

# ESTUDO DO COMPORTAMENTO MECÂNICO EM TEMPERATURAS ELEVADAS DA LIGA Ti-6Al-4V TERMICAMENTE OXIDADA<sup>1</sup>

Beatriz de Pádua Severino<sup>2</sup>  
Carla Lima Aguiar<sup>3</sup>  
Mariano Castagnet<sup>4</sup>  
Antonio Augusto Couto<sup>5</sup>  
Danieli Aparecida Pereira Reis<sup>6</sup>  
Carlos de Moura Neto<sup>7</sup>

## Resumo

Neste trabalho foi investigada a influência de diversos tempos de oxidação térmica a 800°C da liga Ti-6Al-4V nas propriedades mecânicas em tração a 600°C. Corpos-de-prova foram oxidados termicamente a 800°C nos tempos de 0,5 h, 1 h, 2 h, 5 h, 10 h, 20 h e 40 h. Na sequência, foram feitas análises de metalografia, microdureza, ensaios de tração a 600°C e observação das superfícies de fratura. Com a oxidação térmica forma-se uma camada de óxidos que se destaca (mais externa) e uma camada de óxido aderida ao substrato, que aumenta com o aumento do tempo de oxidação térmica. A resistência mecânica da liga Ti-6Al-4V não varia significativamente com a oxidação térmica, mas a redução em área diminui com o aumento da camada oxidada, assim como a inclinação da curva tensão-deformação após o limite de resistência. A fratura dos corpos-de-prova ensaiados em tração a 600°C é predominantemente dúctil com a presença de microcavidades. Na região da camada oxidada observa-se fratura frágil com trincas radiais e indícios de fratura intergranular.

**Palavras-chave:** Ti-6Al-4V; Oxidação térmica; Temperaturas elevadas; Tração.

## STUDY OF HIGH TEMPERATURES MECHANICAL BEHAVIOR OF THE Ti-6Al-4V ALLOY THERMICALLY OXIDATED

### Abstract

In this study was investigated the influence of thermal oxidation at 800°C in the Ti-6Al-4V alloy submitted to tensile tests at 600°C. Specimens were thermally oxidized at 800°C for times of 0.5 h, 1 h, 2 h, 5 h, 10 h, 20 h and 40 h. Following were carried out metallographic analysis, microhardness, tensile tests at 600°C and observations of the fracture surfaces. By thermal oxidation to form a detached oxide layer and an oxide layer adhered to the substrate that increases with increasing time of thermal oxidation. The mechanical strength of the Ti-6Al-4V does not vary significantly with the thermal oxidation, but the reduction in area decreases with the increase of the oxidized layer as well as the slope of the stress-strain curve after the ultimate strength. The fracture of the specimens tensile tested at 600°C is predominantly ductile with the presence of microvoids. In the region of the oxidized layer is observed brittle fracture with radial cracks and some evidence of intergranular fracture.

**Key words:** Ti-6Al-4V; Thermal oxidation; High temperatures; Tensile test.

<sup>1</sup> Contribuição técnica ao 67<sup>o</sup> Congresso ABM - Internacional, 31 de julho a 3 de agosto de 2012, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

<sup>2</sup> Graduanda em Física, IPEN, CNEN, SP, Brasil.

<sup>3</sup> Graduanda em Engenharia de Materiais, IPEN, CNEN, SP, Brasil.

<sup>4</sup> Doutorando, IPEN, CNEN, SP, Brasil.

<sup>5</sup> Doutor do IPEN, CNEN e da Universidade Presbiteriana Mackenzie, SP, Brasil.

<sup>6</sup> Doutora da Universidade Federal de São Paulo (UNIFESP), SP, Brasil.

<sup>7</sup> Doutor do Instituto Tecnológico da Aeronáutica, Brasil.

## 1 INTRODUÇÃO

O Titânio e suas ligas vem sendo utilizados em diversos setores industriais desde a década de 1950, estimulado pela indústria aeroespacial, para substituição das ligas de alumínio ou fabricação de componentes para uso em condições severas<sup>(1)</sup>. No Brasil, esse desenvolvimento ocorreu principalmente devido ao Projeto Titânio entre 1965 e 1990 visando reduzir seu atraso tecnológico perante os países mais avançados no desenvolvimento de materiais de cunho tecnológico<sup>(2)</sup>. Características como alta resistência mecânica, boa resistência à corrosão, baixa massa específica e estabilidade metalúrgica conferem a este material muita utilidade no que diz respeito a componentes estruturais submetidos a altas temperaturas.

A liga Ti-6Al-4V com microestrutura bimodal  $\alpha$ , hexagonal compacta e  $\beta$ , cúbica de corpo centrado, termicamente tratável, é considerada a liga mais importante e utilizada, combinando trabalhabilidade e ótimas propriedades mecânicas. Porém, para o entendimento das condições de utilização dessa liga é necessário entender os mecanismos associados à oxidação e seus efeitos nas propriedades mecânicas do material. A fortíssima afinidade do titânio pelo oxigênio limita sua aplicação em temperaturas elevadas devido à formação de uma camada de óxido muito frágil<sup>(3)</sup>.

Apesar dos notáveis avanços no desenvolvimento de ligas de titânio com elevada resistência à tração e à fluência e ductilidade em altas temperaturas, a oxidação é um fator limitante no uso dessas ligas em temperaturas superiores a 600°C. Pesquisas extensivas têm sido feitas com o intuito de uma melhor compreensão do processo de oxidação térmica em ligas de titânio<sup>(4,5)</sup>. Além disto, há diversos estudos em metais com estrutura cristalina cúbica de faces centrada e (CFC) e cúbica de corpo centrado (CCC) em temperaturas elevadas. Entretanto, ainda é insipiente o entendimento a respeito do comportamento de ligas e metais com estrutura hexagonal compacta (HC) em temperaturas elevadas<sup>(6)</sup>.

