

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ
DEPARTAMENTO ACADÊMICO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS
CURSO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

MATHEUS STOLF TOLEDO ARRUDA

**ANÁLISE MICROESTRUTURAL E DE MICRODUREZA DA LIGA Ti-6Al4-V
ELI EM DIFERENTES TRATAMENTOS TÉRMICOS**

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

LONDRINA

2019

MATHEUS STOLF TOLEDO ARRUDA

**ANÁLISE MICROESTRUTURAL E DE MICRODUREZA DA LIGA TI-6AL-4V
ELI EM DIFERENTES TRATAMENTOS TÉRMICOS**

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao departamento acadêmico de Engenharia de Materiais da Universidade Tecnológica Federal do Paraná como requisito parcial pra a obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof^o. Dr. Amadeu Lombardi Neto

Co-Orientador: Prof^o. Dr. Angelo José de Oliveira Zimmermann

LONDRINA

2019



TERMO DE APROVAÇÃO

MATHEUS STOLF TOLEDO ARRUDA

ANÁLISE MICROESTRUTURAL E DE MICRODUREZA DA LIGA Ti-6Al-4V ELI EM DIFERENTES TRATAMENTOS TÉRMICOS

Trabalho de conclusão de curso apresentado no dia 25 de novembro de 2019 como requisito para obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Materiais da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campus Londrina. O candidato foi arguido pela Banca Examinadora composta pelos professores abaixo assinados. Após deliberação, a Banca Examinadora considerou o trabalho aprovado.

Prof. Dr. Odney Carlos Brondino
(UTFPR – Departamento Acadêmico de Engenharia de Materiais)

Prof^a. Dr^a. Silvia Midori Higa
(UTFPR – Departamento Acadêmico de Engenharia de Materiais)

Prof. Dr. Amadeu Lombardi Neto
(UTFPR – Departamento Acadêmico de Engenharia Mecânica)
Orientador

Prof^a. Dr^a. Silvia Midori Higa
(UTFPR – Departamento Acadêmico de Engenharia de Materiais)
Coordenadora do Curso de Engenharia de Materiais

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais que sempre me apoiaram.

Ao meu orientador prof^o Amadeu Lombardi Neto por toda a atenção dada ao desenvolvimento do TCC2.

Ao meu Co-Orientado prof^o Angelo Zimmermann pela contribuição e indicações dadas ao desenvolvimento do TCC2.

A empresa Biomecânica pelo fornecimento das amostras.

A Universidade de São Paulo (USP), campus São Carlos por fornecer os reagentes utilizados no ataque químico.

Ao prof^o Felipe de Almeida La Porta pela disponibilidade em realizar os tratamentos térmicos no laboratório de química.

“Um homem que ousa desperdiçar uma hora do seu tempo ainda não descobriu o valor da vida”

Charles Darwin.

RESUMO

ARRUDA, M. S. T. **Análise microestrutural e de microdureza da liga Ti-6Al-4V ELI em diferentes tratamentos térmicos.** 2019, 49 p. Trabalho de conclusão de curso (Bacharelado) – Departamento Acadêmico de Engenharia de Materiais, Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Londrina, 2019.

Diferentes microestruturas podem ser obtidas através de tratamentos térmicos da liga Ti-6Al-4V ELI, modificando diversas propriedades do material, como a resistência mecânica e a suscetibilidade à corrosão. Os tratamentos térmicos de recozimento, solubilização e envelhecimento e os parâmetros que influenciam esses tratamentos, como tempo, temperatura e taxas de resfriamento, são estudados neste trabalho. Através de análises microestruturais por microscopia óptica e a realização de ensaios mecânicos de microdureza Vickers, pode-se obter a caracterização da liga nos diferentes tratamentos térmicos. Uma relação entre as propriedades microestruturais, como a composição das fases presentes e a morfologia dos grãos, com propriedades de microdureza, são de grande importância ao estudo da liga Ti-6Al-4V ELI. Dessa forma a adequação de melhores propriedades da liga para as diversas aplicações na qual são utilizadas é investigada. Os resultados obtidos apontaram um aumento da microdureza com os tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento com uma transformação de sua microestrutura. Os tratamento térmicos de recozimento resultaram em um aumento da microdureza devido ao alongamento dos grãos.

Palavras-chave: Tratamentos térmicos. Liga Ti-6Al-4V ELI. Microestruturas. Microdureza.

ABSTRACT

ARRUDA, M. S. T. **Microstructural and microhardness analyze of Ti-6Al-4V ELI alloy in different heat treatments**. 2019. 49 p. Monograph (Bachelor degree) – Department Academic of Materials Engineering, Federal Technological University of Paraná. Londrina, 2019.

Different microstructures can be obtained by thermal treatment of Ti-6Al-4V ELI alloy, modifying various mechanical and chemical properties, such as mechanical strength and corrosion susceptibility. The annealing, solubilization and aging heat treatments and the parameters that influence these treatments, such as time, temperature and cooling rates, are studied in this work. Through microstructural analysis by optical microscopy and mechanical testing by Vickers microhardness, it is possible to infer the mechanical and corrosion properties of the alloy according to the heat treatments. A relationship between microstructural properties, such as the composition of the present phases and grain size, with microhardness properties, is of great importance to the study of Ti-6Al-4V ELI alloy. Thus the suitability of better alloy properties for the various applications in which they are used is investigated. The results showed an increase of microhardness with the heat treatments of solubilization and aging with a microstructural transformation. Annealing heat treatment resulted in increased microhardness due to grain elongation.

Keywords: Heat treatments. Ti-6Al-4V ELI alloy. Microstructures. Microhardness.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Esquema de diagrama de fases ternário Ti-6Al-V.....	16
Figura 2 - Efeitos do conteúdo intersticial na resistência à tração do titânio não ligado.....	17
Figura 3 - Fração de fases de equilíbrio alfa, beta e Ti ₃ Al para Ti-6Al-4V em diferentes temperaturas. Obtidas por Thermocalc.....	18
Figura 4 - Diagrama tempo x temperatura x transformação da liga Ti-6Al-4V.....	21
Figura 5 - Microestrutura “mill annealing” da liga Ti-6Al-4V. Microscopia óptica, 500X.....	23
Figura 6 - Microestrutura da liga Ti-6Al-4V depois de resfriamento lento (50°C/h) de 1050°C.....	24
Figura 7 - Ti-6Al-4V, mantida por 1 h a 1065 ° C, acima de T _b e resfriamento no forno. 250 X.....	25
Figura 8 - Ti-6Al-4V, mantida por 1 h a 1065 ° C, acima da temperatura de transição beta e resfriamento ao ar. 250 X.....	25
Figura 9 - Forjamento de Ti-6Al-4V tratada 1 h a 955 ° C, resfriada ao ar e recozida 2 h a 705 ° C. 500 X.....	26
Figura 10 - Forjamento de Ti-6Al-4V tratada 1 h a 955 ° C, resfriada em água e recozida 2 h a 705 ° C. 500 X.....	26
Figura 11 - Microscopia óptica da liga Ti6Al4V na condição STOA.....	27
Figura 12 - Microestrutura da liga Ti-6Al-4V depois de tempera em água de 1050°.....	27
Figura 13 – Microestrutura do tipo Widmanstätten da liga Ti-6Al-4V após resfriamento lento acima de T _b . Mo; 500X.....	28
Figura 14 - Valores LTR e σ_e para as microestruturas obtidas da liga Ti-6Al-4V ELI após tratamento térmico em diferentes taxas de resfriamento.....	29
Figura 15 - Desenho esquemático de um teste de dureza indicando direção da força aplicada.....	30
Figura 16 - Valores de dureza do titânio em função do inverso da raiz quadrada do tamanho do grão.....	31
Figura 17 - Seccionamento das amostras a partir do corpo de prova.....	33

Figura 18 - Montagem do forno com sistema de atmosfera controlada de gás argônio.....	34
Figura 19 – Tampa adaptada.....	36
Figura 20 - Montagem do forno com a tampa adaptada presa as amostras.....	36
Figura 21 - Amostras presas a tampa resfriando sobre manta de lá de rocha após tratamento térmico.....	37
Figura 22 - Amostras obtidas após os tratamentos térmicos de envelhecimento e “duplex annealing”	37
Figura 23 - Amostras AT3 e AT5 em solução de decapagem.....	38
Figura 24 - Amostras AT3 e AT5 após decapagem.....	38
Figura 25 - Realização das medidas das diagonais da indentação durante o ensaio de microdureza Vickers.....	39
Figura 26 - Amostra A1, reagent Kroll. MO a) 100X. b) 500X.....	40
Figura 27 - Amostras AT1 e AT2, reagent Kroll. MO a) AT1,200X. b) AT1, 400X c) AT2, 200X. d) AT2, 400X.....	41
Figura 28 - Amostra AT5, reagent Kroll. MO a) 200X. b) 500X.....	42
Figura 29 - Amostra AT4, reagent Kroll. MO a) 200X. b) 400X.....	43
Figura 30 - Amostra AT3, reagent Kroll. MO a) 200X. b) 500X.....	43
Figura 31- Gráfico de microdureza Vickers nas amostras analisadas.....	44

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Reagentes e procedimentos para ataque químico em ligas de Titânio.....	20
Tabela 2 - Propriedades mecânicas em tração da liga Ti-6Al-4V à 25°C.....	29
Tabela 3 - Composição química da liga Ti-6Al-4V ELI.....	33
Tabela 4 - Forma como foram obtidas as amostras.....	34
Tabela 5 - Tratamentos térmicos realizados nas amostra da liga Ti6Al4V ELI.....	37
Tabela 6 - Média obtida do ensaio de microdureza Vickers.....	44

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ELI	<i>Extra Low Interstitial</i>
MS	Temperatura inicial martensítica
HC	Fase hexagonal compacta da liga Ti-6Al-4V
CCC	Fase cúbica de corpo centrado da liga Ti-6Al-4V
STOA	Tratamento de solubilização e superenvelhecimento
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
T _b	Temperatura de transição beta
EBM	<i>Electron Beam Melting</i>
MO	Microscópio Óptico
LRT	Limite de Resistência à Tração
NBR	Norma Brasileira

LISTA DE SÍMBOLOS

α	Estrutura hexagonal compacta do titânio e ligas
α_2	Fase Ti_3Al em ligas de titânio contendo alumínio
T_b	Temperatura de transição beta
α'	Fase martensita hexagonal da liga Ti-6Al-4V
α''	Fase martensita ortorrômbica da liga Ti-6Al-4V
β	Estrutura cúbica de corpo centrado no titânio e ligas
σ_e	Limite de escoamento
d	Diâmetro médio dos grãos
H	Dureza
K_H	Inclinação da reta
H_0	Dureza esperada em um tamanho de grão hipoteticamente infinito

