

MARCOS VINICIOS FARIA LOURENÇO

Análise do comportamento em fadiga e das superfícies de fratura da liga Ti-6Al-4V após oxidação isotérmica nas temperaturas de 350, 500 e 650 °C

Marcos Vinícios Faria Lourenço

Análise do comportamento em fadiga e das superfícies de fratura da liga Ti-6Al-4V após oxidação isotérmica nas temperaturas de 350, 500 e 650 °C

Trabalho de Graduação apresentado ao Conselho de Curso de Graduação em Engenharia Mecânica da Faculdade de Engenharia e Ciências do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, como parte dos requisitos para obtenção do diploma de Graduação em Engenharia Mecânica


Orientador: Dr. Martin Ferreira Fernandes
Coorientador: Prof. Dr. Herman Jacobus Cornelis Voorwald

L892a	<p>Lourenço, Marcos Vinícios Faria Análise do comportamento em fadiga e das superfícies de fratura da liga Ti-6Al-4V após oxidação isotérmica nas temperaturas de 350, 500 e 650 oC / Marcos Vinícios Faria Lourenço - Guaratinguetá, 2024. 54 f : il. Bibliografia: f. 51-54</p> <p>Trabalho de Graduação em Engenharia Mecânica – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia e Ciências de Guaratinguetá, 2024.</p> <p>Orientador: Dr. Martin Ferreira Fernandes Coorientador: Prof. Dr. Herman Jacobus Cornelis Voorwald</p> <p>1. Ligas de titânio. 2. Fadiga. 3. Materiais - Fadiga. 4. Agentes oxidantes. I. Título.</p> <p style="text-align: right;">CDU 669.295</p>
-------	---

MARCOS VINICIOS FARIA LOURENÇO

ESTE TRABALHO DE GRADUAÇÃO FOI JULGADO ADEQUADO COMO
PARTE DO REQUISITO PARA A OBTENÇÃO DO DIPLOMA DE
“GRADUADO EM ENGENHARIA MECÂNICA”

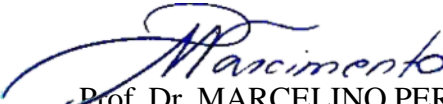
APROVADO EM SUA FORMA FINAL PELO CONSELHO DE CURSO DE
GRADUAÇÃO ENGENHARIA MECÂNICA


Prof. Dr. Marcelo Sampaio Martins
Coordenador

BANCA EXAMINADORA:



Dr. MARTIN FERREIRA FERNANDES
Orientador/UNESP-FEG



Prof. Dr. MARCELINO PEREIRA DO
NASCIMENTO
UNESP-FEG



Prof. Dr. VERÔNICA MARA DE
OLIVEIRA VELLOSO
FACULDADE SERRA DOURADA

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar agradeço a Deus, fonte da vida e da graça. Agradeço pela minha vida, minha saúde, minha família, meus amigos e companheiros durante o trajeto;

aos meus pais Marcos Antônio Lourenço e Nelita Gomes de Faria Lourenço, que sempre estiveram ao meu lado apoiando e incentivando meus estudos;

ao meu orientador, Dr. Martin Ferreira Fernandes que sem a sua orientação e auxílio, o estudo aqui apresentado seria impossível;

ao meu coorientador, Prof. Dr. Herman Jacobus Cornelis Voorwald pelo auxílio na pesquisa e jornada acadêmica;

ao Departamento de Materiais da EEL-USP, em especial ao Prof. Dr. Jorge Rosa e Dr. Bento Ferreira pelo apoio nos ensaios de fadiga e análise utilizando microscopia eletrônica de varredura;

ao Prof. Dr. Marcelino Pereira do Nascimento e Prof. Dra. Verônica Mara de Oliveira Velloso pelo auxílio e contribuições para desenvolvimento do estudo;

ao Prof. Dr. Valdir Alves Guimarães pelo auxílio na preparação e realização dos ensaios de fadiga;

ao Prof. Dr. Rogerio Hein pelo auxílio e instrução na análise utilização de microscópio eletrônico de varredura;

ao Departamento de Materiais da UNESP – FEG, em especial aos técnicos Manoel Bernandes e Gustavo Carvalho pelo auxílio no desenvolvimento do projeto.

RESUMO

Durante o voo, as aeronaves experimentam alterações de pressão, oscilações e variações térmicas que influenciam diretamente as características dos materiais. Os testes de fadiga reproduzem esses ciclos, assegurando que os materiais sejam capazes de suportar essas condições ao longo de sua vida útil. A liga de titânio Ti-6Al-4V é utilizada nos primeiros estágios de pás e discos de turbinas aeronáuticas que em operação podem alcançar temperaturas de até 350°. Por conta das condições impostas em trabalho e por apresentar baixas propriedades tribológica, tratamento térmicos são realizados, entre eles a oxidação térmica. O objetivo deste trabalho é o estudo da temperatura e tempo no processo de oxidação e sua influência na vida em fadiga de amostras em Ti-6Al-4V, analisando a superfície de fratura e microestrutura das amostras utilizando microscopia eletrônica de varredura e microscopia ótica. Para obtenção da vida em fadiga, as amostras da liga foram submetidas ao ensaio de fadiga axial. Os resultados experimentais mostraram que a oxidação isotérmica nas temperaturas de 350, 500 e 650 °C diminuiu a resistência em fadiga para as amostras de liga Ti-6Al-4V e a análise das superfícies de fratura por MEV evidenciaram que o número de pontos de nucleação aumentou para as amostras oxidadas, especialmente nas temperaturas mais altas de 500 e 650 °C, devido à porosidade e heterogeneidade da camada de óxido, concentração de tensões e possível alteração de microestrutura.

PALAVRAS-CHAVE: Fadiga; Ti-6Al-4V; Oxidação isotérmica; Ligas de titânio.

ABSTRACT

During flight, aircraft experience pressure changes, oscillations, and thermal variations that directly influence the characteristics of materials. Fatigue tests replicate these cycles to ensure that materials can withstand these conditions throughout their service life. The titanium alloy Ti-6Al-4V is used in the early stages of blades and discs in aircraft turbines, which can reach temperatures of up to 350°C during operation. Due to the demanding working conditions and its low tribological properties, thermal treatments such as thermal oxidation are performed. This study aims to investigate the effects of temperature and time on the oxidation process and its influence on the fatigue life of Ti-6Al-4V samples. The fracture surface and microstructure of the samples were analyzed using scanning electron microscopy (SEM) and optical microscopy. To determine fatigue life, the alloy samples were subjected to axial fatigue testing. Experimental results showed that isothermal oxidation at temperatures of 350°C, 500°C, and 650°C reduced the fatigue resistance of the Ti-6Al-4V alloy samples. SEM analysis of the fracture surfaces revealed that the number of nucleation points increased in oxidized samples, particularly at higher temperatures of 500°C and 650°C, due to the porosity and heterogeneity of the oxide layer, stress concentrations, and possible microstructural changes.

KEYWORDS: Fatigue; Ti-6Al-4V; Isothermal oxidation; Titanium alloy.

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	07
2	OBJETIVO	09
2.1	OBJETIVO ESPECÍFICO	09
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	10
3.1	LIGA TI-6AL-4V	10
3.1.1	Propriedades e estrutura	10
3.1.2	Aplicações	11
3.2	OXIDAÇÃO ISOTÉRMICA EM LIGAS TI-6AL-4V	12
3.3	FADIGA	14
3.4	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA	16
4	MATERIAIS E MÉTODOS	18
4.1	MATERIAL	18
4.2	MÉTODOS	18
4.2.1	Ensaio oxidação exotérmica	19
4.2.2	Ensaio de fadiga	19
4.2.3	Microscópio eletrônico de varredura	20
4.2.4	Metalografia	23
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	26
5.1	FADIGA	26
5.2	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA DAS SUPERFÍCIES DE FRATURA	28
5.2.1	Material base	29
5.2.2	Amostra oxidada a 350 °C e 72 horas	31
5.2.3	Amostras oxidadas a 500 °C e 72 horas	32
5.2.4	Amostras oxidadas a 650 °C e 72 horas	36
5.3	METALOGRAFIA	40
6	CONCLUSÃO	50
	REFERÊNCIAS	51

1 INTRODUÇÃO

A liga Ti-6Al-4V, composta por 90% de titânio, 6% de alumínio e 4% de vanádio, destaca-se como uma das ligas de titânio mais utilizadas na indústria devido às suas propriedades mecânicas, como boas resistências a fadiga, resistência específica, à tração, e excelente biocompatibilidade, tornando-a ideal para uma ampla gama de aplicações, incluindo setores industriais, aeroespaciais e médicos (Vizureanu e Baltatu, 2024).

O titânio apresenta variação microestrutural devido a sua propriedade alotrópica. A liga de titânio é composta por uma fase dupla, contendo mistura das fases cristalinas distintas α (alfa) e β (beta). A fase α é uma solução sólida de titânio com estrutura hexagonal compacta (HCP), sendo estável a temperaturas abaixo de aproximadamente 882°C. A presença de alumínio na liga Ti-6Al-4V estabiliza a fase α , o que aumenta a dureza e a resistência à tração da liga; já a fase β apresenta estrutura cúbica de corpo centrado (BCC) sendo estável a temperaturas superiores a 882°C conferindo à liga ductibilidade e capacidade de deformação (Gaddam *et al.*, 2013 e Parr *et al.*, 1985).

Embora a liga apresente boas propriedades mecânicas gerais (Güteryüz H; Cimenoglu H, 2003), ocorre a restrição de aplicação devido à baixa resistência ao desgaste (Lima, 2019), favorecendo a aplicação de tratamentos térmicos (Sabban *et al.*, 2019), em especial a oxidação térmica. O procedimento consiste na exposição da liga aquecida a uma atmosfera oxidante, e devido à alta afinidade dos componentes da liga com o oxigênio, ocorre a transformação de uma camada de óxido na superfície do material, além da formação de uma zona de difusão de oxigênio entre o substrato e a camada formada (Batore, D. *et al.*, 2017). À medida que a temperatura de tratamento aumenta, os grãos da liga podem se expandir, o que leva a uma redução na resistência mecânica, mas a um aumento na ductilidade. Esse crescimento dos grãos é influenciado pela difusão dos elementos de liga, como alumínio e vanádio, que podem migrar para a superfície durante o processo de tratamento térmico. O acúmulo e movimentação de discordâncias nos contornos de grãos podem formar trincas no processo de fadiga, contribuindo para falhas do material (Espíndola, 2012)

Os diferentes tempos de exposição e as temperaturas durante o processo de oxidação podem influenciar nos resultados obtidos, onde temperaturas mais altas em períodos prolongados podem levar ao desprendimento da camada de óxido, enquanto períodos curtos podem resultar em camadas finas que não são adequadas para o aumento da resistência ao desgaste (Dalili *et al.*, 2010). Kumar e colaboradores (2009) demonstraram o estudo do

tratamento térmico realizado a 500, 650 e 800°C durante 8, 16, 24 e 48 horas levando em consideração a resistência à corrosão, concluindo que a espessura do óxido formado nas temperaturas não tem relação com o aumento da resistência, mas sim a natureza morfológica da camada formada e a presença de lacunas e descontinuidades, onde a 650°C houve o aumento de resistência em até 3 vezes quando comparado ao material, enquanto a liga se torna fragmentável a 800 °C.

À medida que a temperatura de tratamento aumenta, os grãos da liga podem se expandir, o que pode levar a uma redução na resistência mecânica, mas a um aumento na ductilidade. Esse crescimento dos grãos é influenciado pela difusão dos elementos de liga, como alumínio e vanádio, que podem migrar para a superfície durante o processo de tratamento térmico (Lütjering e Williams, 2013)

O efeito da temperatura e oxidação das ligas de titânio também pode ser decorrente da temperatura de aplicação. A liga Ti-6Al-4V é aplicada nos primeiros estágios de turbinas aeronáuticas que podem atingir até 350 °C (Paula, 2023).

Neste trabalho, foi realizado o estudo do comportamento em fadiga da liga Ti-6Al-4V quando exposta ao tratamento de oxidação a 350, 500 e 650°C, durante 24 e 72h. Para avaliar os efeitos da oxidação no material em fadiga, a superfície de fratura foi analisada utilizando o Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV). A microestrutura do material foi examinada utilizando MEV e microscopia ótica para determinação de proporção de fases, tamanho de grãos e avaliar presença de *alfa case*.

2 OBJETIVO

O objetivo deste estudo é analisar os efeitos da oxidação isotérmica no comportamento em fadiga da liga Ti-6Al-4V.

