

# ESTUDO MICROESTRUTURAL DA LIGA Ti-6Al-4V COM ESTRUTURA DE WIDMANSTÄTTEN E COM RECOBRIMENTO COMO FORMA DE BARREIRA TÉRMICA<sup>1</sup>

Luciana Aparecida Narciso da Silva Briguento<sup>2</sup>

Danieli Aparecida Pereira Reis<sup>3</sup>

Carlos de Moura Neto<sup>4</sup>

Giovanni Franco Pasqualin<sup>5</sup>

Miguel Justino Ribeiro Barboza<sup>6</sup>

Flávio Perpétuo Briguento<sup>7</sup>

## Resumo

A afinidade das ligas de titânio pelo oxigênio é um dos principais fatores que limitam sua aplicação como material estrutural a temperaturas elevadas. Devido à necessidade de se desenvolver materiais que possam ser utilizados em condições mais agressivas a utilização de revestimentos torna-se importante. O objetivo deste trabalho é avaliar a microestrutura da liga Ti-6Al-4V com estrutura de Widmanstätten e com revestimento como forma de barreira térmica (CoNiCrAlY + ZrO<sub>2</sub>), aplicado por aspersão térmica após ensaio de fluência. Foram realizados ensaios de fluência a 600°C, para tensões de 125, 250 e 319 MPa, na modalidade de carga constante. Após ensaio de fluência o material foi analisado pelas técnicas de microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura. A análise microestrutural mostra que o material apresentou fratura dúctil caracterizada pela formação e coalescência de microcavidades com forma e tamanhos variados. A quantidade e forma das microcavidades são influenciadas pela tensão aplicada durante o teste de fluência.

**Palavras-chave:** Liga Ti-6Al-4V; Revestimento como forma de barreira térmica; Caracterização microestrutural; Aspersão térmica.

## MICROSTRUCTURAL EVALUATION OF Ti-6Al-4V WITH WIDMANSTÄTTEN STRUCTURE AND THERMAL BARRIER COATING

### Abstract

The affinity of titanium alloys by oxygen is one of the main factors that limit their application as structural material at high temperatures. Coatings become important due to the needs to develop materials that can be used in more aggressive conditions. The aim of this work is to evaluate the microstructure after creep test of Ti-6Al-4V with Widmanstätten structure with thermal barrier coating (CoNiCrAlY + ZrO<sub>2</sub>), applied by thermal spray. Creep tests were performed at 600°C, and stress conditions of 125, 250 and 319 MPa at constant load. After creep test the material was analyzed by optical microscopy and scanning electron microscopy. The microstructural analysis shows that the material had ductile fracture characterized by the formation and coalescence of microcavities with different shape and sizes. The quantity and form of the microcavities are influenced by stress applied during creep tests.

**Key-words:** Ti-6Al-4V alloy; Thermal barrier coating; Microstructural characterization; Thermal spray.

<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> Mestranda; Instituto Tecnológico de Aeronáutica – ITA.

<sup>3</sup> Pós doutoranda- Sócia Titular da ABM; Instituto Tecnológico de Aeronáutica – ITA.

<sup>4</sup> Professor Associado II – Sócio Titular da ABM; Instituto Tecnológico de Aeronáutica - ITA.

<sup>5</sup> Estudante Engenharia Mecânica – Escola Técnica Prof. Everardo Passos - ITA

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

<sup>7</sup> Professor; Universidade Paulista –Unip.

## 1 INTRODUÇÃO

Ligas de titânio são utilizadas em aplicações como componente estrutural devido à combinação de suas propriedades como estabilidade metalúrgica, baixa massa específica e boa resistência à corrosão em temperaturas inferiores a 600°C.<sup>(1-4)</sup>

Dentre as ligas de titânio, a liga Ti-6Al-4V se destaca devido a propriedades como boa trabalhabilidade e usinabilidade e alta resistência à fluência sendo amplamente utilizadas em motores e estruturas aeronáuticas.<sup>(5,6)</sup>

