

# CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DA LIGA Ti-6Al-4V APÓS TRATAMENTO SUPERFICIAL COM LASER PULSADO Nd:YAG<sup>1</sup>

Adriano Gonçalves dos Reis<sup>2</sup>  
 Danieli Aparecida Pereira Reis<sup>3</sup>  
 Carlos de Moura Neto<sup>4</sup>  
 Helder Souza de Oliveira<sup>5</sup>  
 Miguel Justino Ribeiro Barboza<sup>6</sup>  
 Francisco Piorino Neto<sup>7</sup>

## Resumo

A afinidade do titânio por oxigênio é um dos principais fatores que limitam a aplicação de suas ligas como materiais estruturais em altas temperaturas. 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. A liga selecionada (Ti-6Al-4V) foi submetida a um tratamento superficial por laser Nd:YAG ( $\lambda=1,064 \mu\text{m}$ ) em atmosfera de 40%nitrogênio-60%argônio. As amostras foram caracterizadas microestruturalmente via microscopia ótica e eletrônica de varredura e após submetidas ao ensaio de fluência na condição carga constante na temperatura de 600°C. Os resultados obtidos sugerem que o tratamento superficial por laser Nd:YAG na liga Ti-6Al-4V conferiu uma maior resistência à oxidação na liga e aumento do tempo-de-vida em fluência.

**Palavras-chave:** Fluência; Liga Ti-6Al-4V; Laser; Caracterização microestrutural.

## MICROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION OF Ti-6Al-4V AFTER SUPERFICIAL LASER TREATMENT Nd:YAG

### Abstract

The affinity of titanium by oxygen is one of main factors that limit its application as structural material at high temperatures. Oxidation problems limit the use of this alloy in temperature higher than 600°C. The Ti-6Al-4V alloy was submitted to Nd:YAG pulsed laser treatment ( $\lambda=1.064 \mu\text{m}$ ) with an environment of 40% N and 60% Ar. The samples were characterized by optical microscopy and electron scanning microscopy after creep test in load constant at 600°C. The results suggest that the laser treatment leads higher creep resistance in the samples.

**Keywords:** Creep; Ti-6Al-4V alloy; Nd:YAG pulsed laser; Microstructural characterization.

<sup>1</sup> Contribuição técnica ao 66º Congresso Anual da ABM, 18 a 22 de julho de 2011, São Paulo, SP, Brasil.

<sup>2</sup> Mestrando, Instituto Tecnológico de Aeronáutica – ITA.

<sup>3</sup> Doutora, Instituto Tecnológico de Aeronáutica, ITA, Sócia Titular da ABM.

<sup>4</sup> Professor Associado, Instituto Tecnológico de Aeronáutica, ITA, Sócio Titular da ABM.

<sup>5</sup> Graduação, ETEP Faculdades.

<sup>6</sup> Professor, Escola de Engenharia de Lorena – EEL/USP.

<sup>7</sup> Doutor, Departamento de Ciência e Tecnologia Aeroespacial (DCTA).



## 1 INTRODUÇÃO

### 1.1 A Liga Ti-6Al-4V

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.<sup>(1,2)</sup> Tem sido muito utilizada nas indústrias aeronáutica e aeroespacial, empregando cerca de 75% do titânio extraído da natureza, particularmente para aplicações que requerem resistência em altas temperaturas. 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.

