



ESTUDO DA OXIDAÇÃO EM LIGA DE TITÂNIO COM TRATAMENTO TÉRMICO¹

*Fabrcia Assis Resende²
Vnicius Prado de Oliveira²
Lucila Mayumi Yogi³
Danieli Aparecida Pereira Reis⁴
Carlos de Moura Neto⁵
Miguel Justino Ribeiro Barbosa⁶*

Resumo

O presente trabalho teve como objetivo o estudo da oxidaço na liga de titnio (Ti-6Al-4V) com diferentes tratamentos trmicos. Foram analisadas amostras da liga com diferentes estruturas: equiaxial, bimodal, martensita e Widmanstätten. As amostras foram previamente pesadas e levadas ao forno com atmosfera ao ar na faixa de temperatura de 500 a 800°C, cada amostra foi mantida a esta temperatura por 48 horas. Apés esse perodo as amostras foram retiradas e pesadas novamente. Os resultados obtidos sugerem que a estrutura de Widmanstätten apresenta-se mais resistente à oxidaço.

Palavra-chave: Titnio; Liga Ti-6Al-4V; Oxidaço; Tratamento trmico.

STUDY OF OXIDATION IN TITANIUM ALLOY WITH A HEAT TREATMENT

Abstract

The objective of this study was evaluating the oxidation of titanium alloy (Ti-6Al-4V) with different heat treatments. It was analyzed the Ti-6Al-4V alloy with different structures: equiaxed, bimodal, martensite and Widmanstätten. The samples were previously weighed and placed in a furnace with air atmosphere at temperatures range of 500 to 800°C. Each sample was kept at this temperature for 48 hours, after this period the samples were removed and weighed again. The results suggest that the structure of Widmanstätten is more resistant to oxidation.

Keywords: Titanium; Ti-6Al-4V alloy; Oxidation; Heat treating.

¹ *Contribuiço tcnica ao 66º Congresso Anual da ABM, 18 a 22 de julho de 2011, São Paulo, SP, Brasil.*

² *Graduaço, Escola de Engenharia de Lorena - EEL-USP.*

³ *Mestranda Instituto Tecnolgico de Aeronutica - ITA.*

⁴ *Doutora, Instituto Tecnolgico de Aeronutica, ITA, Scia Titular da ABM.*

⁵ *Professor Associado, Instituto Tecnolgico de Aeronutica, ITA, Scio Titular da ABM.*

⁶ *Professor; Escola de Engenharia de Lorena - EEL/USP.*

1 INTRODUÇÃO

A liga Ti-6Al-4V é a mais importante das ligas de titânio usadas em engenharia combinando propriedades atrativas com trabalhabilidade.⁽¹⁾ Esta liga tem sido muito utilizada na indústria aeronáutica e aeroespacial, particularmente para aplicações que requerem resistência em alta temperatura. Com o propósito de se projetar novas ligas de titânio com melhores propriedades, e para otimizar as condições de processamento de forjamento à quente da liga Ti-6Al-4V, é necessário entender os mecanismos associados à deformação sob temperaturas elevadas.

Em altas temperaturas, a resistência mecânica específica das ligas de titânio é particularmente atraente. Contudo a temperatura máxima de aplicação é limitada pelo comportamento de oxidação.⁽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.⁽³⁾ Apesar dos notáveis avanços no desenvolvimento de ligas de titânio, com alta resistência à tração, ductilidade e resistência à fluência em temperaturas elevadas, um dos fatores limitantes se deve a oxidação que restringe o uso dessas ligas em temperaturas superiores a 600°C.⁽⁴⁾

O ganho de massa para o titânio quando exposto a temperaturas superiores a 600°C é devido à difusão do oxigênio. 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.

Estudos recentes de difusão de oxigênio podem ser correlacionados com o tamanho de grão e microestrutura do material. A elevação dos níveis de oxigênio é associado com o aumento da microdureza e diminuição da ductibilidade do titânio.⁽⁵⁾

O presente trabalho tem como objetivo o estudo da oxidação em liga de titânio (Ti-6Al-4V) com diferentes tratamentos térmicos.