Um método de se alterar a microestruturas e propriedades dos materiais é a realização de tratamentos térmicos. Com a realização de operações de tratamento térmico pode-se alterar características mecânicas e estruturais do material, como aumento da dureza e da resistência mecânica, melhoria da ductilidade, da resistência ao desgaste e corrosão, da resistência ao calor, entre outras.<sup>(6,7)</sup>

Com o objetivo de aumentar a resistência à fluência da liga Ti-6Al-4V, foram realizados tratamentos térmicos no material visando à obtenção da estrutura de Widmanstätten que apresenta um maior tamanho médio de grão quando comparada com o material não tratado.<sup>(8)</sup>

Barboza e colaboradores analisaram o comportamento em fluência da liga Ti-6Al-4V com estrutura de Widmanstätten e observaram que a mesma apresenta maior resistência à fluência do que o  $\alpha$ -Ti, e que essa maior resistência à fluência pode ser atribuída as interfaces  $\alpha/b$  que agem como obstáculos ao deslocamento de discordâncias e ao maior tamanho médio de grão que contribui para redução no escorregamento ao longo dos contornos de grão e para a redução na oxidação.<sup>(9)</sup>

Um dos fatores que limitam a aplicação das ligas de titânio como material estrutural em alta temperatura é sua afinidade com o oxigênio.<sup>(1,10)</sup> Quando aquecidas a temperaturas de próximas de 800°C, oxigênio, hidrogênio e nitrogênio penetram nas ligas e aumentam a dureza e a fragilidade do material.<sup>(11)</sup>

Um método utilizado para aumentar a vida útil ou a temperatura de trabalho de materiais é a utilização de recobrimentos depositados por diversos processos. Essa técnica se torna importante devido à necessidade de se desenvolver materiais que possam ser utilizados em condições mais agressivas.<sup>(12)</sup> O recobrimento utilizado neste trabalho é chamado de barreira térmica (*Thermal Barrier Coating – TBC*), devido a sua função específica.<sup>(13)</sup>

Uma técnica para a deposição de recobrimentos como forma de barreira térmica é a aspensão térmica por plasma. É uma técnica versátil, onde praticamente todos os materiais podem ser fundidos sem sua decomposição e podem ser depositados como recobrimentos em substratos resistentes ao calor. Além disso, grandes áreas de geometria complexa podem ser recobertas.<sup>(6,11)</sup>

Os TBC's utilizados na maior parte de suas aplicações consistem de um sistema de duas camadas. A camada externa de zircônia estabilizada com ítria, cuja principal função é proteger o substrato das altas temperaturas e uma camada de ligação interna de MCrAlY (onde M=Ni, Co, Fe ou uma combinação desses elementos), cuja principal função é proteger o substrato de oxidação e corrosão em temperaturas elevadas.<sup>(14)</sup>

O objetivo deste trabalho é o estudo microestrutural pelas técnicas de microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura da liga Ti-6Al-4V tratada termicamente com estrutura de Widmanstätten e com recobrimento como forma de barreira térmica de CoNiCrAlY + ZrO<sub>2</sub> aplicado por aspensão térmica via plasma

após realização de ensaios de fluência ao ar na temperatura de 600°C e tensões de 125 MPa, 250 MPa e 319 MPa na modalidade de carga constante.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

Foi utilizada a liga Ti-6Al-4V na forma de barras cilíndricas, adquiridas da Empresa Multialloy Eng. Mat. Ltda., na condição forjada e recozida a 190°C durante 6 horas e resfriada ao ar. A caracterização quanto à composição química dos principais elementos (%p), atende aos requisitos da norma ASTM B265-89.<sup>(15)</sup>

