

COMPARAÇÃO DOS TRATAMENTOS SUPERFICIAIS DE IIIP 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 IIIP 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 IIIP 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 IIIP 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 IIIP 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 IIIP 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 IIIP and pulsed Nd:YAG laser was submitted to creep tests at 600 °C and 125 at 319 MPa, under constant load mode. In the IIIP 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.

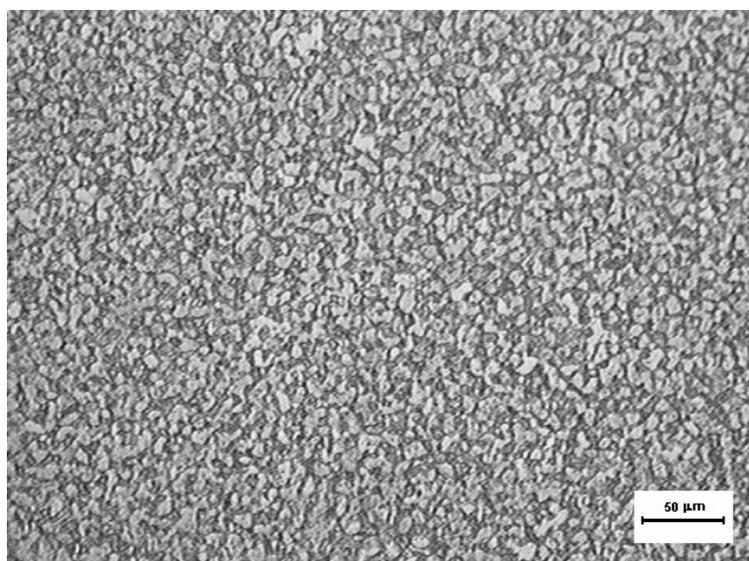


Figura 1. Micrografia da liga Ti-6Al-4V como-recebida.⁽¹¹⁾

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.

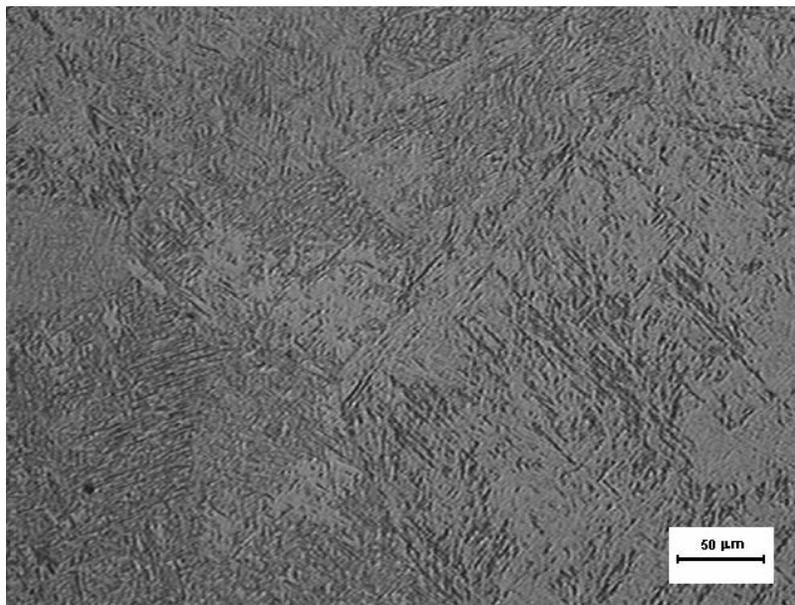


Figura 2. Micrografia da liga Ti-6Al-4V tratada por nitretação por laser pulsado Nd:YAG após ensaio de fluência a 600°C e 250 MPa (aumento de 200X).⁽⁹⁾

