



ESTUDO DE FLUÊNCIA DA LIGA Ti-6Al-4V APÓS MODIFICAÇÃO SUPERFICIAL POR IMPLANTAÇÃO IÔNICA POR IMERSÃO EM PLASMA (3IP)¹

Susana Zepka²
Vinicius Souza de Oliveira³
Lucila Mayumi Yogi⁴
Maria Margareth da Silva⁵
Danieli Aparecida Pereira Reis⁶
Mário Ueda⁷
Carlos de Moura Neto⁸

Resumo

O objetivo deste trabalho é investigar a resistência à fluência da liga Ti-6Al-4V, após modificação superficial por implantação iônica por imersão em plasma (3IP). Para o tratamento de 3IP foi utilizado gás de nitrogênio (ion de implantação) para a formação do plasma; o material foi tratado durante 100 minutos. Após o tratamento por 3IP as amostras foram analisadas utilizando-se as técnicas de difração de raios X espectrometria de energia dispersiva de raios-X e microscopia de força atômica. Os ensaios de fluência foram realizados a 600°C, na modalidade de carga constante a 250 e 319 MPa. Após o ensaio de fluência as amostras foram analisadas pelas técnicas de microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura. Através das análises por raios X e EDS é possível constatar a presença de Ti₂N na superfície do material. No estudo das curvas de fluência observa-se um aumento da resistência da liga após o tratamento de 3IP.

Palavras-chave: Fluência; Ti-6Al-4V; Implantação iônica por imersão em plasma (3IP).

STUDY OF CREEP OF Ti-6Al-4V ALLOY USING PLASMA IMMERSION ION IMPLANTATION (PIII)

Abstract

This study aims to investigate the creep resistance of the Ti-6Al-4V alloy after surface modification by plasma immersion ion implantation (PIII). For the PIII treatment it was used nitrogen gas (ion implantation) to the formation of plasma, the material was treated for 100 minutes. After PIII treatment the samples were analyzed using the techniques of X-ray diffraction, spectrometry energy dispersive X-ray and atomic force microscopy. The creep tests were realized at 600°C, at constant load of 250 and 319 MPa. After the creep tests the samples were analyzed by optical microscopy and scanning electron microscopy. By chemical analysis by X-ray and EDS it is possible to determinate the Ti₂N on the surface. Through the study of the creep curves it is observed an increasing in creep resistance of the alloy after PIII treatment.

Key words: Creep; Ti-6Al-4V; Plasma immersion ion implantation (PIII).

¹ Contribuição técnica ao 65º Congresso Anual da ABM, 26 a 30 de julho de 2010, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

² Professora Assistente, Instituto Tecnológico de Aeronáutica.

³ Graduando, ETEP Faculdades, Bolsista de Desenv. Tecnológico Industrial do CNPq, INPE.

⁴ Mestranda, Instituto Tecnológico de Aeronáutica.

⁵ Professora Adjunta, Instituto Tecnológico de Aeronáutica.

⁶ Pós-Doutoranda, Sócia Titular da ABM, Instituto Tecnológico de Aeronáutica.

⁷ Pesquisador Sênior, Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais.

⁸ Professor Associado – Sócio Titular da ABM, Instituto Tecnológico de Aeronáutica.



1 INTRODUÇÃO

A liga Ti-6Al-4V é uma das mais utilizadas dentre as ligas de titânio em aplicações aeronáuticas e biomédicas devido a sua excelente combinação das propriedades mecânicas, dureza, resistência à corrosão e estabilidade química.^(1,2)

Entretanto, 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 alta solubilidade sólida do oxigênio no titânio resulta em perda de material e na formação de uma camada dura e frágil durante a exposição em ar a temperaturas elevadas.⁽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. Revestimentos de proteção que servem como barreiras à ação de oxigênio seriam, em princípio, possíveis de serem usados em ligas de titânio por longo tempo em altas temperaturas. Todavia, problemas de aderência durante o ciclo térmico e a difusão dos elementos do recobrimento no substrato são as atuais dificuldades encontradas nas utilizações desses materiais com os revestimentos.⁽⁴⁾

A implantação iônica por imersão em plasma (3IP) é uma tecnologia emergente com potencial de utilizações em 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 sendo peças tridimensionais, o que não é possível por meio da implantação convencional por feixes. A superfície tratada não depende de aderência, pois trata-se de uma modificação superficial, ou seja, não é filme.⁽⁵⁻⁹⁾

O objetivo deste trabalho é investigar a resistência à fluência da liga Ti-6Al-4V após modificação superficial por implantação iônica por imersão em plasma (3IP).