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	12
1.1 OBJETIVOS.....	13
1.1.1 Objetivo geral.....	13
1.1.2 Objetivos específicos.....	13
1.2 JUSTIFICATIVA.....	14
2 REFERENCIAL TEÓRICO.....	15
2.1 TITÂNIO E LIGAS DE TITÂNIO.....	15
2.1.1 LIGA TI-6AL-4V.....	15
2.1.2 INFLUENCIA DE ELEMENTOS INTERSTICIAIS EM LIGAS DE Ti.....	17
2.1.3 INFLUÊNCIA DA SEGUNDA FASE Ti_3Al EM LIGAS DE Ti.....	17
2.2 METALOGRAFIA DE TITÂNIO E LIGAS DE TITÂNIO.....	18
2.2.1 SECCIONAMENTO, EMBUTIMENTO, LIXAMENTO E POLIMENTO.....	19
2.2.2 ATAQUE QUÍMICO.....	19
2.3 TRATAMENTOS TÉRMICOS DE LIGAS DE TITÂNIO.....	20
2.3.1 RECOZIMENTO.....	20
2.3.2 SOLUBILIZAÇÃO E ENVELHECIMENTO.....	21
2.4 MICROESTRUTURAS EM LIGAS DE TITÂNIO.....	22
2.4.1 ESTRUTURA LAMELAR OU ACIRCULAR.....	23
2.4.2 ESTRUTURA EQUIAXIAL E BIMODAL.....	25
2.4.3 ESTRUTURA “BASKET-WEAVE” OU AGULHADA.....	27
2.4.4 ESTRUTURA DE WIDMANSTATEM.....	28
2.5 PROPRIEDADES MECÂNICAS E MICROESTRUTURAIS.....	29
2.5.1 DUREZA.....	30
2.5.2 MICRODUREZA.....	30
2.5.3 TAMANHO DE GRÃO.....	31
3 MATERIAIS E MÉTODOS.....	33
3.1 TRATAMENTOS TÉRMICOS DE RECOZIMENTO.....	34
3.2 TRATAMENTO TÉRMICO DE SOLUBILIZAÇÃO E A PRIMEIRA ETAPA DO TRATAMENTO TÉRMICO DE RECOZIMENTO “ <i>DUPLEX ANNEALLING</i> ”.....	35
3.3 TRATAMENTO TÉRMICO DE ENVELHECIMENTO E A SEGUNDA ETAPA DO TRATAMENTO TÉRMICO DE RECOZIMENTO “ <i>DUPLEX ANNEALING</i> ”.....	36
3.4 METALOGRAFIA E MO.....	38
3.5 MICRODUREZA VICKERS.....	39
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	40
CONCLUSÃO.....	46
SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	47
REFERÊNCIAS.....	48

1 INTRODUÇÃO

Ligas de titânio são, em geral, empregadas em aplicações visando a elevada relação resistência/peso. Nestas aplicações críticas, reprodutibilidade de propriedades e nível muito baixo de defeitos (inclusões, segregação, etc.) são requeridos e, normalmente, o custo de processamento é bem mais elevado (SILVA, 2006).

Tratamentos térmicos e termomecânicos de ligas de titânio constituem um amplo campo de possibilidades metalúrgicas (SILVA, 2006). Segundo Callister (2013), a resistência dessas ligas contendo elementos estabilizadores para ambas as fases pode ser melhorada e controlada por tratamento térmicos, podendo conseguir diversas microestruturas.

Através da realização de tratamentos térmicos é possível observar, por meio de microscopia óptica, diferentes microestruturas na liga de Ti-6Al-4V ELI. A realização de ensaios de microdureza Vickers permite obter propriedades mecânicas do material as quais se relacionam com os parâmetros utilizados nos tratamentos térmicos, como tempo, temperatura e taxa de resfriamento.

A obtenção de propriedades desejadas do material para seu processamento e aplicação permite a otimização do processo de produção de componentes fabricados com a liga Ti-6Al-4V ELI. A investigação das propriedades microestruturais do material fornecido e posteriormente submetido aos tratamentos adotados possibilita a adequação dos tratamentos térmicos para um maior controle microestrutural e de suas propriedades mecânicas.

A partir desse contexto, neste trabalho é proposto a realização de tratamentos térmicos de recozimento, solubilização e envelhecimento de amostra da liga Ti-6Al-4V e a análise microestrutural e de microdureza para avaliar a influência desses tratamentos térmicos nas propriedades da liga.

1.1 OBJETIVOS

1.1.1 Objetivos gerais

Analisar diferentes microestruturas por meio de microscopia óptica em ligas de Ti-6Al-4V sob tratamentos térmicos de recozimento, solubilização e envelhecimento. Estabelecer uma relação entre a dureza obtida e a microestrutura.

1.1.2 Objetivos específicos

- Determinar as microestruturas da liga Ti-6Al-4V ELI como recebida e após os tratamentos térmicos.
- Determinar a microdureza Vickers, afim de se observar a influência dos tratamentos térmicos na microestrutura e nas propriedades mecânicas da liga Ti-6Al-4V ELI.
- Obter uma relação entre morfologia dos grãos e microdureza para a liga Ti-6Al-4V ELI.

1.2 JUSTIFICATIVA

Aplicações das ligas de titânio em geral exigem um rigoroso controle de suas propriedades. A determinação microestrutural da liga de titânio se mostra como um fator importante para indústrias de diversos setores, uma vez que permite diagnosticar problemas de fabricação que modificam suas propriedades mecânicas. Assim, a determinação de suas microestruturas e propriedades mecânicas visa atender as necessidades da indústria através do fornecimento de qualidades adequadas de material ao processamento e aplicação.

Ligas de titânio podem ser modificadas de diversas formas, permitindo obter diferentes propriedades para cada aplicação. O estudo de tratamentos térmicos visando obter uma análise microestrutural e de microdureza da liga Ti-6Al-4V permite observar a influência dos parâmetros envolvidos nos tratamentos térmicos e analisar as variações de propriedades e microestruturas que podem ser obtidos com a liga.

2 REFERENCIAL TEÓRICO

2.1 Titânio e ligas de Titânio

O titânio é particularmente valorizado por sua densidade, $4,51 \text{ g/cm}^3$, ou seja, 60% da densidade do aço, metade da do cobre e apenas 1,7 vezes maior que a do alumínio, combinada com boa resistência mecânica e resistência a corrosão. A temperaturas inferiores a 882°C , o titânio tem estrutura alfa hexagonal compacta (HC). Acima desta temperatura, até o ponto de fusão a 1670°C , ocorre a variedade alotrópica beta, cúbica de corpo centrado (CCC) (SILVA, 2006).

As ligas de titânio são extremamente resistentes: são possíveis limites de resistência a tração à temperatura ambiente tão elevados quanto 1400 MPa , produzindo resistências específicas excepcionais. As ligas de titânio se dividem em quatro classificações: alfa, beta, alfa + beta e quase alfa. Essas ligas são usadas com frequência em estruturas de aeronaves, veículos espaciais, implantes cirúrgicos e nas indústrias químicas e do petróleo (CALLISTER, 2013).

Ligas alfa + beta se enquadram na maior parte das ligas comerciais disponíveis. São amplamente aplicadas na indústria aeronáutica e também em implantes ortopédicos (SILVA, 2006). Ligas *Extra Low Interstitial* (ELI) de titânio são utilizadas em aplicações críticas, quando melhores ductilidades e tenacidades são produzidas em níveis muito baixos de elementos intersticiais (DONACHIE, 2000).

2.1.1 Liga Ti-6Al-4V

Ligas alfa + beta, com pequenas adições de estabilizadores de beta, incluem a mais comum das ligas de titânio, Ti-6Al-4V, cujo consumo representa 65% da produção de ligas de titânio (SILVA, 2006).

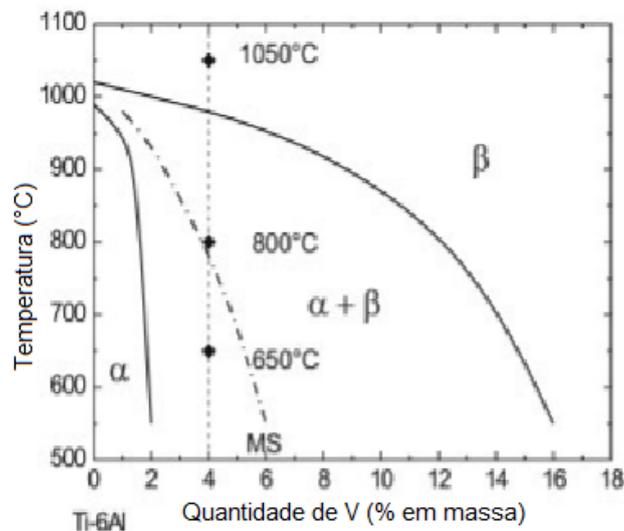
A liga Ti-6Al-4V compreende o tipo de liga alfa + beta, com composição química de 6% em peso de alumínio (Al), 4% em peso de vanádio (V) e o restante titânio (Ti), é utilizada em condição recozida com limite de resistência a tração de 947 MPa em aplicações típicas como implantes e próteses de alta resistência,

equipamento para processamento químico e componentes estruturais de fuselagens de aviões (CALLISTER, 2013).

O Al é o elemento de liga estabilizador de fase alfa mais utilizado pelo seu efeito favorável na densidade e elevado endurecimento por solução sólida, entre outros motivos. Vanádio (V) e molibdênio (Mo) são os mais frequentes estabilizadores da fase beta empregados. A fase beta tem maior ductilidade do que a fase alfa, de modo que pequenas quantidades de beta na microestrutura podem ser favoráveis para a forjabilidade (SILVA, 2006).

Na Figura 1 tem-se o diagrama de fases presentes na liga Ti-6Al-4V. Com altas taxas de resfriamento a partir de temperaturas acima da temperatura inicial martensítica (MS) e através do campo de fase bifásica, a microestrutura transforma-se em martensita alfa + beta (LEYENS; PETERS, 2003)

Figura 1: Esquema de diagrama de fases ternário Ti-6Al-V.



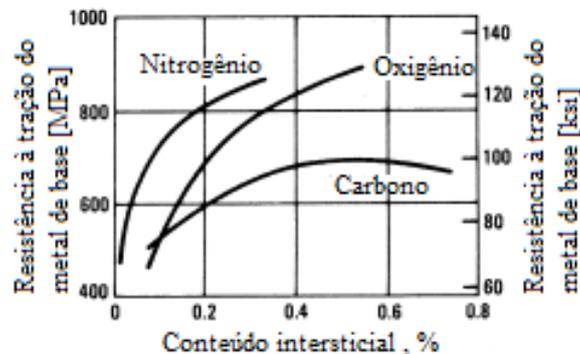
Fonte: Adaptado de Leyens; Peters, 2003.

A temperatura de transformação de alfa + beta ou de alfa para totalmente beta é conhecida como temperatura β -transus (T_b). O β -transus é definido como a menor temperatura de equilíbrio na qual o material é 100% beta. Para a liga Ti-6Al-4V a temperatura T_b é de 995°C, enquanto para a liga Ti-6Al-4V ELI, T_b é de 975 °C (DONACHIE, 2000).

2.1.2 Influência dos elementos intersticiais em ligas de Ti.

Na condição recozida, a liga alfa+beta Ti-6Al-4V deriva sua resistência mecânica dos elementos substitucionais e intersticiais em solução sólida em ambas as fases (DONACHIE, 2000). O Ti tem grande afinidade com os elementos hidrogênio, carbono, nitrogênio e oxigênio, todos formadores de soluções sólidas intersticiais (SILVA, 2006). Na Figura 2 é possível observar os efeitos na resistência à tração de elementos intersticiais no Ti não ligado.

Figura 2: Efeitos do conteúdo intersticial na resistência à tração do titânio não ligado.



Fonte: Adaptado de Donachie, 2000.

Esses pequenos átomos de elementos entram na estrutura cristalina e migram para sítios intersticiais (localizados entre átomos de titânio). Esses elementos intersticiais inibem a deformação plástica e aumentam a resistência, mas causam uma perda substancial de ductilidade (DONACHIE, 2000).