2.1 OBJETIVO ESPECÍFICO

Analisar a influência da oxidação no comportamento em fadiga da liga Ti-6Al-4V utilizando temperaturas 350, 500 e 650°C durante os períodos de 72 horas e 24 horas, avaliando as superfícies de fratura e microestrutura resultantes utilizando Microscópio eletrônico de varredura e microscópio ótico.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

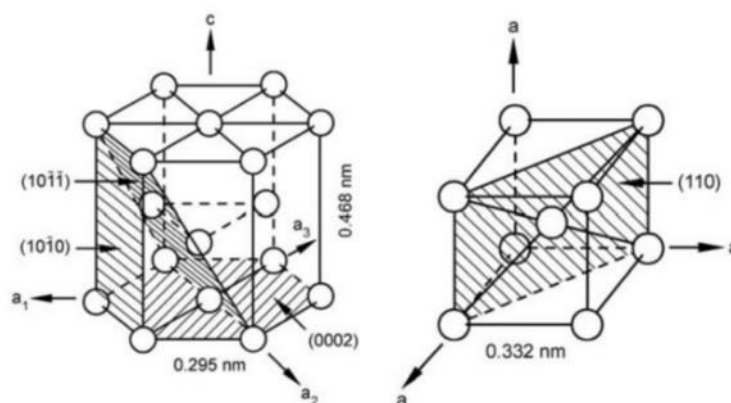
3.1 LIGA Ti-6Al-4V

3.1.1 Propriedades e estrutura

A liga Ti-6Al-4V, (ASTM F136/ NBR ISO 5832-3) é um material de uso variado para aplicações na engenharia. Sua baixa densidade (sendo 60% reduzida em comparação ao aço inoxidável) e boas propriedades mecânicas, como resistência a tração e vasto intervalo de temperaturas suportáveis, tornam o material favorável ao setor aeroespacial (CHUNXIANG *et al.*, 2010) demonstrando economia e eficiência, enquanto a biocompatibilidade e excelente resistência à corrosão garantem a aplicação na biomedicina, como implantes dentários (A. M. Krishna *et al.*, 2021). A liga apresenta quase o dobro de resistência à tração e da dureza quando comparada com o titânio puro (ASM Handbook, 1990 e Silva, A. C. L. 2023). Resumidamente, a liga apresenta principalmente excelente resistência específica (relação da resistência mecânica e densidade).

O titânio puro, comercializado sem elementos de liga, é formado microestruturalmente pelas fases alfa (α) e beta (β). Em temperaturas até 882°C, o material é formado unicamente pela fase alfa, apresentando estrutura cristalina hexagonal compacta (HC). A fase apresenta boas propriedades mecânicas e dureza, devido a uma densidade alta de átomos, resultado da compactação atômica e por possuir menor quantidade de sistemas de deslizamento. A partir de 882°C, a estrutura alotrópica do material se torna cristalina de cúbica de corpo centrado (CCC), recebendo a denominação de beta β , sendo menos densa que a fase Alfa, o que alinhado ao maior número de planos de deslizamento (12), a fase concede ductibilidade, tenacidade e resistência a altas temperaturas (Lütjering e Williams, 2013).

Figura 1 Microestrutura cristalina hexagonal compacta (HPC) (à esquerda) e cúbica de corpo centrado (BBC) à direita



Fonte: Adaptado - Lutjering e Williams, 2013,

Para o controle de propriedades mecânicas do titânio, é comum a utilização de estabilizadores de liga em sua composição (Lutjering e Williams, 2013), sendo:

- Estabilizadores de fase (α): são responsáveis por aumentar a temperatura de formação de β onde α é estável,
- Estabilizadores da fase (β): causam a diminuição da temperatura de transformação de α em β , tornando possível a formação da fase em temperatura ambiente.

As ligas que contêm entre 5% e 40% em volume de estabilizadores β , à temperatura ambiente, são designadas como $\alpha + \beta$, constituindo-se no intervalo dos grupos mais empregados no setor industrial variado, o qual inclui também a liga Ti-6Al-4V (Leyens e Peters, 2003 e Silva, 2023).

Na liga Ti-6Al-4V, o alumínio é o principal estabilizador da fase alfa. O oxigênio também atua na estabilização da fase, o que pode implicar na formação de uma camada superficial endurecida e quebradiça da liga quando exposta a temperaturas acima de 480°C, conhecida como *alfa case* (Gaddam *et al.*, 2013). Já o vanádio atua como estabilizador na fase β . A presença desses estabilizadores, embora em pequena concentração (6% de Al e 4% de vanádio) garantem a presença de ambas as fases em temperatura ambiente (Parr *et al.*, 1985), garantindo melhor resistência à fratura, dureza e limite escoamento sem alterar o módulo de elasticidade do titânio comercialmente puro (Niinomi, 1998).

Embora a liga tenha boas propriedades mecânicas, a sua baixa resistência ao desgaste envolvendo superfícies em contato sob pressão e deslizamento (Lima, 2019) limita a sua aplicabilidade, o que favorece processos de tratamentos térmicos superficiais, entre eles a oxidação térmica.

3.1.2 Aplicações

O titânio puro e suas ligas têm sido utilizados na indústria há várias décadas, e a demanda por esses materiais tem crescido continuamente nos setores médico, de processamento químico, geração de energia, transporte, marítima, *offshore* e aeroespacial (Vizureanu e Baltatu, 2024).

No setor aeronáutico, os materiais têm sido empregados desde a estrutura até as turbinas, e apresentam futuro promissor no desenvolvimento de novas tecnologias por apresentarem características como boa densidade e excelente resistência à corrosão, além de ter excelente compatibilidade com polímero de fibra de carbono reforçado (CFRP), material muito utilizado em aeronaves principalmente para reduzir a massa e diminuir o consumo de combustível

(Fekete e Hall, 2017). O uso do titânio no mercado global foi avaliado em 3,7 bilhões de dólares em 2023, tendo a perspectiva de alcançar 7,6 bilhões em 2033, sendo um aumento de 7,5% (Spherical Insights, 2024).

Na estrutura das aeronaves, o titânio vem substituindo outros metais onde altas resistências são requeridas, além de auxiliar na prevenção da corrosão por diferença de potencial (corrosão galvânica) e a eliminação de tensões causadas pela diferença nos coeficientes de expansão térmica. Nas turbinas, as várias ligas são utilizadas, principalmente a Ti-6Al-4V, para redução de massa, aumento da eficiência e diminuição do consumo de combustível, sendo amplamente aplicado nas pás e compressores a temperaturas de até 600 °C. Mesmo em altas altitudes de 24000 metros e temperaturas menores que -60 °C, a liga é utilizada por apresentar resistência à fragilização em baixas temperaturas, adequada resistência à corrosão e baixa expansão térmica (Inagaki *et al.*, 2014).

Na indústria médica e implantes, propriedades como resistência à corrosão e biocompatibilidade fazem com que o titânio e suas ligas sejam amplamente utilizados para desenvolvimento de tecnologias que facilitam substituições articulares, placas ósseas, implantes dentários, ortopédicos e dispositivos cardiovasculares (Brantley, 2020 e Niimomi, 2008), onde o titânio puro comercial Grau 2 e a liga Ti-6Al-4V correspondem a 95% do material empregado em dispositivos biomédicos de titânio (Vizureanu e Baltatu, 2024).

3.2 OXIDAÇÃO ISOTÉRMICA EM LIGAS TI-6AL-4V

O titânio apresenta excelente resistência à corrosão devido à facilidade e espontaneidade de formação de uma camada protetora passiva de óxido de rutilo (TiO₂) em temperatura ambiente. Mas pela característica de formação de uma fina camada entre 2 e 6 nm, o óxido é facilmente rompido com atrito, o que causa a deterioração gradual do material (Zimmer, 2011). Como as ligas de titânio geralmente apresentam resistências menores que o titânio puro (HANDBOOK, 1996), tratamentos térmicos são utilizados a fim de obter melhores propriedades com a formação de uma camada de óxido de no mínimo 100nm (Zimmer, 2011).

Os tratamentos térmicos de oxidação térmica são utilizados para modificação da superfície do material, substituindo a camada metálica por um revestimento cerâmico, impedindo o contato do material ao meio externo (Peters, 2003). O procedimento de oxidação é feito expondo o material aquecido em uma atmosfera oxidante, resfriando-o posteriormente no interior do próprio forno, criando assim uma camada cerâmica e uma camada endurecida de

difusão, devido a reação do oxigênio e a fase α da liga (Liu *et al.*, 2008). Para a liga Ti-6Al-4V, o processo de oxidação tem importância na influência da melhora das propriedades tribológicas, pois o filme de óxido e a camada endurecida de difusão formados no processo fazem com que a liga passe a possuir baixo coeficiente de atrito (devido a alteração do contato de metal/metal para metal/cerâmica) e a baixa taxa de desgaste (Krishna *et al.*, 2005)

Tempo e temperatura são parâmetros importantes na influência da oxidação na liga. Para altas temperatura (acima de 600 °C), a grande transformação de óxidos no material pode chegar à camada crítica (ponto onde a espessura de óxidos compromete as propriedades mecânicas do material) em um período curto de duas horas, causando o crescimento de uma nova camada de óxido, preferencialmente nos contornos de grãos, entre a primeira camada formada e a superfície do material (Dalili *et al.*, 2010 e Ebrahimi *et al.*, 2008). O crescimento da nova camada acaba causando a ruptura da camada inicial devido a formação de tensões de incrustação - tensões causadas pela deposição de novas camadas externas. Com altos períodos de exposição à oxidação, ocorre também o aumento da espessura da camada de óxido formada pelo tratamento, o que pode resultar no desprendimento das camadas e diminuição da adesão. Com a quebra da camada formada devido à temperatura ou a esforços de tração e atrito, formam-se entalhes e trincas prematuras que prejudicam a vida em fadiga do material resultando na falha precoce do componente.

A espessura da camada de óxido formada está relacionada à Segunda Lei de Fick para a difusão, que estabelece que a taxa de variação da concentração (C) em relação ao tempo (t) é proporcional à derivada de segunda ordem da concentração na distância (x), sendo o coeficiente de proporcionalidade o coeficiente de difusão (D) (Severino *et al.*, 2012), conforme Equação 1 (equação adaptada para coeficiente de difusão independente da composição).

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \quad (1)$$

Utilizando as condições de contorno (Callister, 2002):

- Anteriormente a difusão, todos os átomos do soluto em difusão, que estão presentes no sólido estão distribuídos uniformemente, mantendo concentração C_0 ;
- A distância x na superfície é 0, aumentando quando deslocada para o centro do corpo;
- O tempo 0 indica o período anterior ao início do processo de difusão.

Obtemos a Equação 2.

$$\frac{C_x - C_0}{C_s - C_0} = 1 - \operatorname{erf} \left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}} \right) \quad (2)$$

Onde: C_x representa a concentração na distância x após o tempo t ; C_s a concentração superficial constante e $\left[\operatorname{erf} \left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}} \right) \right]$ a função de erro de Gauss.

Podemos notar que a equação torna diretamente dependente a relação de difusão e o tempo, onde quanto maior o período de exposição, maior a concentração do material em difusão (oxigênio) na superfície do titânio.

O coeficiente de difusão D pode ser escrito utilizando a Equação 3.

$$D = D_0 \exp \left(-\frac{Q_d}{RT} \right) \quad (3)$$

Onde: D_0 representa a constante pré-exponencial independente da temperatura; Q_d a energia de ativação; R a constante dos gases e T a temperatura absoluta.

Observando a equação 3, notamos que a temperatura apresenta uma grande influência sobre os coeficiente e taxas de difusão, onde, quanto maior a temperatura, mais rápido a taxa de difusão será, concluindo em uma oxidação mais rápida. O estudo do comportamento da oxidação e da espessura da camada de óxido formada é de extrema importância pois indica a aderência e qualidade do filme formado no processo, o qual influencia nas propriedades mecânicas e tribológicas do material (Zimmer, 2011).

3.3 FADIGA

Com o avanço da engenharia, o controle de qualidade e desenvolvimento de novos materiais é essencial para garantir o aperfeiçoamento, eficiência e segurança de projetos. A falha e colapso estrutural de materiais podem ocorrer de diversas fontes, entre elas manutenção inadequada, defeitos de manufatura, defeitos microestruturais, cargas e solicitações não previstas em projeto e fadiga (Voorwald *et al.*, 1991).

Fadiga se traduz como a perda progressiva de resistência até a falha ou colapso de um componente quando exposto a carregamento dinâmicos ou repetitivos (Oller *et al.*, 2005). Microestruturalmente os materiais não são homogêneos e isotrópicos, apresentando regiões

geométricas de concentração de tensões. Conforme as tensões de tração oscilam nestas regiões, pode ocorrer o escoamento local, criando distorções e bandas de deslizamento ao longo dos contornos dos cristais e, conforme o aumento dessas bandas, ocorrem trincas. Com o aumento do número de ciclos, estas trincas se propagam até o rompimento do material (Norton, 2004).

O critério de determinação da vida em fadiga do material é uma metodologia que avalia o número total de ciclos (intervalo entre a aplicação da tensão máxima e da tensão mínima) ou tempo para desenvolvimento de danos e início de uma falha até fratura final (Midori, 2009). Quando o colapso do material é concluído, os resultados do ensaio em diferentes níveis de tensão podem ser plotados no formato de curva Tensão x Vida, denominada curva S-N (Dowling, 2007). Parâmetros que influenciam na configuração da superfície do material e estrutura são determinantes para definir a vida em fadiga.