Este trabalho pretendeu dar uma contribuição ao entendimento do processo de oxidação térmica e sua influência nas propriedades mecânicas em temperaturas elevadas da liga Ti-6Al-4V. Para isto foi investigado o efeito do processo de oxidação térmica com tempo variável no comportamento em tração a quente da liga.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

Para a realização do presente trabalho, foi utilizada a liga Ti-6Al-4V na forma de barras cilíndricas de 6 mm de diâmetro, adquiridas junto a empresa Ti Brasil. A condição como recebida encontra-se conformada mecanicamente, recozida a 800°C por 2 horas e resfriada ao ar. A Tabela 1 mostra a composição química da liga. A oxidação térmica foi realizada em amostras da barra da liga Ti-6Al-4V cortadas em pedaços de 5 mm de comprimento e nos corpos-de-prova de tração. A oxidação foi realizada em um forno circular aberto com três zonas de controle de temperatura, a 800°C e ao ar. Os tempos de oxidação foram de 0,5 h, 1 h, 2 h, 5 h, 10 h, 20 h e 40 h.

Após a oxidação térmica, as amostras foram ensaiadas em tração a quente. A Figura 1 apresenta o corpo-de-prova de dimensões da seção reta de  $(36,34 \pm 0,05)$ mm de comprimento e diâmetro de  $(4,11 \pm 0,08)$ mm utilizado nos ensaios de tração. Para os ensaios de tração a quente foi utilizada uma máquina universal de ensaios Instron 4400R acoplada a um forno vertical circular aberto. O controle da temperatura de ensaio foi feito utilizando-se dois termopares do tipo Cromel-Alumel encostados nos limites da seção reduzida dos corpos-de-prova. Os ensaios foram

executados a 600°C com taxa de deformação nominal média de  $1,0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Foi executado um ensaio de tração para cada condição de oxidação.

Tabela 1. Composição química da liga Ti-6Al-4V

Elementos	Al	V	Fe	O	N	H	C	Outros	Ti
Teor (% em peso)	5,5 a 6,75	3,5 a 4,5	Max. 0,4	Max. 0,2	Max. 0,05	Max. 0,125	Max. 0,1	Max. 0,4	Balanço



Figura 1. Corpo-de-prova utilizado nos ensaios de tração a 600°C.

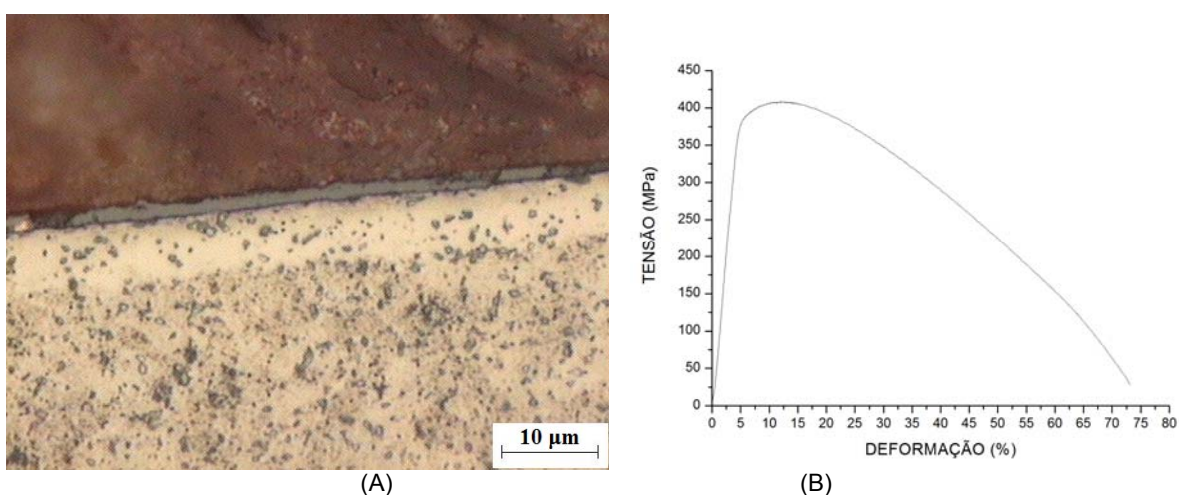
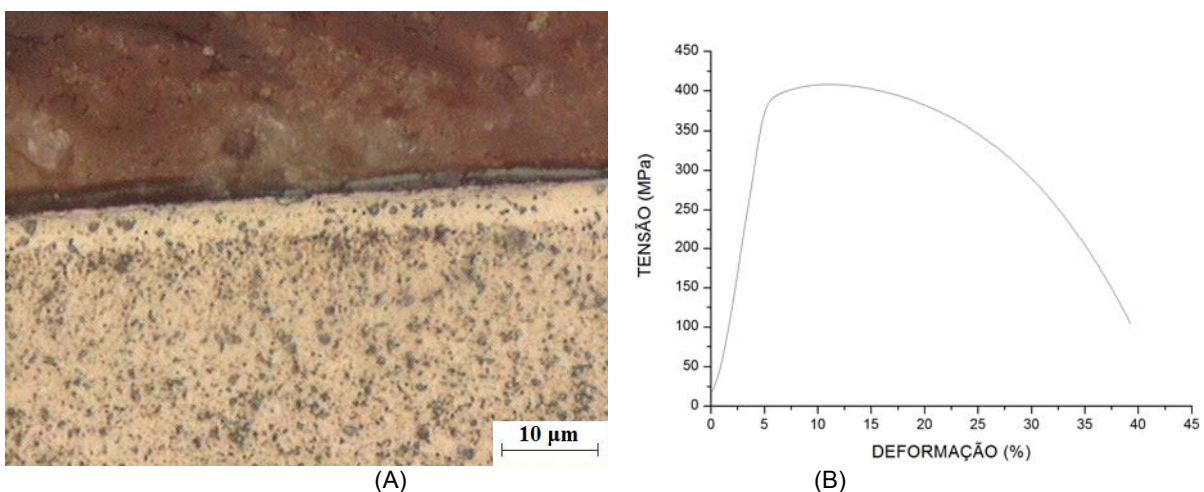
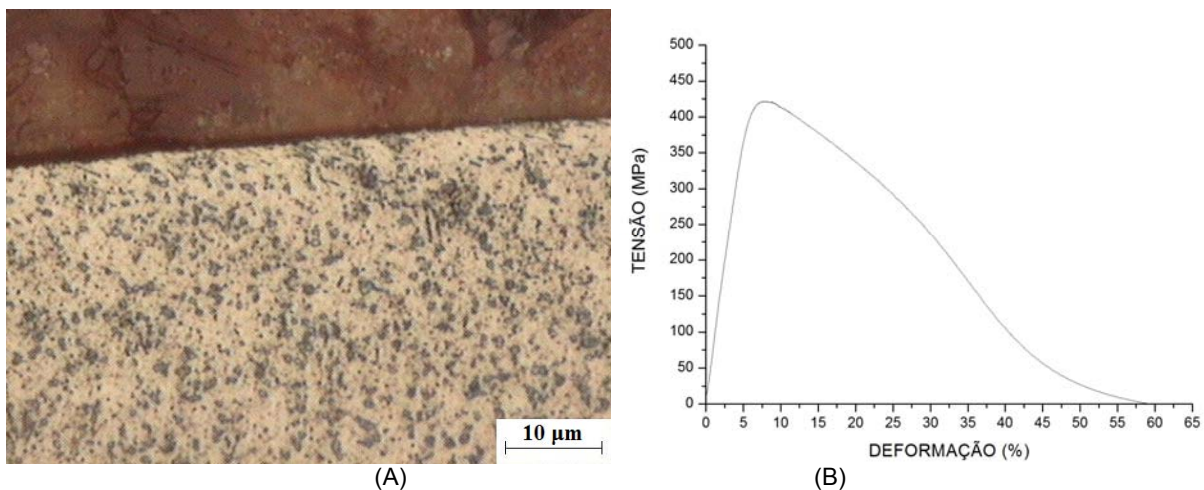
As medidas de microdureza Vickers foram realizadas nas amostras preparadas metalograficamente utilizando um microdurômetro da Buheler com aplicação de 10 g de carga. Foram feitas cinco medidas de microdureza para cada região analisada. A caracterização microestrutural foi realizada por microscopia óptica (MO) e sua preparação seguiu os padrões usuais de metalografia: embutimento a quente, seguido de lixamento com lixas à base de SiC, na sequência de 120, 240, 320, 400, 600 e 1.200 mesh. O polimento químico foi feito com uma solução de 260 mL OPS, 40 mL H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (30%), 1 mL HNO<sub>3</sub> e 0,5 mL HF. As análises das superfícies de fratura dos corpos-de-prova ensaiados em tração a 600°C foram feitas por meio de um microscópio eletrônico de varredura Hitashi TM 3000.