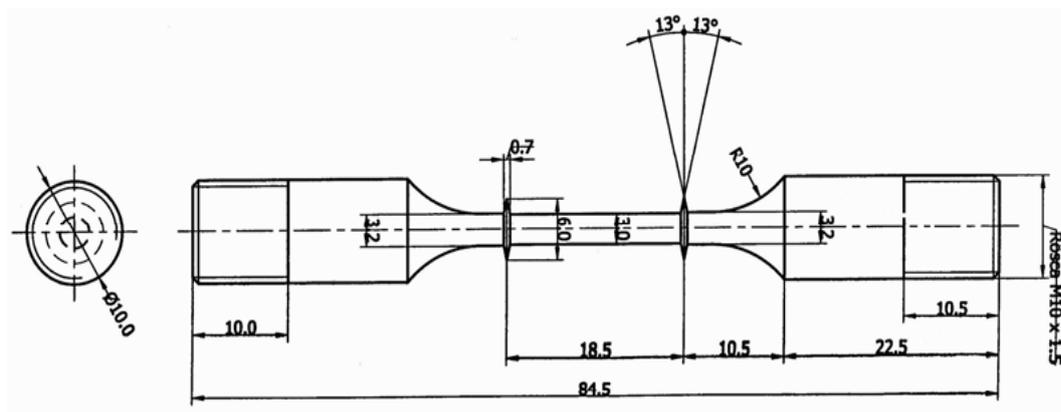


Figura 1. Corpo-de-prova utilizado para ensaio de fluência.

### 2.1 Tratamentos Térmicos

O tratamento térmico para obtenção da estrutura Widmanstätten, consistiu no encapsulamento a vácuo dos corpos-de-prova em tubos de quartzo com diâmetro interno de 21 mm, colocados em um forno tubular Lindberg/blue-M modelo STF 54434C, sob atmosfera de argônio. As amostras permaneceram na temperatura de 1.050°C por 30 minutos, seguindo-se de resfriamento ao forno até a temperatura de 700°C (6°C/min) e resfriamento ao ar até temperatura ambiente.

### 2.2 Recobrimento Cerâmico

A liga Ti-6Al-4V com estrutura de Widmanstätten foi submetida a aplicação de recobrimento de CoNiCrAlY + ZrO<sub>2</sub> por aspensão térmica para ser submetida a ensaios de fluência. A aplicação da camada metálica de CoNiCrAlY (Bond Coat Amdry 995C), foi realizada com camada média de 0,127 mm (0,005") sob substrato de Ti-6Al-4V. A aplicação da camada cerâmica de zircônia estabilizada com 8,0% Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (%m) (top Coat Metco 204B NS) foi feita com uma camada média de 0,635 mm (0,025") sobre a camada metálica de CoNiCrAlY. O processo de aspensão térmica foi feito em equipamento Sulzer Metco Type 9 MB.

### 2.3 Ensaio de Fluência

Os ensaios de fluência foram realizados em fornos da marca MAYES. Aos fornos foram adaptados sistemas elétricos e controladores, desenvolvidos pela BSW Tecnologia, Indústria e Comércio Ltda., de acordo com as exigências da norma ASTM E139-06.<sup>(16)</sup> Para coleta de dados relativos ao alongamento dos corpos-de-prova e medidas de temperatura, em períodos de tempo pré-determinados, foi

utilizado o Software Antares. Utilizou-se um transdutor do tipo LVDT Schlumberger D 6,50 para a obtenção das medidas de alongamento e um termopar tipo Cromel-Alumel AWG24 para o controle de temperatura.

## 2.4 Preparação para Caracterização Microestrutural

A preparação das amostras para caracterização por microscopia ótica consistiu em corte manual dos corpos-de-prova após ensaio de fluência nos sentidos transversal e longitudinal. Em seguida, foi realizado o embutimento a quente (150°C) sob pressão de 21 MPa e lixamento manual com lixas à base de SiC. O polimento foi feito com uma solução de sílica coloidal (OP-S).

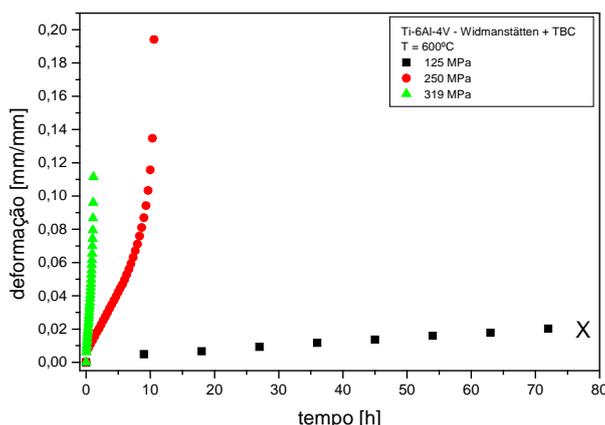
Para análise de microscopia ótica, foi utilizado um microscópio óptico Carl Zeiss.