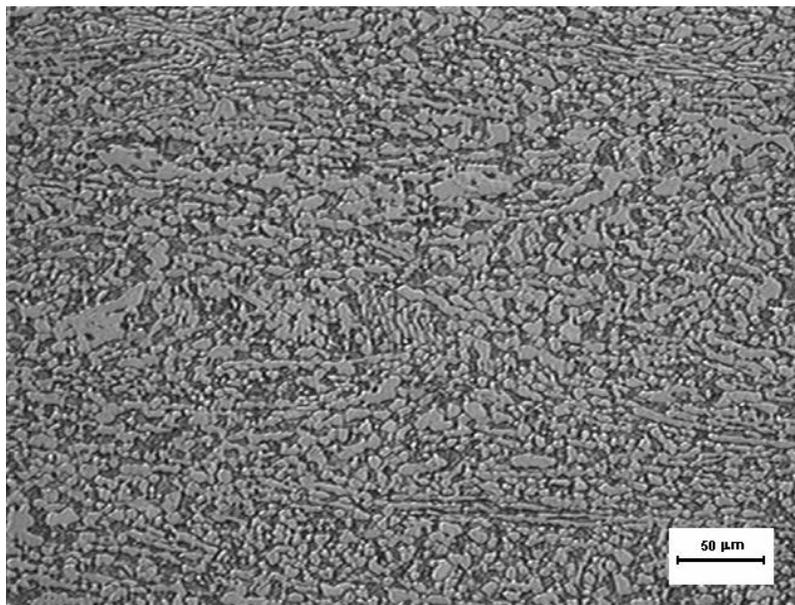


Figura 3. Micrografia da liga Ti-6Al-4V tratada por IIIP após ensaio de fluência a 600°C e 250 MPa (aumento de 200X).⁽¹¹⁾

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.

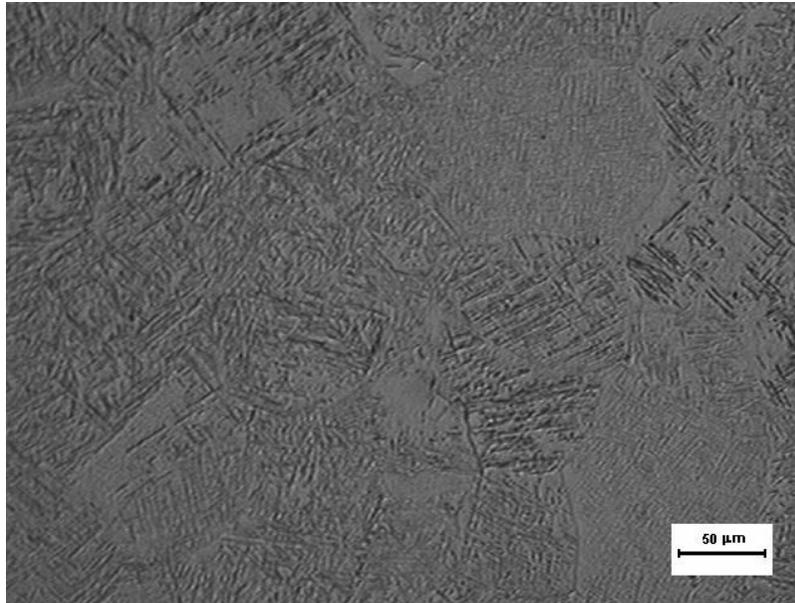


Figura 4. Micrografia da liga Ti-6Al-4V tratada por nitretação por laser pulsado Nd:YAG após ensaio de fluência a 600 °C e 319 MPa (aumento de 200X).⁽⁹⁾

