# AVALIAÇÃO DO TRATAMENTO TÉRMICO NA FLUÊNCIA DA LIGA Ti-6AI-4V<sup>1</sup>

Tarcila Sugahara<sup>2</sup> Lucila Mayumi Yogi<sup>2,3</sup> Guilherme Lucas Figueiredo de Oliveira<sup>2</sup> Danieli Aparecida Pereira Reis<sup>2</sup> Maria Margareth da Silva<sup>2</sup> Carlos de Moura Neto<sup>2</sup> Miguel Justino Ribeiro Barboza<sup>3</sup>

#### Resumo

Este trabalho tem como objetivo avaliar a resistência da liga Ti-6AI-4V a fluência após tratamentos térmicos. 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 tratamento térmico para avaliação do tipo de microestrutura no material, foi submetida a ensaios de fluência a 600 °C e condição de tensão variando de 250 a 319 MPa, na modalidade de carga constante. A preparação das amostras para análise via microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura seguiu os padrões usuais de metalografia. Foram realizados três diferentes tipos de tratamentos térmicos para obtenção das seguintes microestruturas: Widmanstätten, Martensita e Bimodal. Nas ligas tratadas termicamente, é estimada a microestrutura menos sensível à oxidação, por meio de estudos envolvendo análises microestruturais e estudos de microdureza e rugosidade. A liga com estrutura de Widmanstätten apresenta maior resistência à fluência e à oxidação, com um maior tempo de vida em fluência.

Palavras-chave: Fluência; Ti-6AI-4V; Tratamentos térmicos.

# EVALUATION OF HEAT TREATMENT IN CREEP OF Ti-6AI-4V ALLOY<sup>1</sup>

## Abstract

This study aimed to evaluate the resistance of a Ti-6AI-4V alloy in creep after heat treatments. It was used a Ti-6AI-4V alloy in cylindrical bars forms, forged condition and annealing at 190 °C for 6 hours and cooled in air. The microstructure Ti-6Al-4V alloy was evaluated after heat treatment and was submitted to creep tests at 600 °C and stress conditions from 250 to 319 MPa at constant load. Samples preparation for optical microscopy and scanning electron microscopy followed the usual methods of metallography. Three different conditions of heat treatments were utilized to obtain the following microstructures: Widmanstätten, Martensite e Bimodal. In the heat treated alloys the least sensitive oxidation microstructure is estimated through the studies involving microstructural analysis, micro hardness and roughness. The alloy with Widmanstätten structure shows greater resistance to creep and oxidation with a longer life time in creep.

Key words: Creep; Ti-6AI-4V; Heat treatments.

<sup>1</sup> Contribuição técnica ao 64 ° Congresso Anual da ABM, 13 a 17 de julho de 2009, Belo Horizonte, MG, Brasil. 2

Instituto Tecnológico de Aeronáutica. ITA. CEP 12228-900. São José dos Campos - SP - Brasil 3

EEL-USP. Escola de Engenharia de Lorena. Universidade de São Paulo. Estrada Municipal do Campinho, CEP 12602-810, Campinho, Lorena – SP – Brasil.

## 1 INTRODUÇÃO

As ligas de titânio são utilizadas em vários setores industriais devido as suas excelentes propriedades, como alta tensão específica, boa resistência à corrosão, baixa massa específica e boa resistência à oxidação em temperaturas menores do que 600 °C. Essas propriedades são fatores decisivos para seu uso, particularmente em indústrias aeroespaciais.<sup>(1)</sup>

Dentre as ligas de titânio a Ti-6Al-4V é a mais importante, pois possui propriedades que se destacam como boa trabalhabilidade e usinabilidade.<sup>(2)</sup> Porém, a afinidade com o oxigênio é um dos fatores que limitam sua aplicação como componente de materiais estruturais em altas temperaturas. A alta solubilidade sólida do oxigênio no titânio resulta na perda de material e na formação de uma camada frágil e de alta dureza durante a exposição ao ar em temperaturas elevadas.<sup>(3)</sup>