A análise via MEV tinham como finalidade o estudo das características de superfícies de fratura após ensaio de fluência. Foram realizadas no modo elétrons retro-espalhados, cujo principal mecanismo de contraste está relacionado às diferenças de número atômico médio entre as fases presentes. Foi utilizado microscópio eletrônico de varredura da marca JEOL modelo JFM-5310, pertencente ao LAS/INPE.

## 3 RESULTADOS

### 3.1 Ensaio de Fluência

A liga Ti-6Al-4V, após tratamento térmico e com recobrimento cerâmico, foi submetida a ensaios de fluência a 600°C nas condições de 125 MPa, 250 MPa e 319 MPa, na modalidade de carga constante. A Figura 2 apresenta as curvas de fluência correspondentes à deformação verdadeira  $\epsilon$ , como função do tempo.



**Figura 2-** Curva de fluência Ti-6Al-4V com estrutura de Widmanstätten e TBC a 600°C nas tensões de 125 Mpa, 250 Mpa e 319 MPa

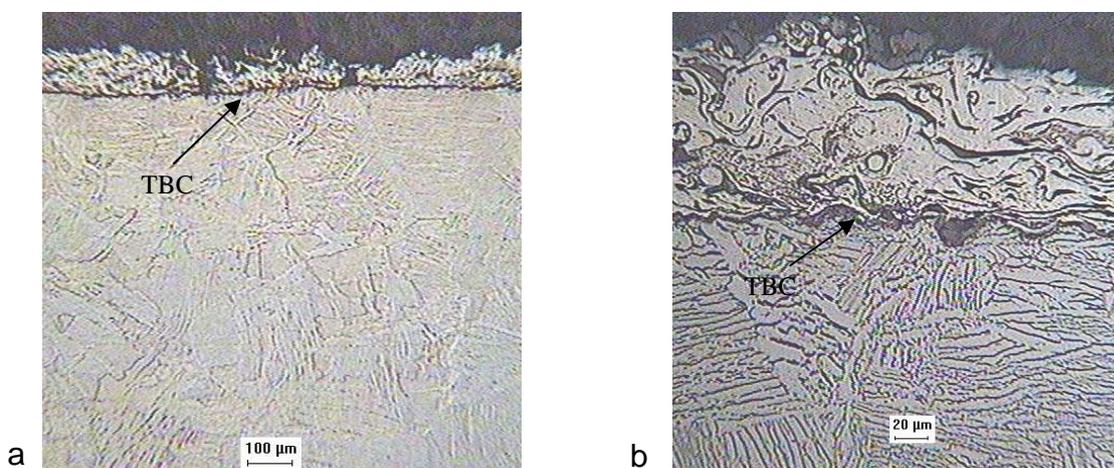
### 3.2 Análise Microestrutural

A Figura 3 mostra a imagem da liga com microestrutural de Widmanstätten antes da aplicação do recobrimento e da realização dos testes de fluência.



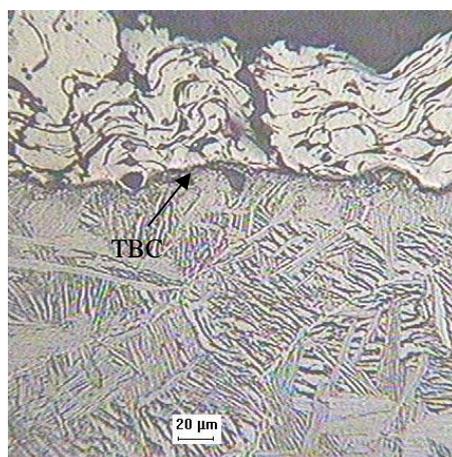
**Figura 3** - Micrografia da liga Ti-6Al-4V com estrutura de Widmanstätten.<sup>(8)</sup>

As Figuras 4 a e b mostram micrografias da região longitudinal da amostra de Widmanstätten e TBC após teste de fluência a 600°C e 125 Mpa.