A afinidade do titânio por oxigênio é um dos principais fatores que limitam a aplicação de suas ligas. A oxidação resulta na perda de material pelo crescimento da camada de óxido e endurecimento da liga pela dissolução de oxigênio. 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.<sup>(3)</sup>

O titânio possui uma grande importância no mercado internacional, principalmente nos EUA e Europa onde a liga Ti-4Al-6V é utilizada na maioria de suas aplicações tecnológicas, largamente utilizada para componentes forjados como pás de turbina em motores a jato.<sup>(4)</sup> As ligas de titânio são aplicadas em locais nos quais as ligas à base alumínio e magnésio não se adaptam, apresentando um melhor desempenho.<sup>(5)</sup>

### 1.2 Fluência

Fluência é a deformação lenta e contínua de um sólido com o tempo.<sup>(6)</sup> Tipicamente, 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. A deformação resultante é plotada versus tempo, onde três regiões são tipicamente observadas. Na primeira região existe uma resposta quase instantânea, seguida de uma diminuição da taxa de deformação com o tempo. A segunda região é onde a deformação aumenta linearmente com o tempo. Esta região é chamada de estado estacionário ou estágio de fluência secundária e, do ponto de vista prático, é a mais importante. Já a terceira região é chamada de estágio de fluência terciária, onde a taxa de deformação aumenta rapidamente com o tempo, até a ocorrência da falha catastrófica. O aumento da temperatura e/ou tensão resulta no aumento da deformação instantânea e nas taxas de fluência no estado estacionário, e uma diminuição no tempo para falha.<sup>(6)</sup> O fenômeno de fluência manifesta-se em todos os sólidos cristalinos sob condições especiais de temperatura e tensão. Tipicamente, a fluência de um sólido é calculada pela medição da deformação como função da carga ou tensão aplicada. É aplicada uma carga estática sobre uma amostra em temperaturas elevadas (da ordem de 0,4 a 0,7 T fusão), medindo-se deformação como função do tempo.<sup>(7)</sup>

### 1.3 Nitretação por Laser Pulsado Nd:YAG

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.<sup>(8,9)</sup>

A nitretação por laser induzido é um método apropriado para aumentar a dureza local, resistência ao desgaste e à corrosão da superfície do metal. Em particular, camadas de nitreto de titânio exibem uma alta dureza e alto ponto de fusão. O TiN é quimicamente estável em uma ampla faixa de estequiometria. Em estudos anteriores, a superfície de nitretação da liga de titânio Ti-6Al-4V por irradiação com o modo contínuo de laser Nd:YAG ( $\lambda=1,064 \mu\text{m}$ ), em uma atmosfera de nitrogênio, consistiu em uma mistura de  $\delta$ -TiN cúbico e nitrogênio em solução sólida de  $\alpha$ -Ti.<sup>(8,9)</sup> O estudo de fluência de ligas de titânio tratadas superficialmente com laser pulsado Nd:YAG é um projeto inovador e representa um avanço no cenário tecnológico nacional e internacional, visto a necessidade de estudo da oxidação e resistência em materiais estruturais em temperaturas elevadas e condições de maior severidade. A caracterização microestrutural será ferramenta valiosa para a compreensão dos mecanismos de fluência da liga Ti-6Al-4V.

## 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 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 (percentual em peso), atende aos requisitos da norma ASTM B265-89.<sup>(10)</sup> 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%.

### 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 (Figura 1) 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 à 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.



**Figura 1.** Laser ROFIN DY 033.

**Tabela 1.** Valores dos parâmetros utilizados na nitretação por laser pulsado das amostras

<b>Parâmetros</b>	<b>Nd-YAG Laser</b>
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 $\mu$ m
Distância entre a lente-focal e o alvo	89 mm
Energia do laser pulsado	1.9-9 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 x10 <sup>9</sup> W/cm <sup>2</sup>
Distribuição	Gaussiana

### 2.3 Ensaio de Fluência

Para os ensaios de fluência, foram utilizados os fornos pertencentes ao Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA/CTA), adquiridos junto à EMEC (*The Eletronic and Mechanical Engineering Co. Ltda.*). 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>(11)</sup> 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, desenvolvido em conjunto com a BSW Tecnologia, Indústria e Comércio Ltda. 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.

