela técnica de difratometria de raios X para a identificação das fases presentes na liga e dos compostos formados nas camadas superficiais após o tratamento termoquímico. Os experimentos foram realizados em um equipamento Shimadzu XRD 6000. As seguintes condições foram adotadas: tensão de 40 kV; corrente de 30 mA; ângulo (2θ) variando de 20° a 95°; passo angular de 0,05° e tempo de contagem de 1s por ponto. As análises foram realizadas a temperatura ambiente sob radiação CuKα com monocromador de grafite. Os

compostos formados foram identificados com o uso dos dados contidos nos registros JCPDS-ICDD,1998 e Villars-Calvert, 1991.<sup>(5)</sup>

## 2.5 Medidas de Rugosidade

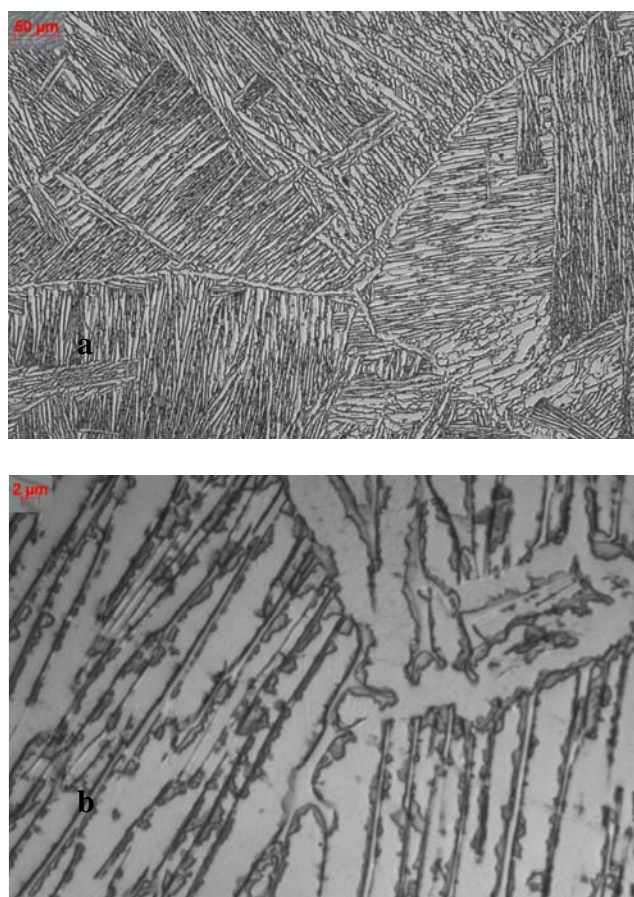
O perfilômetro ótico do tipo Wyko NT 1100 foi utilizado para determinar o parâmetro de rugosidade média Ra das amostras de Ti-6Al-4V. As medidas foram realizadas em modo VSI (vertical scanning interferometry), método que permite a análise de amostras mais rugosas. O comprimento entre último tradutor digital e posição original da amostra variou de 20 µm a 40 µm, dependendo da altura do pico mais alto das amostras. A área de medição foi de 229 x 301 nm<sup>2</sup>, com uma ampliação de 20,5X. A rugosidade média Ra calculada neste trabalho corresponde à média das rugosidades calculadas para cada ponto da superfície das amostras.