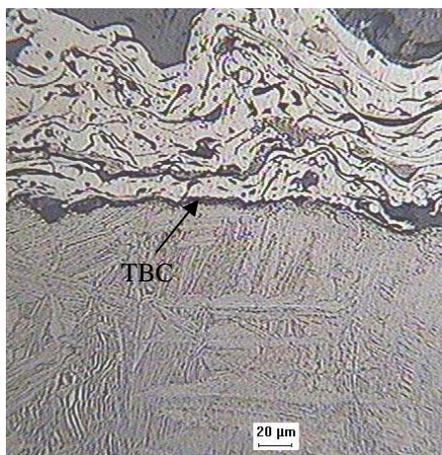
**Figura 4:** Imagens obtidas por Microscopia Óptica da seção longitudinal da amostra de Widmanstätten e TBC, após teste de fluência a 600°C e 125 MPa.

A Figura 5 mostra a micrografia da região longitudinal da amostra de Widmanstätten e TBC após teste de fluência a 600°C e 250 MPa.



**Figura 5:** Imagem obtida por Microscopia Óptica da seção longitudinal da amostra de Widmanstätten e TBC, após teste de fluência a 600°C e 250 MPa.

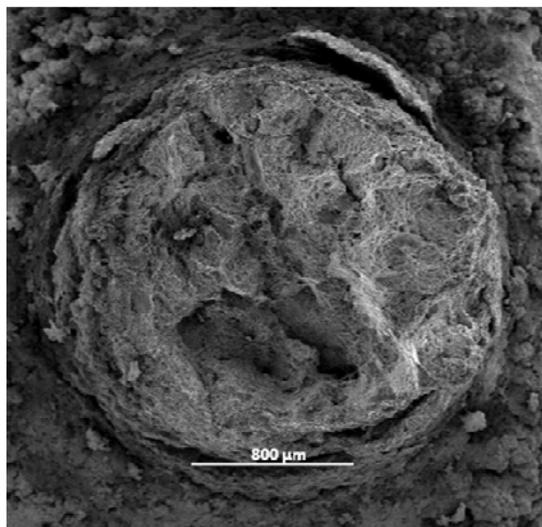
A Figura 6 mostra a micrografia da região longitudinal da amostra de Widmanstätten e TBC após teste de fluência a 600°C e 319 Mpa.



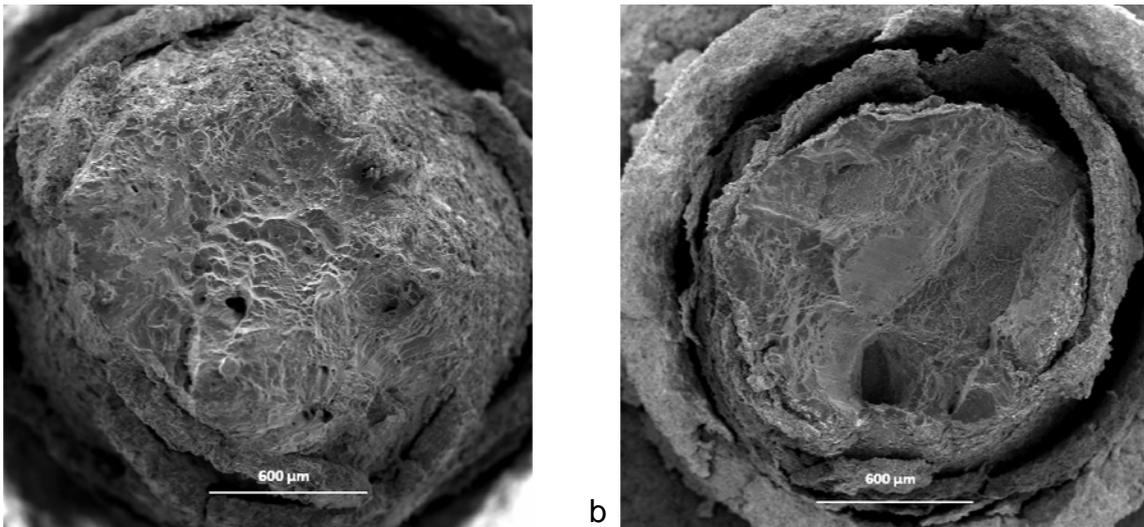
**Figura 6:** Imagem obtida por Microscopia Óptica da seção transversal da amostra de Widmanstätten e TBC, após teste de fluência a 600°C e 319 MPa.