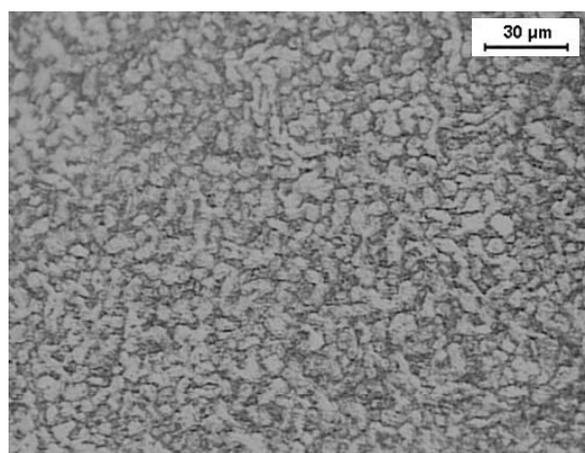
As ligas Ti-6Al-4V tratadas foram analisadas sob condições de fluência ao ar em temperatura de 600°C e 319 MPa, na modalidade de carga constante. Foram obtidos conjuntos de curvas e parâmetros experimentais relativos às regiões primária, secundária e terciária como função da tensão inicialmente aplicada. Parâmetros experimentais relativos a estas regiões permitiram estabelecer uma análise comparativa com os resultados obtidos da liga recozida em estudos anteriores.<sup>(12)</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 seqüência de 120, 240, 320 400, 600 e 1.200. O polimento foi realizado com uma solução de sílica coloidal (OP-S). Através da 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 pertencente à Divisão de Materiais do Instituto de Aeronáutica e Espaço do DCTA (AMR/IAE/DCTA).

## 3 RESULTADOS

A Figura 2 apresenta uma micrografia da liga Ti-6Al-4V como-recebida.



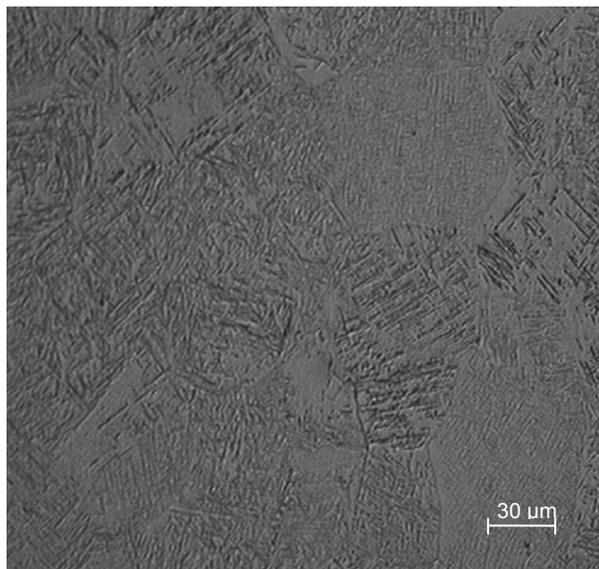
**Figura 2.** Micrografia da liga Ti-6Al-4V como-recebida.

A Figura 3 mostra um corpo-de-prova após o tratamento de nitretação por laser pulsado Nd:YAG.



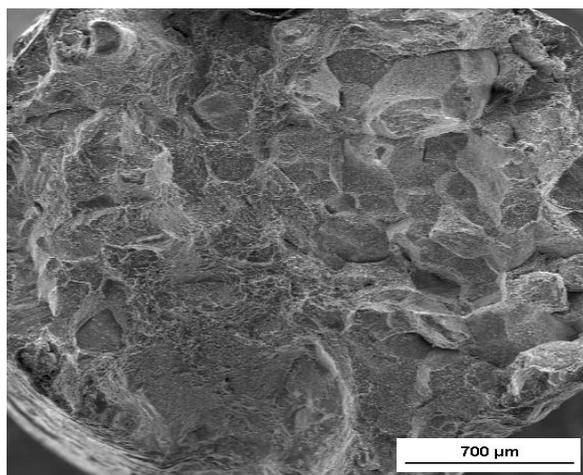
**Figura 3.** Corpo-de-prova nitretado por laser pulsado Nd:YAG.