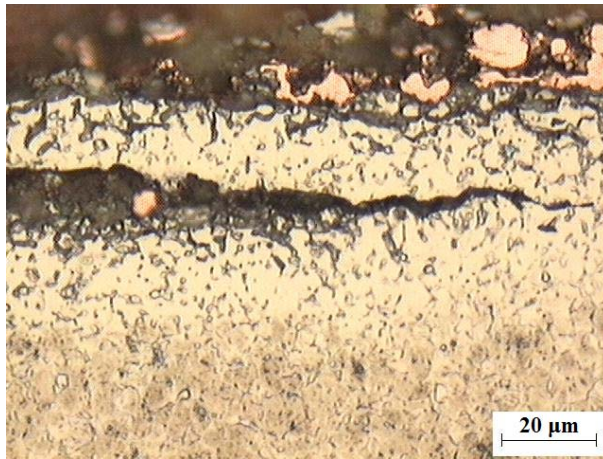
### 3 RESULTADOS

Na Figura 2 é mostrada a micrografia óptica da liga Ti-6Al-4V, onde observa-se a presença das duas fases  $\alpha$  e  $\beta$  (bimodal). Nas figuras de 3 a 9 são apresentadas as micrografias observadas por microscopia óptica das amostras submetidas à oxidação térmica a 800°C em tempos de 0,5, 1, 2, 5, 10, 20 e 40 h, respectivamente. Nas Figuras de 2 a 9 são também mostradas as curvas de ensaios de tração a 600°C respectivas para cada tempo de oxidação térmica a 800°C. Como pode ser observado nas micrografias, existem duas camadas formadas em decorrência da oxidação térmica. Uma camada observada em tom de cinza, como por exemplo, nas Figuras 3 e 4, que se destaca do substrato cuja análise por difração de raios X identificou basicamente o TiO<sub>2</sub> com pequena quantidade de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

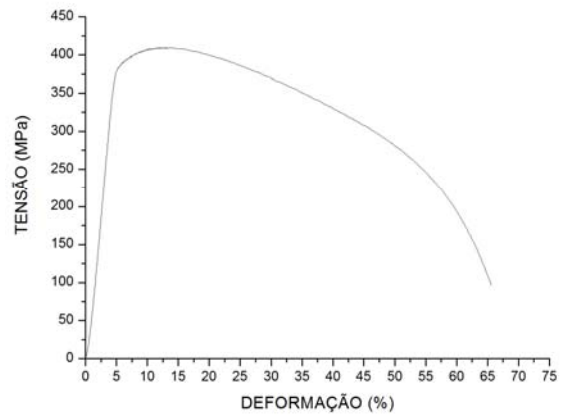
Outra camada pode ser observada nas micrografias das amostras oxidadas, caracterizada por uma faixa mais clara ao longo de toda a região periférica das amostras. A espessura desta camada de óxido difundido foi medida e os resultados em função do tempo de oxidação térmica a 800°C estão apresentados na Tabela 2.





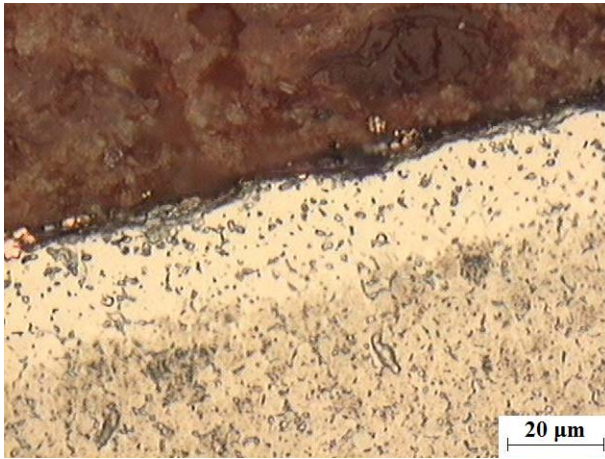


(A)