Para um melhor entendimento das principais características das superfícies fraturadas, foi realizada análise fractográfica após teste de fluência a 600°C nas tensões de 125 MPa, 250 MPa e 319 MPa.

As Figuras 7 e 8 mostram o aspecto geral de fratura a 600°C e 125 MPa, 250 MPa e 319 MPa na amostra com estrutura de Widmanstätten e com TBC.

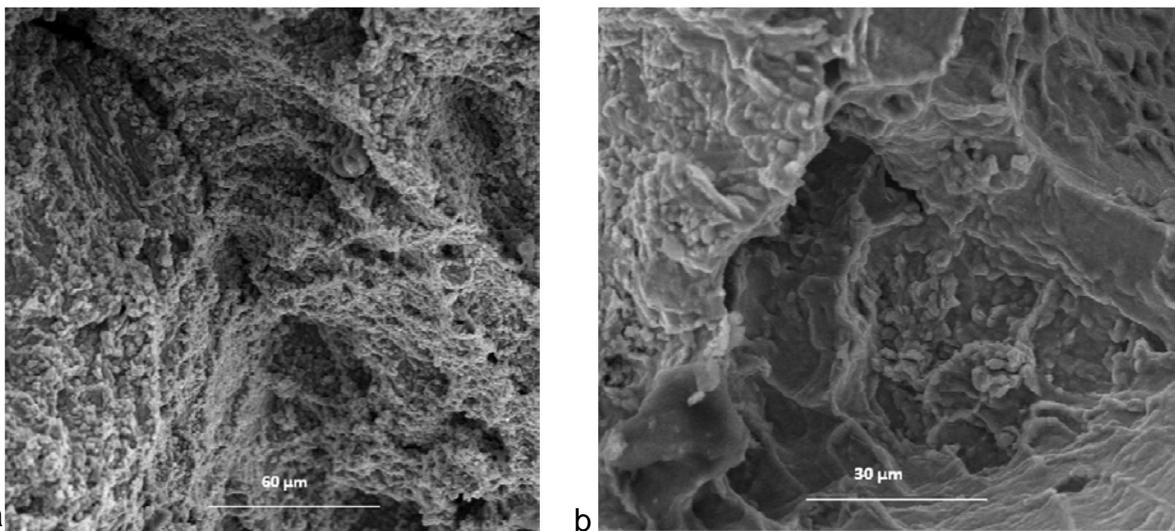


**Figura 7:** Aspecto Geral obtida via MEV da Superfície de Fratura da liga Ti-6Al-4V com estrutura Widmanstätten e TBC a 600°C e 125 MPa.



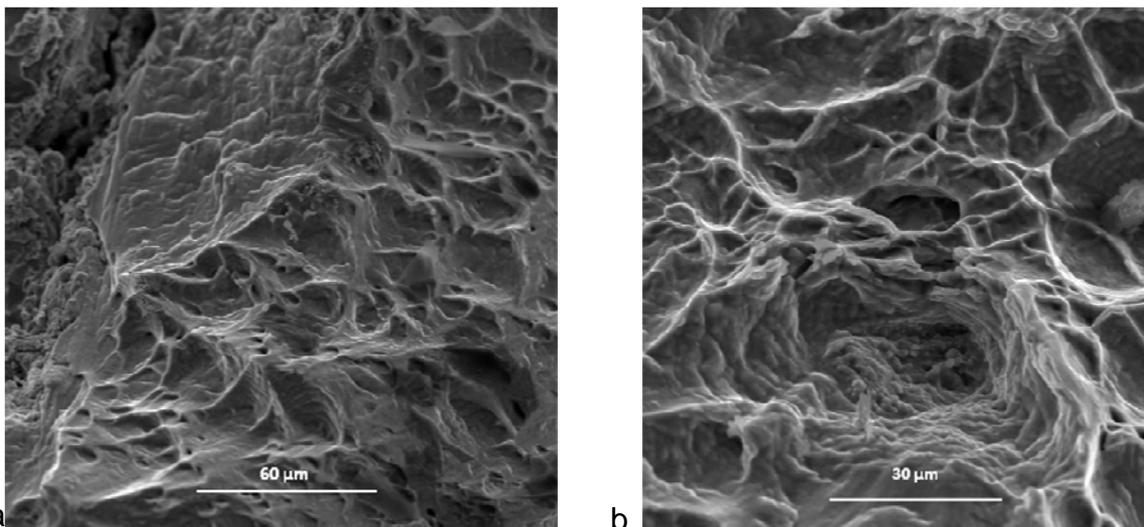
**Figura 8:** Aspecto Geral obtida via MEV da Superfície de Fratura da liga Ti-6Al-4V com estrutura Widmanstätten e TBC a: a - 600°C e 250 MPa; b- 600°C e 319 MPa.