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.⁽⁶⁾

A análise química foi realizada através de análise via espectroscopia de emissão ótica com plasma indutivamente acoplado, em um equipamento ARL modelo 3410 do Departamento de Engenharia de Materiais da Faculdade de Engenharia Química de Lorena. Os resultados obtidos (% peso) foram: Ti = 89,16%, Al = 6,61%, e V = 4,23%.

2.2 Tratamento Térmico

A liga selecionada (Ti-6Al-4V recozida) foi submetida a três diferentes condições de tratamentos térmicos para avaliação de diferentes tipos de microestrutura no material, visando obtenção das estruturas de Widmanstätten,

Bimodal e Martensita. Os tratamentos anteriormente citados são obtidos como descrito abaixo.

2.2.1 Tratamento térmico para obtenção da estrutura Widmanstätten

O forno Lindberg/Blue foi aquecido a 1.050°C, os corpos-de-prova foram colocados em seu interior e deixados aquecer 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^o/min até a temperatura ambiente por volta de 20°C. Os corpos-de-prova já à temperatura ambiente foram retirados do forno e quebrou-se o tubo de quartzo que os envolvia, então foi realizada a lavagem dos corpos-de-prova na solução de decapagem.

2.2.2. Tratamento térmico para obtenção da estrutura Martensítica

O forno Lindberg/Blue foi aquecido a 1.050°C 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 imediatamente jogados em água a temperatura ambiente. Após essa etapa os corpos-de-prova foram lavados em solução de decapagem.

2.2.3. Tratamento térmico para obtenção da estrutura Bimodal

O tratamento térmico foi realizado em duas etapas: a) 1^a etapa: O forno refratário foi aquecido a 950°C, 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 corpo-de-prova passou por um processo de decapagem; b) 2^a etapa: Após o processo de decapagem os corpos-de-prova foram novamente encapsulados em atmosfera inerte. O forno foi ajustado para 600°C 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 à temperatura ambiente.

2.3 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).

2.4 Estudo de Oxidação

O tratamento de oxidação foi realizado em amostras com a superfície devidamente polidas da liga de titânio (Ti-6Al-4V) com diferentes estruturas: equiaxial, bimodal, martensita e Widmanstätten. Foram utilizadas dezesseis amostras, quatro de cada tratamento térmico, foram previamente pesadas em balanças analíticas e levadas ao forno com atmosfera ao ar em temperaturas de 500°C. Deixou-se uma amostra de cada um dos tratamentos térmico (bimodal, martensita e Widmanstätten), assim como a equiaxial nessa temperatura por 48 horas, após esse período as amostras foram retiradas do forno e pesadas

novamente. O procedimento acima foi repetido para cada uma das temperaturas de 600°C, 700°C, 800°C.

As amostras foram analisadas por medidas de microdureza Vickers com carga de 300 gf no equipamento Digital microhardness tester marca Future Tech, do Laboratório de metalografia AMR-CTA, São José dos Campos-SP.

3 RESULTADOS

3.1 Tratamento Térmico

As Figuras de 1 a 4, foram obtidas via microscopia óptica e apresentam a estrutura equiaxial (como recebida) e as estruturas obtidas nos tratamentos térmicos.

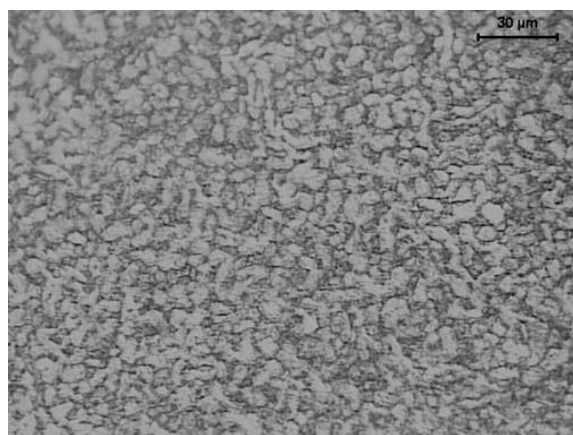


Figura 1. Micrografia da liga Ti-6Al-4V com estrutura equiaxial (como recebida).



Figura 2. Micrografia da liga Ti-6Al-4V com estrutura de Widmanstätten.