2 MATERIAL E MÉTODOS

Para a realização deste trabalho, foram utilizadas amostras da liga Ti-6Al-4V na forma de barras cilíndricas, na condição forjada e recozida a 190°C, durante 6 horas e resfriada no ar. A caracterização quanto à composição química dos principais elementos (percentual em peso), atende aos requisitos da norma ASTM B265-89.⁽¹⁰⁾

Os tratamentos de implantação iônica por imersão em plasma (3IP) foi realizado em uma câmara de vácuo do Laboratório Associado de Plasmas (LAP), no Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE).

O pulsador de alta tensão, modelo RUP-4, foi utilizado com tensão de saída de 10 kV e pulso com duração de 40µs e a frequência de 400 Hz. Para a produção de vácuo foi usado um conjunto de bombas, sendo uma do tipo mecânica e outra para alto vácuo, do tipo difusora. As amostras devidamente polidas e limpas foram fixadas em um porta-amostras dentro da câmara de vácuo, que deve ser adequadamente vedada para que o nível atinja a pressão desejada (aproximadamente 3×10^{-5} mbar de pressão de base e $5,3 \times 10^{-3}$ mbar de pressão de trabalho), necessária para a execução de processos de tratamento de superfície nos materiais. Foram implantados íons de nitrogênio durante 100 minutos.

Os ensaios de fluência foram realizados de acordo com a norma ASTM E139⁽¹¹⁾ utilizando os fornos da marca MAYES pertencentes ao Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA/DCTA). Nos fornos foram adaptados sistemas

elétricos e controladores e a aquisição de dados foi feita através do software Antares.

As amostras tratadas foram ensaiadas em fluência a 600°C, na modalidade de carga constante de 250 MPa e 319 MPa. Foram obtidos conjuntos de curvas e parâmetros experimentais relativos às regiões primária, secundária e terciária como função da tensão inicialmente aplicada.

A preparação das amostras para análise via microscopia óptica, eletrônica de varredura e de força atômica 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 100#, 150#, 220#, 320#, 400#, 500# e 600#. O polimento foi feito com uma solução de sílica coloidal (85% OP-S e 15% H₂O₂).

Foi utilizada a técnica de difração de raios X, na configuração de incidência rasante para a determinação das fases cristalinas presentes no material. Para a caracterização das amostras foram utilizados: microscópio óptico Leica modelo DMRXP, microscópio eletrônico de varredura da marca LEO modelo 435 VPI e microscópio de força atômica da marca VEECO modelo Multimode V com estação de controle Nanoscope V.

3 RESULTADOS

Os resultados obtidos da composição da liga (% p) foram: Ti = 89,16 %, Al = 6,61% e V = 4,23%. Esta análise foi feita via espectroscopia de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado da liga sem tratamento, em um equipamento ARL modelo 341.

A Figura 1 mostra a micrografia da liga como recebida obtida por microscopia óptica.

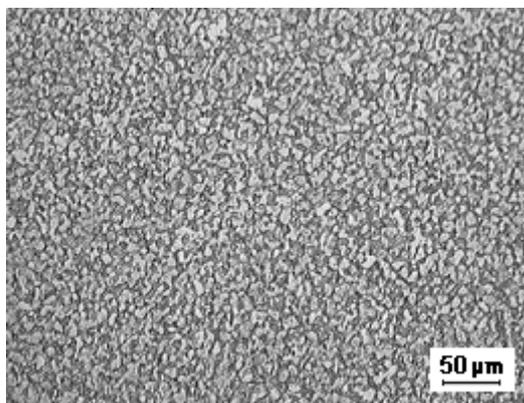


Figura 1. Micrografia da liga Ti-6Al-4V como recebida.

As Figuras 2 e 3 apresentam as micrografias, por microscopia óptica, da liga submetida ao tratamento por 3IP após ensaio de fluência a 600°C com tensão de 250 MPa e 319 MPa, respectivamente.

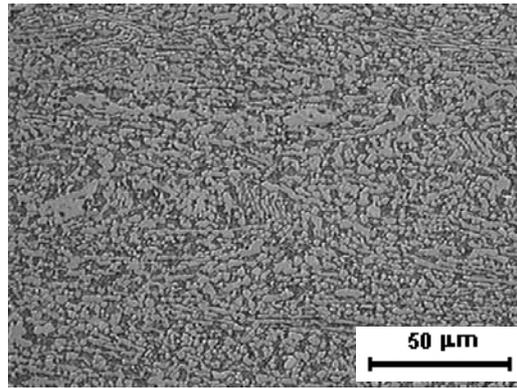


Figura 2. Micrografia da liga Ti-6Al-4V tratada por 3IP após ensaio de fluência a 600°C e 250 MPa.