A indústria aeroespacial absorve cerca de 75% da produção mundial de titânio, sendo a liga Ti-6Al-4V uma das ligas mais versáteis. Uma das características que mais tem contribuído para o crescimento do seu uso para fins estruturais refere-se ao seu alto ponto de fusão. Sua utilização concentra-se em componentes aeroespaciais, onde as resistências à fluência, fadiga e degradação são consideradas essenciais.<sup>(4)</sup>

O tratamento térmico é um conjunto de operações de aquecimento e resfriamento de um material em condições determinadas com a finalidade de conferir ao material propriedades especiais.<sup>(5)</sup> Em um tratamento térmico os principais fatores que devem ser levados em consideração são: aquecimento, tempo de permanência à temperatura de tratamento, resfriamento e atmosfera do local de aquecimento. O objetivo do tratamento térmico é alterar as características mecânicas e estruturais dos materiais em função da sua aplicação como aumento ou diminuição da dureza, aumento da resistência mecânica, melhoria da ductilidade, da usinabilidade, da resistência ao desgaste, das propriedades de corte, da resistência à corrosão, da resistência ao calor, modificação das propriedades elétricas e magnéticas.<sup>(6)</sup>

A resistência à fluência de um sólido é estimada pelo cálculo da taxa de deformação secundária e avaliada como função da carga ou tensão aplicada. Para tanto, é aplicada uma carga estática sobre uma amostra em temperaturas elevadas, medindo-se a deformação como função do tempo.<sup>(7)</sup>

O objetivo deste trabalho é a caracterização microestrutural da liga Ti-6Al-4V após ensaio de fluência. A liga selecionada (Ti-6Al-4V) após tratamento térmico para avaliação do tipo de microestrutura no material foi submetida a ensaios de fluência ao ar em temperatura de 600°C, na modalidade de carga constante, na condição de 250 Mpa e 319 MPa. Estudos completos de ensaio na fluência da liga refratária Ti-6Al-4V tratada termicamente são escassos na literatura. A caracterização microestrutural teve o objetivo de determinar as fases existentes, incluindo a caracterização e quantificação das inclusões presentes, além de permitir um conhecimento mais detalhado da influência da microestrutura na resistência à fluência ao ar da liga Ti-6Al-4V.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

Para a realização deste trabalho, foi utilizada a liga Ti-6AI-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 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 (%p), atende aos requisitos da norma ASTM B265-89.<sup>(8)</sup>

#### 2.1 Tratamento Térmico

Foram utilizados corpos-de-prova da liga Ti-6AI-4V como mostrado na Figura 1. Utilizou-se o forno refratário da marca Lindberg/Blue para o tratamento térmico das amostras. Foram necessários tubos de quartzo, uma trompa de vácuo para a retirada do ar dos tubos de quartzo no momento do encapsulamento.O gás argônio foi injetado nos tubos de quartzo para evitar a oxidação das amostras. Uma solução de decapagem de HF- 0,2mL/HNO<sub>3</sub>- 2mL/ H<sub>2</sub>O- 30mL foi utilizada para lavar os corpos-de-prova após sua retirada do forno. Foi utilizada água para o resfriamento brusco das amostras no tratamento.



Figura 1 - Corpos-de-prova.<sup>(9)</sup>

Foram realizados três tratamentos térmicos diferentes variando-se as condições de temperatura, tempo de aquecimento e velocidade de resfriamento para obtenção de microestruturas diferentes.

#### 2.1.1 Tratamento térmico 1

Os corpos-de-prova foram envoltos no tubo de quartzo com o auxílio de um maçarico. O ar de dentro do tubo foi retirado com uma trompa de vácuo; após a retirada do ar foi injetado gás argônio dentro do tubo para proteção contra oxidação.