Zimmer em 2011 estudou o comportamento de amostras de pino fusíveis mecânicos de Ti-6Al-4V após o procedimento de oxidação térmica. As amostras foram primeiramente expostas a um ciclo de obtenção de microestrutura equiaxial (rota 1), correspondendo ao aquecimento das amostras até 925°C durante 4 horas, seguido do resfriamento até 760 °C, reduzindo 50°C por hora e concluindo com o resfriamento final a ar. Após o procedimento, as amostras foram submetidas a 3 rotas de oxidação: 600°C e 5 horas de exposição em forno, 650°C e 5 horas e 900°C por 7 horas. Foi observado que a camada de espessura aumentou proporcionalmente com o tempo e temperatura (com valores de 2, 4 e 130 µm para as rotas 2,3 e 4 respectivamente) e a rugosidade e dureza também aumentaram (três vezes mais na camada de substrato). O limite de resistência em fadiga foi inversamente proporcional ao aumento da temperatura/tempo, reduzindo até em 79% para a rota de 900°C, devido principalmente à presença de múltiplos núcleos de crescimento de trincas, acúmulo de tensões e fragilidade da camada de oxido formada.

Lima em 2019 realizou o estudo da oxidação térmica da Ti-6Al-4V a 600°C durante 2, 5 e 10 horas, comparando a vida em fadiga com o material base, concluindo a diminuição da resistência em fadiga em 35%, 27% e 29% para as amostras que sofreram o tratamento durante 2,5 e 10 horas respectivamente. Notou-se que a diminuição da vida em fadiga não foi proporcional, mas sim independente ao tempo de exposição à oxidação, indicando que a formação de trincas iniciais na camada de oxidação formada favoreceu a propagação da fadiga prematuramente.

Gonçalves e colaboradores em 2012 realizou o estudo de influência da oxidação durante 48 horas a 500, 600, 700 e 800 °C nas microestruturas Widmanstätten, martensítica e bimodal,

obtidas por tratamento térmico. O aumento de massa, referente a formação da película de óxido, foi proporcional ao aumento da temperatura, se comportando exponencialmente acima de 700°C. A Widmanstätten foi microestrutura mais resistente à oxidação a 800 °C, pois, devido a sua formação de grãos mais grosseiros, menor será energia de ativação presente no contorno de grão, fazendo com que o material reaja menos com o meio que está exposto. O trabalho demonstra que não somente a composição do material dita as suas propriedades e reação com a oxidação, mas também o tratamento térmico aplicado anteriormente e sua microestrutura.

O trabalho de Paula (2023) realizou o estudo do comportamento da fadiga em corpos de liga Ti-6Al-4V quando expostos à oxidação térmica em temperaturas de 350°C, 500°C e 650°C durante 72 horas. Foi observado o aumento de até 0,7% a massa dos corpos em 650°C devido à camada de oxidação. A diminuição do número de ciclos em fadiga foi de cerca de 96,12% para as temperaturas de 350°C, 500°C e 650°C, enquanto os valores de dureza não apresentaram diferenças significativas quando comparado ao material base. A pesquisa concluiu que, em temperaturas mais baixas de ensaio, ocorre a formação de um óxido mais estável; entretanto, os incrementos na dureza do material causada pela transformação da camada de óxidos não são suficientes para compensar a redução de sua vida em fadiga.

3.4 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

A ampliação de imagens é crucial para revelar detalhes invisíveis a olho nu, possibilitando uma análise mais precisa e profunda de estruturas microscópicas ou distantes, estudos detalhados de células, tecidos e microrganismos, elementos essenciais para avanços em biologia, medicina, engenharia e diversas outras áreas. Microscópios ópticos convencionais usam lentes e iluminação com luz visível ou ultravioleta para ampliar amostras, no entanto, a resolução é limitada pelos efeitos de difração, devido ao comprimento de onda da radiação utilizada (Dedavid *et al.*, 2007) perdendo detalhes da imagem com ampliações acima de 2000x.

O microscópio eletrônico de varredura (MEV), ou *scanning electron microscopy* (SEM), é um versátil instrumento de análise de microestruturas, criando imagens de alta resolução e grandes ampliações, sendo uma excelente alternativa aos microscópios e técnicas convencionais de ampliação. O equipamento utiliza feixes de elétrons de comprimento de onda curtos ($\lambda=0,005\text{Å}$) para mapear a superfície da amostra, e devidos a cargas dos elétrons, estes podem ser focalizados por campos eletrostáticos ou eletromagnéticos, formando imagens de altas resoluções (de até 01nm) em ampliações superiores a 300000X (Dedavid *et al.*, 2007).

No MEV, dois tipos de imagens são gerados a partir da interação dos elétrons e superfície da amostra: Elétrons Secundários (SE) e Elétrons Retroespalhados (BSE) (Dedavid *et al.*, 2007).

Elétrons secundários: resultado da interação do feixe de elétrons de baixa energia (<50eV) e material da superfície da amostra, formando imagens de alta resolução (3-5 nm) da topografia amostral, revelando detalhes de relevo e textura.

Elétrons Retroespalhados: elétrons de alta energia (>50eV) resultantes principalmente da interação com a camada mais interna da amostra, fornecendo informações sobre a composição do corpo.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 MATERIAL

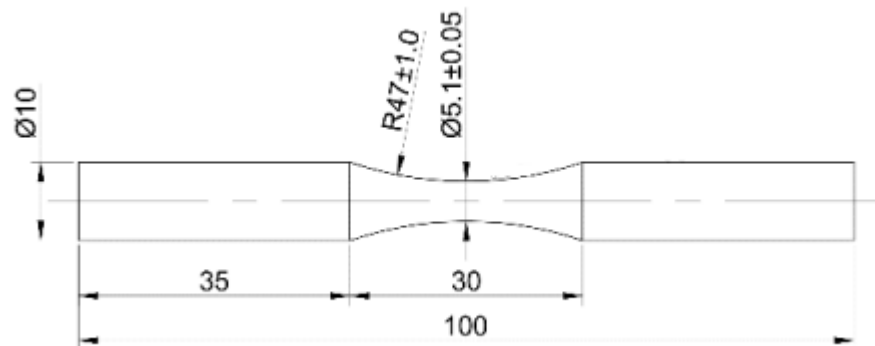
A liga Ti-6Al-4V utilizada no estudo tem a composição química indicada na Tabela 1, estando em conformidade com a norma ASTM B348 GR5. O material base foi fornecido em forma de barras extrudadas e recozidas, sendo usinadas e lixadas, conforme Figura 1.

Tabela 1 – Composição química da liga Ti-6Al-4V

Composição Química Liga Ti-6Al-4V (%)						
C	Ti	Al	V	H	N	Fe
0,01	89,06	6,16	4,08	0,001	0,01	0,13

Fonte: Acnis do Brasil

Figura 2 - Corpo de prova usinado liga Ti-6Al-4V



Fonte: Paula (2023)

4.2 MÉTODOS

4.2.1 Ensaio Oxidação Exotérmica

Paula (2023) realizou 9 ensaios de oxidação exotérmica, cada um com 4 corpos de prova da liga de titânio durante 72 horas e temperaturas de 350°C, 500°C e 650°C, com o intuito do estudo da influência da variável nas propriedades mecânicas. Três amostras de cada ensaio foram submetidas ao ensaio de fadiga.

Neste trabalho, novas amostras de liga Ti-6Al-4V foram expostas ao processo de oxidação térmica durante 24 horas à temperaturas de 350°C, 500°C e 650°C. Antes e após os processos de oxidação, a massa das amostras foram pesadas em uma balança analítica de

resolução de 0,0001 gramas , com o intuito de medir a quantidade de óxido formado e a influência da temperatura em sua formação.

4.2.2 Ensaio de fadiga

Os ensaios de fadiga realizados neste projeto foram a continuidade do trabalho desenvolvido por Paula (2023). Os ensaios de fadiga foram realizados no Laboratório de Ensaios Mecânicos da Universidade de São Paulo, Câmpus Lorena, (EEL-USP), utilizando uma máquina universal de ensaios MTS 810 Material Test System com onda senoidal. As condições analisadas por Paula (2023) foram de oxidação isotérmica por 72h nas temperaturas de 350, 500 e 650 °C. Neste trabalho, a análise dos resultados continuou com a observação das superfícies de fratura através de microscopia eletrônica de varredura. A tensão máxima do ensaio de fadiga foi escolhida como 93% da tensão de escoamento do material. O ensaio de fadiga com onda senoidal consistiu na oscilação entre a tensão máxima ($\sigma_{\text{máx}}$) de 409 MPa, e a tensão mínima (σ_{min}) 91 MPa com um valor de tensão média (σ_{m}) de 499 MPa, com razão de tensões de $R=0,1$. Ensaios de fadiga axial foram realizados com frequência de 15Hz, temperatura ambiente até a fratura. O limite de resistência a tração do material é de 1022 ± 8 MPa, e resistência ao escoamento é 976 ± 14 MPa (Paula, 2023). A máquina de fadiga Instron 8801 (Figura 03), no Laboratório de Materiais, FEG – UNESP foi utilizada para obtenção da vida em fadiga de uma amostra que passou pela oxidação a 650°C e 24 horas.

Figura 3 - Instron 8801 - Laboratório de materiais, FEG – UNESP



Fonte: autoria própria

4.2.3 Microscópio eletrônico de varredura

Para a obtenção das imagens de fratura utilizando MEV, foram utilizadas 06 amostras: 05 amostras que passaram pelo processo de oxidação em forno (uma amostra à 350°C, duas à

500°C e duas à 650°C) e uma amostra do material base, sem qualquer contato com atmosfera oxidante em forno.

As amostras foram limpas utilizando um agitador de ultrassom (Figura 4), durante 280 segundos e utilizando álcool isopropílico para limpeza das superfícies das amostras. Para auxiliar a retirada de vestígios e umidade foi realizado um banho de nitrogênio comprimido grau 05 (pureza 99,99999%) (Figura 05).

A análise das superfícies foi realizada com o Microscópio Eletrônico de Varredura Ambiental Zeiss EVO LS 15, disponível no Laboratório de Imagens de Materiais, FEG – UNESP (Figura 06), utilizando ampliações de 200, 1500 e 2000 vezes e vista geral (41 vezes).

Figura 4 - Agitador de mistura



Fonte: Autoria própria

Figura 5 - Pistola de nitrogênio comprimido Grau 5



Fonte: Aatoria própria

Figura 6 - Microscópio eletrônico de varredura ambiental Zeiss EVO LS 15 com EDS e EBSD



Fonte: Aatoria própria

4.2.4 Metalografia

Para obtenção da análise da microestrutura da amostra, analisando a camada alfa obtida e possível mudança de morfologia, foi realizada o processo de tratamento superficial de 01 amostra da liga de titânio Ti-6Al-4V, oxidada a 650°C durante 72 horas.

A amostra foi inicialmente cortada no sentido transversal, utilizando a serra de corte Allied TechCut 5 (Figura 07) com disco de diamante, disponível no Departamento de Materiais, FEG – UNESP, utilizando uma rotação de 3000 rpm e um avanço de 1,25mm/min.

A amostra foi embutida em baquelite utilizando embutidora Arotec PRE 30Mi, depois lixada utilizando a sequência de lixas de granulometria: 600, 1000 e 1500 mesh (o suporte utilizado para lixamento pode ser visto na Figura 8).

Figura 7 - Serra de corte Allied TechCut 5



Fonte: Autoria própria

Figura 8 - Suporte de lixas



Fonte: Autoria própria

Após a etapa de lixamento, a amostra foi submetida ao polimento na politriz metalográfica Arotec Aropol E (Figura 9), com uma velocidade de rotação de 100 rpm, empregando um fluxo contínuo lubrificante de água e uma solução diluída de suspensão de sílica coloidal (OP-s), a fim de obter uma superfície polida para análise microestrutural.

Figura 9 - Politriz metalográfica Arotec Aropol E



Fonte: Autoria própria

Para o ataque químico, etapa importante para revelar a microestrutura dos materiais, destacando características como os contornos de grão, fases e inclusões, foi utilizado o reagente Kroll de composição 1% HF, 4% HNO₃ e 95% H₂O.

A visualização da microestrutura foi feita utilizando o microscópio Nikon Epihot 200, localizado no Departamento de Materiais e Tecnologia da Faculdade de Engenharia e Ciências de Guaratinguetá, UNESP, nas ampliações 200X e 500X.

Outras imagens da microscopia desta amostra foram feitas utilizando o MEV LEO 1450-VP, com ampliações de 300X, 500X, 1000X, 1500X, 2000X e 4000X, no Laboratório de Materiais da Universidade de São Paulo, campus Lorena (EEL-USP).

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 FADIGA

Os resultados dos ensaios de fadiga obtidos para as amostras podem ser vistos na Tabela 2, destacando a temperatura e tempo de exposição a oxidação, porcentagem de escoamento, tensões máxima e mínima utilizadas no ensaio de fadiga, e o número de ciclos obtidos.