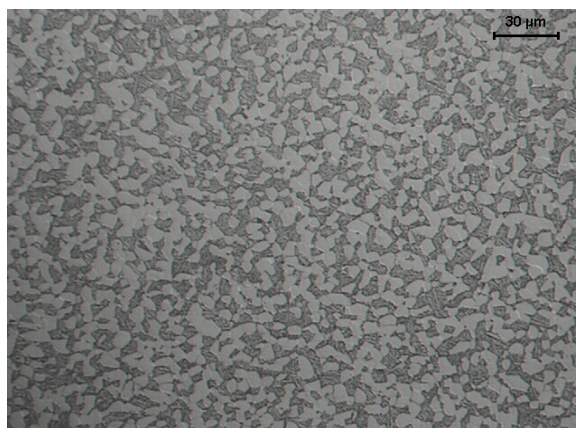


Figura 3. Micrografia da liga Ti-6Al-4V com estrutura Bimodal.



Figura 4. Micrografia da liga Ti-6Al-4V com estrutura Martensita.

A Tabela 1 apresenta os valores de microdureza obtidos para as estruturas dos tratamentos térmicos antes do estudo de oxidação com o objetivo de avaliar a microestrutura do material.

Tabela 1 – Medidas de microdureza para as estruturas obtidas por tratamento térmico

Estrutura	Microdureza (HV)
Como recebida	362,2 ± 5,4
Bimodal	355,9 ± 6,5
Martensita	426,0 ± 4,9
Widmanstätten	325,4 ± 6,4

3.2 Estudo de Oxidação

A Tabela 2 apresenta as medidas de ganho de massa das microestruturas obtidas por tratamento térmico após ensaio de oxidação por 48 horas.

Tabela 2. Medidas de ganho de massa das microestruturas obtidas por tratamento térmico em função da temperatura de oxidação por 48 h

Microestrutura	Ganho de massa (% g)			
	500°C	600°C	700°C	800°C
Como recebida	0	0,1042	0,2619	2,2152
Bimodal	0	0,0812	0,3858	3,5070
Martensita	0	0,0563	0,2013	1,8897
Widmanstätten	0	0,0460	0,2102	1,7700

Esses valores também são apresentados na Figura 4.

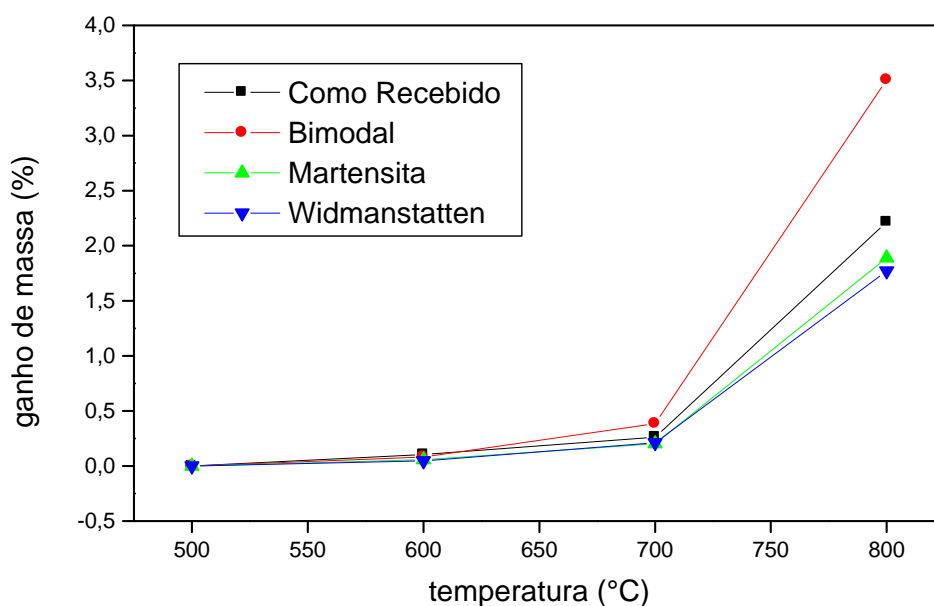


Figura 4. Medidas de ganho de massa das microestruturas obtidas por tratamento térmico em função da temperatura de oxidação por 48 h.