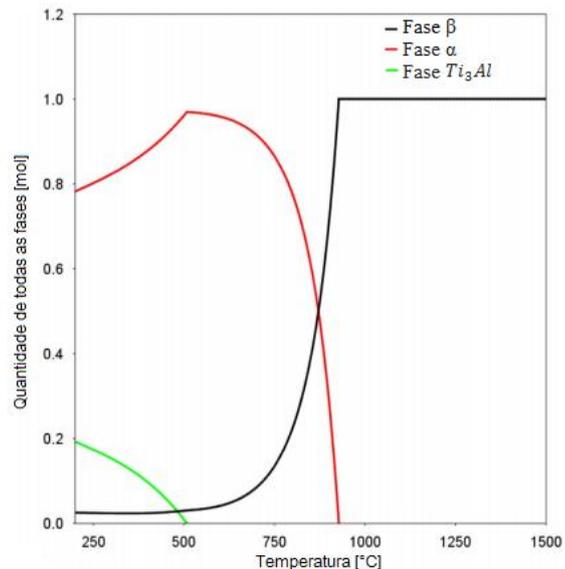
Além da oxidação superficial, normalmente esperada, o oxigênio se difunde em uma camada superficial endurecendo-a por solução sólida (SILVA, 2006). Entretanto, em temperaturas acima de 700 °C, o Ti oxida rapidamente no ar, onde o oxigênio se dissolve no metal (JOHN, 1983).

2.1.3 Influência da segunda fase Ti₃Al em ligas de Ti.

O fortalecimento máximo da solução sólida que pode ser alcançado pelo Al é limitado, porque acima de 6% de Al promove formação de Ti₃Al (α_2), fase associada a fragilidades no material, onde a reação é promovida pelo aumento do oxigênio (METALS HANDBOOK, 1992). O resfriamento no forno da liga Ti-

6Al-4V (lento), pode promover a formação de Ti_3Al , uma reação que pode degradar a resistência à corrosão sob tensão. (DONACHIE, 2000). Na Figura 3 é ilustrada a formação da fase Ti_3Al para a liga Ti-6Al-4V.

Figura 3: Fração de fases de equilíbrio alfa, beta e Ti_3Al para Ti-6Al-4V em diferentes temperaturas. Obtidas por



Thermocalc.

Fonte: Adaptado de Galarraga et al., 2017.

A formação da segunda fase Ti_3Al pode contribuir com o aumento na resistência à tração de 15 à 35 MPa na liga Ti-6Al-4V, contribuindo menos que isso para ligas ELI (DONACHIE, 2000).

No entanto, é possível se obter propriedades extraordinárias dos compostos intermetálicos, como o Ti_3Al , como demonstrado pelas grandes atividades em aluminatos de Ti (LEYENS; PETERS, 2003). O atual interesse no Ti_3Al concentra-se em seu uso como matriz para uma liga de Ti de alta temperatura em que a corrosão sob tensão pode não ser um fator determinante (DONACHIE 2000).

Materiais baseados em compostos intermetálicos de aluminatos de Ti como: α_2 (Ti_3Al), gama ($TiAl$) e o intermetálico ortorrômbico à base de Ti_2AlNb , têm essencialmente a mesma densidade que o titânio, mas podem ser usados em temperaturas muito mais altas (DONACHIE 2000).

2.2 Metalografia de Titânio e ligas de titânio

2.2.1 Seccionamento, embutimento, lixamento e polimento

O seccionamento de titânio e ligas de titânio seguem procedimentos convencionais, mas a deformação e o superaquecimento devem ser evitados, pois ambos podem causar alterações na microestrutura (METALS HANDBOOK, 1985).

Para o seccionamento, o corte com discos de carboneto de silício (SiC) é satisfatório se for usado líquido de refrigeração adequado. Corte com serra de aço rápido é recomendado para pequenas amostras para evitar superaquecimento. Amostras de titânio e suas ligas podem ser montados em materiais comuns, como baquelite e resinas epóxi (METALS HANDBOOK, 1985).

O procedimento para lixar amostras de titânio é o uso de lixas d'água de SiC, começando com 180 *mesh* e prosseguindo com 240, 400 e 600 *mesh*, usando água ou querosene (METALS HANDBOOK, 1985). Muitas vezes a lixa só pode ser usada durante 15-20 segundos para evitar manchas e desenvolvimento de encruamento (GEELS, 2011).

O polimento com o uso de abrasivos com finas granulometrias de diamante, como normalmente é feito, desenvolve camadas deformadas de titânio, muito difíceis de remover. Portanto, o polimento utilizado é o polimento mecânico químico. Para isso, utiliza-se uma das seguintes soluções: 90 mL de sílica com 10 mL de peróxido de hidrogênio a 30% ou 96 mL de sílica, 2 mL de peróxido de hidrogênio a 30% e 2 mL de solução de amônia a 25% (GEELS, 2011).

2.2.2 Ataque químico

O titânio por formar uma película passivante é muito utilizado em condições extremamente agressivas, como em contato com água do mar ou em implantes ortopédicos (NUNES; KREISCHER, 2010).

Vários reagentes são usados para macrografias e micrografias de titânio e ligas de titânio. A escolha é geralmente arbitrário para um determinado tipo de liga (GEELS, 2011). Na Tabela 1 é apresentado um resumo de alguns dos principais reagentes e procedimentos para o ataque químico em ligas de titânio.

Tabela 1 – Reagentes e procedimentos para ataque químico em ligas de Titânio.

Reagentes para ataque químico	Composição	Procedimento
Keller	2 ml de HF, 3 ml de HCl e 5 ml de HNO ₃ e 190 ml de água	Imergir em solução de 10 a 20 segundos
Kroll	10 ml de HF, 30 ml de HNO ₃ e 50 ml de água	Esfregar a superfície da amostra com algodão por 5 a 20 segundos
Kroll	3 ml de HF, 6 ml de HNO ₃ e 100 ml de água	Imergir a superfície da amostra em solução de 10 a 20 segundos

Fonte: Adaptado de Geels, 2011.

2.3 Tratamentos térmicos em ligas de titânio

2.3.1 Recozimento

Nos metais de uma forma geral, tratamentos que aliviam as tensões como recozimento pleno, o recozimento intermediário e o recozimento subcrítico diminuem a dureza, a resistência mecânica e aumentam a resistência à corrosão (NUNES; KREISCHER, 2010). O tratamento térmico de recozimento no titânio e em suas ligas tem o objetivo de produzir uma excelente combinação de ductilidade, usinabilidade e estabilidade estrutural e dimensional (CHIAVERINI, 2008).

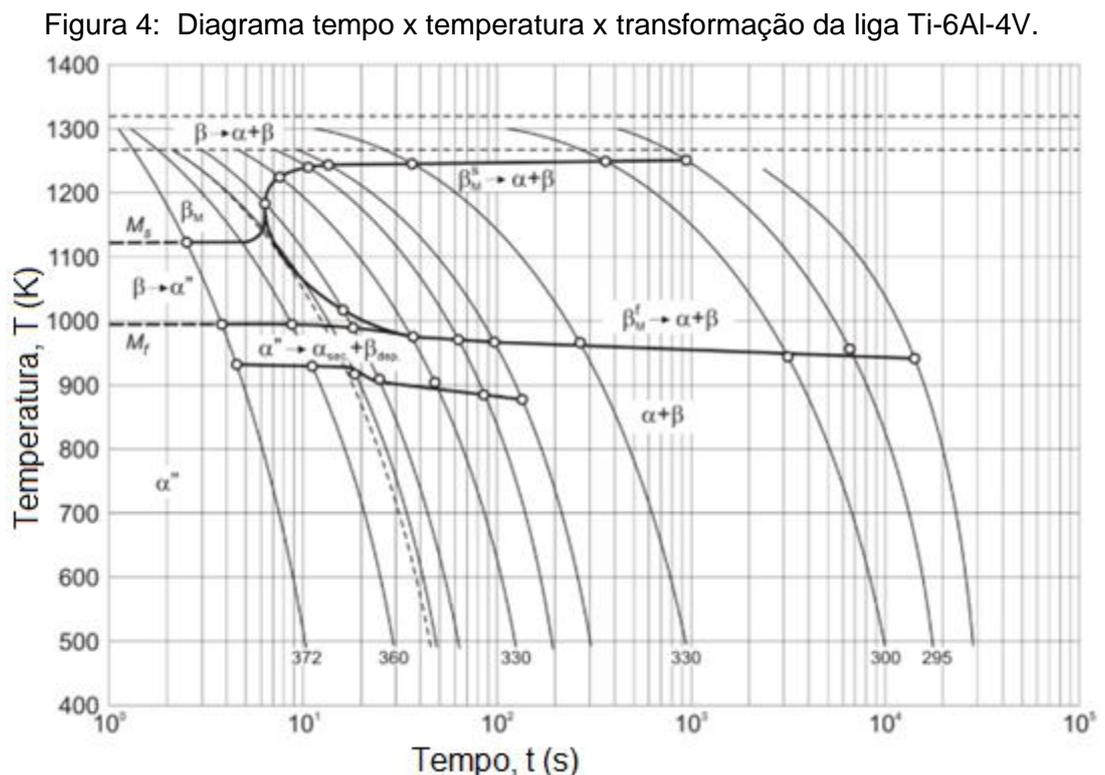
No tratamento de recozimento chamando de *mil annealing*, a liga é tratada à 730 °C, na região mais baixa de transformação onde estão presentes as estruturas alfa mais beta, mantido por 4 horas, então resfriado dentro do forno até 25°C. O tratamento produz uma microestrutura de cristais globulares de beta em uma matriz alfa, resultando em condições de relativa usinabilidade. (DONACHIE, 2000).

Outro tratamento de recozimento é o chamado de *duplex annealing*. A liga é aquecida à 955°C por 10 minutos e resfriada ao ar. Então é aquecida à 675 °C por 4 horas então resfriada ao ar até 25°C (DONACHIE 2000).

2.3.2 Solubilização e envelhecimento

O resfriamento da liga Ti-6Al-4V acima da temperatura de transformação β a uma taxa superior a 18 °C/s leva ao desenvolvimento de uma microestrutura martensítica composta por fases α' e α'' (SIENIAWSKI; ZIAJA, 2013)

Para as taxas de resfriamento intermediárias, até 3,5 °C/s, a transformação martensítica é acompanhada pela transformação difusional $\beta \rightarrow \alpha + \beta$ e a fração volumétrica das fases martensíticas diminui em benefício das fases α e β estáveis. Taxas de resfriamento abaixo de 2 °C/s levam a uma nucleação controlada por difusão e crescimento de fases α e β estáveis na forma de colônias de lamelas da fase α paralelas em grãos da fase β primária (SIENIAWSKI; ZIAJA, 2013). Na Figura 4 são apresentadas as fases que podem ser encontradas por tratamentos térmicos da liga Ti-6Al-4V.



Fonte: Adaptado de Sieniawski; Ziaja, 2013.

Nas ligas alfa + beta, a presença de fases de não-equilíbrio, como alfa-primário ou beta metaestável, resulta em aumentos substanciais nas resistências à tração e ao escoamento após o tratamento de envelhecimento (METALS HANDBOOK, 1992).