Tabela 2 – Resultado ensaios de fadiga

Amostra	Temperatura (°C)	Tempo (h)	% de escoamento	Tensão Máxima (MPa)	Tensão Mínima (MPa)	Número de ciclos
A	Material Base	-	93,0	908,0	90,8	39581
B	Material Base	-	93,0	908,0	90,8	57914
C	Material Base	-	93,0	908,0	90,8	246059
G	350	72	93,0	908,0	90,8	10402
H	350	72	93,0	908,0	90,8	21859
I	350	72	93,0	908,0	90,8	9276
J	500	72	93,0	908,0	90,8	4063
K	500	72	93,0	908,0	90,8	733
L	500	72	93,0	908,0	90,8	796
M	650	72	93,0	908,0	90,8	9523
N	650	72	93,0	908,0	90,8	867
O	650	72	93,0	908,0	90,8	7011
P	650	24	93,0	908,0	90,8	13040

Fonte: Paula (2023) e autoria própria

Para 350°C, obteve-se uma média de 13846 ciclos, com desvio padrão de 5685; para 500°C, o número foi de 1864 ciclos, com desvio padrão de 1555; para 650°C, 5800 ciclos e desvio padrão de 3636, e para o material base, 114518 ciclos com desvio padrão de 93316, correspondendo a uma redução na vida em fadiga para amostras oxidadas quando comparado à vida em fadiga da liga Ti-5Al-4V sem exposição à oxidação. A queda da vida em fadiga das amostras que passaram pelo processo de oxidação demonstra a influência da camada de óxido depositada no processo, e as variações entre o número de ciclos podem estar relacionadas a heterogeneia da camada de óxido formada e diferentes frentes de nucleação, reduzindo a seção remanescente. Estas alterações podem ter sido mais influentes nas amostras a 500°C, as quais apresentaram menor vida em fadiga, concluindo que tais transformações não são triviais e lineares.

Paula (2023) observou em seu trabalho a variação da massa das amostras da liga Ti-6Al-4V, observando o aumento de 0,2%, 0,7% e 0,8% de massa para 350, 500 e 650°C respectivamente. O estudo pode ser justificado quando observamos a segunda lei de Fick e o coeficiente de difusão relacionado (Equação 3), onde o aumento de temperatura causa a intensificação da taxa de espalhamento de partículas de oxigênio na liga, concluindo em uma mais rápida transformação de óxidos no material. Com o aumento da camada de óxidos, a deposição pode atingir uma espessura crítica, onde a melhora nas propriedades tribológicas passa a resultar em grandes perdas de resistência. Isso ocorre principalmente devido à porosidade da camada espessa formada, à concentração de tensões na superfície e à formação de entalhes que favorecem trincas prematuras. Em casos de longa exposição a altas temperaturas durante a oxidação, pode haver desprendimento de material. Assim, a espessura da camada está diretamente ligada à qualidade da aderência do filme e às propriedades finais do material.

Pode-se observar que houve uma semelhança entre as médias dos números de ciclos nas temperaturas de 500 e 650°C, e entre os tempos 72 e 24 horas, ambos a 650°C, semelhança esta que pode estar ligada diretamente à qualidade e espessura da camada de óxido formada. A Figura 30 destaca a medida da espessura da camada de óxido formada, com valores entre 2,3 e 3,3 µm para a amostra de 650°C e 24 horas. Outros autores realizaram o estudo da espessura da camada de óxido formada em liga Ti-6Al-4V quando expostos à oxidação e também observaram a estagnação no avanço do crescimento do filme de óxidos. Zimmer (2011) observou a variação da espessura conforme alteração da temperatura e tempo, obtendo valores de 2, 4 e 130 µm para as condições 600°C e 5 horas de exposição em forno, 650°C e 5 horas e 900°C por 7 horas respectivamente. Para Lima (2019), foram encontradas médias de 0,12, 0,68 e 1,09 µm para temperatura fixa de 600°C e tempos de 2, 5 e 10 horas de oxidação respectivamente. Whang *et al.* (2014) buscou a melhor opção de temperatura de oxidação levando em consideração a melhora das propriedades tribológicas, observando que a criação da camada de óxidos é ligada diretamente com a temperatura do processo, obtendo médias de espessuras do filme de 1,2, 7,5 e 34,9 µm para 600, 700 e 800°C respectivamente, tendo o coeficiente de fricção da liga 62% menor do que o material base para 700°C. Guleryuz e Cimenoglu (2005) observaram que a espessura da camada não obteve variações significativas ao realizarem o processo de oxidação alternando entre intervalos de 12 a 60 horas utilizando a temperatura de 600 °C. A tendência de estabilização pode ser compreendida pela redução da taxa de difusão, uma vez que, conforme a camada de óxido se expande na superfície, ocorre o

acúmulo de átomos de oxigênio nos espaços intersticiais, diminuindo os espaços disponíveis e dificultando o processo de difusão e velocidade de criação da camada (Lima, 2019).

5.2 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA DAS SUPERFÍCIES DE FRATURA

Para a visualização da superfície de fratura em MEV, foram escolhidas 06 amostras que passaram pelo ensaio de fadiga descrito na Tabela 1, levando em consideração os critérios:

- Material Base (sem oxidação) e oxidação a 350°C – Foi selecionada 01 amostra para cada temperatura.
- Oxidação a 650°C e 500°C a 72 horas – 02 amostras foram selecionadas para cada temperatura.

Para a visualização da microestrutura foi escolhida a amostra P, com o intuito de estudar a influência do tempo na vida em fadiga de amostras que passaram pela oxidação.

As 07 amostras escolhidas para visualização em MEV podem ser vistas na Tabela 03.

Tabela 3 – Amostras analisadas por MEV

Amostra	Temperatura (°C)	Tempo (h)	% de escoamento	Tensão Máxima (MPa)	Tensão Mínima (MPa)	Número de ciclos
B	Material Base	-	93,0	908,0	90,80	57914
G	350	72	93,0	908,0	90,80	10402
J	500	72	93,0	908,0	90,80	4063
K	500	72	93,0	908,0	90,80	733
M	650	72	93,0	908,0	90,80	9523
N	650	72	93,0	908,0	90,80	867
P	650	24	93,0	908,0	90,80	13040

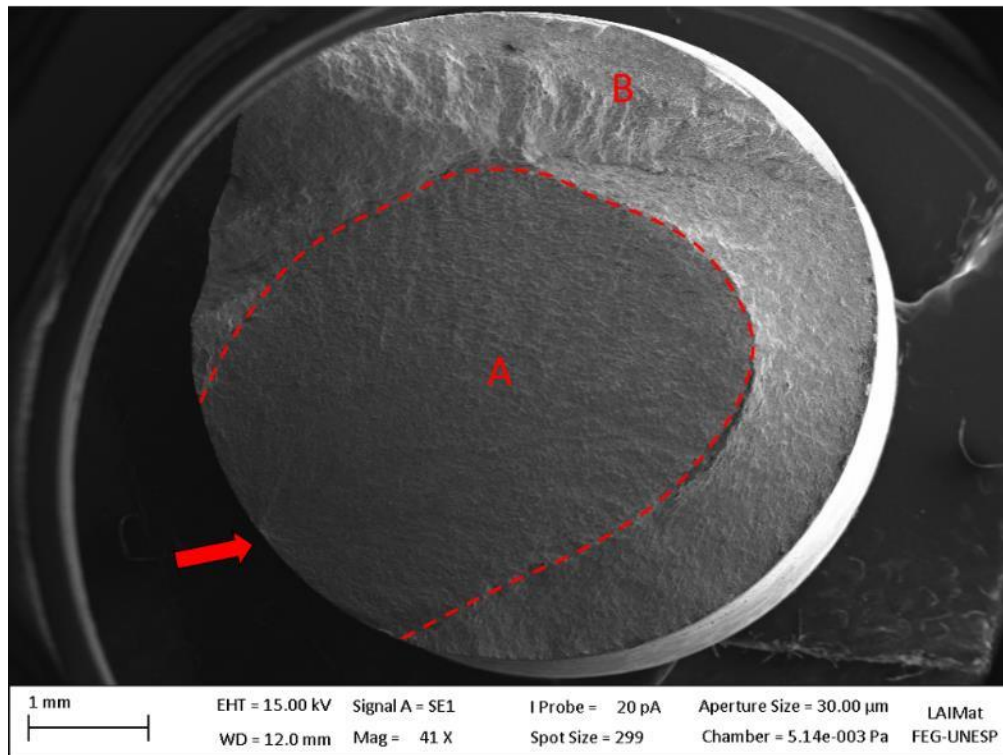
Fonte: Autoria própria

Podemos observar que nas amostras oxidadas houve o aumento do número de nucleações de trincas, possivelmente pela presença de concentrações de tensões e entalhes da camada de óxido que facilitam o início de trincas no material. A seção 5.2.1 apresenta os resultados para o material base, enquanto as seções 5.2.2, 5.2.3 e 5.2.4 apresentam as análises para as amostras após oxidação isotérmica nas temperaturas de 350, 500 e 650 °C respectivamente.

5.2.1 Material Base

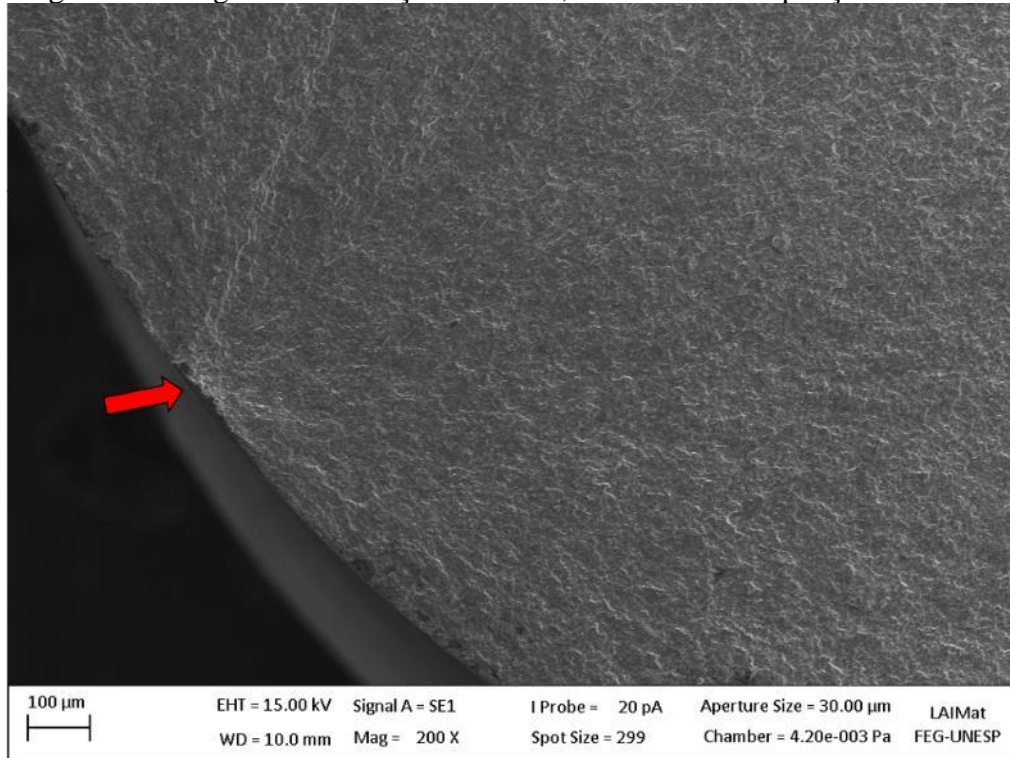
Para o material base, amostra B, de 57914 ciclos de vida em fadiga, foram realizadas as imagens da superfície com MEV utilizando ampliações de 41X, 200X e 1500X (Figuras 10, 11 e 12 respectivamente).

Figura 10 - Superfície de fratura de um corpo de prova do material base B – Ampliação de 41X.