## 3 RESULTADOS

### 3.1 Análise Metalográfica

#### 3.1.1 Amostra tratada termicamente

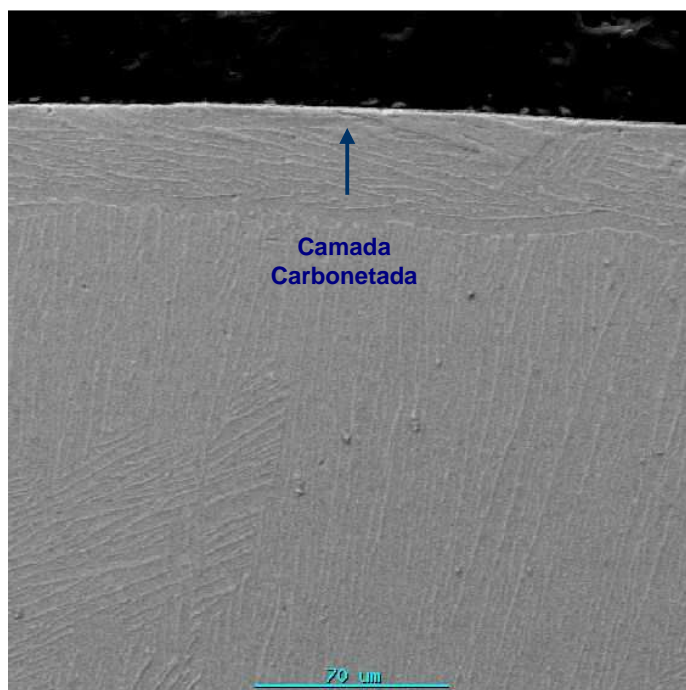
A Figura 1 mostra a seção transversal da liga Ti-6Al-4V tratada termicamente.



**Figura 1.** Microestrutura da liga tratada termicamente (MO) nas ampliações: a) 100X; b) 1.000X.

#### 3.1.2 Amostra carbonetada

A Figura 2 mostra a seção transversal da liga Ti-6Al-4V tratada por carbonetação a plasma.



**Figura 2.** Microestrutura tratada por carbonetação a plasma (MEV): ampliação 500X.

### 3.2 Medidas de Dureza

A Tabela 1 mostra os valores de microdureza Vickers obtidos para cada condição.

**Tabela 1.** Microdureza Vickers das amostras de Ti-6Al-4V

Amostra	Microdureza (HV)
Tratada termicamente	334 ± 18
Camada carbonetada	809 ± 79

### 3.3 Difractometria de Raios X

#### 3.3.1 Amostra como recebida

As Figuras 3 e 4 apresentam os diagramas obtidos pela técnica de difratometria de raios X. Os planos correspondentes aos picos estão discriminados, bem como as fases presentes na condição TT e após a carbonetação da liga Ti-6Al-4V.

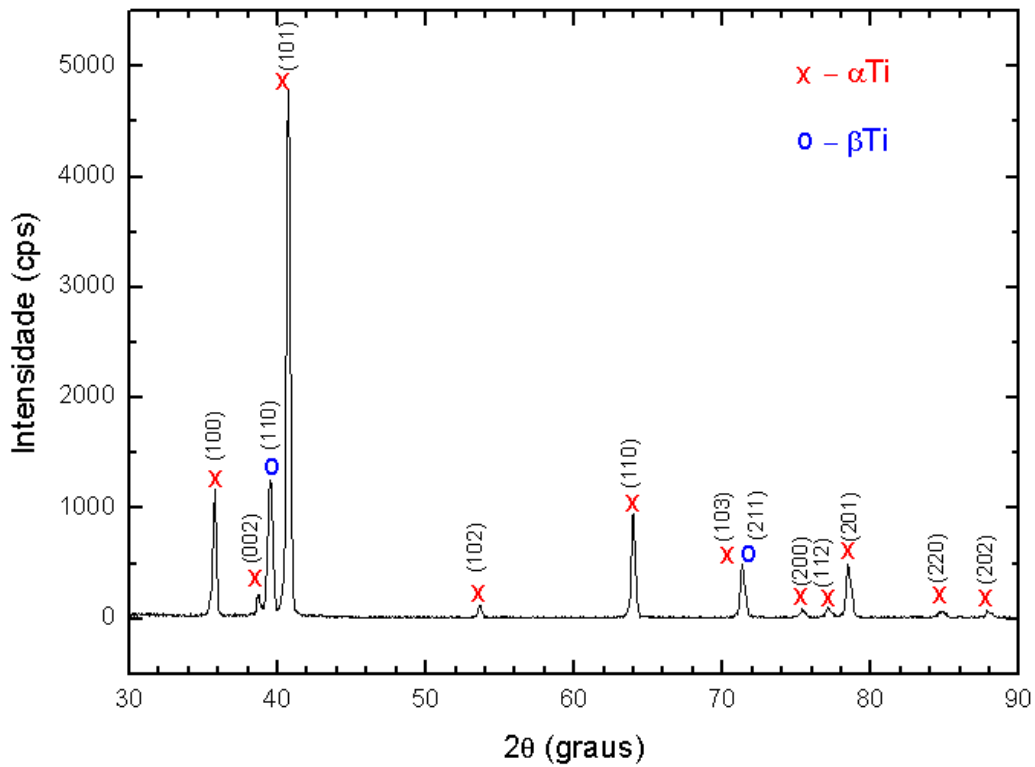


Figura 3. Difratoograma de raios X da amostra tratada termicamente.