Com o tratamento chamado de solubilização e envelhecimento, normalmente a liga é aquecida a 955 °C por 10 minutos, resfriada em água e depois envelhecida por 4 horas a uma temperatura entre 540 e 675 °C, seguido de resfriamento ao ar até 25 °C (DONACHIE, 2000).

Nas ligas alfa + beta ou beta de titânio, o envelhecimento causa a decomposição da fase beta supersaturada retida na têmpera e a transformação de qualquer martensita (nas ligas alfa-beta) em alfa. Envelhecimento acima da temperatura padrão de envelhecimento para uma liga, ainda assim várias centenas de graus abaixo da temperatura T_b , resulta em superenvelhecimento. (DONACHIE, 2000).

Segundo Donachie (2000), esta condição produz o tratamento de solubilização e superenvelhecimento (STOA), onde, às vezes é usada para obter aumentos modestos na resistência mantendo uma tenacidade satisfatória e estabilidade dimensional. O STOA da liga Ti-6Al-4V pode ser realizado pelo seguinte ciclo: aquecimento por uma hora a 955 ° C, resfriada em água, mantido por duas horas a 705 ° C e resfriar em ar fresco.

2.4 Microestruturas em ligas de titânio

A microestrutura das ligas alfa + beta pode assumir diferentes formas, equiaxial a acircular ou alguma combinação de ambos. Estruturas equiaxiais são formadas pelo trabalho de uma liga no alfa + beta em faixa de recozimento a temperaturas mais baixas (METALS HANDBOOK, 1992).

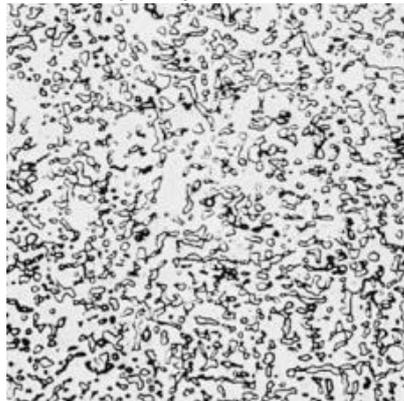
Estruturas acirculares são formadas por trabalho ou tratamento térmico acima da temperatura de transformação beta e resfriamento rápido. O resfriamento rápido de altas temperaturas na faixa alfa-beta resulta em alfa primário equiaxial e alfa acircular a partir da transformação de estruturas beta. Geralmente, existem vantagens e desvantagens da propriedade para cada tipo de estrutura (METALS HANDBOOK, 1992).

A estrutura lamelar é caracterizada por ductilidade relativamente baixa, propriedades moderadas de fadiga e boa resistência ao crescimento de trinca e por fluência. A estrutura equiaxial possui um melhor equilíbrio de força e ductilidade à temperatura ambiente e propriedades de fadiga que dependem da textura cristalográfica da fase alfa HC (SIENIAWSKI; ZIAJA, 2013).

Grãos alfa equiaxiais, geralmente são desenvolvidos pelo recozimento de ligas trabalhadas a frio acima da temperatura de recristalização. Grãos α alongados resultam do trabalho unidirecional do metal e são comumente encontrados em seções longitudinais de ligas laminadas ou extrudadas (METALS HANDBOOK, 1985).

Geralmente, dois tipos de alfa, alfa primários e alfa secundários, estão presentes. O alfa primário é aquele presente durante trabalho prévio a quente, cujos remanescentes persistem através de tratamento térmico. O alfa secundário é produzido por transformação de β (METALS HANDBOOK, 1985). O tratamento térmico *mill annealing* produz uma microestrutura de cristais globulares de beta em uma matriz alfa (DONACHIE, 2000). Na Figura 5 é possível observar esta microestrutura.

Figura 5: Microestrutura *mill annealing* da liga Ti-6Al-4V. Microscopia óptica, 500X.



Fonte: Donachie, 2000.

2.4.1 Estrutura lamelar ou acircular

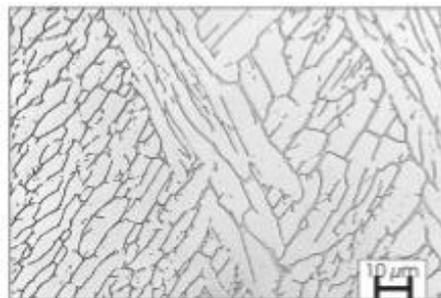
A estrutura acircular ou lamelar é o produto de transformação mais comum formado a partir de β durante o resfriamento. É um resultado de nucleação e crescimento em planos cristalográficos da matriz anterior (METALS HANDBOOK, 1985).

As microestruturas lamelares são o resultado de um resfriamento a temperaturas acima da temperatura da transição beta. Quando a temperatura cai abaixo da temperatura de transição, alfa são nucleados nos limites dos grãos

e depois crescem como lamelas nos (anteriores) grãos beta (LEYENS; PETERS, 2003).

Dependendo da taxa de resfriamento, as lamelas são finas ou grosseiras. O resfriamento lento do campo de fase beta resulta em microestruturas lamelares puras, com as lamelas ficando mais grossas com a taxa de resfriamento reduzida (LEYENS; PETERS, 2003). Essa microestrutura pode ser observada na Figura 6.

Figura 6 - Microestrutura da liga Ti-6Al-4V depois de resfriamento lento (50°C/h) de 1050°C.



Fonte: Leyens; Peters, 2003.

Abaixo da temperatura de transformação beta, os processos de difusão dependentes do tempo e da temperatura são substancialmente mais lentos. Portanto, o resfriamento rápido leva a uma estrutura lamelar muito fina ao passo que, com o resfriamento lento, é obtida uma estrutura lamelar grossa (LEYENS; PETERS, 2003)

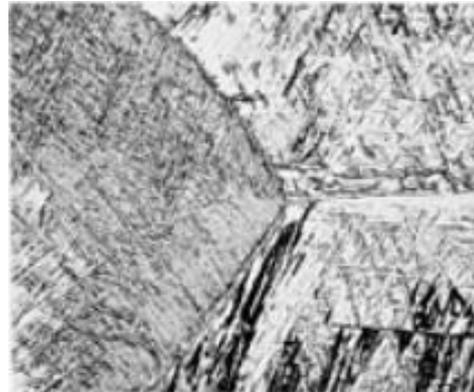
À medida que a taxa de resfriamento aumenta, o alfa lamelar (ou martensita, dependendo da liga e taxa de resfriamento) se torna mais fina. O efeito da taxa de resfriamento também é ilustrado para a liga Ti-6Al-4V nas Figuras 7 e 8. Na Figura 7 é possível observar uma microestrutura formada por plaquetas de alfa (claro) e beta intergranular (escuro), enquanto para a Figura 8 a microestrutura consiste de alfa acircular (transformado de beta) nos limites dos grãos anteriores beta (METALS HANDBOOK, 1985).

Figura 7 - Ti-6Al-4V, mantida por 1 h a 1065 ° C, acima de T_b e resfriamento no forno. 250 X.



Fonte: Metals Handbook, 1985.

Figura 8 - Ti-6Al-4V, mantida por 1 h a 1065 ° C, acima de T_b e resfriamento ao ar. 250 X.



Fonte: Metals Handbook, 1985.

Um aglomerado de grãos α acirculares alinhado na mesma orientação é referido como uma "colônia". Ao correlacionar este tipo de microestrutura com propriedades tais como fadiga ou tenacidade à fratura, o tamanho da colônia é freqüentemente considerado como uma característica microestrutural importante (METALS HANDBOOK, 1985).

Estruturas lamelares são resultantes da decomposição da fase beta transformada de altas temperaturas. Quanto mais fina a lamelas na fase beta transformada, mais resistente a liga em fadiga. Quanto mais fino o tamanho do grão beta anterior, menor o tamanho da colônia lamelar que pode ser formada (DONACHIE, 2000).

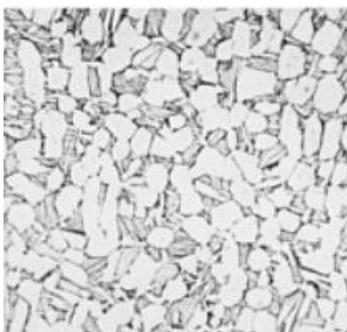
2.4.2 Estrutura equiaxial e Bimodal

Diferentemente das microestruturas lamelares, as microestruturas equiaxiais são o resultado de um processo de recristalização. Portanto, a liga primeiro precisa ser altamente deformada no campo alfa+beta para introduzir trabalho frio suficiente no material. Após o tratamento térmico subsequente a temperaturas no campo de duas fases, o processo de recristalização obtém uma microestrutura equiaxial (LEYENS; PETERS, 2003).

Com o recozimento estendido obtém-se uma microestrutura equiaxial grosseira. A temperatura do tratamento térmico da solução em si determina a fração de volume do alfa primário (LEYENS; PETERS, 2003).

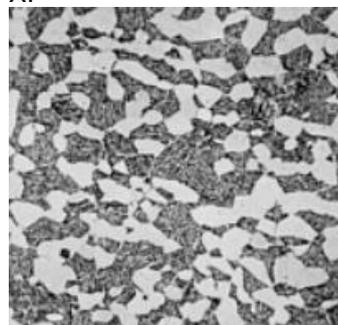
Na Figura 9 é possível observar grãos alfa equiaxiais (clara) na matriz beta transformada (escura) contendo α grosseira e acicular. Na Figura 10 o resfriamento mais rápido resultou em alfa acicular mais fino transformado de beta (METALS HANDBOOK, 1985).

Figura 9 - Forjamento de Ti-6Al-4V tratada 1 h a 955 ° C, resfriada ao ar e recozida 2 h a 705 ° C. 500 X.



Fonte: Metals Handbook, 1985.

Figura 10 - Forjamento de Ti-6Al-4V tratada 1 h a 955 ° C, resfriada em água e recozida 2 h a 705 ° C. 500 X.

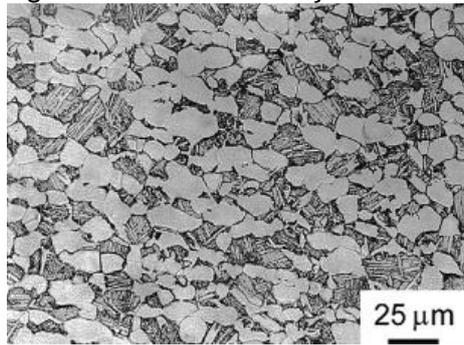


Fonte: Metals Handbook, 1985.

Tratamento térmico de solubilização logo abaixo da temperatura de transformação beta resulta em microestruturas bimodais que consistem parcialmente em equiaxial (primário) alfa em uma matriz lamelar alfa mais beta (LEYENS; PETERS, 2003).

A chamada microestrutura bimodal consiste em uma baixa fração volumétrica de grãos alfa primários (aproximadamente 15 a 30 %, com aproximadamente 30 μm) em uma matriz lamelar do tipo colônias alternando entre plaquetas de alfa e beta dentro de pequenos grãos beta (20 a 40 μm). Na Figura 11 é possível observar uma microestrutura do tipo bimodal para a liga Ti-6Al-4V onde a microestrutura consiste de uma distribuição bimodal de grãos alfa primários equiaxiais interconectadas com colônias alfa + beta lamelar (transformados de beta) (NALLA et al., 2002).

Figura 11 - Microscopia óptica da liga Ti-6Al-4V na condição STOA.