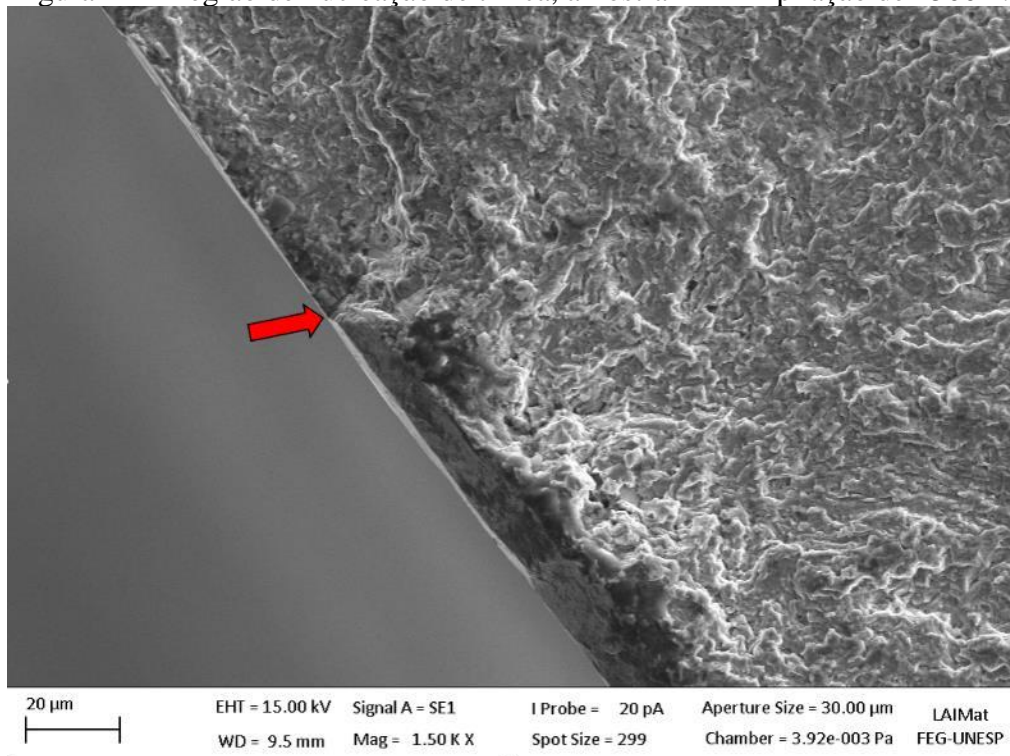
Fonte: Autoria própria

Figura 11 – Região de nucleação de trinca, amostra *B* - Ampliação de 200X.



Fonte: Autoria própria

Figura 12 – Região de nucleação de trinca, amostra *B* – Ampliação de 1500X.



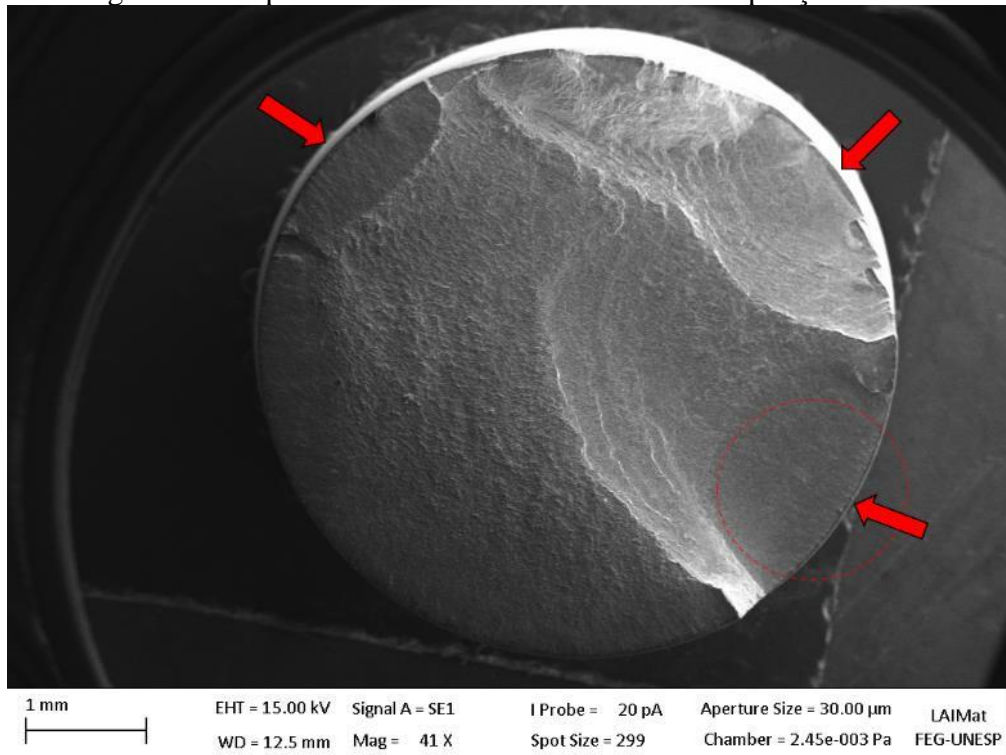
Fonte: Autoria própria

As áreas A e B da Figura 10 identificam as zonas de propagação e fratura final, respectivamente. Podemos observar que há somente um ponto de nucleação de trinca, indicado pelas setas nas imagens, condição comum para o material sem oxidação imposta.

5.2.2 Amostra oxidada a 350 °C e 72 horas

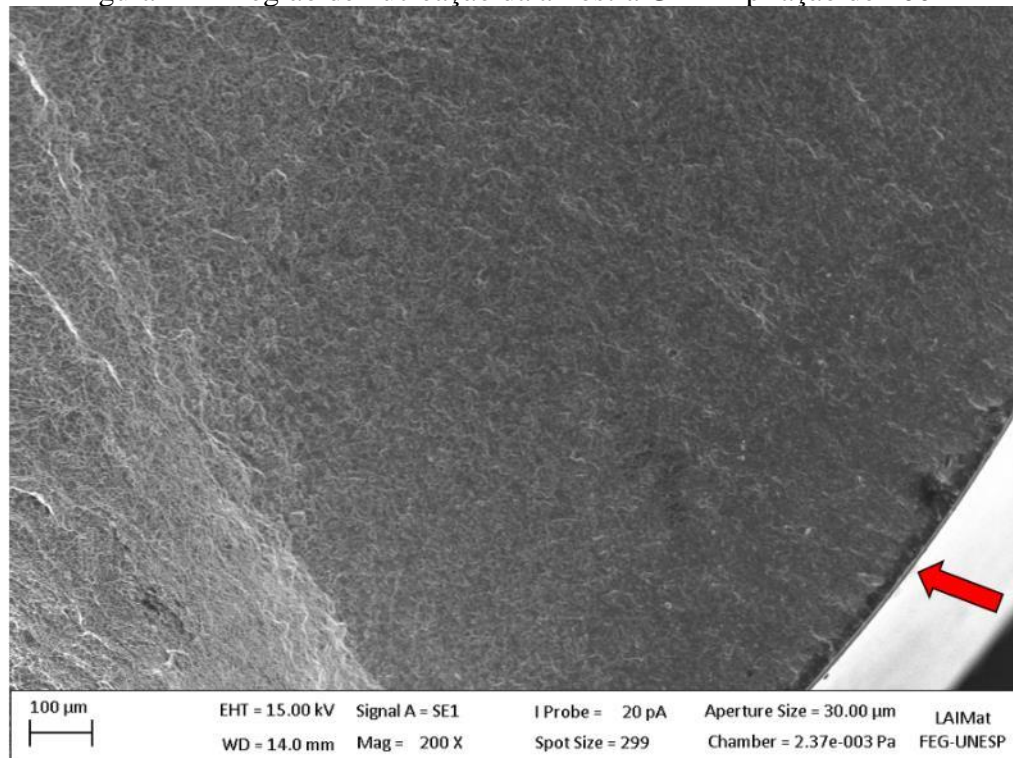
Para a amostra oxidada a 350°C, amostra *G*, de 10402 ciclos de vida em fadiga, foram realizadas as imagens da superfície com MEV utilizando ampliações de 41X e 200X (Figuras 13 e 14, respectivamente).

Figura 13 - Superfície de fratura da amostra *G* - Ampliação de 41X



Fonte: Autoria própria

Figura 14 – Região de nucleação da amostra *G* - Ampliação de 200X



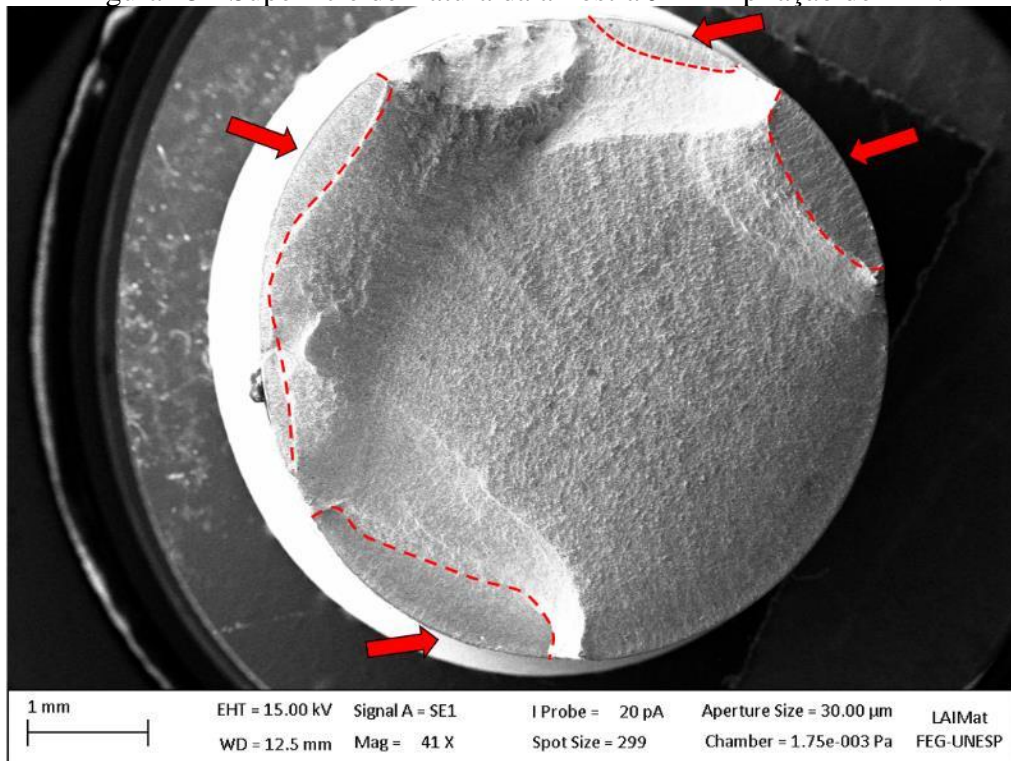
Fonte: Autoria própria

Para a amostra oxidada a 350°C, podemos notar 03 pontos de nucleação de trincas (indicados pelas setas na Figura 13). A Figura 14 demonstra, utilizando ampliação de 200X, a zona de nucleação inicial.

5.2.3 Amostras oxidadas a 500 °C e 72 horas

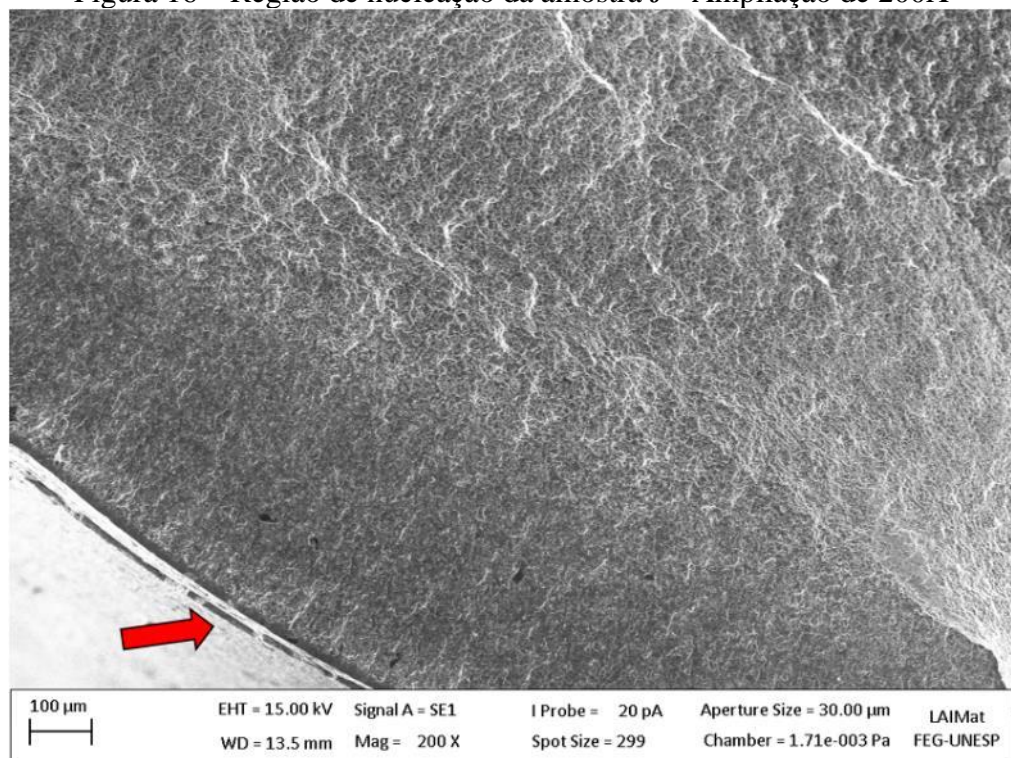
Para a primeira amostra oxidada a 500°C, amostra *J*, de 4063 ciclos de vida em fadiga, foram realizadas as imagens da superfície com MEV utilizando ampliações de 41X, 200X e 2000X (Figuras 15, 16 e 17, respectivamente).