O forno Lindberg/Blue foi aquecido a 1.050°C e os corpos-de-prova foram colocados em seu interior e aquecidos por 30 minutos a fim de que se realizar as transformações necessárias na liga. Após o tempo estipulado os corpos-de-prova foram resfriados dentro do forno numa taxa de 6 °C/min até a temperatura ambiente. Os corpos-de-prova, já à temperatura ambiente, foram retirados do forno e quebrouse o tubo de quartzo que os envolvia; então foi realizada a lavagem dos corpos-de-prova na solução de decapagem.

#### 2.1.2 Tratamento térmico 2

De maneira similar ao primeiro tratamento térmico, os corpos-de-prova foram encapsulados em tubo de quartzo e colocados em atmosfera inerte de argônio. O forno Lindberg/Blue foi aquecido a 1.050ºC e os corpos-de-prova foram colocados no forno e deixados por uma hora. Após o tempo determinado, os tubos de quartzo

foram quebrados e os corpos-de-prova foram resfriados em água à temperatura ambiente.

#### 2.1.3 Tratamento térmico 3

O tratamento térmico 3 foi realizado em duas etapas:

- 1ª etapa: o forno refratário foi aquecido a 950ºC, os corpos-de-prova foram colocados no seu interior e deixados por uma hora. Após esse tempo foram resfriados abruptamente em água em temperatura ambiente. Em seguida, o resfriamento o corpo-de-prova passou por um processo de decapagem;
- 2ª etapa: Após o processo de decapagem os corpos-de-prova foram novamente encapsulados em atmosfera inerte. O forno foi ajustado para 600ºC e os corpos-de-prova foram novamente colocados dentro do forno e deixados por 24 horas. Após esse tempo foram retirados e resfriados ao ar até atingirem a temperatura ambiente.

## 2.2 Estudo de Oxidação

Nas ligas tratadas termicamente foi estimada a microestrutura mais sensível à oxidação, por estudos envolvendo análises microestruturais, estudos de microdureza, de rugosidade e de ganho de massa. Inicialmente, as ligas foram submetidas a temperaturas de 500 °C, 600 °C, 700 °C e 800 °C por 48 horas em forno com atmosfera ao ar. Após este período foram medidos o ganho de massa, os valores de microdureza microdurômetro da marca Futuretech modelo FM, com carga de 300 gF. A rugosidade foi medida em um rugosímetro Surtronic 3+, da marca Taylor Hobson com apalpador com ponta de diamante de 5 $\mu$ m.

## 2.3 Ensaio de Fluência

Para realização dos ensaios de fluência foram utilizados os fornos da marca MAYES. Nos fornos foram adaptados sistemas elétricos e controladores, desenvolvidos pela BSW Tecnologia, Indústria e Comércio Ltda, segundo as exigências da norma ASTM E139/83.<sup>(10)</sup>.

Foi utilizado o Software Antares visando a coleta de dados relativos ao alongamento dos corpos-de-prova e as medidas de temperatura em períodos de tempo pré-determinados. Para a obtenção das medidas de alongamento, foi utilizado um transdutor do tipo LVDT Schlumberger D 6,50. Para o controle de temperatura foi utilizado um termopar tipo Cromel-Alumel AWG24. A realização dos ensaios de fluência se procedeu de acordo com a norma (ASTM E139-06).<sup>(10)</sup>

## 2.4 Preparação Metalográfica

A preparação das amostras para análise via 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 sequência de 120, 240, 320, 400, 600 e 1.200. O polimento foi feito com uma solução de sílica coloidal (OP-S). As imagens no MEV foram obtidas no modo elétrons retroespalhados, cujo principal mecanismo de contraste está relacionado às diferenças de número atômico médio entre as fases presentes. 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

## 3.1 Tratamentos Térmicos

Nos tratamentos térmicos realizados foram obtidas estruturas diferentes, devido às condições empregadas em cada um deles. A Tabela 1 mostra as condições de tratamento térmico e as respectivas microestruturas obtidas.