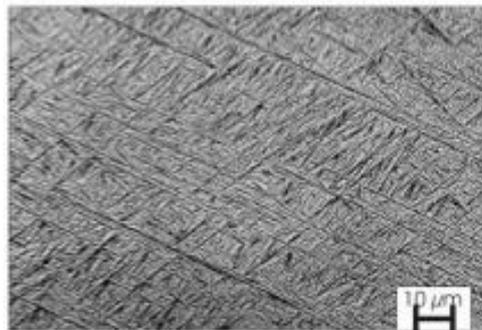
Fonte: Adaptado de Nalla et al., 2002.

2.4.3 Estrutura *basket-weave* ou agulhada.

A altas taxas de resfriamento a partir de temperaturas acima da temperatura inicial da martensita, o CCC beta se transforma completamente no HC alfa por um processo de transformação sem difusão, deixando para trás uma microestrutura martensítica metastável tipo plaquetas ou acircular (LEYENS; PETERS, 2003).

Têmpera com altas taxas de resfriamento leva a uma transformação martensítica, resultando em uma microestrutura muito fina em forma de agulha (LEYENS; PETERS, 2003). Como pode ser observado na Figura 12.

Figura 12 - Microestrutura da liga Ti-6Al-4V depois de tempera em água de 1050°.



Fonte: Leyens; Peters, 2003.

A martensita pode ser dividida ainda mais em martensita hexagonal α' e martensita ortorrômbica α'' , sendo esta última observada ao temperar em temperaturas abaixo de cerca de 900 °C. A martensita ortorrômbica α'' é

caracterizada por boa deformabilidade. A martensita hexagonal α' tem uma relação de orientação semelhante à beta e a alfa. A microestrutura martensítica é, portanto, também caracterizada por uma estrutura “basket-weave” muito fina com caráter de agulha devido ao seu processo de nucleação sem difusão (LEYENS; PETERS, 2003).

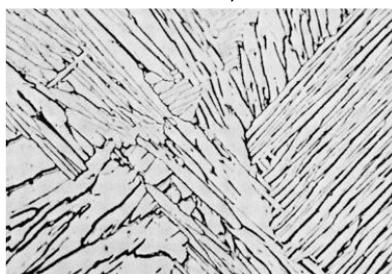
O envelhecimento de α' resulta na formação de equilíbrio $\alpha + \beta$, mas a maioria das estruturas de martensita envelhecida não pode ser distinguida da martensita não envelhecida por microscopia óptica. A precipitação de α durante o envelhecimento de β resulta em escurecimento da estrutura β envelhecida (METALS HANDBOOK, 1982).

2.4.4 Estrutura de Widmanstätten

A estrutura de Widmanstätten consiste no desenvolvimento de precipitados característicos parecidos com plaquetas ou semelhantes a placas (METALS HANDBOOK, 1985).

A estrutura Widmanstätten é caracterizada por um padrão geométrico resultante da formação de uma nova fase ao longo de certos planos cristalinos da solução sólida original. A orientação da rede na nova fase está relacionada cristalograficamente à orientação da rede da fase inicial. A estrutura foi originalmente observada em meteoritos, mas é prontamente produzida em muitas ligas, como titânio, por tratamento térmico adequado. Na Figura 13 é possível observar uma microestrutura típica de Widmanstätten, composta por placas claras de alfa e região escura entre elas sendo beta (METALS HANDBOOK, 1985). Microestrutura do tipo Widmanstätten

Figura 13 - Microestrutura do tipo Widmanstätten da liga Ti-6Al-4V após resfriamento lento acima de T_b . MO; 500X.



Fonte: Donachie, 2000.

2.5 Propriedades mecânicas e microestruturais

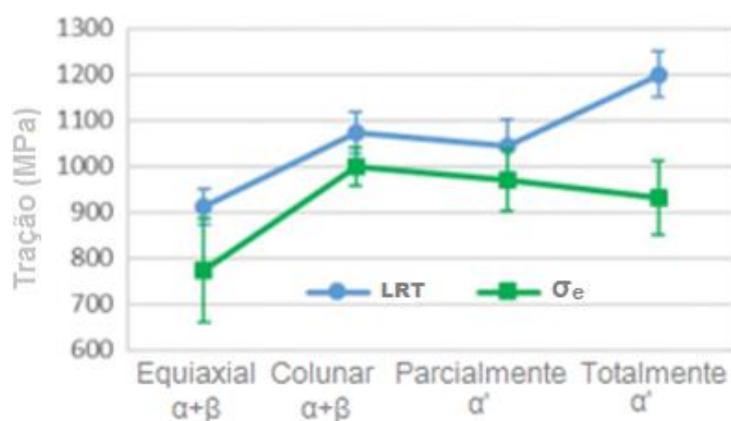
Na Tabela 2 abaixo são apresentadas as propriedades mecânicas entre alguns dos tratamentos térmicos mais utilizados em ligas de titânio. Na Figura 14 é possível observar a influência da microestrutura nas propriedades mecânicas de limite de resistência à tração (LRT) e limite de escoamento (σ_e).

Tabela 2: Propriedades mecânicas em tração da liga Ti-6Al-4V à 25°C.

Recozimento	Resistência à Tração (MPa)	Elongação na Fratura (%)
<i>Mill Annealing</i>	1069	10
<i>Duplex Annealing</i>	965	18
Solubilização e envelhecimento	1151	13

Fonte: Adaptado de Donachie, 2000.

Figura 14 - Valores LTR e σ_e para as microestruturas obtidas da liga Ti-6AL-4V ELI após tratamento térmico em diferentes taxas de resfriamento.



Fonte : Adaptado de Galarraga et al., 2017.

Ao contrário da martensita conhecida nos aços, que leva a uma forte distorção da estrutura cristalina com o aumento acentuado da dureza e resistência, o efeito de endurecimento observado pelas ligas de titânio na transformação martensítica é apenas moderado (LEYENS; PETERS, 2003).

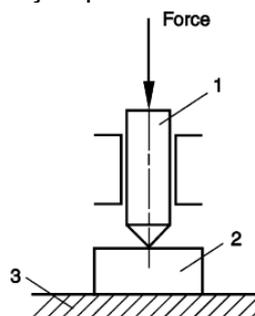
2.5.1 Dureza

A dureza é uma importante propriedade para avaliar a qualidade e possíveis aplicações de um material. Ela também pode fornecer indicações sobre a resistência à tração, ductilidade ou resistência ao desgaste do material. Geralmente é medida quantitativamente de acordo com a equação (1): (GEELS, 2011).

$$\text{Valor de dureza} = \frac{\text{Carga aplicada}}{\text{Área da indentação}} \quad (1)$$

Um penetrador, preso à extremidade inferior de uma prensa, é pressionado na superfície da amostra com uma força de teste em N ou kgf e depois recuado. Como podem ser observados na Figura 15, onde: (1) penetrador (2) amostra e (3) suporte (GEELS, 2011). A liga Ti-6Al-4V possui valores de dureza Vickers entre 300 e 400 HV (VEIGA; DAVIM; LOUREIRO, 2012).

Figura 15 - Desenho esquemático de um teste de dureza indicando direção da força aplicada.



Fonte: Adaptado de Geels, 2011.

2.5.2 Microdureza

A dureza de microindentação, também chamada de microdureza, significa a determinação de valores de dureza com baixas cargas e conseqüentemente, pequenas indentações. Comparado com o teste de

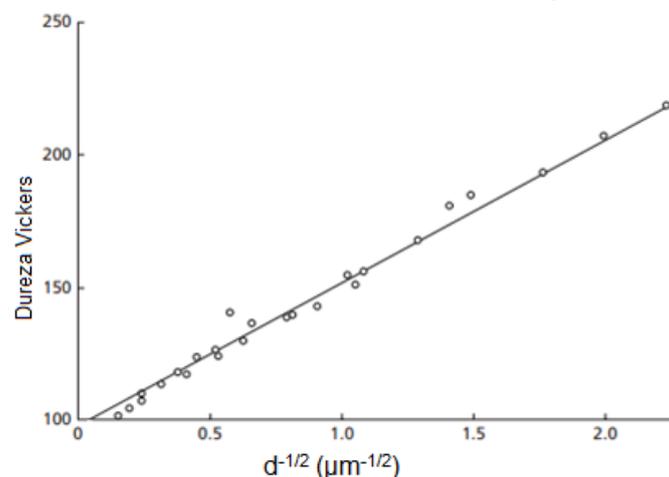
macrodureza, a faixa de força de teste no teste de microdureza é muito pequena. O intervalo padrão de carga para o teste de microdureza é entre 1 e 1000 gf, e as indentações são correspondentemente pequenas (GEELS, 2011).

Damisih et al. (2018), obteve valores de microdureza Vickers para a liga Ti-6Al-4V ELI com tratamento térmico de solubilização à 950°C de 452 (HVN). Já Sieberte (2017), em seu estudo, obteve valores em ensaio de microdureza Vickers à uma carga de 200 g de 326,9+- 17,8 HV para uma liga comercial de Ti-6Al-4V.

2.5.3 Tamanho de grão

Os metais policristalinos quase sempre mostram um forte efeito do tamanho dos grãos na dureza e resistência, exceto possivelmente em temperaturas muito elevadas. Quanto menor o tamanho do grão maior a dureza ou à tensão necessária para deformar plásticamente o material, mostrada na Figura 16 a relação entre dureza e tamanho de grão, onde a dureza do titânio é plotada em função do inverso da raiz quadrada do tamanho do grão. As medições de dureza correspondentes a estes dados foram obtidos usando um indentador pirâmide de diamante Vickers 138 ° (ABBASCHIAN; ABBASCHIAN; REED-HILL, 2009)

Figura 16 - Valores de dureza do titânio em função do inverso da raiz quadrada do tamanho do grão.



Fonte: Adaptado de Abbaschian; Abbaschian; Reed-Hill; ABBASCHIAN, 2009.

De acordo com a ilustração, é possível escrever a equação (2) de forma:
(ABBASCHIAN; ABBASCHIAN; REED-HILL, 2009)

$$H = H_0 + K_H d^{-\frac{1}{2}} \quad (2)$$

Onde H é a dureza, d é o diâmetro médio dos grãos, K_H é a inclinação da reta obtida através dos dados, e H_0 é a intercepção da linha com o eixo das ordenadas e corresponde à dureza esperada em um tamanho de grão hipoteticamente infinito (ABBASCHIAN; ABBASCHIAN; REED-HILL, 2009)

3 MATERIAIS E MÉTODOS

A liga normalizada como ASTM F136 corresponde à liga forjada Ti-6Al-4V ELI aplicada em implante cirúrgicos. O material pode ser fornecido na condição recozida ou trabalhada à frio (ASTM F136-08). A composição da liga utilizada neste estudo é mostrada na Tabela 3.

Tabela 3: Composição química da liga Ti-6Al-4V ELI.

Elemento	N(max)	C(max)	H(max)	Fe(max)	O(max)	Al	V	Ti
Composição % (massa/massa)	0,05	0,08	0,012	0,25	0,13	5,5- 6,50	3,5- 4,5	Balan- ço

Fonte: Adaptado de ASTM F 136.

Quatro amostras da liga F136, na condição recozida, foram fornecidas pela empresa Biomecânica Indústria e Comércio de Produtos Ortopédicos Ltda obtidas através do corte de uma chapa da liga F136 por jateamento abrasivo obtendo quatro amostras com 10 mm de diâmetro e 3 mm de espessura. Também foi fornecido pela mesma empresa um corpo de prova padronizado da liga F136 ensaiado em tração uniaxial pela empresa a fim de se obter amostras com deformação plástica para os tratamentos térmicos de recozimento.