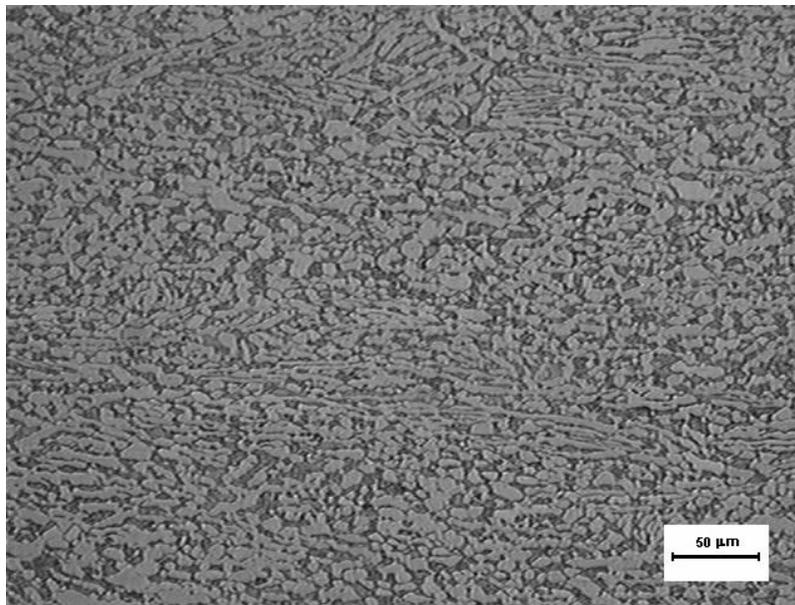


Figura 5. Micrografia da liga Ti-6Al-4V tratada por IIIP após ensaio de fluência a 600 °C e 319 MPa (aumento de 200X).⁽¹¹⁾

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.

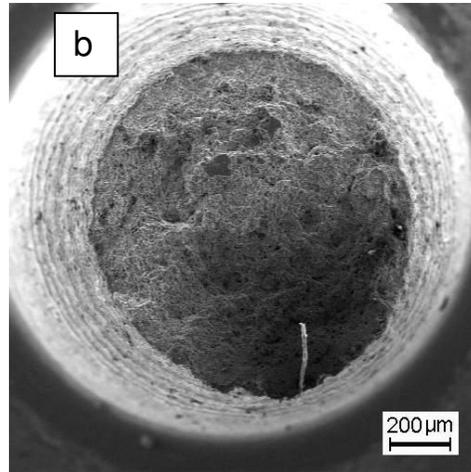
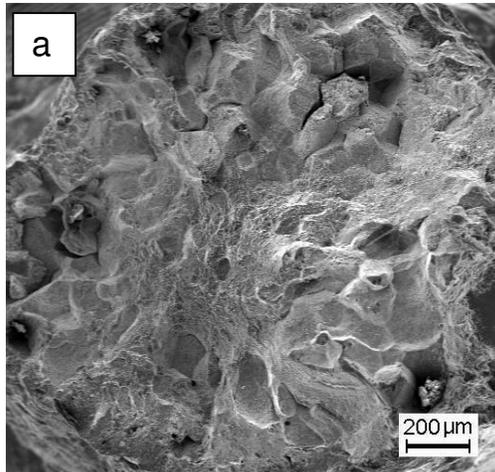


Figura 6. Aspecto geral da liga Ti-6Al-4V após ensaio de fluência a 600 °C e 250 MPa. a) tratada por nitretação por laser pulsado Nd:YAG; b) tratada por IIIIP.⁽¹¹⁾

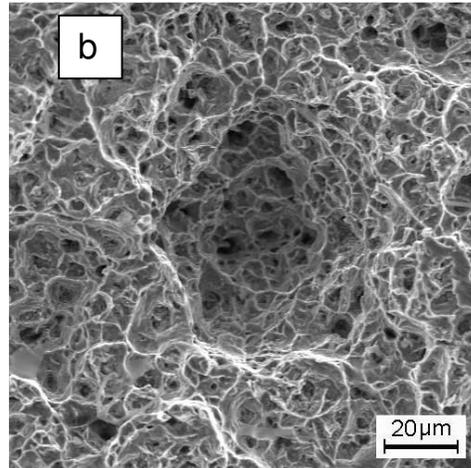
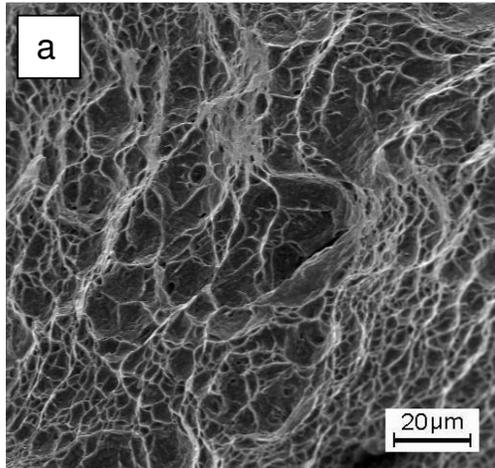