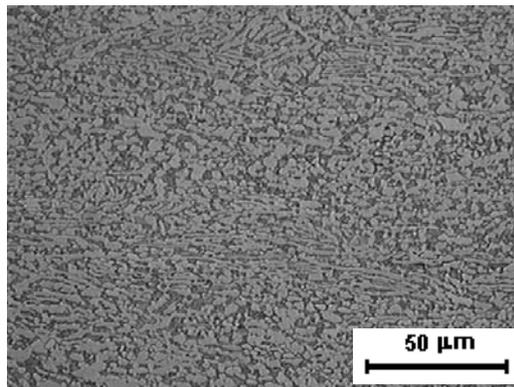


Figura 3. Micrografia da liga Ti-6Al-4V tratada por 3IP após ensaio de fluência a 600°C e 319 MPa.

As Figuras 4 e 5 mostram imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura para análise fractográfica do corpo-de-prova submetido ao tratamento por 3IP após ensaio de fluência a 600°C com tensão de 250 MPa e 319 MPa, respectivamente.

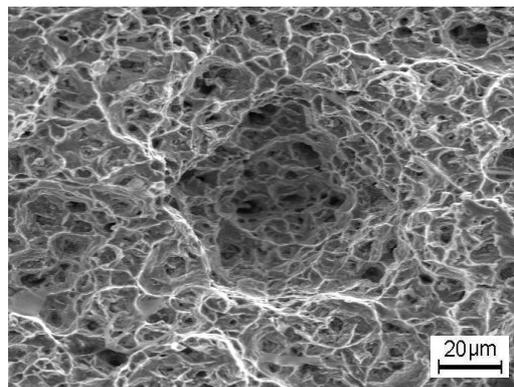


Figura 4. Região central da superfície de fratura do CDP após ensaio de fluência a 600°C e 250 MPa.

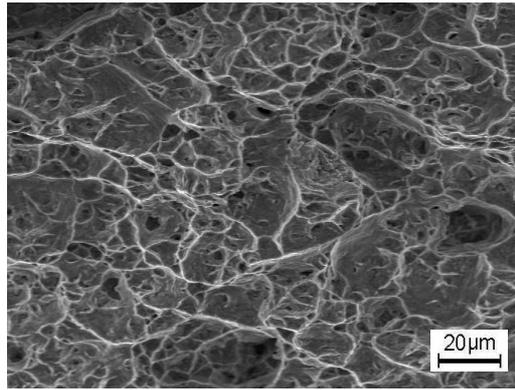


Figura 5. Região central da superfície da fratura do CDP após ensaio de fluência a 600°C e 319 MPa.

As Figuras 6 e 7 mostram imagens obtidas por microscopia de força atômica para observação da superfície da amostra da liga sem tratamento e tratada por 3IP, respectivamente.

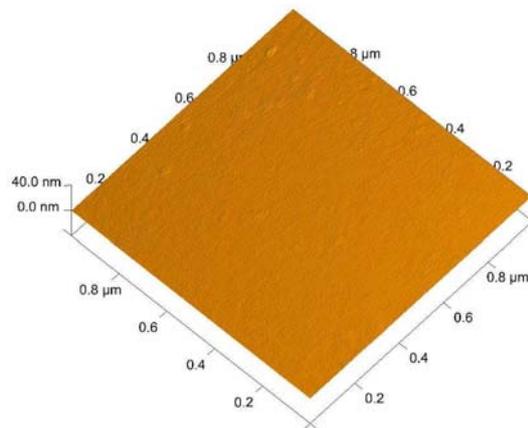


Figura 6. Microscopia de força atômica da superfície da amostra da liga Ti-6Al-4V sem tratamento.