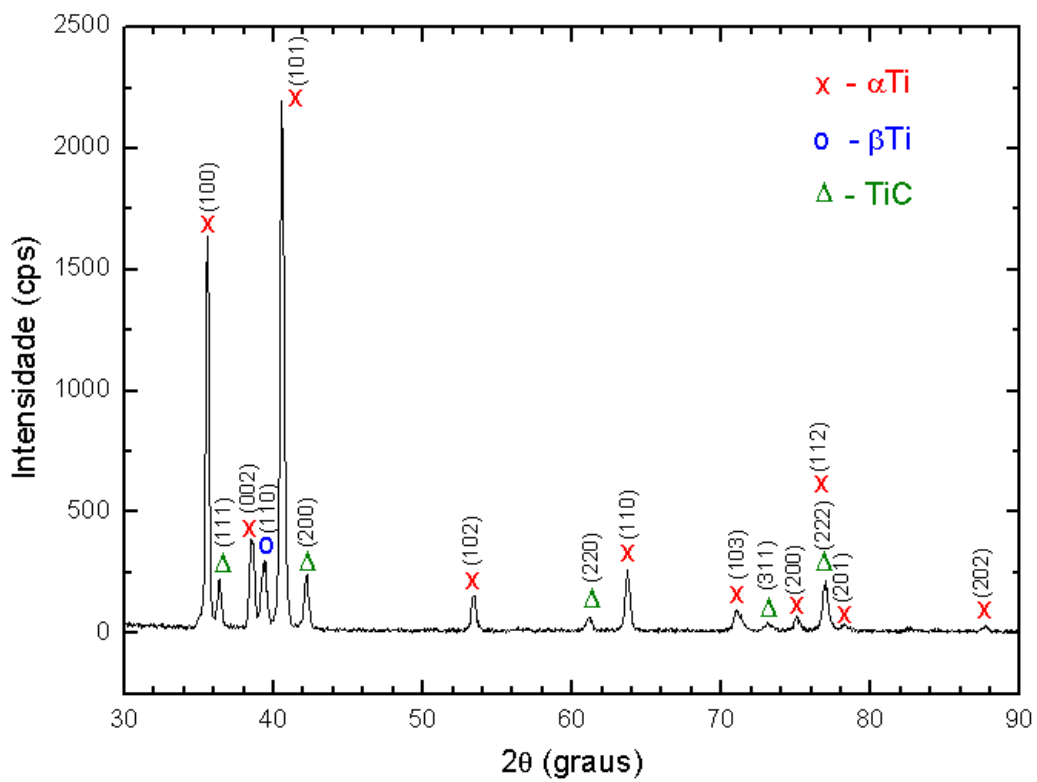


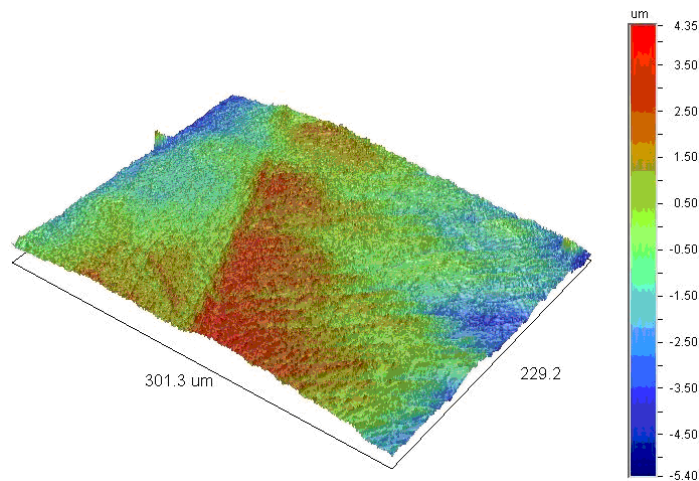
Figura 4. Difratoograma de raios X da amostra tratada por carbonetação a plasma.