Figura 7. Região central da superfície de fratura da liga Ti-6Al-4V após ensaio de fluência a 600 °C e 250 MPa. a) tratadas por nitretação por laser pulsado Nd:YAG; b) tratada por IIIIP.^(9,11)

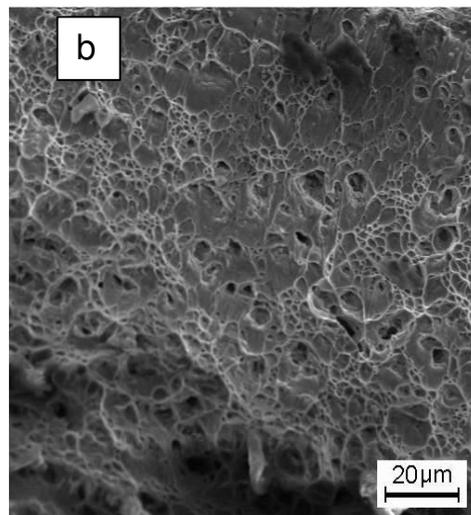
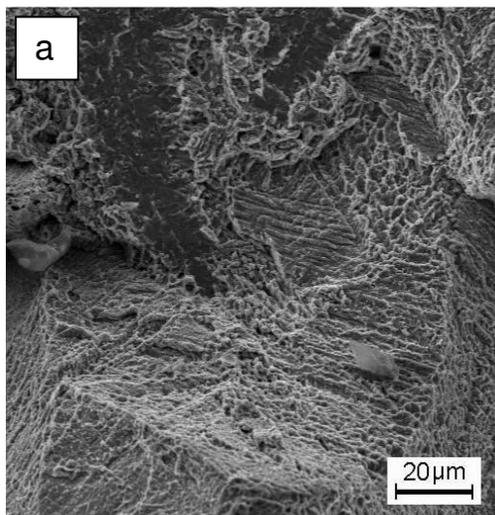


Figura 8. Região lateral da superfície de fratura da liga Ti-6Al-4V após ensaio de fluência a 600 °C e 250 MPa. a) tratadas por nitretação por laser pulsado Nd:YAG; b) tratada por IIIIP.^(9,11)

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.