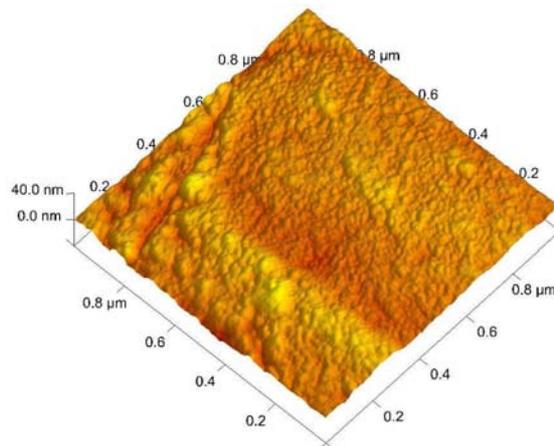


Figura 7. Microscopia de força atômica da superfície da amostra da liga Ti-6Al-4V submetida ao tratamento de 3IP.

A média aritmética da rugosidade apresentada a partir de uma área superficial de 1,00 μm^2 , da amostra sem tratamento e devidamente polida, é de 0,0903 nm. Para a amostra tratada por 3IP a rugosidade de uma área superficial de 1,02 μm^2 é de 1,94 nm.



As Figuras 8 e 9 apresentam os resultados de análise via EDS referente a uma amostra da liga sem tratamento e submetida ao tratamento de 3IP, respectivamente.

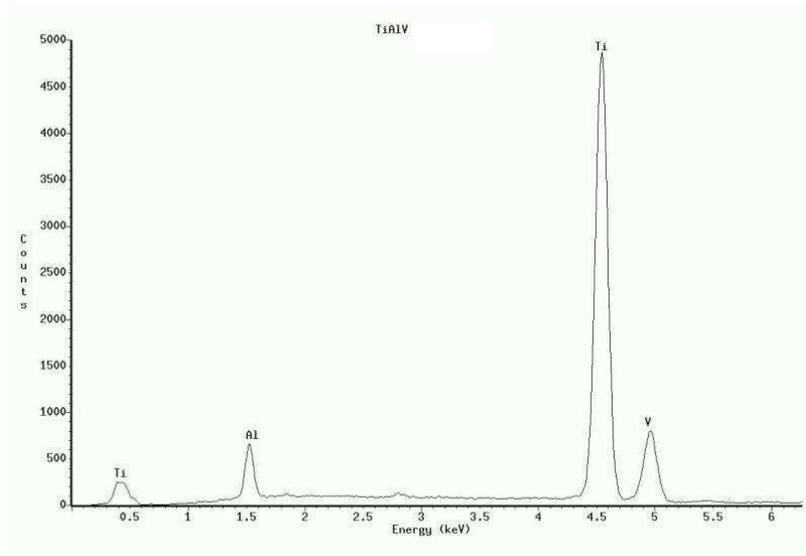


Figura 8. Espectro da amostra da liga Ti-6Al-4V sem tratamento.

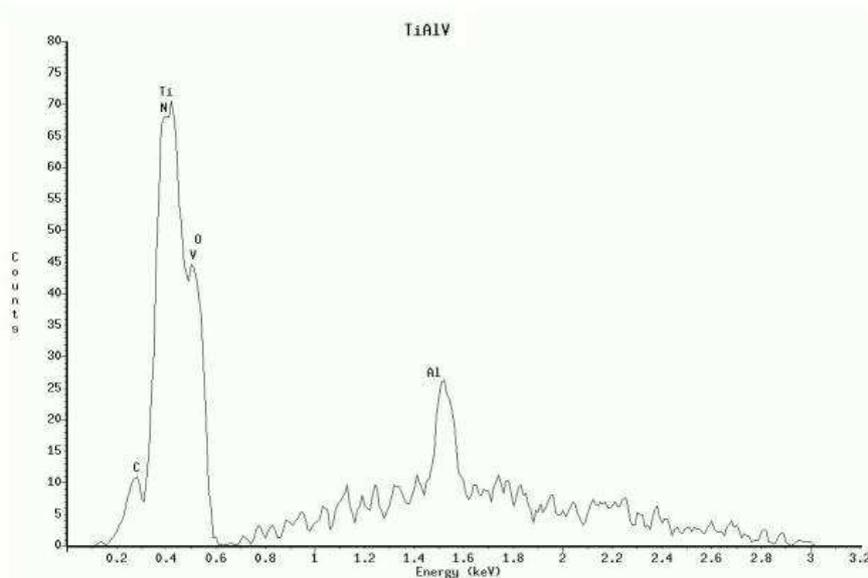


Figura 9. Espectro da amostra da liga Ti-6Al-4V após processo de implantação iônica.

Na Tabela 1 é apresentada uma análise semiquantitativa dos elementos encontrados na amostra após o tratamento de implantação iônica via EDS.