As Figuras 9a e 9b mostram imagens das regiões centrais e laterais da superfície fraturada a 600°C e 125 MPa.



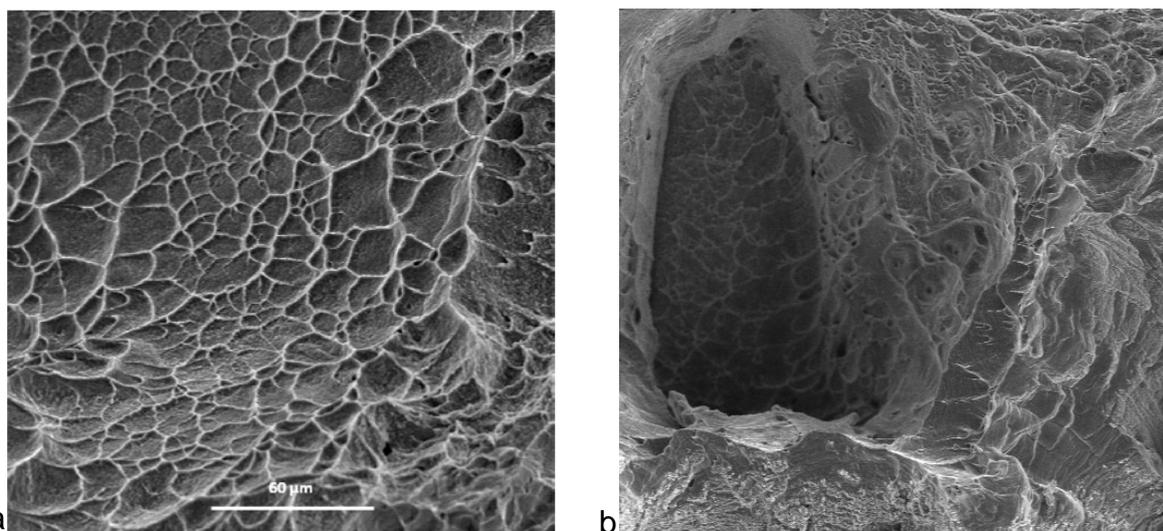
**Figura 9 - a:** Superfície fratura a 600°C e 125 MPa da região central da amostra.; **b:** Superfície fratura a 600°C e 125 MPa da região lateral da amostra.

As Figuras 10a e 10b mostram imagens das regiões centrais e laterais da superfície fraturada a 600°C e 250 MPa.



**Figura 10** - a: Superfície fratura a 600°C e 250 MPa da região lateral da amostra; b: Superfície fratura a 600°C e 250 MPa da região central da amostra.

As Figuras 11a e 11b mostram imagens das regiões centrais e laterais da superfície fraturada a 600°C e 319 MPa.



**Figura 11** - a: Superfície fratura a 600°C e 319 MPa da região central da amostra; b: Superfície fratura a 600°C e 319 MPa da região lateral da amostra.