Condições d	Estrutura obtida		
Tratamento 1	Aquecimento a 1050 °C por 30 minutos; Resfriamento 6 °C por minuto ao forno.	Widmanstätten	
Tratamento 2	Aquecimento à 1050 ºC por 1 hora; Resfriamento em água.	Martensita	
Tratamento 3	Etapa 1: Aquecimento a 950 <sup>e</sup> C por 1 hora; Resfriamento em água. Etapa 2: Aquecimento a 600 <sup>e</sup> C por 24 horas; Resfriamento ao ar.	Bimodal	

**Tabela 1**. Relação entre condições de tratamento térmico e estrutura obtida.<sup>(11)</sup>

A Figura 2 apresenta uma micrografia da liga Ti-6Al-4V recozida obtida por microscopia óptica.



Figura 2 - Micrografia da liga Ti-6Al-4V como recebida.<sup>(9</sup>

A Figura 3 apresenta as imagens obtidas via microscópio óptico das estruturas obtidas nos tratamentos térmicos.



Figura 3. Estruturas obtidas pelos tratamentos térmicos: a) Widmanstätten b) Martensita e c) Bimodal.<sup>(9)</sup>

#### 3.2 Estudo de Oxidação

A Figura 4 apresenta as medidas de ganho de massa das microestruturas obtidas por tratamento térmico após ensaio de oxidação por 48 horas.



Figura 4 - Medidas de ganho de massa das microestruturas obtidas por tratamento térmico em função da temperatura de oxidação por 48 horas.

A Figura 5 apresenta as medidas de microdureza (HV) das microestruturas obtidas por tratamento térmico em função da temperatura de oxidação.



Figura 5 - Medidas de microdureza das microestruturas obtidas por tratamento térmico.

A Figura 6 apresenta as medidas de rugosidade (μm) das microestruturas obtidas por tratamento térmico em função da temperatura de oxidação.



**Figura 6** - Medidas de rugosidade das microestruturas obtidas por tratamento térmico em função da temperatura de oxidação.

#### 3.3 Ensaio de Fluência

A Figura 7 apresenta as curvas de fluência da liga Ti-6Al-4V a 600°C, 250 Mpa e 319 MPa, nas condições sem tratamento e com estruturas Bimodal, Martensita e Widmanstätten, correspondentes à deformação verdadeira  $\varepsilon$ , como função do tempo t.



**Figura 7**- Curvas de fluência da liga Ti-6Al-4V a 600ºC, 250 e 319 MPa, sem tratamento, com estruturas: Bimodal, Martensita e Widmanstätten.

A Tabela 2 apresenta a relação dos principais parâmetros experimentais obtidos a 600 °C, a partir das curvas experimentais, em que  $\sigma$  é a tensão aplicada,  $\varepsilon_s$  corresponde a taxa de fluência estacionária, obtida a partir da inclinação da região linear na curva de fluência (estágio secundário). O valor de t<sub>p</sub> corresponde ao constante tempo relativo a tempo primário, é obtido no final do estágio primário e/ou início do estágio secundário. O valor t<sub>f</sub> é o tempo final de fratura,  $\varepsilon_f$  corresponde à deformação de fratura e RA, a redução percentual em área, na fratura.

Tratamento	σ (MPa)	t <sub>p</sub> (h)	$\dot{\varepsilon}_{s}$ (1/h)	t <sub>f</sub> (h)	ε <sub>f</sub> (mm/mm)	RA (%)		
Sem tratamento	250	0,05	0,1937	0,62	0,1938	75,83		
Martensita	250	0,23	0,0405	2,68	0,1169	16,00		
Widmanstätten	250	0,29	0,0182	3,00	0,0899	9,67		
Sem tratamento	319	0,02	0,5459	0,17	0,1742	62,99		
Martensita	319	0,07	0,1135	0,55	0,1241	10,00		
Widmanstätten	319	0,03	0,0525	0,40	0,0311	11,33		
Bimodal	319	0,03	0,2201	0,24	0,1074	39,33		

Tabela 2. Dados de fluência a 600 °C.