Figura 15 - Superfície de fratura da amostra *J* – Ampliação de 41X.

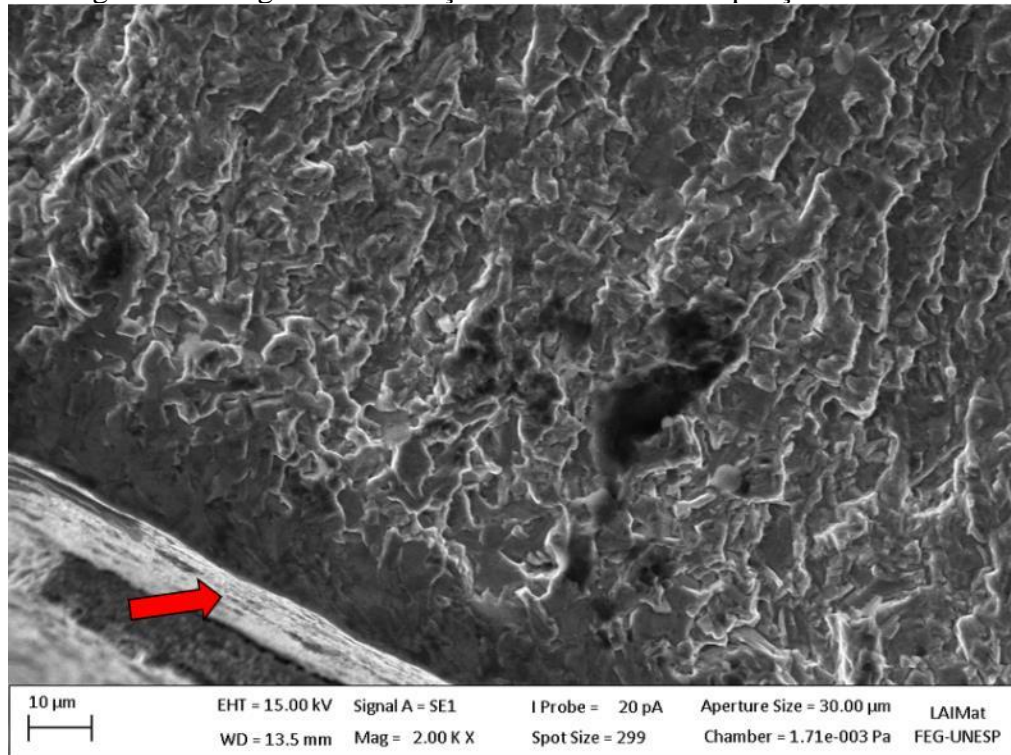


Fonte: Autoria própria

Figura 16 – Região de nucleação da amostra *J* - Ampliação de 200X



Fonte: Autoria própria

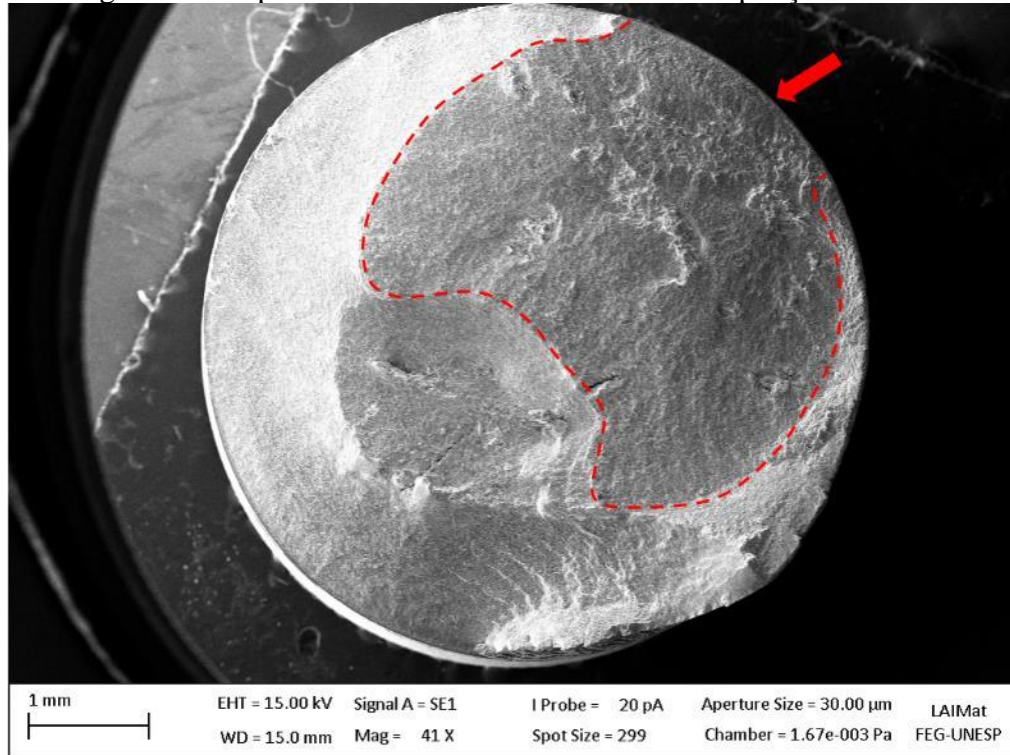
Figura 17 – Região de nucleação da amostra *J* - Ampliação de 2000X

Fonte: Autoria própria

Observa-se um aumento no número de pontos de nucleação, sendo quatro identificados, conforme indicado na Figura 15, destacados por setas em vermelho. As áreas delimitadas por pontilhados indicam as zonas de propagação de trincas.

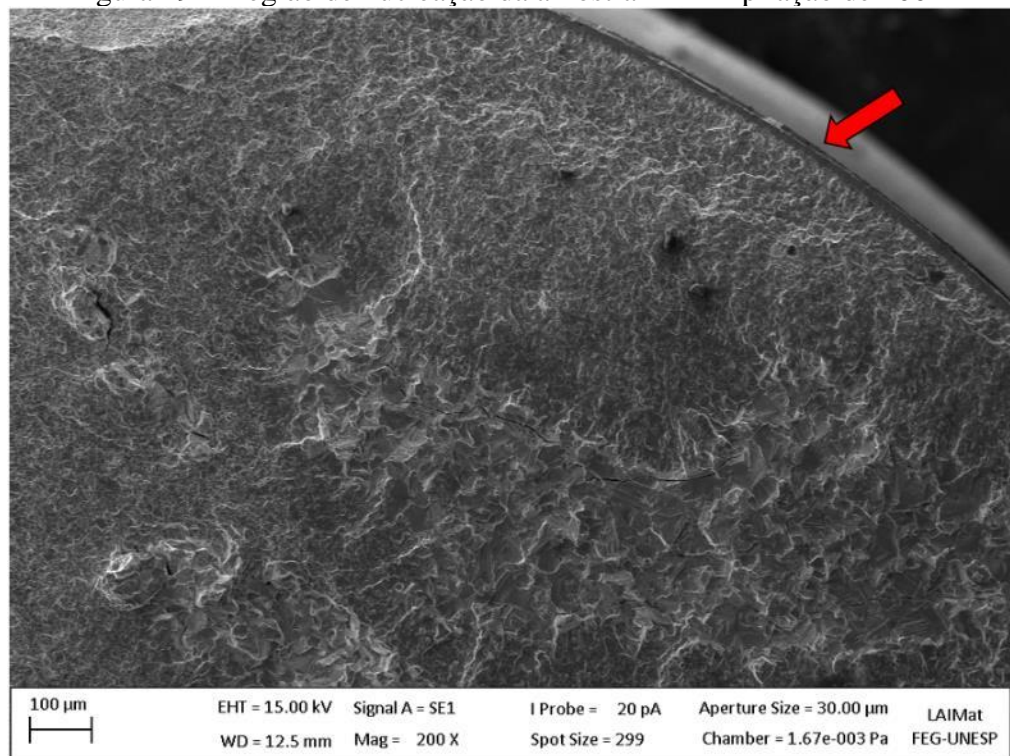
As Figuras 18, 19 e 20 referem-se às imagens em MEV da segunda amostra oxidada à 500°C, amostra *K*, de 733 ciclos, utilizando ampliações de 41, 200 e 2000X, respectivamente.

Figura 18 - Superfície de fratura da amostra *K* - Ampliação de 200X



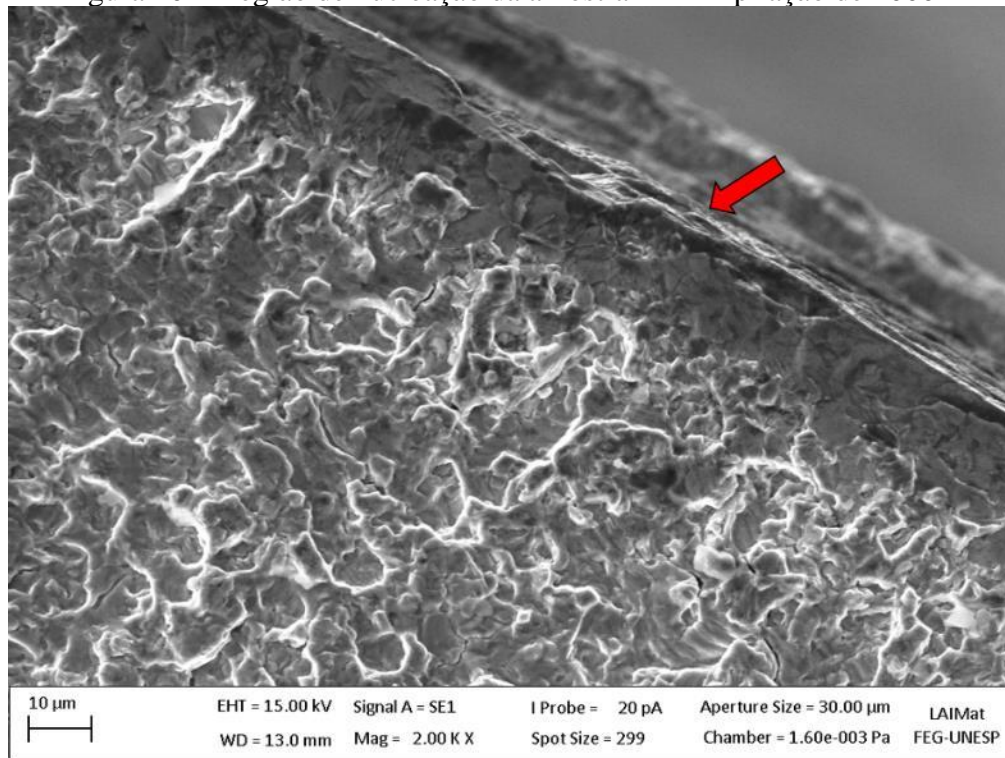
Fonte: Autoria própria

Figura 19 – Região de nucleação da amostra *K* - Ampliação de 200X



Fonte: Autoria própria

Figura 20 – Região de nucleação da amostra *K* - Ampliação de 2000X



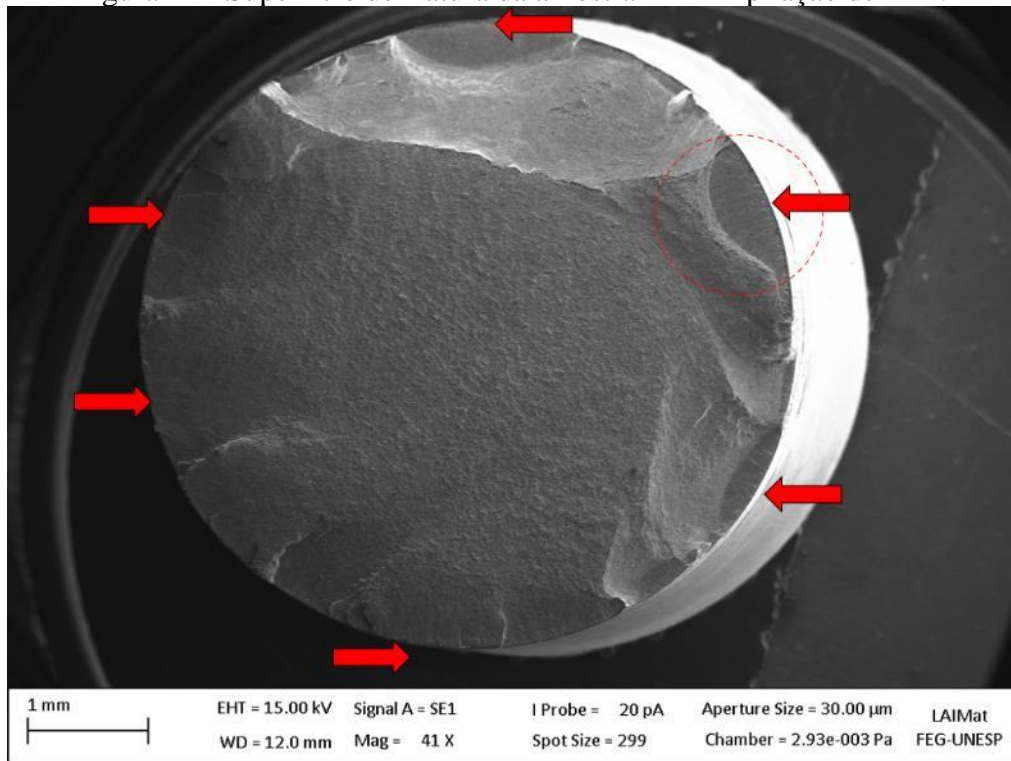
Fonte: Autoria própria

Nota-se apenas um único ponto de nucleação na amostra *K*, podendo ser associado ao baixo número de ciclos observado no teste de fadiga, indicando que a fratura da amostra teve início em uma trinca prematura que propagou rapidamente nos primeiros ciclos do ensaio, podendo ser oriunda das concentrações de tensões superficiais, presença de porosidades e pequenos entalhes gerados na camada de óxido formada durante o processo de oxidação.