### 3.4 Medidas de Rugosidade Média (Ra)

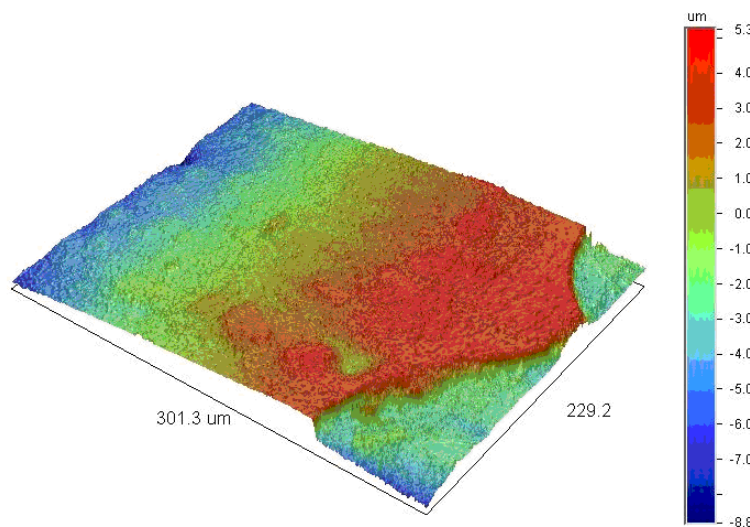
A Tabela 2 e a Figuras 5 e 6 apresentam os resultados da rugosidade média e a configuração superficial referentes às amostras TT e carbonetada por plasma.

**Tabela 2.** Rugosidade média das amostras de Ti-6Al-4V

Amostras	Rugosidade média ( $\mu\text{m}$ )
Tratada termicamente	1,29
Carbonetada	2,02



**Figura 5.** Configuração superficial da liga Ti-6Al-4V tratada termicamente.



**Figura 6.** Configuração superficial da liga Ti-6Al-4V carbonetada.

### 3.5 Testes de Fluência

A Figura 7 apresenta as curvas de fluência obtidas a 600°C e 222 MPa para as amostras testadas nas condições TT e carbonetada. A Tabela 3 apresenta os valores dos principais parâmetros experimentais, taxa de deformação secundária ( $\dot{\epsilon}_s$ ) e tempo de fratura ( $t_f$ ), para a liga nas condições TT e carbonetada.

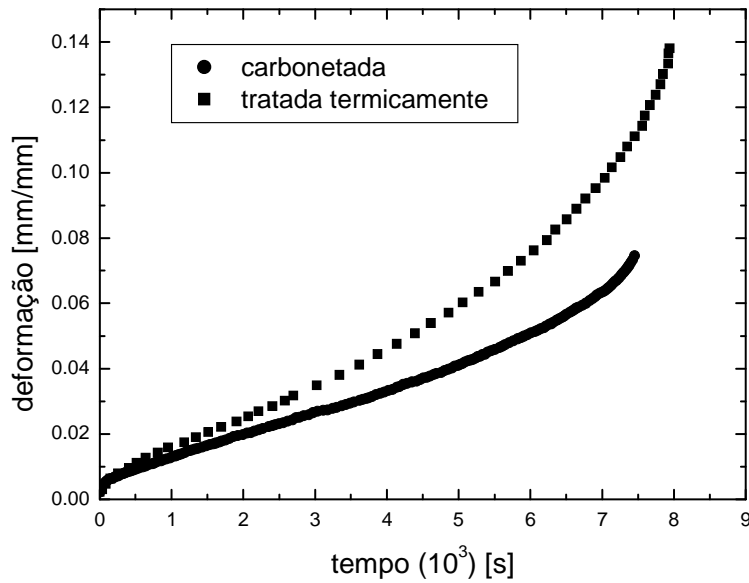


Figura 7. Curvas típicas de fluência a 600°C e 222 MPa para as amostras TT e carbonetada.