A Figura 8 apresenta imagens da análise fractográfica da liga Ti-6Al-4V após ensaio de fluência a 600ºC e 250 MPa, obtidas pela técnica de Microscopia Eletrônica de Varredura.



**Figura 8** – Micrografia da região lateral (aumento de 500X) liga Ti-6Al-4V após ensaio de fluência a 600  $^{\circ}$ C e 250 MPa: a) com estrutura martensita b) com estrutura Widmanstätten c) com estrutura Bimodal.<sup>(9)</sup>

#### 4 DISCUSSÔES

A liga Ti-6Al-4V foi submetida a três diferentes condições de tratamentos térmicos para avaliação de diferentes tipos de microestrutura no material, e obtiveram-se as estruturas de Widmanstätten, Martensita e Bimodal, como apresentado na Tabela 1.

A Figura 2 apresenta a microestrutura da liga Ti-6Al-4V recozida. Observam-se grãos  $\alpha$  (HC) e regiões escuras que definem a presença da fase  $\beta$  (CCC) ao longo dos contornos de grão da liga.

Pôde-se observar na Figura 3 que a estrutura de Widmanstätten apresenta maior tamanho médio de grão, em torno de 395 µm, podendo desta forma ocasionar uma maior resistência à oxidação da liga; quanto maior o tamanho de grão menor será a energia de ativação presente no contorno de grão e, com isso, o material reagirá menos com o meio.

Observa-se, na Figura 4, que o ganho de massa para o titânio, quando exposto a temperaturas superiores a 600°C, deve-se à difusão do oxigênio. Nitrogênio e outras espécies são menos sensíveis do que o oxigênio nestas condições utilizadas. O oxigênio absorvido combina-se quimicamente com o titânio e outros elementos de ligas para formar uma camada de óxido na superfície, além da difusão intersticial no metal <sup>(12)</sup>. Os resultados obtidos a 500 e 600 °C não apresentam uma diferença significativa de ganho de massa entre as estruturas estudadas. A 700 °C e 800°C observa-se que a estrutura Bimodal apresenta um maior ganho de massa. A 800°C as estruturas de Widmanstätten e Martensita apresentam um menor ganho de massa, indicando uma tendência dessas estruturas a uma maior resistência à oxidação.

O oxigênio difundido na liga aumenta a sua dureza; a quantidade de oxigênio é proporcional à dureza no titânio e pode ser estimada por medidas de microdureza.<sup>(12)</sup> Com base nesta afirmação, os resultados observados na Figura 5 evidenciam que as medidas de microdureza aumentam com a temperatura de oxidação, mas não se observa muita diferença no comportamento das diferentes microestruturas. Entretanto, a estrutura de Widmanstätten a 800°C apresenta um valor mais elevado como função da camada de óxido formada. É possível que os menores valores de dureza, a 500°C, 600°C e 700°C, em valores absolutos, sejam resultados de camadas mais finas de oxidação em função de maior resistência ao processo e do tipo de óxido formado. O metal combina-se com oxigênio para formar uma longa série de óxidos com estequiometrias de TiO a Ti<sub>7</sub>O<sub>12</sub>.<sup>(13)</sup> Pela observação

dos valores de microdureza pode-se considerar a estrutura de Widmanstätten como a mais resistente à oxidação.

As medidas de rugosidade apresentadas na Figura 6 aumentam proporcionalmente com o aumento de temperatura para todas as estruturas obtidas nos tratamentos térmicos.