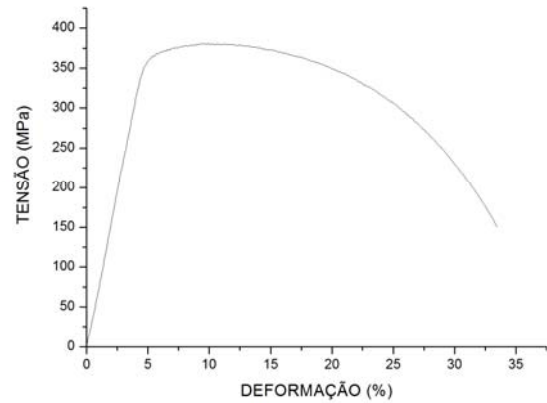


(B)

**Figura 5.** (A) Micrografia da liga Ti-6Al-4V como oxidada termicamente a 800°C por 2 h.(B) Curva tensão x deformação em tração a 600°C da liga Ti-6Al-4V previamente oxidada termicamente a 800°C por 2 h.

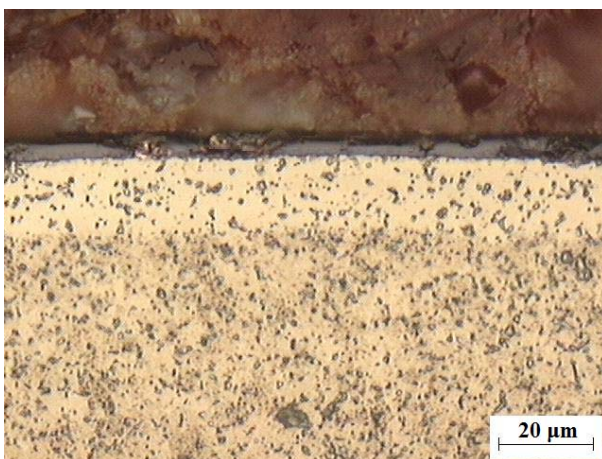


(A)

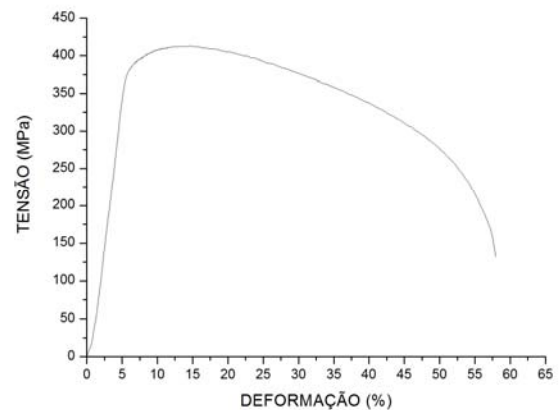


(B)

**Figura 6.** (A) Micrografia da liga Ti-6Al-4V como oxidada termicamente a 800°C por 5 h.(B) Curva tensão x deformação em tração a 600°C da liga Ti-6Al-4V previamente oxidada termicamente a 800°C por 5 h.



(A)



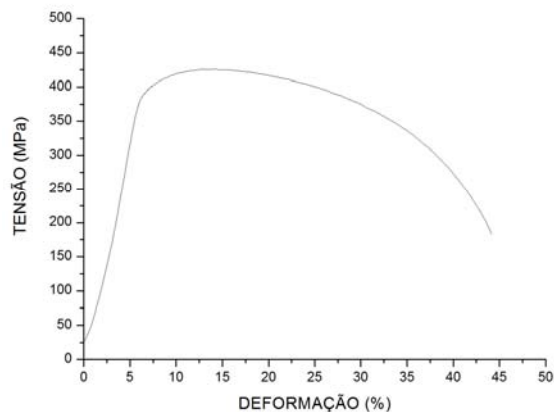
(B)

**Figura 7.** (A) Micrografia da liga Ti-6Al-4V como oxidada termicamente a 800°C por 10 h.(B) Curva tensão x deformação em tração a 600°C da liga Ti-6Al-4V previamente oxidada termicamente a 800°C por 10 h.



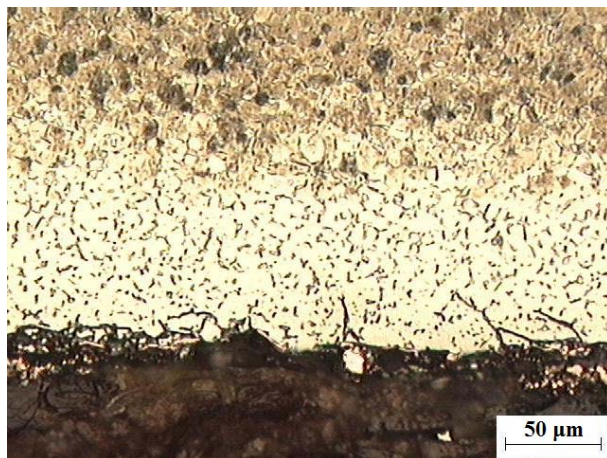


(A)

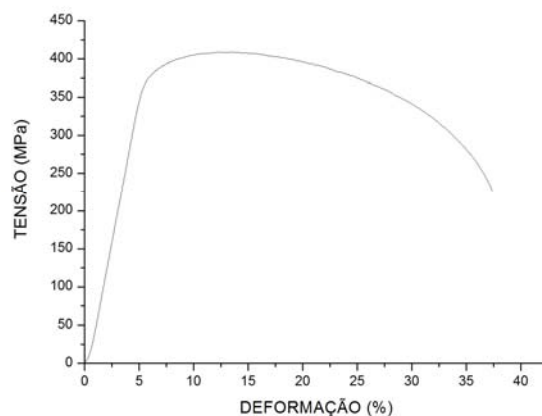


(B)

**Figura 8.** (A) Micrografia da liga Ti-6Al-4V como oxidada termicamente a 800°C por 20 h.(B) Curva tensão x deformação em tração a 600°C da liga Ti-6Al-4V previamente oxidada termicamente a 800°C por 20 h.



(A)



(B)

**Figura 9.** (A) Micrografia da liga Ti-6Al-4V como oxidada termicamente a 800°C por 40 h.(B) Curva tensão x deformação em tração a 600°C da liga Ti-6Al-4V previamente oxidada termicamente a 800°C por 40 h.