A Tabela 3 apresenta as medidas de microdureza das microestruturas obtidas por tratamento térmico em função da temperatura de oxidação. Tais medidas foram realizadas para avaliar a película de óxido formada sobre a superfície das amostras.

Tabela 3 – Medidas de microdureza das microestruturas obtidas por tratamento térmico em função da temperatura de oxidação

Microestrutura	Microdureza (HV)				
	não oxidadas	500°C	600°C	700°C	800°C
Como recebida	362,2 ± 5,4	447,7 ± 8,2	659,4 ± 16,8	900,9 ± 12,9	866,8 ± 23,4
Bimodal	355,9 ± 6,5	443,5 ± 9,1	710,9 ± 12,2	868,5 ± 21,2	810,2 ± 22,2
Martensita	426,0 ± 4,9	434,9 ± 2,1	859,1 ± 18,7	842,5 ± 23,2	831,6 ± 23,5
Widmanstätten	325,4 ± 6,4	424,1 ± 10,2	433,8 ± 10,8	700,2 ± 10,2	1006,0 ± 17,1

Os valores da Tabela 3 também são apresentados na Figura 5.

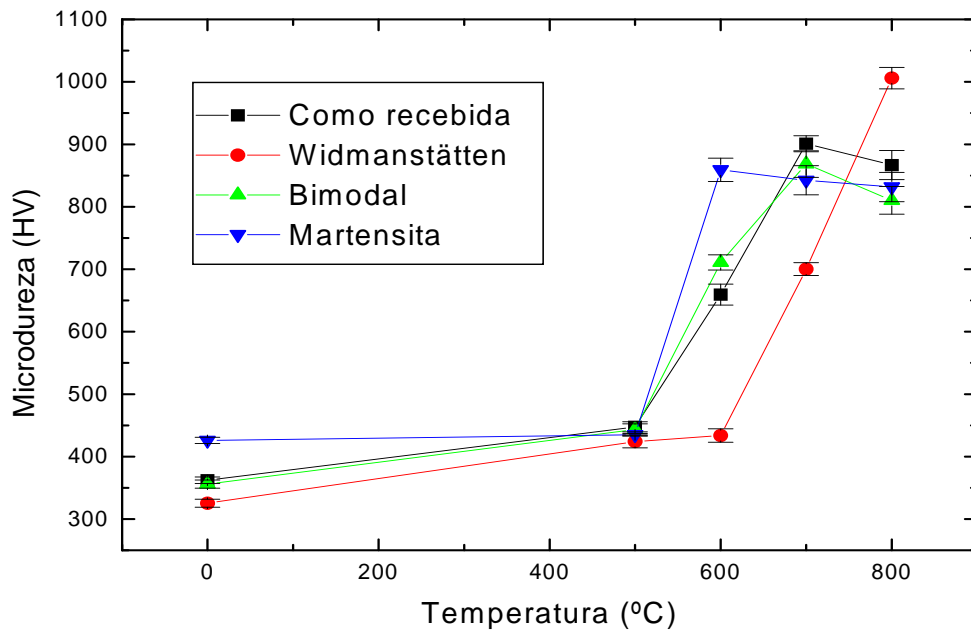


Figura 5 - Medidas de microdureza das microestruturas obtidas por tratamento térmico em função da temperatura de oxidação.

As Figuras 6 a 9 apresentam imagens obtidas via MEV das microestruturas após teste de oxidação a 500°C, 600°C, 700°C e 800°C por 48 h.