Tabela 1. Análise semiquantitativa dos elementos encontrados na amostra após o tratamento de implantação iônica via EDS

Elemento	%Atômica
Titânio	49,03%
Alumínio	6,51%
Vanádio	28,03%
Nitrogênio	16,43%
Total	100,00%

A Figura 10 apresenta o espectro obtido a partir da técnica de difração de raios X da amostra sem tratamento e após o tratamento por 3IP.

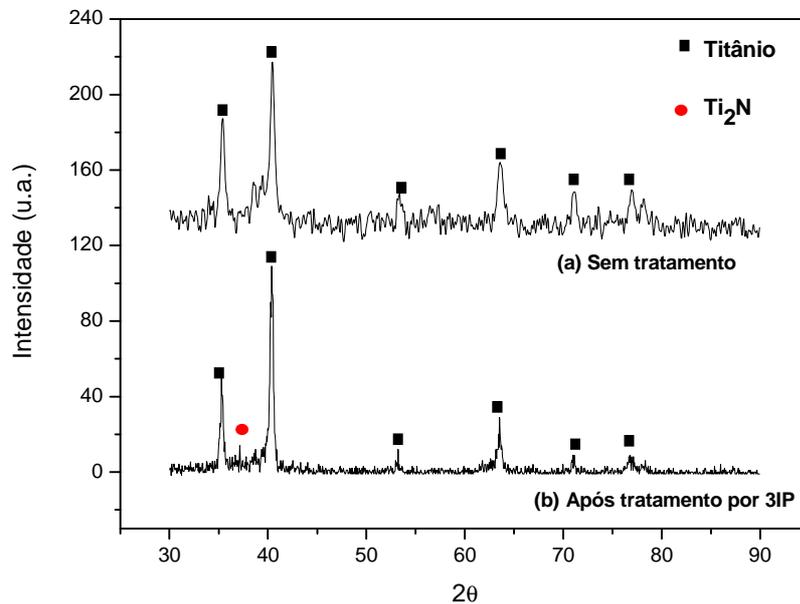


Figura 10. Espectro adquirido por difração de raios X da amostra de Ti-6Al-4V não tratada e após o 3IP.

A Figura 11 apresenta as curvas de fluência obtidas para a liga sem tratamento e tratadas por 3IP nas condições de 600°C com tensão de 250 MPa e 319 MPa.

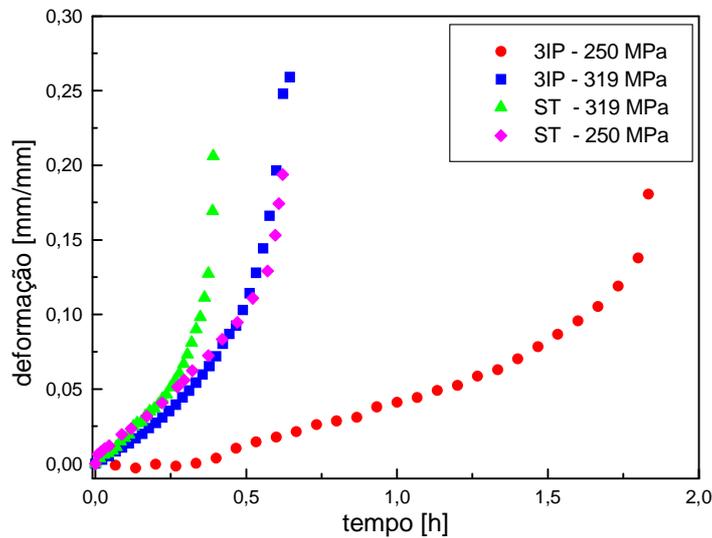


Figura 11. Curvas de fluência obtidas para as amostras da liga Ti-6Al-4V, sem tratamento e submetidas ao 3IP, nas condições de tratamento, ambas ensaiadas a 600°C com tensão de 250 MPa e 319 MPa.

4 DISCUSSÃO

A liga submetida ao tratamento por 3IP, e após ensaio de fluência (Figuras 2 e 3), apresenta uma microestrutura fina semelhante à da liga como

recebida (Figura 1). Observa-se a presença da fase α (mais clara) e da fase β (mais escura) compondo uma microestrutura de grãos pequenos. Nas amostras tratadas e ensaiadas por fluência observa-se o alongamento dos grãos no sentido da tensão aplicada durante o ensaio.