**Tabela 2.** Espessura da camada em função do tempo de oxidação térmica a 800°C

Tempo de Oxidação Térmica [h]	0,5	1	2	5	10	20	40
Espessura da Camada [μm]	4	7	15	20	40	52	80

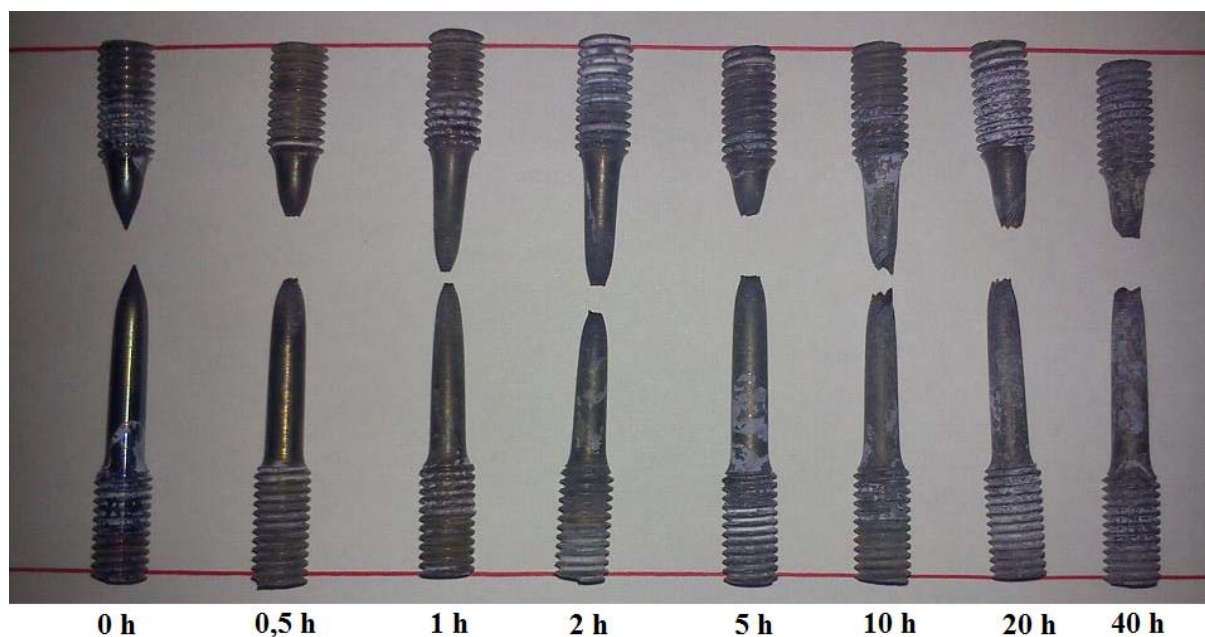
Os valores médios de microdureza Vickers obtido nas regiões da camada mais clara e do substrato (interior da amostra) foram  $550 \pm 30$  HV e  $300 \pm 25$  HV, respectivamente. O valor real de microdureza da camada clara deve ser ainda superior ao apresentado anteriormente devido ao tamanho da indentação gerada nas medidas de microdureza ter ultrapassado o limite da camada, atingindo parcialmente também o substrato de menor dureza. Os resultados das propriedades mecânicas obtidas nos ensaios de tração a 600°C (limite de escoamento,  $\sigma_e$ , limite de resistência,  $\sigma_{máx.}$  e alongamento total  $\epsilon_{total}$ ) estão apresentados na tabela 3.

Na Figura 10 são mostrados os corpos-de-prova fraturados em tração a 600°C. Abaixo de cada corpo-de-prova está indicado o tempo de oxidação térmica a 800°C que foi submetido antes do ensaio de tração. Na Tabela 4 são apresentados os valores de redução em área em função do tempo de oxidação térmica a 800°C medidos na região da fratura. As superfícies de fratura dos corpos-de-prova

ensaiados em tração a 600°C previamente oxidados termicamente são apresentadas nas Figuras 11 a 14. Nas Figuras 11 e 12 são mostradas as regiões periférica e central da superfície de fratura do corpo-de-prova previamente oxidado termicamente a 800°C por 0,5 h. Nas Figuras 13 e 14 são mostradas as superfícies de fratura das mesmas regiões no corpo-de-prova previamente oxidado termicamente a 800°C por 20 h. Optou-se por apresentar estas superfícies de fratura porque são representativas dos corpos-de-prova submetidos a pouco tempo de oxidação térmica (0,5 h) e muito tempo (20 h).

**Tabela 3.** Valores de limite de escoamento, limite de resistência e alongamento total obtidos nos ensaios de tração a 600°C em função do tempo de oxidação térmica a 800°C

Tempo de Oxidação	$\sigma_e$ [MPa]	$\sigma_{m\acute{a}x.}$ [MPa]	$\epsilon_{total}$ [%]
0	378	420,34	59,31
0,5	360	408,18	39,25
1	356	407,36	73,13
2	371	408,16	65,59
5	356	380,75	33,48
10	365	411,18	57,96
20	388	426,08	44,15
40	359	408,89	37,40