A Figura 4 apresenta uma micrografia da liga Ti-6Al-4V após nitretação por laser pulsado Nd:YAG.

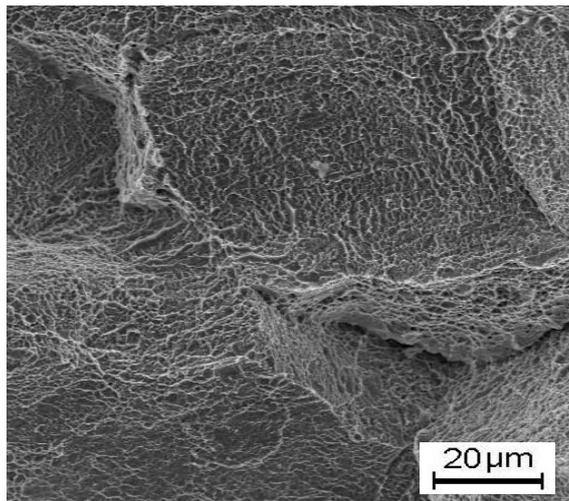


**Figura 4.** Micrografia da liga Ti-6Al-4V após nitretação por laser pulsado Nd:YAG.

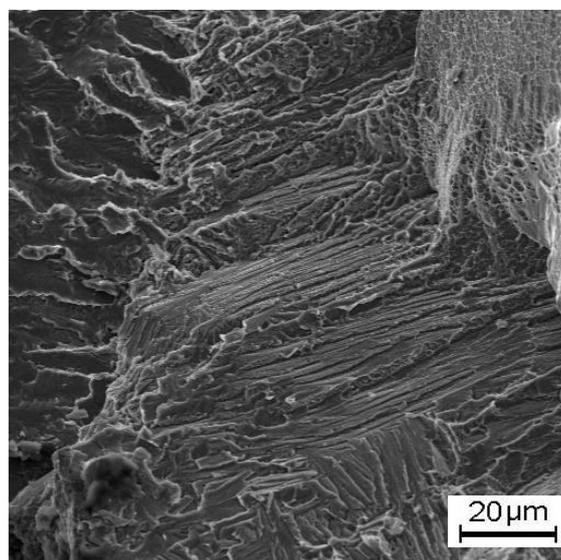
As Figuras 5 a 7 apresentam imagens obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura das amostras fraturadas após ensaio de fluência.



**Figura 5.** Aspecto geral da liga Ti-6Al-4V nitretada por laser pulsado Nd:YAG após ensaio de fluência a 600°C e 319 MPa. Aumento 50X.



**Figura 6.** Micrografia da região central da liga Ti-6Al-4V nitretada por laser pulsado Nd:YAG após ensaio de fluência a 600 °C e 319 MPa. Aumento de 500X.



**Figura 7.** Micrografia da região lateral da liga Ti-6Al-4V nitretada por laser pulsado Nd:YAG após ensaio de fluência a 600°C e 319 MPa. Aumento de 500X.

A Figura 8 apresenta curvas de fluência da liga Ti-6Al-4V nitretada por laser pulsado Nd:YAG e sem tratamento após ensaio de fluência a 600°C e 319 MPa.