5.2.4 Amostras oxidadas a 650 °C e 72 horas

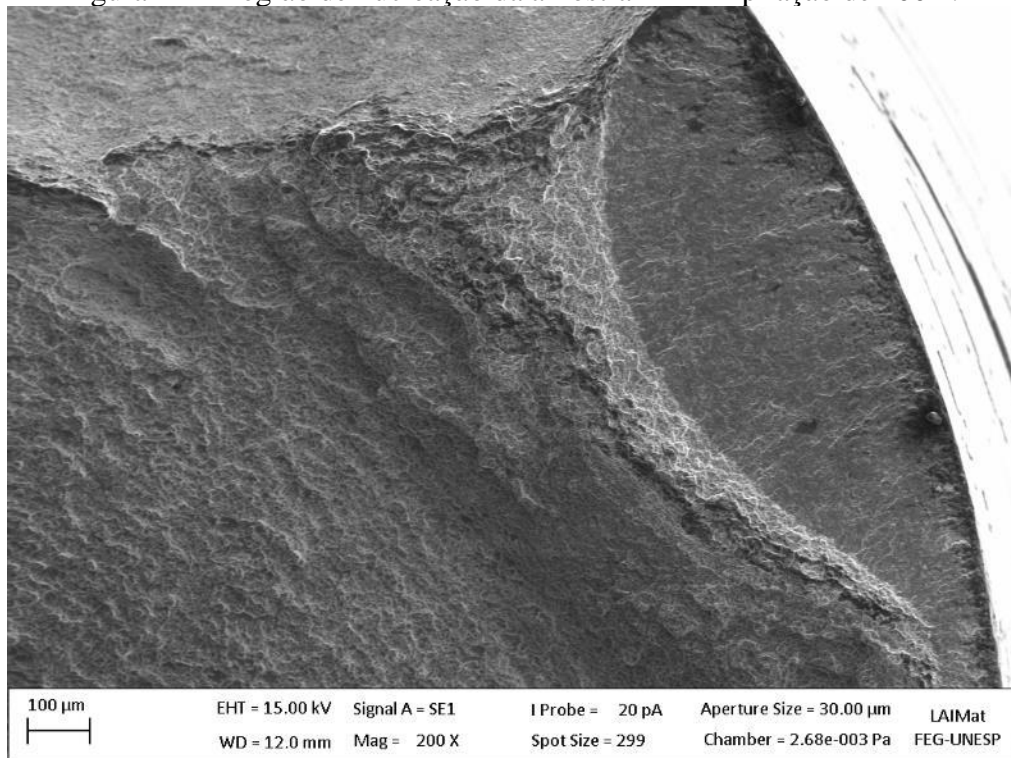
Para a primeira amostra oxidada a 650°C, amostra *M*, de 9523 ciclos de vida em fadiga, foram realizadas as imagens da superfície com MEV utilizando ampliações de 41X e 200X (Figuras 21 e 22, respectivamente).

Figura 21 - Superfície de fratura da amostra *M* - Ampliação de 41X.



Fonte: Autoria própria

Figura 22 – Região de nucleação da amostra *M* - Ampliação de 200X.

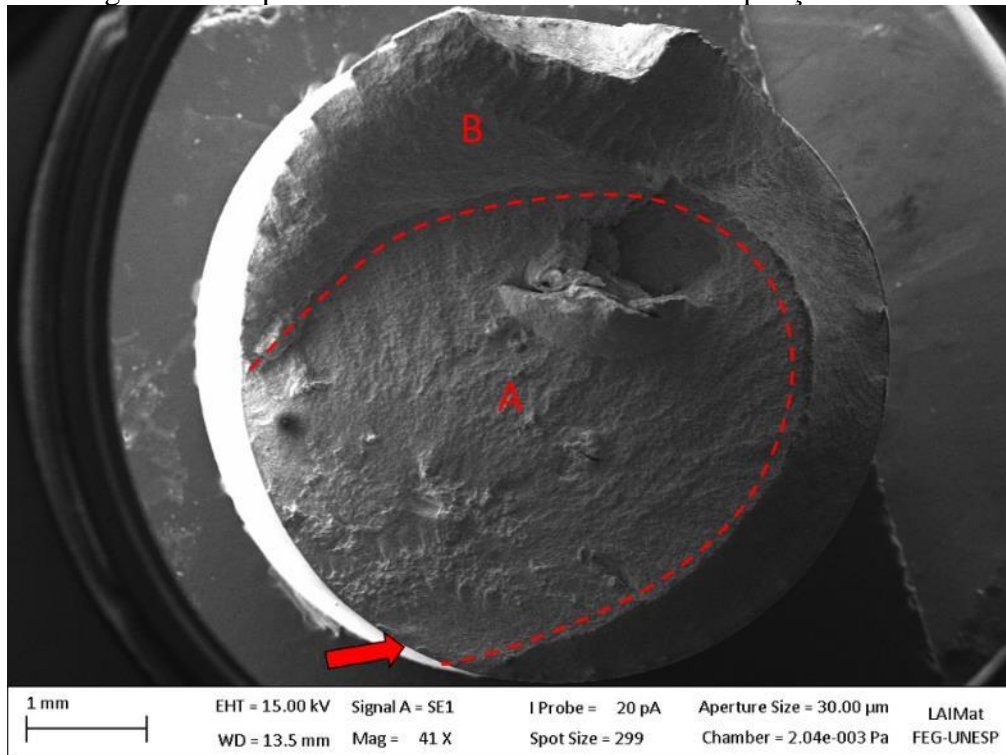


Fonte: Autoria própria

Pela análise das imagens obtidas da superfície de amostra, podemos notar o grande número de pontos de nucleação, destacados pelas setas vermelhas na Figura 21. A área destacada na Figura 21 demonstra a zona de nucleação ampliada na Figura 22.

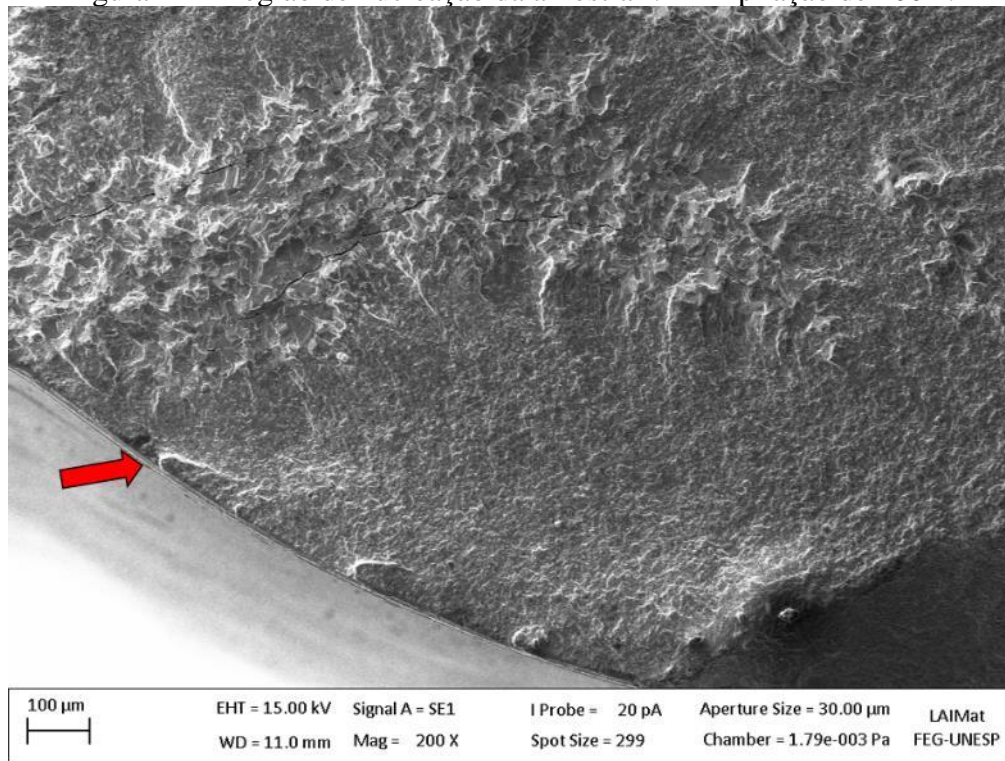
Para a segunda amostra oxidada a 650°C, amostra *N*, de apenas 867 ciclos de vida em fadiga, foram realizadas as imagens da superfície com MEV utilizando ampliações de 41X, 200X e 2000X (Figuras 23, 24 e 25, respectivamente).

Figura 23 - Superfície de fratura da amostra *N* - Ampliação de 41X.



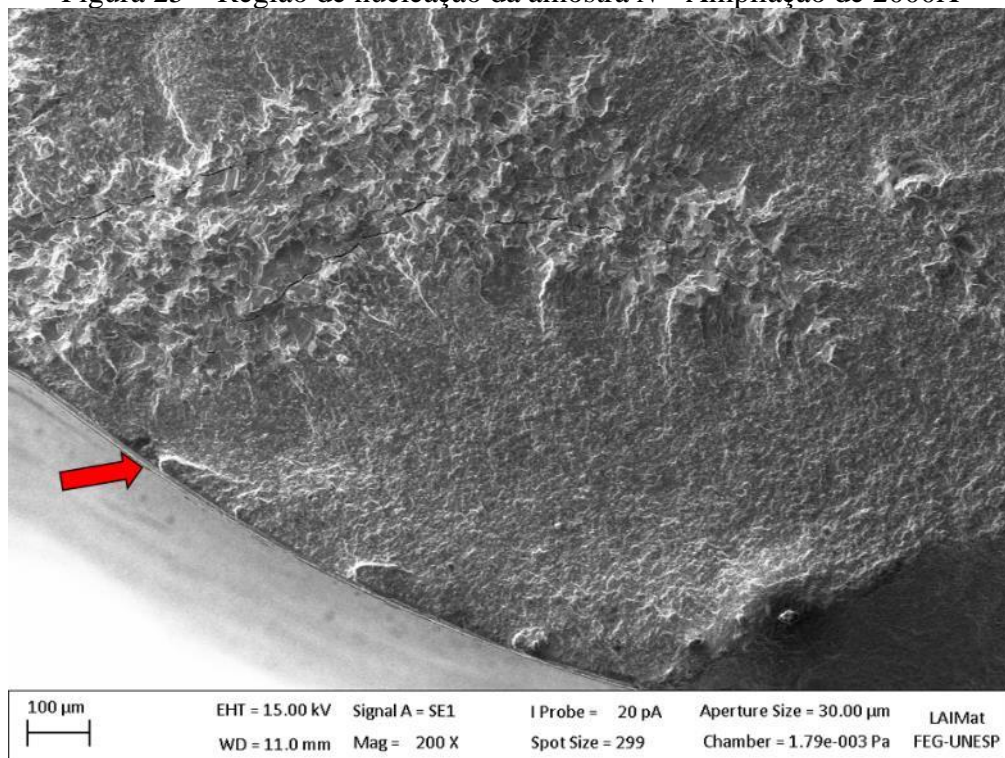
Fonte: Autoria própria

Figura 24 – Região de nucleação da amostra *N* - Ampliação de 200X.