As Figuras 4 e 5 apresentam imagens obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura para análise fractográfica da liga tratada por 3IP após ensaio de fluência. Foram evidenciados os fenômenos de estrição e o desenvolvimento de microcavidades. Observa-se uma estrutura uniforme com *dimples* de formato equiaxial e pouca profundidade. Prevaecem, nos dois casos, os mecanismos de fratura dúctil.

As Figuras 6 e 7 apresentam um perfil superficial de rugosidade de uma área de $1 \mu\text{m}^2$. A amostra sem tratamento apresenta valor de rugosidade média de 0,0903 nm, e a amostra após tratamento de 3IP rugosidade média de 1,94 nm. É possível observar o aumento da rugosidade superficial da amostra tratada.

Na Figura 8 são identificados, por EDS, os elementos químicos que compõem a liga de titânio como recebida (titânio, alumínio e vanádio) e na Figura 9, após o tratamento de 3IP, é constatada a presença do nitrogênio na composição da superfície.

A Figura 10 apresenta os espectros adquiridos a partir de difração de raios X na amostra não tratada onde são identificados apenas os picos de titânio e após o tratamento foi identificada a presença de um pico de Ti_2N , formado na superfície do material.

Na Figura 11 são apresentadas as curvas de fluência da liga sem tratamento e tratadas por 3IP. Nota-se que, em ambas condições de ensaio, os corpos-de-prova tratados por 3IP, aumentaram significativamente a resistência do material à fluência. Portanto, o tratamento superficial empregado pode ser utilizado como proteção do material em altas temperaturas.

5 CONCLUSÃO

As micrografias da liga tratadas por 3IP após ensaio de fluência apresentaram uma microestrutura semelhante a da liga sem tratamento. Observa-se a presença da fase α (mais clara) e da fase β (mais escura) compondo uma microestrutura fina.

Nas imagens obtidas por MEV para análise fractográfica da liga tratada por 3IP após ensaio de fluência são evidenciados os fenômenos de estrição e o desenvolvimento de microcavidades. Observa-se uma estrutura uniforme com *dimples* de formato equiaxial e pouca profundidade. Prevaleram os mecanismos de fratura dúctil. Através da técnica de difração de raios X é identificada a formação de Ti_2N durante o tratamento de 3IP.

Nas curvas de fluência obtidas para a liga sem tratamento e tratadas por 3IP, observa-se que esse tipo de tratamento permite um aumento significativo da resistência do material à fluência, podendo ser utilizado para proteção do material à oxidação na aplicação em altas temperaturas.

Agradecimentos

Ao CNPq, pelo apoio financeiro.

Ao Instituto Tecnológico de Aeronáutica, pelo suporte da infraestrutura e do suporte acadêmico.

Ao Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, pelo apoio nos tratamentos 3IP.

À Divisão de Materiais do Instituto de Aeronáutica e Espaço, do DCTA, pelo apoio nas análises micrográficas.

REFERÊNCIAS

- 1 SAKAI, T., OHASHI, M., CHIBA, K., *Acta Metall.*, v. 36, p.1781, 1988.
- 2 LEE, W.S., LIN, C.F., High-temperature deformation behavior of Ti-6Al-4V alloy evaluated by strain-rate compression tests. *Journal of Materials Processing Technology*, v.75, p.127-136, 1998.
- 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 SILVA, M. M., UEDA, M, PICHON L., REUTHER, H, LEPIENSKI, C. M. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research. B*, doi: 10.1016/j.nimb.2007.01.135. 2007
- 6 UEDA, M, SILVA, M. M., LEPIENSKI, C. M., SOARES Jr., P. C., GONÇALVES, J.A.N., REUTHER, H. *Surface and Coatings Technology* 201, p.4953-4956, 2007.
- 7 MELLO, C. B., UEDA, M., SILVA M. M., REUTHER, H., PICHON, L., LEPIENSKI, C. M. *Wear* 267 p. 867-873, 2009.
- 8 REIS, D.A.P., Efeito do recobrimento cerâmico e da atmosfera de ensaio na fluência de liga refratária. (Tese de doutorado). INPE/MCT, São José dos Campos – SP, 188p, 2004.
- 9 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 Aeronáutica e Mecânica) – Instituto Tecnológico de Aeronáutica, Comando-Geral de Tecnologia Aeroespacial, 2007.
- 10 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, Philadelphia. B265-89. Standard specification for titanium and titanium alloy strip, sheet and plate. Philadelphia, 1990, p.6.
- 11 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, Philadelphia. E139-83. Standard practice for conducting creep, creep-rupture and stress-rupture test of metallic materials. Philadelphia, 1995.