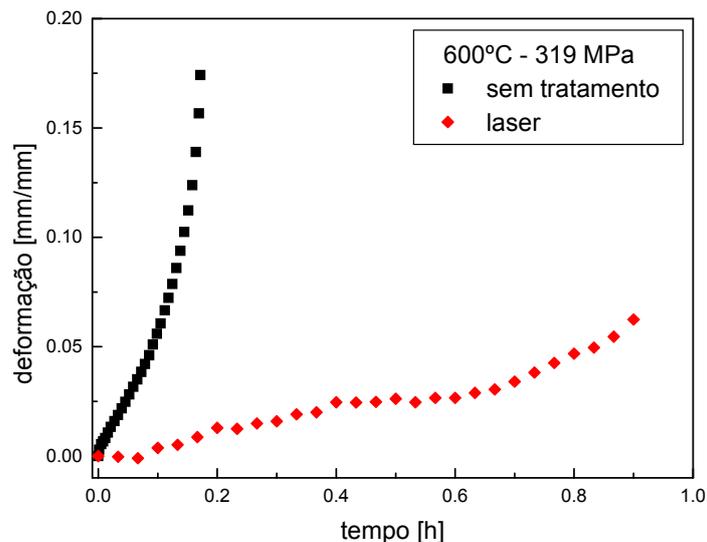


Figura 8. Curvas de fluência obtidas a 600°C e 319 MPa

#### 4 DISCUSSÕES

Observa-se a presença da fase  $\alpha$  (clara) e da fase  $\beta$  (escura) em uma microestrutura fina (Figura 2). O tratamento superficial por laser pulsado ocasiona uma fusão e endurecimento superficial no material. Observam-se as alterações na microestrutura devido à fusão superficial sofrida pelo material. A microestrutura apresenta-se mais grosseira e com marcas de fusão superficiais (Figura 4).

A análise fractográfica permite a observação das marcas de deformação sofridas pelo material durante o ensaio de fluência (na região central e lateral do material). Observa-se a presença de *dimples* de pouca profundidade e alguns poros (Figuras 5 a 7). O material apresenta uma fratura dúctil. A liga com o tratamento de nitretação por laser pulsado Nd:YAG apresentou uma maior resistência à fluência, sofrendo uma menor deformação e apresentando um maior tempo de vida (Figura 8).

#### 5 CONCLUSÕES

As amostras foram caracterizadas microestruturalmente via microscopia ótica e eletrônica de varredura e submetidas ao ensaio de fluência na condição carga constante na temperatura de 600°C e 319 MPa. Pela análise fractográfica observou-se a presença de *dimples* de pouca profundidade e alguns poros. O material apresentou uma fratura dúctil. Os resultados obtidos sugerem que o tratamento superficial por laser Nd:YAG na liga Ti-6Al-4V conferiu uma maior resistência à oxidação na liga e aumento do tempo-de-vida em fluência.

#### Agradecimentos

Ao CNPq, CAPES e FAPESP pelo apoio financeiro.



## 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, pp. 115, 1993.
- 3 ABKOWITZ, S.; BURKE, J. J.; HILTZ Jr., R. H. **Technology of Structural Titanium**. D. Van Nostrand Company, p.31-32, 1995.
- 4 PEREZ, E. A. C. Influência da Microestrutura no Comportamento em Fluência da Liga Ti-6Al-4V, **Dissertação de Mestrado**, FAENQUIL-DEMAR, pp. 159, 2004.
- 5 BARSOUM, M. Fundamentals of Ceramics. **Mat. Sci. and Eng. Series**, pp. 668, 1997.
- 6 American Society for Testing and Materials **Surface Engineering**, v.5, 1996.
- 7 CORTEZ, L.D., Tratamentos Térmicos da Liga Ti-6Al-4V para realização de ensaio de fluência in **Anais do 13º Encontro de Iniciação Científica e Pós-Graduação do ITA – XIII ENCITA / 2007**. Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, SP, Brasil, Outubro, 01 a 04, 2007.
- 8 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.
- 9 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.
- 10 American Society for Testing and Materials (ASTM). **B265-89** Standard specification for titanium and titanium alloy strip, sheet and plate. Philadelphia, 1990.
- 11 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.
- 12 BARBOZA, M .J. R. Estudo e Modelagem sob Condições de Fluência da liga Ti-6Al-4V. **Tese** (Doutorado em Engenharia Aeronáutica e Mecânica), Instituto Tecnológico da Aeronáutica, São José dos Campos pp. 196, 2001.