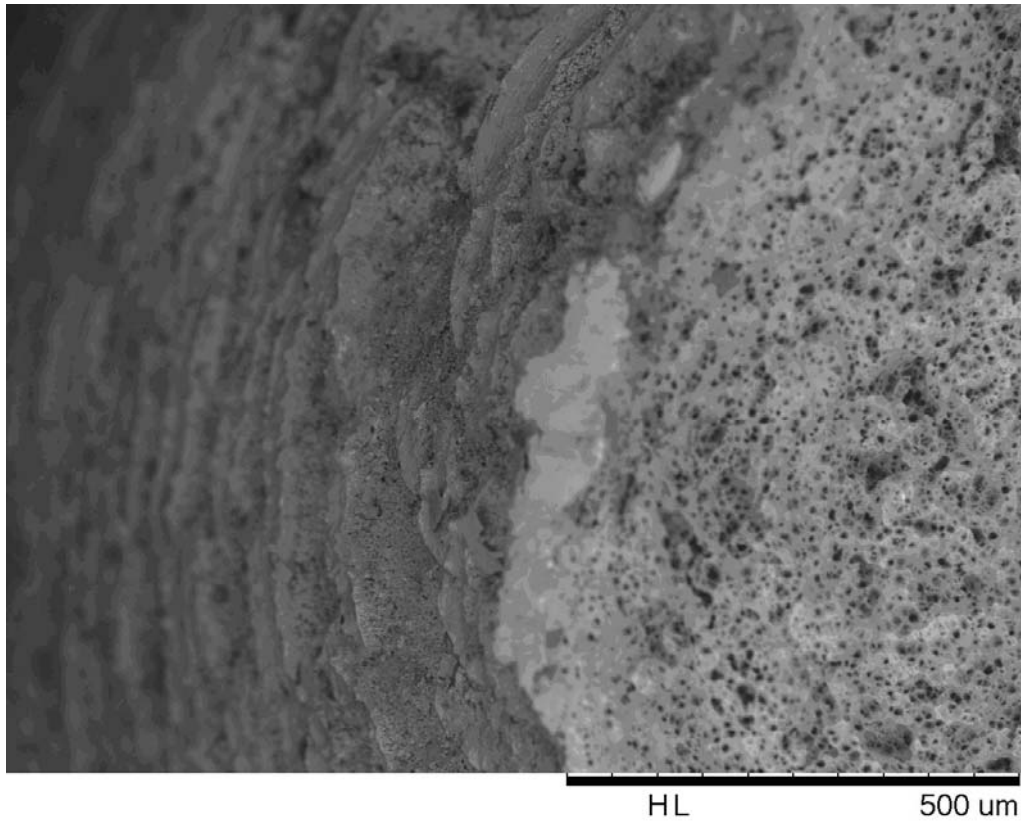


**Figura 10.** Corpos-de-prova fraturados em tração a 600°C após oxidação térmica a 800°C.

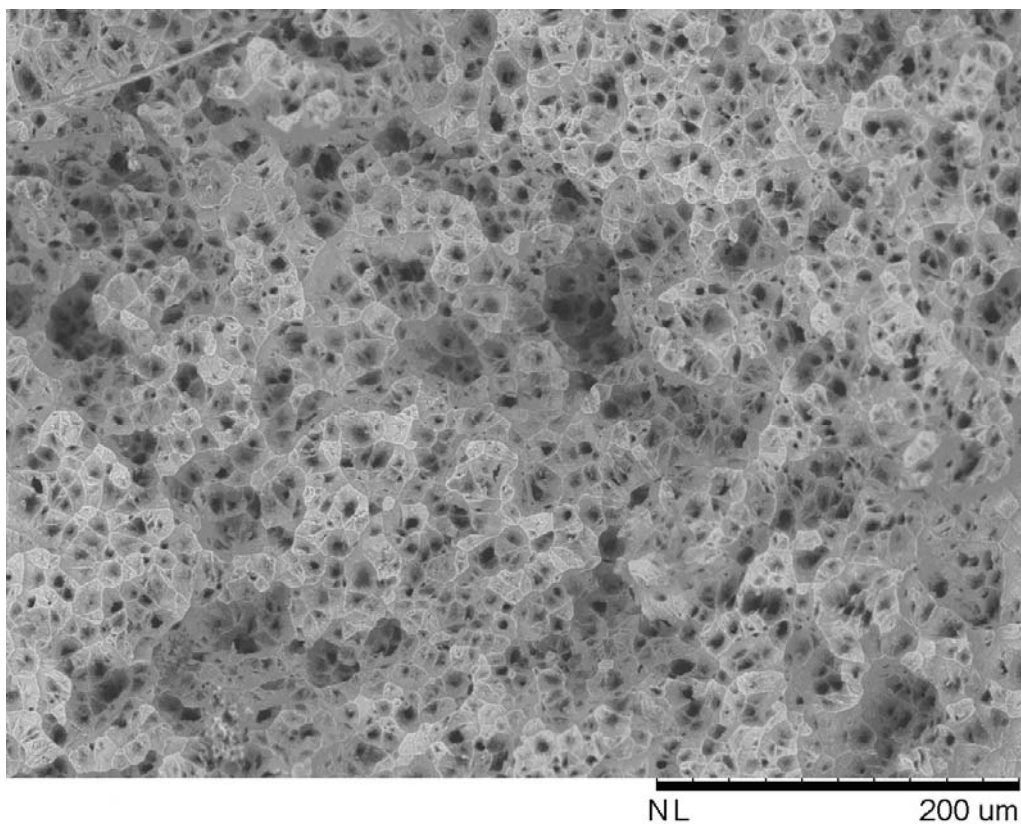
**Tabela 4.** Valores de redução em área após ensaios de tração a 600°C em função do tempo de oxidação térmica a 800°C que o corpo-de-prova foi submetido antes do ensaio

Tempo de Oxidação Térmica [h]	0	0,5	1	2	5	10	20	40
Redução em Área [%]	98	82	90	80	69	62	60	53