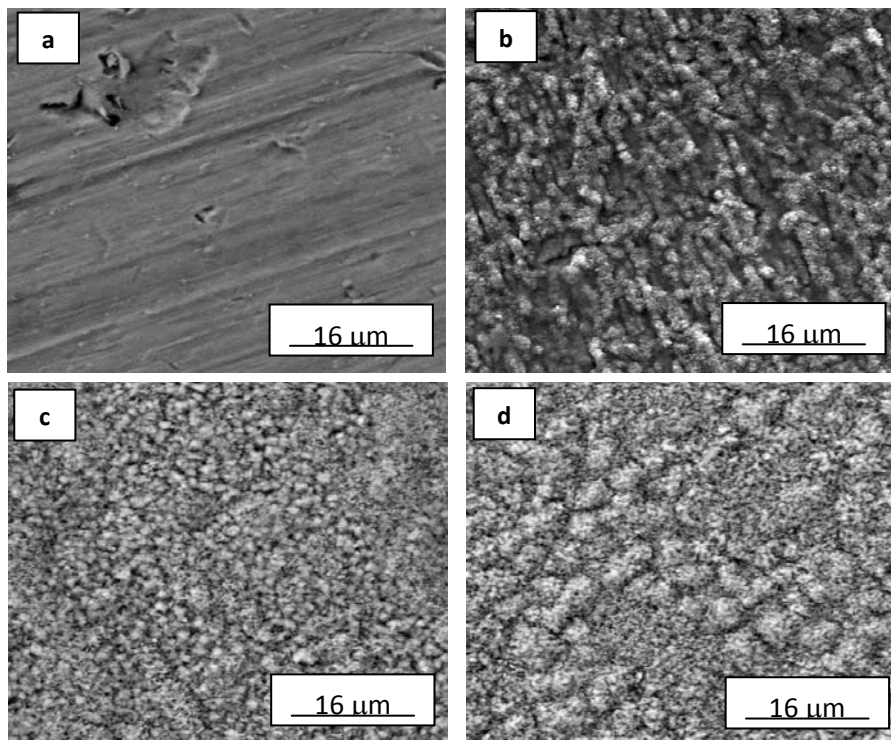


Figura 6 - Imagens obtidas via MEV da microestrutura da liga equiaxial (como recebida), após teste de oxidação: a) 500°C, b) 600°C, c) 700°C e d) 800°C, por 48 h.

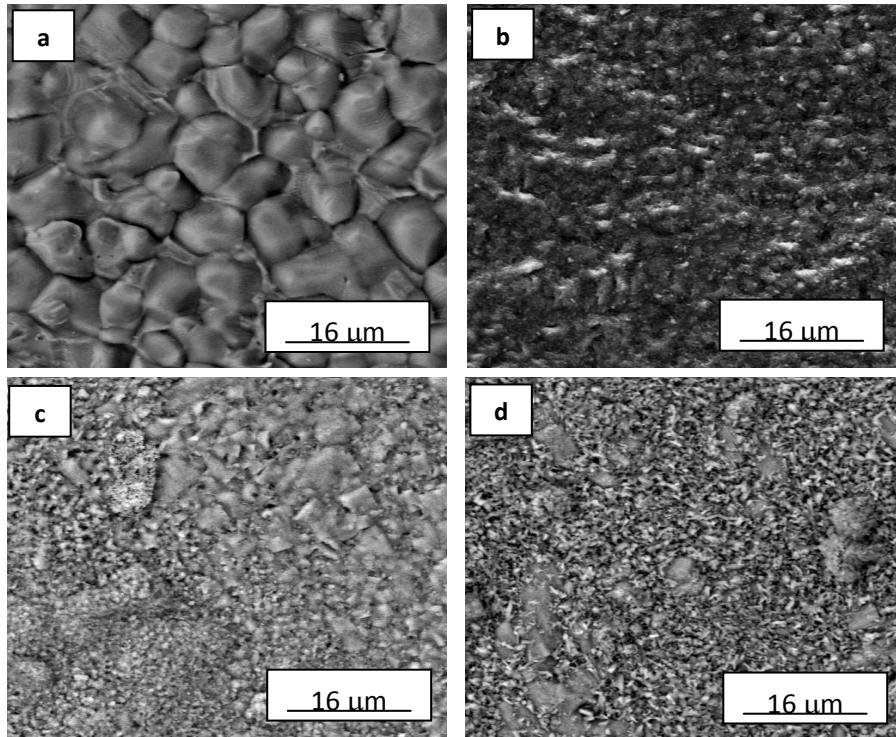


Figura 7 - Imagens obtidas via MEV da microestrutura Widmanstätten, após teste de oxidação: a) 500°C, b) 600°C, c) 700°C e d) 800°C, por 48 h.