Pela observação das curvas de fluência apresentadas na Figura 7 nota-se que a liga com estrutura de Widmanstätten a 600°C e 250 MPa apresenta uma maior resistência à fluência e à oxidação, com um maior tempo de vida em fluência. A liga Ti-6AI-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<sub>p</sub> e a redução da taxa de fluência estacionária demonstram a maior resistência à fluência da liga Ti-6AI-4V quando tratadas com a estrutura de Widmanstätten.

Pelas imagens obtidas na análise fractográfica observa-se na Figura 8 a presença de fenômenos de estricção e o desenvolvimento de microcavidades. Observa-se uma estrutura uniforme com *dimples* de formato equiaxial e pouca profundidade. Prevaleceram nas duas estruturas os mecanismos de fratura dúctil.

## 5 CONCLUSÃO

Neste trabalho caracterizou-se microestruturalmente a liga Ti-6Al-4V após ensaio de fluência via microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura. A estrutura de Widmanstätten apresenta maior tamanho médio de grão, em torno de 395 µm, ocasionando uma maior resistência à oxidação da liga. Pela observação dos valores de microdureza pôde-se considerar a estrutura de Widmanstätten como a mais resistente à oxidação. Pelas imagens obtidas pela análise fractográfica evidencia-se a presença de fenômenos de estricção e o desenvolvimento de microcavidades. Observa-se uma estrutura uniforme com *dimples* de formato equiaxial e pouca profundidade. Prevalecem nas duas estruturas os mecanismos de fratura dúctil. As curvas e os parâmetros obtidos de fluência apresentam a liga com estrutura de Widmanstätten com uma maior resistência à fluência e à oxidação, com um maior tempo de vida em fluência.

#### Agradecimentos

A EEL-USP / DEMAR, por permitir o uso de suas instalações.

Ao Instituto Tecnológico de Aeronáutica/ Divisão Mecânica, pela contribuição no desenvolvimento deste trabalho.

Ao CNPq, pela concessão da bolsa e suporte financeiro para realização deste trabalho.

## REFERÊNCIAS

- 1 Leyens , C; Peters, M., 2003, Titanium and Titanium Alloys, Fundamentals and Applications, pp.22, 264, 273.
- 2 Sakai, T., Ohashi, M., Chiba, K., 1988, Acta Metall., Vol.36, pp.1781.

- 3 Welsch G., Kahveci A. I. In T. Grobstein and J. Doychak, 1988, Oxidation of High -Temperature Intermetallics TMS, Warrendale, pp. 207.
- 4 Norris, G., 1994, Feeling the Heat. Metal Bulletin Monthly, v. 386, pp. 36 -39.
- 5 Pereira, R. L.; Curso de Tratamentos Térmicos dos Metais; Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, pp.55-56, pp. 311-312.
- 6 http://www.diferro.com.br/saiba\_glossario.asp2008. Acesso em: 30 junho 2008.
- 7 American Society for Testing and Materials, 1996, Surface Engineering, v.5, Philadelphia.
- 8 American Society for Testing and Materials, 1989, Surface Engineering, v.5, Philadelphia.
- 9 American Society for Testing and Materials, 1990, Surface Engineering, v.5, Philadelphia.
- 10 Sugahara, T., Moura Neto, Č., Reis, D. A. P., Piorino Neto, F. "Estudo microestrutural da liga refratária Ti-6Al-4V após ensaio mecânico de fluência" XIV ENCITA / 2008.
- 11 11 Yogi, L. M., Piorino Neto, F, Reis, D. A. P., Moura Neto, C. "Avaliação do tratamento térmico na fluência da liga Ti-6AI-4V por caracterização microestrutural" XIV ENCITA / 2008.
- 12 Pitt, F., Ramulu, M., JMEPEG, v.13, p.727-734, 2004.
- 13 Abkowitz, S.; Burke, J. J.; Hiltz Jr., R. H., 1995, Technology of Structural Titanium, D. Van Nostrand Co., pp.31-32.