Tabela 3. Parâmetros experimentais a 600 °C para a liga TT e carbonetada

Parâmetro	Carbonetada		Tratada termicamente	
	222 MPa	300 MPa	222 MPa	300 MPa
$\dot{\epsilon}_s$ (1/s)	$6,961 \times 10^{-6}$	$4,010 \times 10^{-5}$	$8,991 \times 10^{-6}$	$5,829 \times 10^{-5}$
$t_f$ ( $10^3$ s)	7,451	1,220	7,938	0,814

#### 4 DISCUSSÃO

O difratograma da liga Ti-6Al-4V (Figura 3) tratada termicamente identifica a presença das fases  $\alpha$  (HC) e  $\beta$  (CCC) e permitem observar que a fase  $\beta$  está associada preferencialmente a picos de menor intensidade. A fase  $\alpha$  é caracterizada por picos de alta intensidade referente aos planos (002) e (110) observados em  $2\theta = 38,7^\circ$ ,  $2\theta = 40,5^\circ$  e  $2\theta = 40,5^\circ$  com níveis de 1.564 cps, 1.164 cps e 4.900 cps, respectivamente. A detecção da presença da fase  $\beta$  foi dificultada, possivelmente, devido a menor fração volumétrica deste constituinte na microestrutura e ao fato de que a fase  $\beta$  é caracterizada pela presença da reflexão (110), a qual é sobreposta ao pico de elevada intensidade (002) da fase  $\alpha$ .

A Figura 4 apresenta o difratograma referente a liga Ti-6Al-4V carbonetada a partir do material tratado termicamente. Após o processo de carbonetação, o diagrama constata a presença de Ti- $\beta$  em picos de baixa intensidade com valores abaixo de 500 cps. A presença de Ti- $\alpha$  é observada de forma acentuada em (100) e (101) com intensidades de 1638 e 2177 cps, respectivamente. O composto TiC, com  $1,5\mu$  de espessura, pode ser observado em (111);  $36,3^\circ$ , (200);  $42,1^\circ$ , (220);  $61,1^\circ$ , (311);  $73,05^\circ$  e (222);  $76,05^\circ$ . Ao contrário das análises realizadas por Kim et al.,<sup>(4)</sup> não foi





observada a presença do carboneto  $V_4C_3$  na composição da camada carbonetada. Os autores não justificam a presença desta fase, embora as condições de tratamento realizadas a  $900^\circ\text{C}$  por um período de 6 h em uma atmosfera de 17 vol.%  $\text{CH}_4\text{-Ar-H}_2$  sejam diferentes das condições apresentadas neste trabalho.

A fase TiC apresenta uma tendência de formar compostos não-estequiométricos. Estudos conduzidos com carbeto não-estequiométricos com composição variando na faixa de  $\text{TiC}_{0,55}$  a  $\text{TiC}_{0,95}$  mostraram que o parâmetro de rede pode variar numa faixa de 4,2832 a 4,3172 Å.<sup>(7)</sup> Liu e Dupont<sup>(8)</sup> assumiram que este parâmetro varia linearmente com a composição do carbeto. Fazendo a mesma consideração neste trabalho, tem-se que o carbeto formado se apresenta, provavelmente, com a fórmula  $\text{TiC}_{0,66}$ . Os valores médios de microdureza (Tabela 1) obtidos para a liga tratada termicamente com a estrutura de Widmanstätten e para a liga carbonetada correspondem a  $334\pm 18$  e  $809\pm 79$ , respectivamente. O valor obtido para a liga com tratamento térmico compreende a faixa de 200 e 400 HV reportados na literatura.<sup>(9)</sup> O valor de microdureza em torno de 750 HV determinado por Luo, Jin e Fisher<sup>(10)</sup> para a liga Ti-6Al-4V carbonetada, foi vinculada somente à presença de TiC e encontra-se compatível com o resultado deste trabalho.