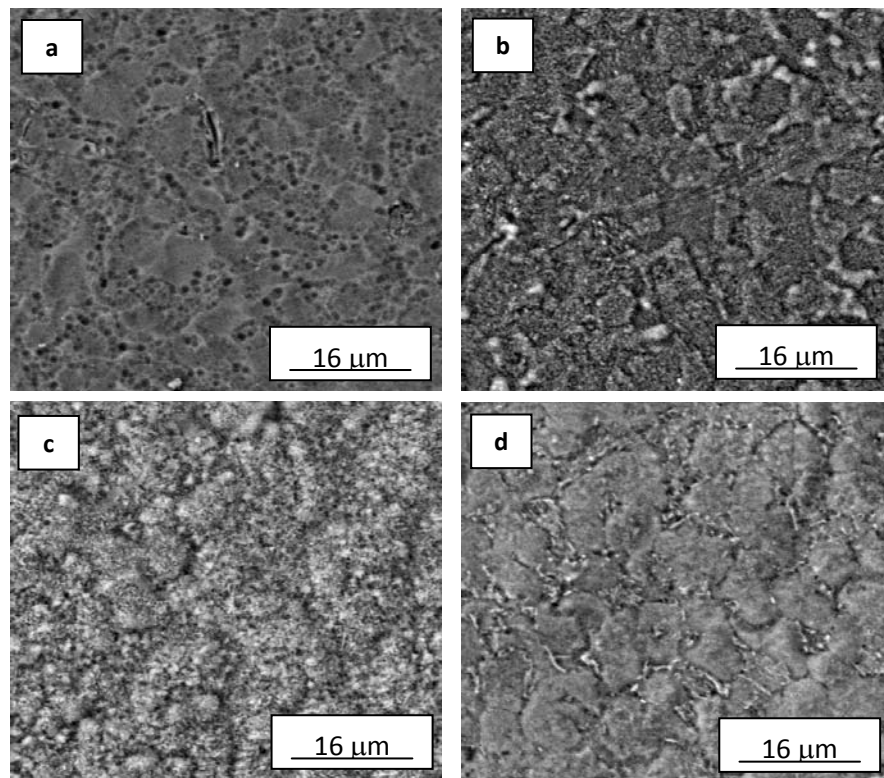


Figura 8 - Imagens obtidas via MEV da microestrutura Bimodal, após teste de oxidação: a) 500°C, b) 600°C, c) 700°C e d) 800°C, por 48 h.

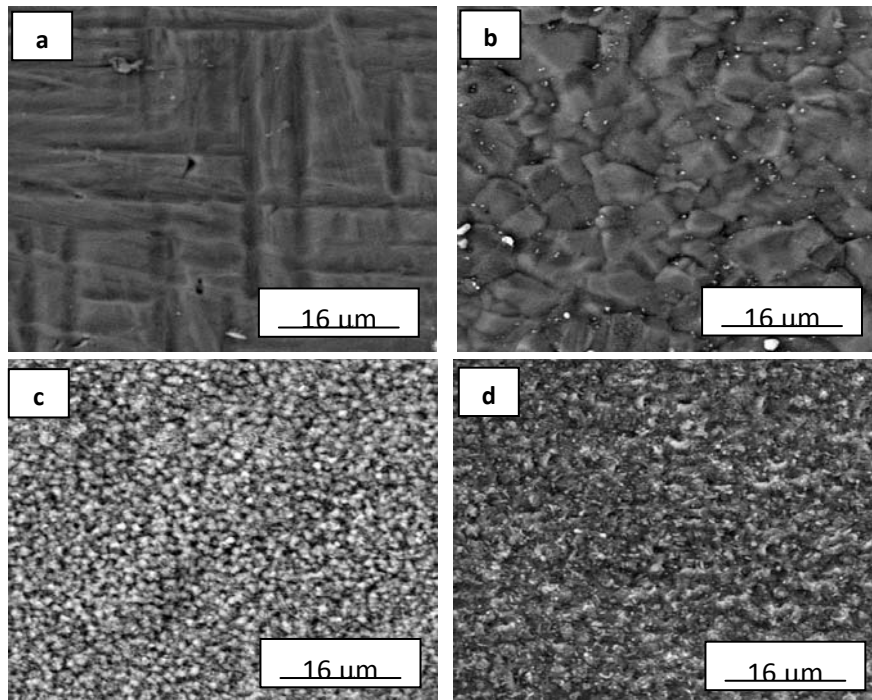


Figura 9 - Imagens obtidas via MEV da microestrutura Martensita, após teste de oxidação: a) 500°C, b) 600°C, c) 700°C e d) 800°C, por 48 h.