Todos os procedimentos descritos foram realizados nos laboratórios da Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR), campus Londrina. Para o seccionamento das amostras a partir do corpo de prova, foram posicionados em uma morsa de bancada as partes do corpo de prova já ensaiado e serradas com o uso de um arco de serra. Foram obtidas 3 amostras (Figura 17), a amostra AT5 foi obtida na região de empescoçamento, as amostras AT2 e AT1 foram obtidas na região mais distante do empescoçamento. A Tabela 4 resume como foram obtidas cada amostra.

Figura 17 - Seccionamento das amostras a partir do corpo de prova.



Fonte: Próprio Autor.

Tabela 4: Forma como foram obtidas as amostras.

Amostras	Condição
A1, AT3 e AT4 AT1, AT2 e AT5	Fornecida através do corte de chapa Seccionamento do corpo de prova ensaiado

Fonte: Próprio Autor.

Os tratamentos térmicos foram realizados em um forno tipo mufla modelo ML 1800/7-TUBO da marca Fortlab disponível no laboratório L009. Para a não oxidação das amostras durante os tratamentos térmicos foi utilizado gás argônio. A mangueira ligada à saída de gás do forno foi então posicionada dentro de um béquer com água em um capela de exaustão de gases (Figura 18). O controle da vazão dos gases foi efetuado por meio da observação das bolhas formadas, mantendo uma vazão constante durante o experimento.

Figura 18 - Montagem do forno com sistema de atmosfera controlada de gás argônio.



Fonte: Próprio Autor.

3.1 Tratamentos térmicos de recozimento

Esses tratamentos térmicos tiveram como finalidade a observação de diferentes microestruturas e tamanhos de grão variando a temperatura dos tratamentos térmicos de recozimento. A amostra AT1 foi colocada no interior do forno e aquecida à 700°C por 1 hora e 30 minutos, em uma taxa de aquecimento

de 10°C/min. Ao fim do tratamento térmico a amostra foi resfriada dentro do forno até temperatura ambiente.

Um segundo tratamento térmico de recozimento foi realizado alterando a temperatura do tratamento térmico. A amostra AT2 foi colocada no interior do forno e aquecida à 850°C por 1 hora e 30 minutos, em uma taxa de aquecimento de 10°C/min. Ao fim do tratamento térmico a amostra foi resfriada dentro do forno até temperatura ambiente.

Uma solução de decapagem foi preparada a partir do reagente Kroll, cedido pela USP campus São Carlos, onde foram obtidos 32 ml de uma solução de decapagem composta por 0,68% em volume de ácido fluorídrico, 6,21% em volume de ácido nítrico (65% PA) e 93,11% em volume de água, segundo a norma NBR 14233 (1996 *apud* Raimundo, 2010). As amostras AT1 e AT2 foram deixadas em solução até a remoção da camada de óxidos formada na superfície durante os tratamentos térmicos.

3.2 Tratamento térmico de solubilização e a primeira etapa do tratamento térmico de recozimento *duplex annealing*

Para a realização dos tratamentos térmicos de solubilização uma tampa foi adaptada e utilizada para o fechamento do tubo de alumina, tornando possível uma rápida retirada das amostras de dentro do tubo e a efetuação do *quenching*. A tampa utilizada foi obtida de um tarugo de alumínio e cortada nas dimensões de 100 mm de diâmetro por 10 mm de comprimento por uma empresa que fornece perfis de alumínio. Foi realizado com o uso de uma furadeira de bancada disponível no laboratório B003 um furo no centro da tampa. Nesse furo um parafuso foi posicionado e preso por duas porcas de modo que fosse possível segurar a tampa pelo parafuso. Foi utilizado silicone para altas temperaturas para vedar a região da tampa com o parafuso que ficaria posicionada na parte externa do tubo. Na Figura 19 é possível observar a adaptação que foi utilizada como tampa do tubo refratário.

De modo que fosse possível a retirada das amostras do interior do forno em altas temperaturas, fios de aço inoxidável presos as amostras foram amarradas na tampa tornando a fácil remoção das amostras ao puxar a tampa. Para isso, o fio de aço inoxidável foi trançado, para conferir melhor resistência

mecânica, e enrolado na amostra AT3. Da mesma forma, outro fio foi trançado e enrolado na amostra AT4. Os dois fios foram amarrados uns aos outros com um pequeno pedaço de fio para conferir melhor segurança ao sistema. Como os tratamentos térmicos de solubilização e a primeira etapa do tratamento térmico *duplex annealing* podem ocorrer em um mesmo intervalo de tempo e temperatura, variando a taxa de resfriamento, eles foram realizados simultaneamente. Para a realização desses tratamentos térmicos, a amostra AT5 foi introduzida dentro do forno, em seguida foi utilizada a tampa confeccionada, onde as amostras AT3 e AT4 estavam presas pelos fios de aço inoxidável, essas amostras foram então introduzidas no interior do forno. Três sargentos foram utilizados para segurar a tampa ao forno (Figura 20).

Figura 19 - Tampa adaptada.



Fonte: Próprio autor.

Figura 20 - Montagem do forno com a tampa adaptada presa as amostras.



Fonte: Próprio Autor.

As amostras foram aquecidas até 955°C por 10 minutos, em uma taxa de aquecimento de 10°C/min. Ao fim do tratamento as amostra AT3 e AT4 presas à tampa foram removidas no forno à 955°C e resfriadas em água. A amostra AT5 foi resfriada dentro do forno até 450°C e resfriada ao ar até temperatura ambiente.

3.3 Tratamento térmico de envelhecimento e segunda etapa do tratamento térmico de recozimento *duplex annealing*.

Para a realização desses tratamentos térmicos as amostras AT3 e AT5 foram colocadas em uma nova solução de decapagem de mesma concentração que a solução utilizada no procedimento anterior. As amostras foram retiradas

da solução de decapagem após a remoção da camada superficial de óxidos formada durante os tratamentos térmicos.

Os tratamentos térmicos de envelhecimento e a segunda etapa do tratamento térmico *duplex annealing* também podem ser realizados em um mesmo intervalo de tempo e temperatura e as amostras são em ambos os casos resfriadas ao ar. Assim esses tratamentos térmicos foram realizados simultaneamente. Primeiramente foram removidos os fios presos à tampa com um alicate de corte e amarradas com fios de aço inoxidáveis as amostras AT5 e AT3 da mesma forma adotada no procedimento anterior de *quenching*.

As amostras presas à tampa foram colocadas no interior do forno, que foi aquecido até temperaturas de 675°C e mantidas por 4 horas, com uma taxa de aquecimento de 10°C/mim. Ao fim do tratamento térmico, os sargentos foram removidos e as amostras foram retiradas e resfriadas ao ar sobre uma manta isolante de lã de rocha (Figura 21). Na Figura 22 é possível observar as amostras AT3 e AT5 após os tratamentos térmicos. Na Tabela 5 é possível observar um resumo dos tratamentos térmicos realizados em cada amostra.

Figura 21 - Amostras presas a tampa resfriando sobre manta de lã de rocha após tratamento térmico.



Fonte: Próprio Autor.

Figura 22 - Amostras obtidas após os tratamentos térmicos de envelhecimento e “duplex annealing”.



Fonte: Próprio Autor.

Tabela 5: Tratamentos térmicos realizados nas amostra da liga Ti-6Al-4V ELI.

Amostras	Tratamentos Térmicos
AT1	Recozimento à 700 °C mantido por 1h 30min, resfriada no forno até 25 °C
AT2	Recozimento à 850 °C mantido por 1h 30min, resfriada no forno até 25°C
AT3	Solubilizada à 955 °C mantido por 10 min resfriado em água, envelhecida à 675 °C mantido por 4 horas resfriada ao ar até 25 °C
AT4	Solubilizada à 955 °C mantido por 10 min resfriado em água
AT5	Recozimento à 955 °C mantido por 10 min, resfriado no interior do forno até 25°C, aquecido à 675 °C mantido por 4 horas, resfriado ao ar até 25°C

Fonte: Próprio Autor.

Uma nova solução de decapagem, de mesma concentração que as anteriores, foi preparada para a remoção da camada de óxidos formada durante os tratamentos térmicos. Na Figura 23 é possível observar as amostras na solução de decapagem, na Figura 24 são demonstradas as mesmas amostras após decapagem.

Figura 23 - Amostras AT3 e AT5 em solução de decapagem.



Fonte: Próprio autor.

Figura 24 – Amostras após decapagem.



Fonte: Próprio autor.

3.4 Metalografia e MO

As amostras foram preparadas no laboratório B003, onde foram embutidas em resina baquelite preta em uma prensa de embutimento da marca Arotec. As amostras foram lixadas em lixas d'água de SiC de, 180, 320, 400, 600 e 1200 *mesh* em uma politriz modelo lixadeira metalográfica "PLF" da marca Fortel. O polimento foi realizado com pasta de diamante de granulometrias de 3 μm e $\frac{1}{4}$ μm em panos de polimento apropriados para cada granulometria. O ataque químico foi realizado com reagente Kroll de composição HF 10 mL, HNO₃ 30 mL e H₂O 50 mL. O ataque químico foi realizado esfregando a superfície das amostras com um cotonete embebido na solução em tempos de 3 à 15 segundos. As imagens foram obtidas por um microscópio óptico da marca Zeiss – Axio Scope A1, disponível no laboratório B002.

3.5 Microdureza Vickers

O ensaio de microdureza Vickers foi realizado em um microdurômetro modelo Microhardness Tester FM – 800 da marca Future Tech disponível no laboratório B001. O ensaio foi realizado aplicando uma carga de 100gf em um tempo total de 15 s. Foram realizadas 3 medidas em cada amostra em posições aleatórias da superfície das amostras. Na Figura 25 é possível observar a realização das medidas das diagonais da indentação realizada na amostra.

Figura 25 - Realização das medidas das diagonais da indentação durante o ensaio de microdureza Vickers.

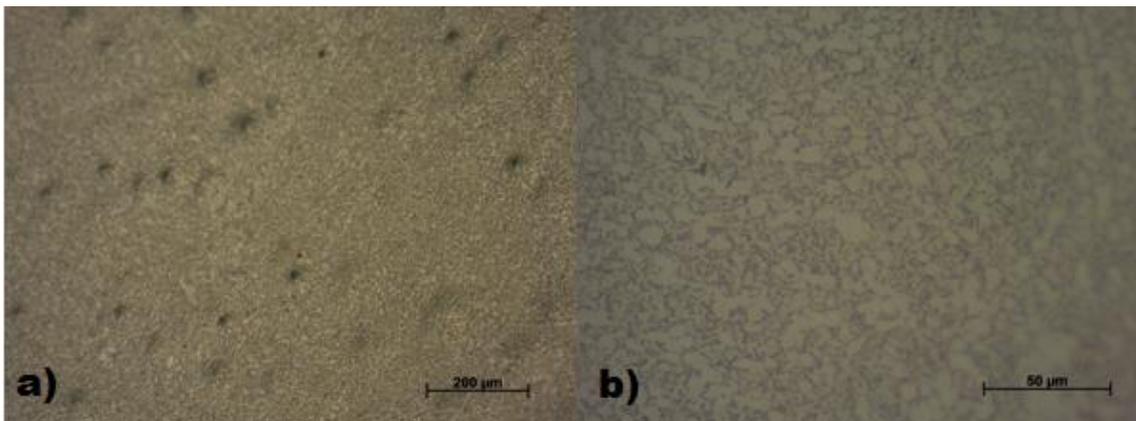


Fonte: Próprio Autor.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na Figura 26 a) em um aumento de 100X é possível observar manchas escuras presentes na micrografia da amostra A1. Estas manchas provavelmente são provenientes de crateras formadas durante o polimento, causadas pela deformação plástica do abrasivo na superfície da amostra. Estas deformações são esperadas sendo recomendado o polimento mecânico químico para revelação das microestruturas da liga analisada. Na Figura 26 b) com um aumento de 500X, estas manchas não são mais identificadas. A microestrutura obtida na amostra A1, na Figura 26 b), apresenta grãos alfa equiaxiais (claro) e uma matriz de grãos beta (escuro). Essa microestrutura é típica de amostras recozidas.