Os valores de rugosidade apresentados na Tabela 2 resultaram no valor médio de  $2,02\ \mu\text{m}$  e corresponde a um aumento de 58% quando comparado ao valor da liga tratada termicamente utilizada para a carbonetação por plasma. Este valor e as configurações observadas nas Figuras 5 e 6 demonstram a irregularidade da camada de TiC formada após o tratamento, a qual pode contribuir com a presença de concentradores de tensão na superfície das amostras.

As curvas (Figura 7) obtidas para as condições TT e carbonetada apresentam os três estágios de fluência bem definidos. Com base nos dados da Tabela 3, observa-se que a taxa secundária aumenta com a tensão aplicada. Nesta temperatura de trabalho, com base na condição TT, a diferença percentual entre os valores referentes à taxa estacionária compreende a faixa de 23% a 31%. Com base no tempo de fratura, os tempos de fratura a 222 MPa são similares. Entretanto, a 300 MPa houve um aumento de 1,5 para a condição carbonetada quando comparado à liga TT. O aumento menos significativo observado para o tempo de fratura pode estar relacionado com o aumento da rugosidade da liga carbonetada. De uma forma geral, o aumento de resistência resulta da formação da camada dura de TiC e do endurecimento por solução sólida devido a difusão do carbono na matriz.

## 5 CONCLUSÃO

As análises metalográficas permitiram concluir que a microestrutura da liga TT e após a carbonetação é constituída pela configuração de Widmanstätten. As medidas de dureza do material como recebido e do material carbonetado correspondem a  $300 \pm 17$  HV e  $809 \pm 79$  HV, respectivamente. A camada composta por TiC, apresentou espessura em torno de  $1,5\ \mu\text{m}$  e contribuiu para o aumento dos valores de rugosidade média. Com base nos valores da taxa secundária e do tempo de fratura, a liga carbonetada apresentou maior resistência em relação à liga tratada termicamente.

## Agradecimentos

Os autores agradecem à FAPESP pelo suporte financeiro para a realização deste trabalho.

## REFERÊNCIAS

- 1 GARDNER, A. Tight times for titanium. *Metal Bulletin Monthly*, v. 286, p. 34-35, 1994.
- 2 MARRIOTT, J.B. Future materials requirements for high temperature power engineering components. *Materials and Design*, v. 11, p. 122-128, 1990.
- 3 MOLINARI, A., STRAFFELINI, G., TESI, B., BACCI, T., PRADELLI, G. Effects of load and sliding speed on the tribological behaviour of Ti-6Al-4V plasma nitrided at different temperatures. *Wear*, v. 203, p. 447-454, 1997.
- 4 KIM, T.S., PARK, Y.G., WEY, M.Y. Characterization of Ti-6Al-4V alloy modified by plasma carburizing process. *Materials Science and Engineering A*, v. 361, p. 275-280, 2003.
- 5 TSUJI, N.; TANAKA, S.; TAKASUGI, T. Effect of combined plasma-carburizing and deep-rolling on notch fatigue property of Ti-6Al-4V alloy. *Materials Science and Engineering A*, v. 499, p. 482-488, 2009.
- 6 LEYENS, C.; PETERS, M (EDS). *Titanium and titanium alloys: fundamentals and applications*. Weinheim: WILEY-VCH, 2003, 499 p. ISBN 3527305343.
- 7 CAPALDI, M. J.; SAIDI, A.; WOOD, J. V. Reaction Synthesis of TiC and Fe-TiC Composites. *ISIJ International*, v. 37, n. 2, p. 188-193, 1997.
- 8 LIU, W.; DUPONT, J. N. Fabrication of functionally graded TiC/Ti composites by Laser Engineered Net Shaping. *Scripta Materialia*, v. 48, p. 1337-1342, 2003.
- 9 ZHECHEVA, A.; SHA, W.; MALINOV, S.; LONG, A. Enhancing the microstructure and properties of titanium alloys through nitriding and other surface engineering methods. *Surfacers and Coatings Technology*, v. 200, p. 2192-2207, 2005.
- 10 LUO, Y.; GE, S.; JIN, Z.; FISHER, J. Formation of titanium carbide coating with micro-porous structure. *Applied Physics A: Materials Science and Processing*, v. 98, p. 765-768, 2010.