4 DISCUSSÃO

Nas ligas tratadas termicamente foi estimada a microestrutura mais sensível à oxidação através de estudos envolvendo análises microestruturais, microdureza e ganho de massa da liga. Inicialmente as ligas foram submetidas a 500°C, 600°C, 700°C e 800°C por 48 h em forno com atmosfera ao ar. Após esse período foi medido o ganho de massa, os valores de microdureza e realizou-se a avaliação microestrutural das ligas.

Pode-se observar que a estrutura de Widmanstätten apresenta maior tamanho médio de grão, em torno de 395 µm, podendo assim ocasionar maior resistência à oxidação da liga, pois 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.

O ganho de massa para o titânio quando exposto a temperaturas superiores a 600°C é devido à difusão do oxigênio. O nitrogênio e outras espécies são menos sensíveis do que o oxigênio nas 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. O crescimento superficial da camada de oxidação formada aumenta com a elevação da temperatura de exposição da liga. Os resultados obtidos não apresentam uma diferença significativa de ganho de massa entre as estruturas estudadas.

O oxigênio difundido na liga aumenta a sua dureza e a quantidade de oxigênio é proporcional à dureza no titânio a, ser estimada por medidas de microdureza.

Os resultados 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 formado. O óxido formado apresentou maior dureza na temperatura de 800°C indicando um aumento de resistência a corrosão-desgaste da liga de Widmanstätten. É possível que os menores valores de dureza observados a 500°C, 600°C e 700°C em valores absolutos, sejam resultados de camadas mais finas de oxidação em função da maior resistência ao processo e do tipo de óxido formado. O metal combina-se com oxigênio para formar uma longa série de óxidos, de TiO até Ti₇O₁₂. Pela observação dos valores de ganho de massa, microestrutura e microdureza pode-se considerar a estrutura de Widmanstätten como a mais resistente à oxidação. Esse aspecto deverá ser melhor analisado futuramente por difração de raios X, com o objetivo de se obter os tipos de óxidos formados e se estimar a espessura da camada de óxido formado.

5 CONCLUSÃO

Neste trabalho foi estimado a microestrutura mais sensível à oxidação através de estudos envolvendo análises microestruturais, ganho de massa e microdureza da liga de titânio (Ti-6Al-4V) tratada termicamente. Os resultados obtidos sugerem que a estrutura de Widmanstätten apresenta-se mais resistente à oxidação devido a fatores como o maior tamanho médio de grão. Na observação da análise de ganho de massa as microestruturas Martensítica e de Widmanstätten apresentaram valores muito próximos. Contudo a microestrutura de Widmanstätten na temperatura de 800°C apresenta maior dureza devido a formação da camada de óxido, sugerindo um aumento da resistência a corrosão-desgaste.

Agradecimentos

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

REFERÊNCIAS

- 1 NORRIS, G. Feeling the heat. Metal Bulletin Monthly, v.386, p.36-39, 1994.
- 2 LEYENS, C.; PETERS, M. Titanium and titanium alloys: fundamentals and applications. Germany: Wiley – VCH, 2003. 513p.
- 3 G. Welsch and A. I. Kahveci, "Oxidation of High- Temperature Intermetallics" ed. by T. Grobstein and J. Doychak, TMS, Warrendale, PA, USA, 207, (1988).
- 4 M. W. Kearns, M. W. Earns and J. E. Restall, Sixth World Conf. On titanium, Cannes, 1988, paper SU8, p.396, Les Editions de Physique, Les Ulis, (1998).
- 5 PITT, F., RAMULU, M., *JMEPEG*, v.13, p. 727-734, 2004.
- 6 American Society for Testing and Materials (ASTM). B265-89. Standard specification for titanium and titanium alloy strip, sheet and plate. Philadelphia, 1990, p.6.