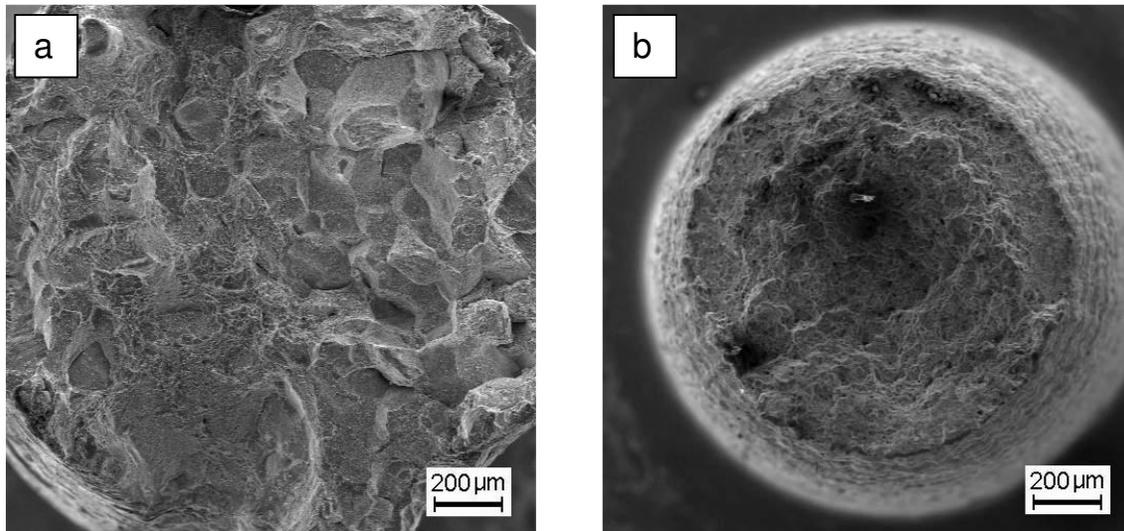


Figura 9. Aspecto geral da liga Ti-6Al-4V após ensaio de fluência a 600 °C e 319 MPa. a) tratada por nitretação por laser pulsado Nd:YAG; b) tratada por IIIP.^(9,11)

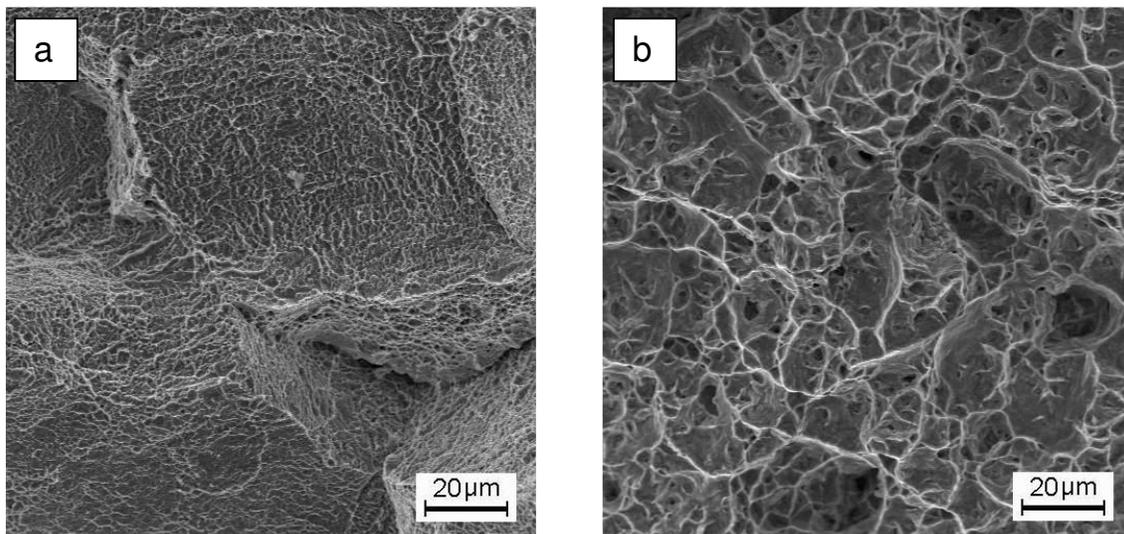


Figura 10. Região central da superfície de fratura da liga Ti-6Al-4V após ensaio de fluência a 600 °C e 319 MPa. a) tratadas por nitretação por laser pulsado Nd:YAG; b) tratada por IIIP.^(9,11)