#### 4 DISCUSSÕES

Após tratamento térmico obteve-se a microestrutura de Widmanstätten (Figura 3), com tamanho médio de grão de 395 µm. O aumento do tamanho de grão obtido na liga Ti-6Al-4V levou a uma maior resistência a fluência, pois reduziu o mecanismo de escorregamento do contorno de grão e diminuiu a difusão de oxigênio ao longo dos contornos de grão.

Conforme evidenciado nas imagens de fraturas (Figuras 7, 8a e 8b), com o aumento da tensão ocorreu um maior desprendimento do recobrimento. Tal fato deve-se também ao processo de aspersão térmica, que ocasiona a formação de trincas e defeitos no material.

Pela observação das fractografias obtidas (Figuras 9, 10 e 11) observa-se que para todas as condições o material apresentou uma fratura do tipo transgranular de

característica dúctil. Observa-se a presença de *dimples* de pouca profundidade, e coalescência de microcavidades com formas e tamanhos variados e marcas de escorregamento que evidenciam a fratura dúctil.

## 5 CONCLUSÃO

A análise microestrutural mostra que o mecanismo predominante de fratura nas condições testadas foi com característica dúctil com formação e coalescência de microcavidades com formas e tamanhos variados e a presença de *dimples* são influenciados pela tensão aplicada durante os testes realizados.

A formação de trincas é intrínseca do processo de aspensão térmica, que com a ação da alta tensão favorece a degradação do recobrimento.

## REFERÊNCIAS

- 1 Guleryuz, H.; Cimenoglu, H. Journal of Alloys and Compounds, v. 472, p. 241–246, 2009.
- 2 Leyens, C.; Peters, M. Titanium and Titanium Alloys, Fundamentals and Applications. Wiley-VCH: Germany, 2003.
- 3 Balazic, M; Kopac, J.; Jackson M. J.; Ahmed, W. Int. J. Nano and Biomaterials. v. 1, n. 1, p. 3-34, 2007.
- 4 Gogia, A. K. Defence Science Journal. v. 55, n. 2, p. 143-173, 2005.
- 5 Sakai, T.; Ohashi, M.; Chiba, K., 1988, Acta Metall., v. 36, pp.1781.
- 6 Reis, D. A. P. Efeito do recobrimento cerâmico e da atmosfera de ensaio na fluência de liga metálica refratária de titânio, Tese de Doutorado - INPE- São José dos Campos – SP - 2005.
- 7 Callister, W. D. Jr., Materials Science and Engineering: an introduction, 5. ed., Wiley & Sons, New York, 2000.
- 8 Sugahara, T.; Reis, D.A.P.; Moura Neto, C.; Barboza, M.J.R.; Perez, E.A.C.; Neto, F. P.; Hirschmann, A.C.O. Materials Science Fórum. v. 636-637, p. 657-662, 2010.
- 9 Barboza, M. J. R. et. Al. Materials Science and Engineering A. v. 428, p. 319-326, 2006.
- 10 Gurrappa, I.; Gogia, A.K. Surface and Coatings Technology, v. 139, p. 216-221, 2001.
- 11 Reis, D.A.P.; Neto, C. M.; Silva, C.R.M.; Barboza, M.J.R.; Neto, F.P. Materials Science and Engineering A, v. 486, p. 421–426, 2008.
- 12 Celik, E.; Ozdemir, I.; Avci, E.; Tsunekawa, Y. Surface & Coatings Technology. v. 193 p. 297– 302, 2005.
- 13 Almeida, D. S. Estudo de revestimentos cerâmicos sobre substrato metálico, obtidos por deposição física de vapores por feixe de elétrons, para aplicação como barreira térmica, Tese de Doutorado -INPE- São José dos Campos – SP 2005.
- 14 Xu, H.; Gong, S.; Deng, L. Thin Solid Films. v.334, p. 98-102, 1998.
- 15 American Society for Testing and Materials (ASTM). B-265-89. Standard specification for titanium and titanium alloy strip, sheet and plate. Philadelphia, 1990.
- 16 American Society for Testing and Materials (ASTM). E-139-06. Standard Test Methods for Conducting Creep, Creep-Rupture, and Stress-Rupture Tests of Metallic Materials. Philadelphia, 2006.