Figura 26 - a) Amostra A1, reagent Kroll. MO 100X. b) Amostra A1, reagent Kroll. MO 500X.

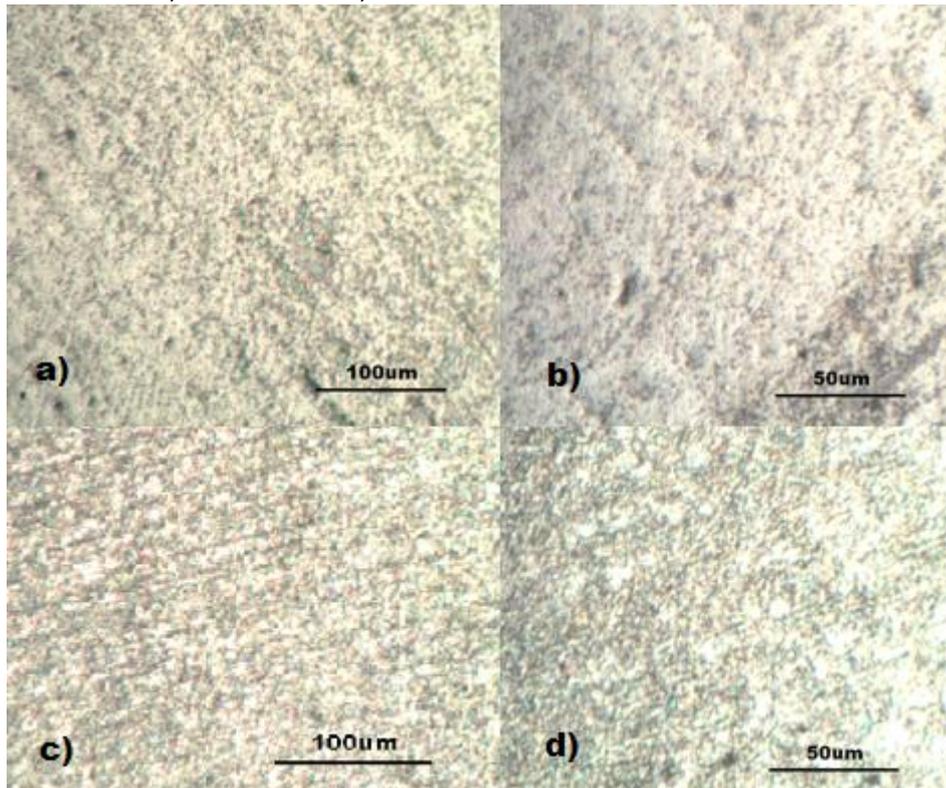


Fonte: Próprio Autor.

As microestruturas presentes nas amostra AT1 e AT2 (Figura 27) apresentam marcas de lixas que não foram removidas pelo polimento com abrasivo. Isso pode ter ocorrido devido a aplicação de tempos curtos de lixamento em cada etapa, não resultando na remoção completa das marcas da lixa anterior. Porém esse procedimento foi adotado a fim de se evitar uma deformação plástica que pode ser causada em tempos excessivos de lixamento. O polimento com abrasivo, que foi adotado, também não é indicado para a liga utilizada, podendo ter sido insuficiente para a remoção das marcas de lixa.

Na Figura 27 a) não é possível observar uma tendência na inversão da fase matriz, sendo de uma matriz beta para uma matriz alfa, o que é esperado em tratamentos de recozimento *mill Annealing*. Isso pode ter ocorrido devido ao tempo de tratamento térmico adotado ser inferior ao necessário para o tratamento *mill Annealing*.

Figura 27 - a) amostras AT1 e AT2, reagent Kroll. MO a) AT1, 200X. b) AT1, 400X c) AT2, 200X. d) AT2, 400X

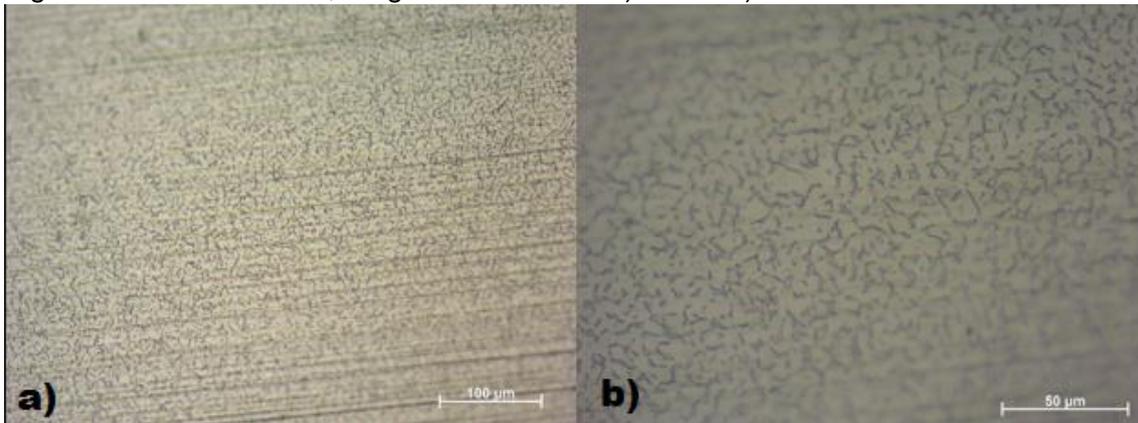


Nas figuras 27 c) e 27 d) para o tratamento de recozimento da amostra AT2, é possível observar uma mesma microestrutura de grãos alfa (claro) equiaxiais em uma matriz beta (escuro). A influência da temperatura no tratamento térmico de recozimento não pode ser observada comparando as amostras AT1 e AT2, onde o recozimento foi realizado em cerca de 100 °C acima para a amostra AT2, mantendo em um mesmo tempo de tratamento, taxa de aquecimento e de resfriamento. Um maior tamanho de grão é esperado para a amostra AT2, devido à maior formação de estruturas betas nessa temperatura, o que proporciona um aumento de estruturas alfa secundárias (nucleadas de beta) durante o resfriamento da liga. Porém uma análise do tamanho de grão não pode ser realizada em nenhuma das amostras, isso porque os grãos

apresentam dimensões muito pequenas, e que não foram revelados pelas micrografias.

As microestruturas obtidas na amostra AT5 (Figura 28) apresentam grãos alfa (claro) equiaxiais com grãos betas presentes nos contornos de grão alfa. A microestrutura é semelhante à obtida na amostra A1 porém é possível identificar que os grãos alfa apresentam uma morfologia mais alongada. Essa microestrutura é esperada para tratamentos térmicos em temperaturas mais altas, como o realizado, onde grãos lamelares são obtidos ao aquecer a liga à temperaturas acima da transição beta e resfriamento lento. O tratamento de *duplex annealing*, entretanto, utiliza resfriamento ao ar a partir da primeira etapa de tratamento à 955 °C. O resfriamento lento que foi utilizado permitiu a nucleação de grãos alfa por difusão nos antigos grãos beta. Contudo, o alongamento dos grãos observados não são alterados significativamente pela temperatura adotada, que está abaixo da transição beta

Figura 28 - Amostra AT5, reagente Kroll. MO. a) 200X. b) 500X.

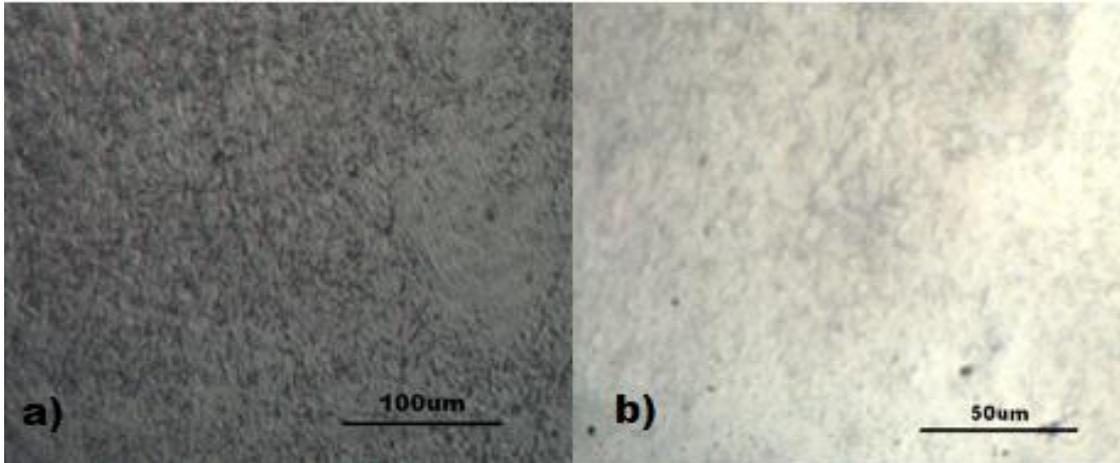


Fonte: Próprio Autor.

Na amostra AT4, (Figura 29) a microestrutura obtida não apresenta uma geometria agulhada, que indica a presença de fases α' e α'' , esperadas em uma microestrutura martensítica. Em algumas regiões também não é possível visualizar claramente uma matriz composta por grãos beta (escuros), uma menor quantidade grãos beta é esperada para amostras solubilizadas, onde ocorre a formação de fases α' e α'' . Ainda assim, a microestrutura obtida apresenta grãos equiaxiais alfa com grãos beta nos contornos de grão alfa. Como o tempo de tratamento de solubilização empregado foi relativamente curto (apenas 10

minutos), não é esperado a formação de grandes quantidades de α' . Ainda assim, não é possível realizar a distinção de α e α' na micrografia.

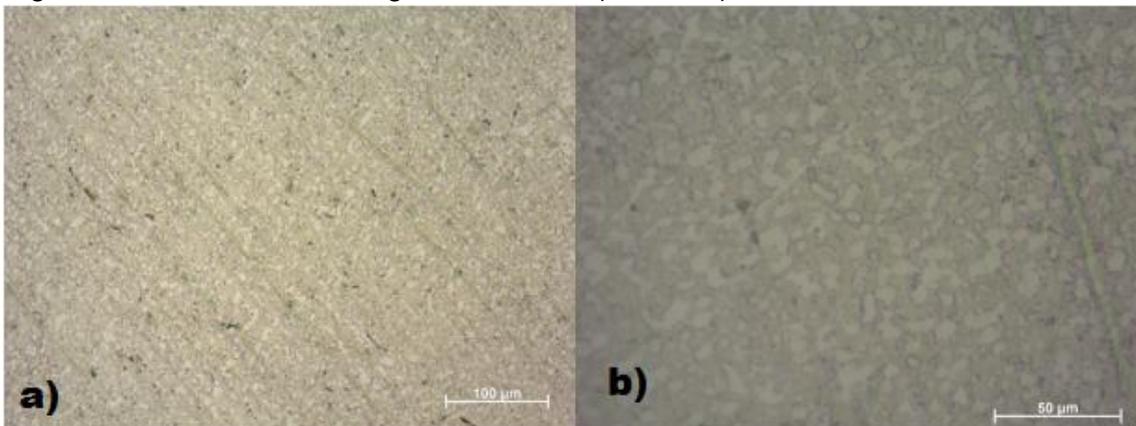
Figura 29 - Amostra AT4, reagent Kroll. MO a) 200X. b) 400X.