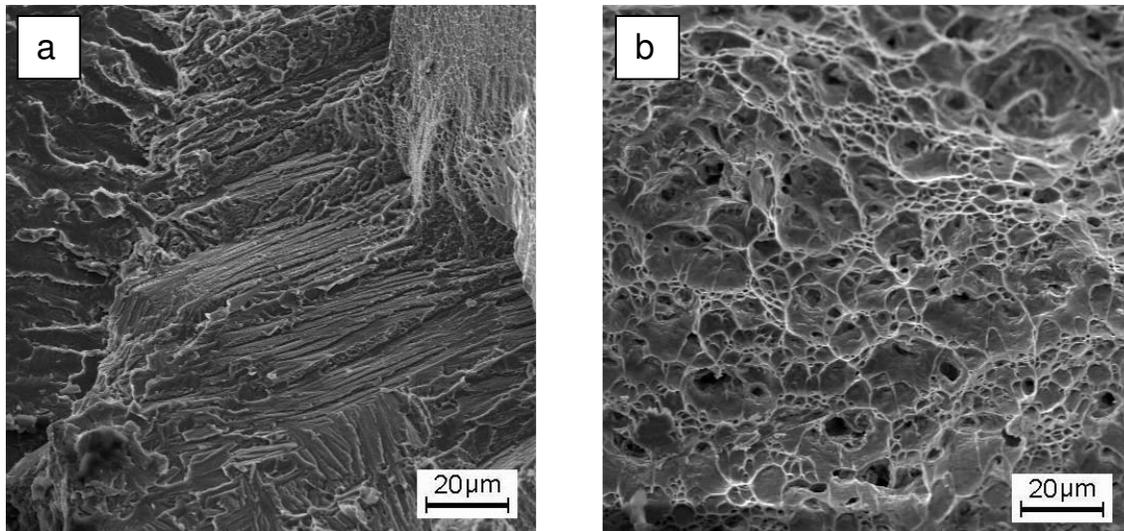


Figura 11. Região lateral da superfície de fratura da liga Ti-6Al-4V após ensaio de fluência a 600 °C e 250 MPa. a) tratadas por nitreção por laser pulsado Nd:YAG; b) tratada por IIIIP.^(9,11)

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 .

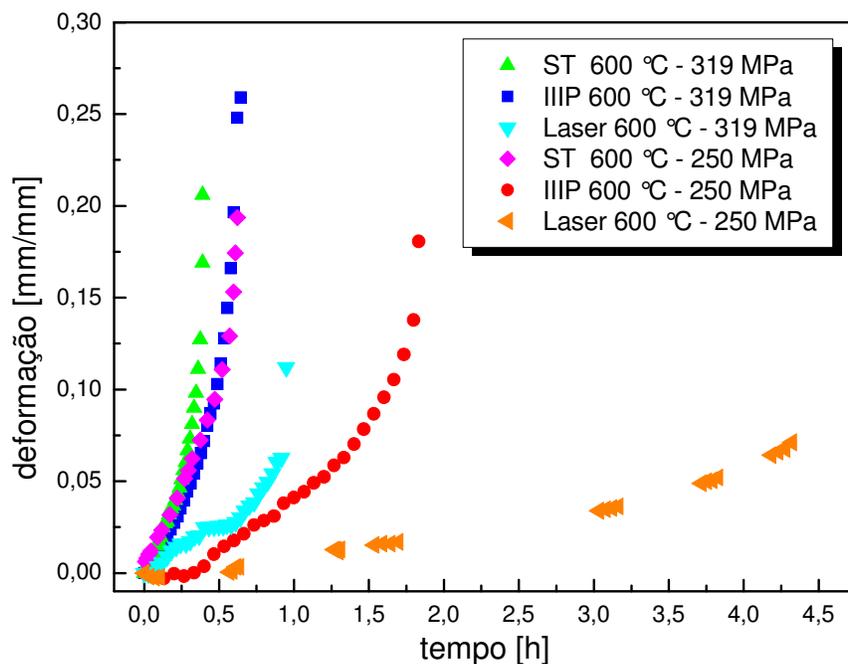


Figura 12. Curvas de fluência obtidas para a liga Ti-6Al-4V sem tratamento, tratadas por IIIIP e por laser pulsado Nd:YAG nas condições de 600 °C, com tensões de 250 MPa e 319 MPa.

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)	$\dot{\varepsilon}_s$ (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.