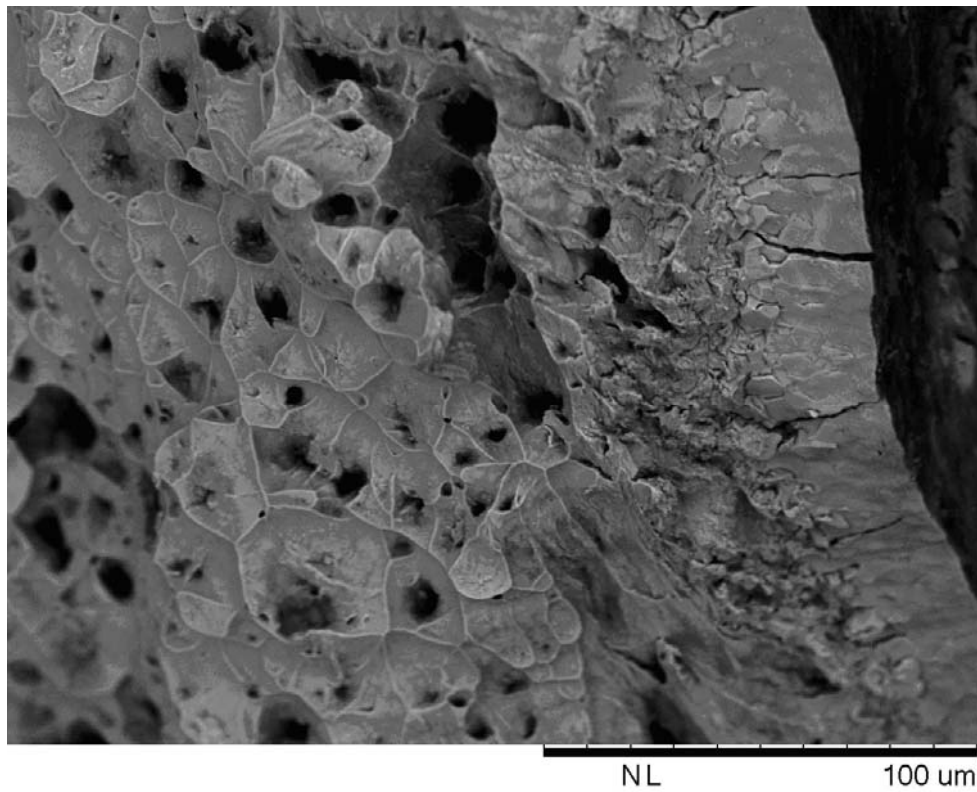


**Figura 11.** Região periférica da superfície de fratura observada por microscopia eletrônica de varredura do corpo-de-prova ensaiado em tração a 600°C após oxidação térmica a 800°C por 0,5 h.

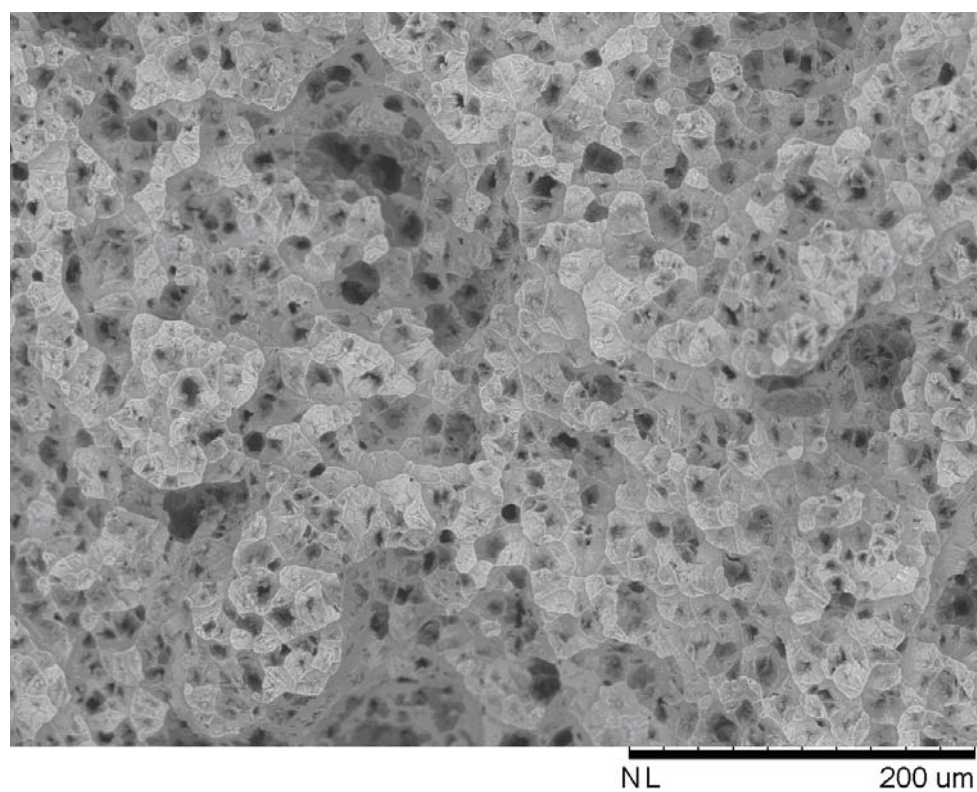


**Figura 12.** Região central da superfície de fratura observada por microscopia eletrônica de varredura do corpo-de-prova ensaiado em tração a 600°C após oxidação térmica a 800°C por 0,5 h.





**Figura 13.** Região periférica da superfície de fratura observada por microscopia eletrônica de varredura do corpo-de-prova ensaiado em tração a 600°C após oxidação térmica a 800°C por 20 h.



**Figura 14.** Região central da superfície de fratura observada por microscopia eletrônica de varredura do corpo-de-prova ensaiado em tração a 600°C após oxidação térmica a 800°C por 20 h.

## 4 DISCUSSÃO

A oxidação térmica a 800°C provocou a formação de uma camada de óxidos de titânio (TiO<sub>2</sub>) e de alumínio (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) que se destacam. Além disto, ocorreu a formação de uma camada de óxidos difundidos mais clara ao longo de toda a região periférica das amostras oxidadas. Esta camada clara é maior à medida que se aumenta o tempo de oxidação. Nota-se que a espessura desta camada varia de acordo com a segunda Lei de Fick para a difusão, que diz que a derivada de primeira ordem da concentração no tempo é proporcional a derivada de segunda ordem da concentração na distância. O coeficiente de proporcionalidade é o coeficiente de difusão.

Os valores de limite de escoamento e limite de resistência obtidos em ensaios de tração a 600°C não varia significativamente com a variação do tempo de oxidação térmica a 800°C. O limite de escoamento apresenta valores na faixa aproximada de 360 a 380 MPa e o limite de resistência na faixa de 400 a 420 MPa. Estes valores parecem indicar que a oxidação térmica não teve efeito no aumento da resistência mecânica da liga Ti-6Al-4V. Contudo, nota-se uma variação significativa no formato das curvas tensão-deformação. No corpo-de-prova não oxidado termicamente, após o limite de resistência, a curva (Figura 2b) tem uma queda muito acentuada, com a deformação ocorrendo até praticamente zerar a tensão aplicada. As curvas tensão-deformação dos ensaios de tração a 600°C dos corpos-de-prova previamente oxidados não apresentam a mesma queda de tensão. O declive destas curvas é mais suave, quase atingindo um patamar para tempos mais longos de oxidação.