Fonte: Próprio autor.

A microestrutura obtida na amostra AT3 (Figura 30) representa grãos alfa equiaxiais (claro) dispersos em uma matriz beta envelhecida (mais escuro). A microestrutura é semelhante a microestruturas Bimodais que podem estar presentes nesta liga. De uma mesma forma que na amostra AT4, não é observado uma estrutura martensítica de forma agulhada. A matriz (escura) é composta pelas fases alfa + beta transformados pela decomposição das fases α' e α'' durante o envelhecimento.

Figura 30 - Amostra AT3, reagent Kroll. MO a) 200X. b) 500X.



Fonte: Próprio Autor.

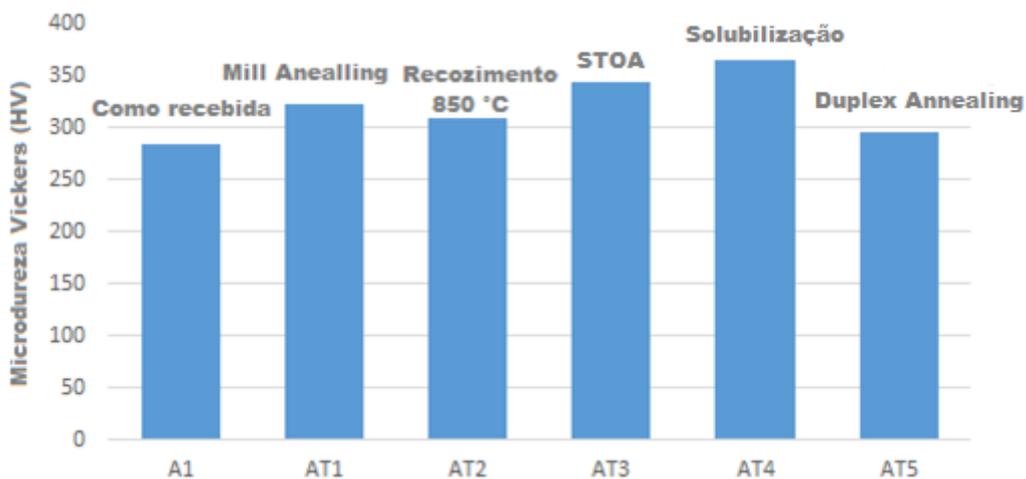
Na tabela 6 é possível observar os resultados obtidos a partir da realização da média aritmética entre as três medidas obtidas do ensaio de microdureza Vickers para cada amostra e o valor da incerteza correspondente. Na Figura 31 é possível observar um gráfico com os valores obtidos de microdureza Vickers para todas as amostras analisadas e os tratamentos térmicos em que foram submetidas as amostras.

Tabela 6: Média obtida do ensaio de microdureza Vickers.

Amostra	Microdureza (HV)
A1	285,0 +- 10,0
AT1	322,9 +- 16,3
AT2	308,9 +- 20,9
AT3	344,1 +- 22,7
AT4	365,3 +- 7,3
AT5	296,6 +- 11,4

Fonte: Próprio autor.

Figura 31 - Gráfico microdureza Vickers nas amostras analisadas.



Fonte: Próprio autor.

A amostra AT4 apresenta um maior valor de microdureza Vickers, isso pode ter ocorrido devido à formação de uma microestrutura martensítica, que aumenta o valor de dureza por proporcionar distorções na rede cristalina que impedem o movimento de discordâncias. A amostra AT3 também apresentou valores elevados de dureza, porém não é observado um aumento da dureza em

comparação com a amostra solubilizada. Um aumento pequeno da dureza é esperado em amostras superenvelhecidas, o que condiz com a microestrutura obtida na amostra e com os parâmetros adotados de tempo e temperatura.

Os aumentos das microdurezas obtidas nas amostras AT3 e AT4, no entanto, também podem estar relacionados a incorporação de elementos intersticiais, como O, durante o resfriamento da liga. Como os resfriamentos foram realizados em água e, posteriormente, ao ar, elementos intersticiais podem ter provocado um aumento da microdureza, endurecendo a liga pela formação de solução sólida. Durante os tratamentos térmicos de recozimento, no entanto, as amostras foram resfriadas lentamente dentro do forno mantendo um fluxo de gás argônio até temperaturas de, pelo menos, 450 °C. Dessa forma, o endurecimento por solução sólida pode ser evitado através de uma atmosfera inerte.

A amostra como recebida apresentou um menor valor de microdureza, onde uma maior ductilidade é desejada nas condições de sua aplicação. O tratamento *duplex annealing* resultou em uma baixa dureza próxima ao da amostra recozida. O aumento da microdureza pode estar relacionado as mudanças na morfologia dos grãos alfa, estando mais alongados para a amostra *duplex annealing*, o que provoca à diminuição da ductilidade com o endurecimento da liga.

Os tratamentos térmicos realizados nas amostras AT1 e AT2 apresentaram um aumento da microdureza entre as amostras recozidas. Como as amostras estavam deformadas plasticamente antes da realização dos tratamentos térmicos, e os tratamentos foram realizados em menores tempos e temperaturas, é esperado que tensões residuais tenham provocada o aumento da microdureza observado.

CONCLUSÃO

A análise das microestruturas obtidas através dos procedimentos adotados forneceu resultados que condizem com as microestruturas esperadas para os tratamentos térmicos realizados. As amostras AT1, AT2 e AT4, entretanto, apresentaram micrografias onde a observação das fases presentes não foram completamente observadas. O polimento mecânico químico, como é indicado para ligas de titânio, poderia resultar em micrografias onde as fases presentes e os contornos de grão fossem melhor observados.

O aumento da microdureza e as micrografias observadas na amostra solubilizada e na amostra solubilizada e envelhecida indicam que os tratamentos realizados nessas amostras resultaram na formação de uma microestrutura martensítica. Ainda que não foram observadas uma microestrutura em forma de agulhas, as microestruturas obtidas são compatíveis com as microestruturas esperadas para os tratamentos térmicos realizados, onde a temperatura de tratamento térmico é inferior à temperatura de transição beta.

Os resultados obtidos de microdureza condizem com os resultados esperados para os tratamentos térmicos realizados na liga de titânio. Uma relação entre tamanho de grão, porém, não pode ser estabelecida devido à dificuldade em obter medidas precisas dos grãos que apresentam tamanhos muito pequenos e que não foram devidamente observados por microscopia óptica.

Não é possível identificar, entretanto, se o aumento considerável de microdureza observado nas amostras solubilizadas e solubilizadas e envelhecidas se deve completamente à transformação martensítica. Isso se deve ao fato de que outros efeitos como formação de precipitados de Ti_3Al ou à solubilização de elementos intersticiais podem estar presentes durante os tratamentos térmicos realizados, podendo levar ao endurecimento da liga.

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Investigar a influência de elementos formadores de solução sólida no endurecimento da liga Ti-6Al-4V tratada termicamente.
- Investigar a formação da fase Ti₃Al durante o envelhecimento da liga Ti-6Al-4V em temperaturas inferiores à 675 °C.
- Obter uma relação estatística entre tamanho de grão e microdureza Vickers a fim de se obter uma relação entre propriedades mecânicas e microestruturais na liga Ti-6Al-4V.
- Analisar o comportamento de microestruturas bimodais em ensaios mecânicos de tração e fadiga, obtidos por tratamentos térmicos de superenvelhecimento.

REFERÊNCIAS

ABBASCHIAN, R. ABBASCHIAN, L. REED-HILL, R. E. **Physical Metallurgy Principles**. 4 ed. Cengage Learning. 2009.

ASTM F136 - 08, American Society for Testing and Materials Standard. **Specification for Wrought Titanium-6Aluminum-4Vanadium ELI (Extra Low Interstitial) Alloy for Surgical Implant Applications**. Nov. 2008.

CALLISTER, W. D. **Ciência e engenharia de matérias: uma introdução**. 8 ed. Rio de Janeiro: LTC, 2013.

CHIAVERINI, V. **Tratamento térmico das ligas metálicas**. São Paulo: Associação brasileira de metalurgia e materiais, 2008.

DAMISIH. et al. **Characteristics microstructure and microhardness of cast Ti-6Al-4V ELI for biomedical application submitted to solution treatment**. AIP Conference Proceedings, Mai. 2018.

DONACHIE, M. J. J. D. **Titanium, a technical guide**. 2 ed. Materials Park, Ohio: ASM International, 2000.

GALARRAGA, H. et al. **Effects of heat treatments on microstructure and properties of Ti-6Al-4V ELI alloy fabricated by electron beam melting (EBM)**. Materials Science & Engineering A 685, p. 417 – 428, Jan. 2017.

GEELS, K. **Metallographic and materialographic specimen preparation, light microscopy, image analysis and hardness Testing**. ASTM International, 2011.

JOHN, V. B. **Introduction to engineering materials**. 2ed. Macmillanpublishers LTD, 1983.

LEYENS, C.; PETERS M. **Titanium and titanium alloys: Fundamentals and applications**. Weinheim: Wiley-vch. 2003.

METALS HANDBOOK. **Poperties and selection: nonferrous alloys and special-purpose materials**. Vol2. ASM Handbook, 1992.

METALS HANDBOOK. **Metallography and microstructures**. Vol9. ASM Handbook, 1985.

NALLA, R. K. et al. **Influence of microstructure on high-cycle fatigue of Ti-6Al-4V: Bimodal vs. lamellar structures**. Metallurgical and materials transactions A. V. 33a, p. 899, Mar. 2002.

NUNES, L. P.; KREISCHER, A. T. **Introdução a metalurgia e aos materiais metálicos**. Rio de janeiro: Interciência, 2010.

RAIMUNDO, L. B. **Avaliação da resistência à corrosão de titânio comercialmente puro submetido à desinfecção química e polarização em salivas artificiais em diferentes pHs**. 99 f. Dissertação mestrado (odontologia), Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto. 2010.

SIEBERT, A. R. J. **Caracterização morfológica, estrutural, mecânica e tribológica da liga Ti-6Al-4V produzida por LENS e comercial**. 102 f. Dissertação mestrado (engenharia e ciências mecânicas), Universidade Federal de Santa Catarina, Joinville. 2017.

SIENIAWSKI, J. ZIAJA, W. **Titanium Alloys: Advances in Properties Control**. IntechOpen. Maio, 2013.

SILVA, A. L. C. **Aços e ligas especiais**: 2 ed. São Paulo: Edgard Blucher, 2006.

VEIGA, C.; DAVIM, J. P.; LOUREIRO, A. J. R. **Properties and applications of titanium alloys: A brief review**. Reviews on advanced materials science, Dez. 2012.