Numa associação do formato das curvas com os valores obtidos de redução em área (Figura 10 e Tabela 4), nota-se, de uma maneira geral, que com o aumento do tempo de oxidação térmica, a redução em área diminui. Como com o aumento do tempo de oxidação térmica também se tem o aumento da camada clara, pode-se afirmar que esta camada é responsável pela alteração do mecanismo de deformação a 600°C. Com o aumento da camada clara, a deformação ocorre mantendo-se níveis mais elevados de tensão durante este processo.

Os ensaios de microdureza revelam que a camada mais clara na região periférica das amostras, referente a região de difusão de óxidos possui dureza significativamente maior quando comparada ao substrato da liga.

As análises das superfícies de fratura dos corpos-de-prova ensaiados em tração a 600°C mostram que, independente da oxidação térmica, a fratura é dúctil com a presença de microcavidades em toda a região central dos corpos-de-prova. Nas regiões periféricas das superfícies de fratura observa-se a camada de óxido (camada clara observada por microscopia óptica) fraturada. A camada de óxido é mais facilmente observada nos corpos-de-prova previamente oxidados termicamente em tempos maiores (Figura 13). Esta camada caracteriza-se por apresentar fratura frágil, com regiões planas e com a presença de trincas radiais ao longo de toda a camada. Na região mais interna da camada de óxido observa-se também indícios de fratura intergranular frágil, além de uma região de transição do mecanismo de fratura frágil para dúctil com microcavidades. Nos corpos-de-prova submetidos a pouco tempo de oxidação, como a superfície de fratura mostrada na Figura 11, observa-se somente pequenas regiões de óxidos fraturados na periferia do corpo-de-prova. Nesta condição a fratura é predominantemente dúctil com presença de microcavidades.

A fragilidade da camada de óxido em ligas de titânio causa uma limitação para aplicações em temperaturas elevadas, segundo Welsch et al.<sup>(3)</sup>. Contudo, a camada de óxido formada na oxidação térmica a 800°C também provocou mudanças no

comportamento mecânico em tração a 600°C. Com isto, é possível supor que a formação desta camada em condições controladas pode conduzir a liga Ti-6Al-4V a uma melhoria das propriedades mecânicas em temperaturas elevadas. Estes resultados podem ser considerados promissores com relação a utilização de oxidação térmica para melhorar as propriedades em fluência da liga Ti-6Al-4V. Segundo Bueno<sup>(7-9)</sup>, uma analogia entre tração a quente e fluência pode ser estabelecida, uma vez que no ensaio de tração a temperatura e a taxa de deformação são fixadas para obter a história de tensão do material, enquanto que durante um teste de fluência, a temperatura e a tensão são fixadas para obter a história da taxa de deformação do material. Ainda segundo Bueno, a capacidade de resistência mecânica no ensaio de tração é atenuada com o começo do empescoamento e da mesma maneira durante o ensaio de fluência a resistência mecânica do material é mantida até o início do empescoamento.

## 5 CONCLUSÃO

O estudo do comportamento mecânico em ensaios de tração a 600°C da liga Ti-6Al-4V previamente submetida à oxidação térmica a 800°C permitiu concluir que:

- A oxidação foi responsável por uma camada de óxidos que se destacam, basicamente TiO<sub>2</sub> e uma menor quantidade de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.
- Além da camada destacada, forma-se também uma camada de óxido aderida ao substrato que aumenta com o aumento do tempo de oxidação térmica e possui dureza muito maior a do substrato.
- A resistência mecânica da liga Ti-6Al-4V não varia significativamente com a oxidação térmica, mas a redução em área diminui com o aumento da camada oxidada, assim como a inclinação da curva tensão-deformação após o limite de resistência.
- A fratura dos corpos-de-prova ensaiados em tração a 600°C é predominantemente dúctil com a presença de microcavidades. Na região da camada oxidada observa-se fratura frágil com trincas radiais e indícios de fratura intergranular.

## Agradecimentos

Os autores agradecem ao Fundo Mackenzie de Pesquisa - MackPesquisa pelo apoio financeiro deste trabalho e ao CNPq por bolsa de Iniciação Científica.

## REFERÊNCIAS

- 1 DONACHIE JUNIOR, M. J., Titanium: A Technical Guide. Metals Park, ASM International, 1988.
- 2 HENRIQUES, V.A.R., Titânio no Brasil, Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais-ABM, 2008, Cap.1.
- 3 WELSCH, G. and KAHVECI, A. I.; In T., GROBSTEIN and J.DOYCHAK, 1988, Oxidation of High Temperature Intermetallics TMS, Warrendale, pp.207.
- 4 REIS, D.A.P.; SILVA, C.R.M.; NONO, M.C.A.; BARBOZA, M.J.R.; PIORINO, F. and PEREZ, E.A.C. 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 Sixth International Conference on the Microscopy of Oxidation, Birmingham, 04-06 April 2005.



- 5 REIS, D.A.P.; SILVA, C.R.M.; NONO, M.C.A.; BARBOZA, M.J.R. and PIORINO, F. Influence of the Oxidation in Creep of Ti-6Al-4V Alloy. *Acta Microscopica*, v.12, 2003, <http://sbmm.org.br/acta>.
- 6 SAKAI, T.; OHASHI, M. and CHIBA, K.; *Acta Metall*, v. 36, p.1781, 1988.
- 7 MORETO, J. A.; CASTRO, D.; BUENO, L. O. and PONTE, H. A.; Correlação de dados de tração a quente e fluência para a liga Kanthal A1. *R. Esc. Minas, Ouro Preto*, 64(2), 181-186, abr-jun. 2011.
- 8 DIAS, C. R. F. and BUENO, L. O.; Correlação tração a quente e fluência para o cobre comercial puro. Parte 1: correlações entre tensão, taxa de deformação, tempo de ruptura e temperatura. In: *Anais do 65 Congresso Internacional da ABM*. Rio de Janeiro, 2010, p. 1246-1255 (CD ROM).
- 9 BUENO, L. O. and DIAS, C. R. F.; Equivalência entre dados de tração a quente e fluência para o cobre comercial puro. Parte 2: análise por diferentes metodologias de parametrização. *Tecnol. Metal. Mater. Miner.*, v. 8, n. 2, p. 80-85, abr.-jun. 2011.