Fonte: Autoria própria

Figura 25 – Região de nucleação da amostra *N* - Ampliação de 2000X



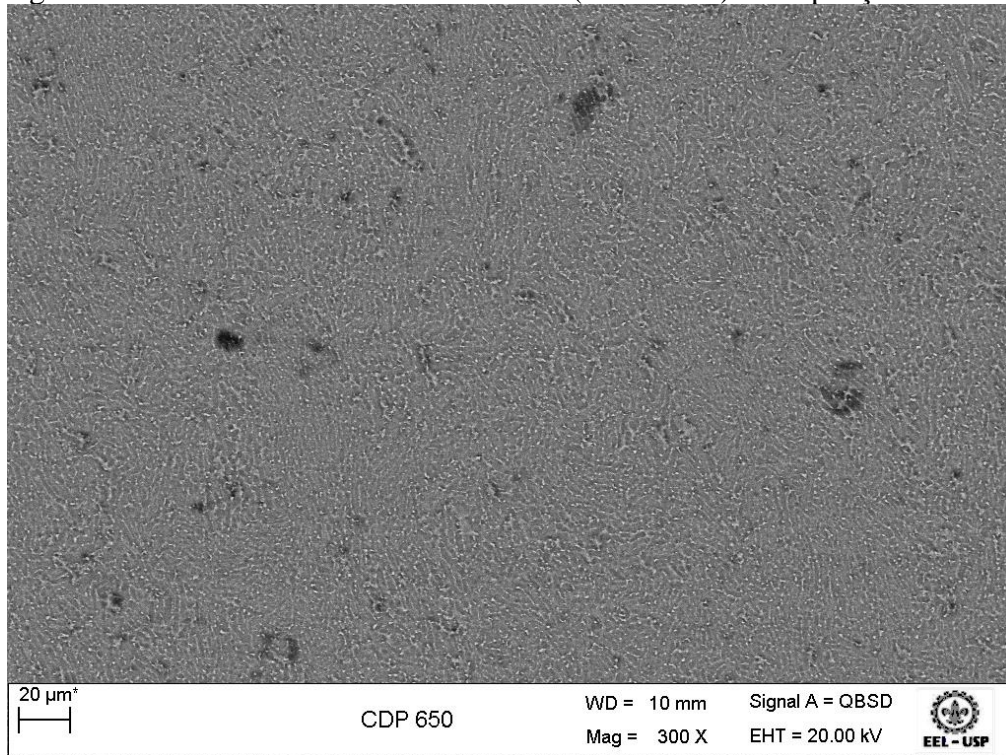
Fonte: Autoria própria

Observa-se apenas um ponto de nucleação para a amostra N (Figura 23), o que se relaciona diretamente com o reduzido número de ciclos apresentado durante o teste de fadiga. Isso sugere que a trinca nucleou e se propagou de forma precoce nos primeiros ciclos do ensaio, devido à concentração de tensões, presença de porosidades e pequenos entalhes formados camada de óxido depositada durante a oxidação.

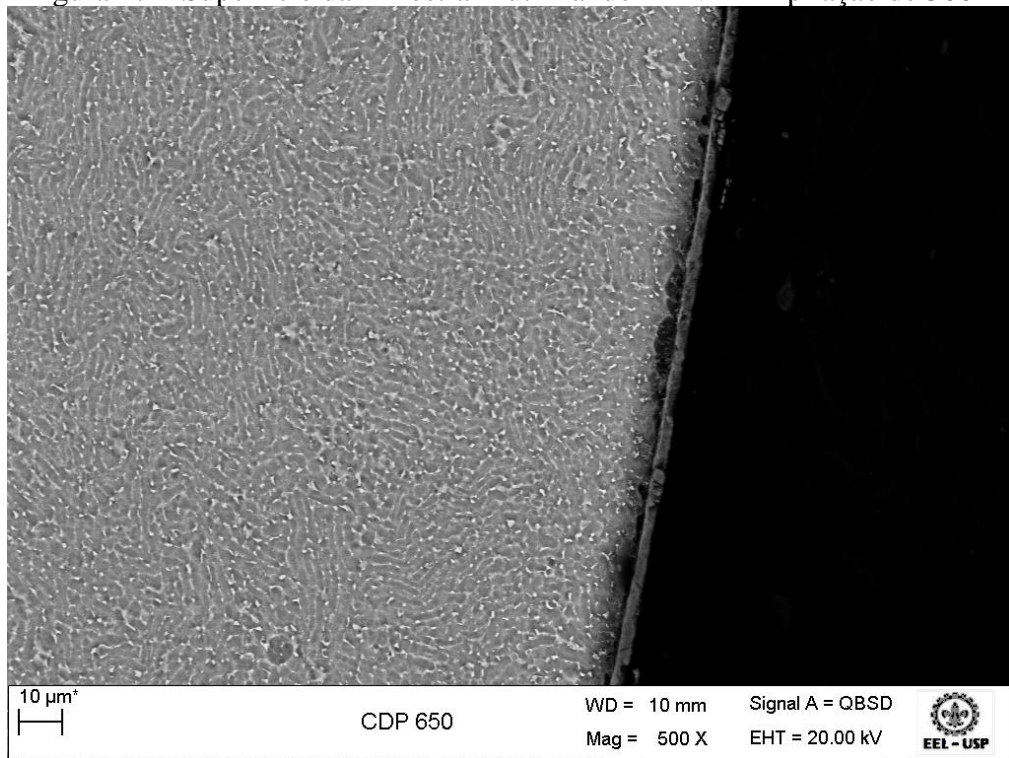
5.3 METALOGRAFIA

O estudo da microestrutura na amostra exposta ao processo de oxidação à 650°C e 72 horas teve como objetivo a observação da camada de óxido formada e a análise da presença da camada de *Alfa Case*, importante para determinação das propriedades da liga. As Figuras 26 à 32 foram obtidas utilizando MEV, onde as áreas escuras refletem a fase α , e claras a fase β .

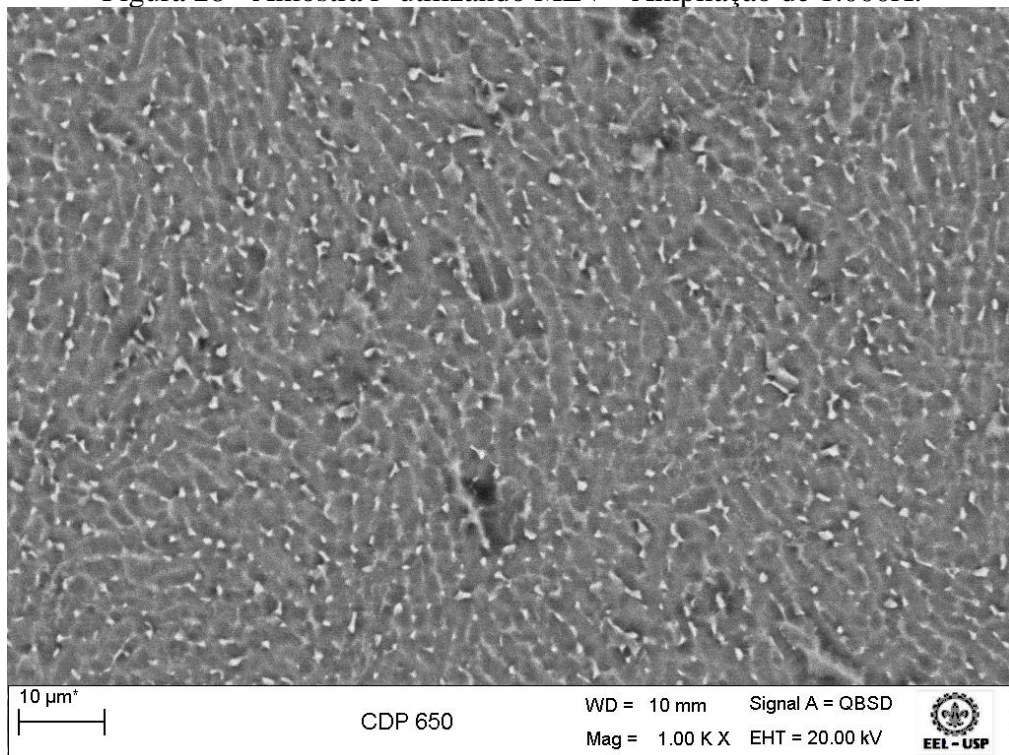
Figura 26 – Microestrutura utilizando MEV (Amostra P) – Ampliação de 300X



Fonte: Autoria própria

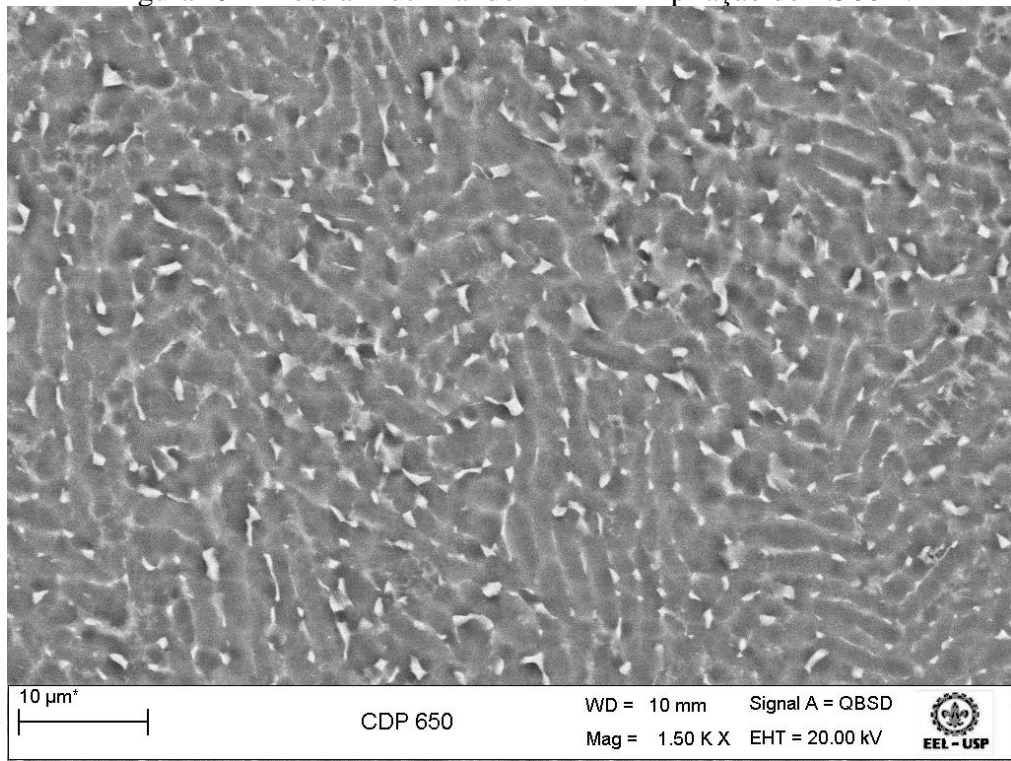
Figura 27 – Superfície da Amostra *P* utilizando MEV - Ampliação de 500X

Fonte: Autoria própria

Figura 28 - Amostra *P* utilizando MEV - Ampliação de 1.000X.

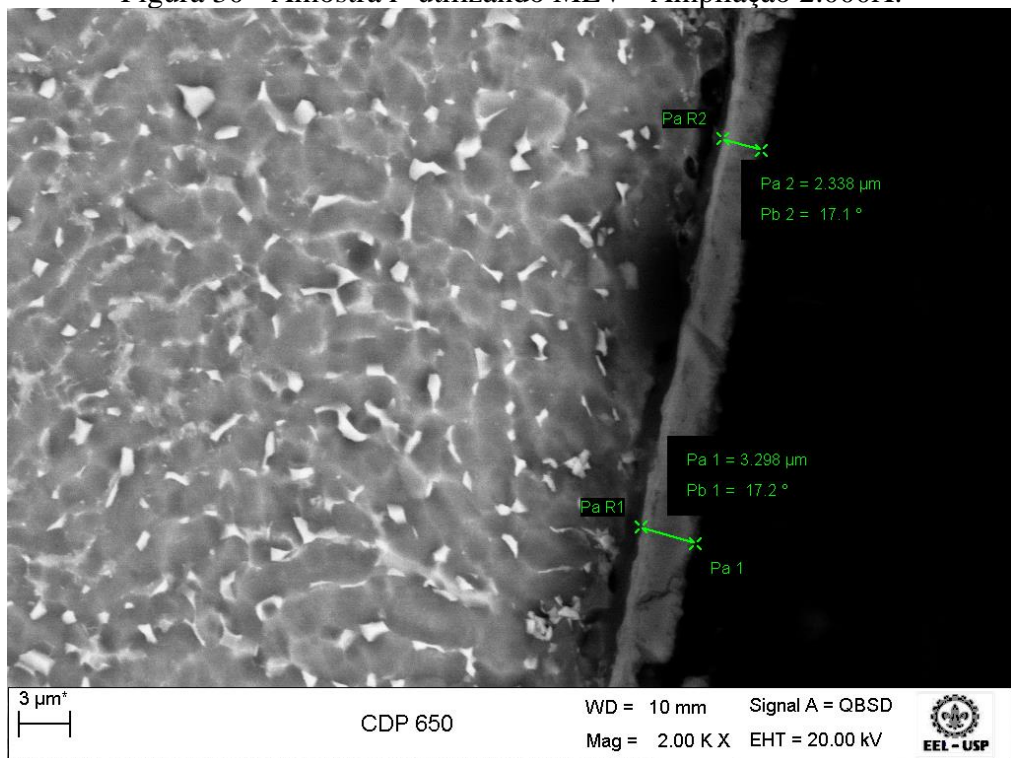
Fonte: Autoria própria

Figura 29 Amostra *P* utilizando MEV - Ampliação de 1.500X.

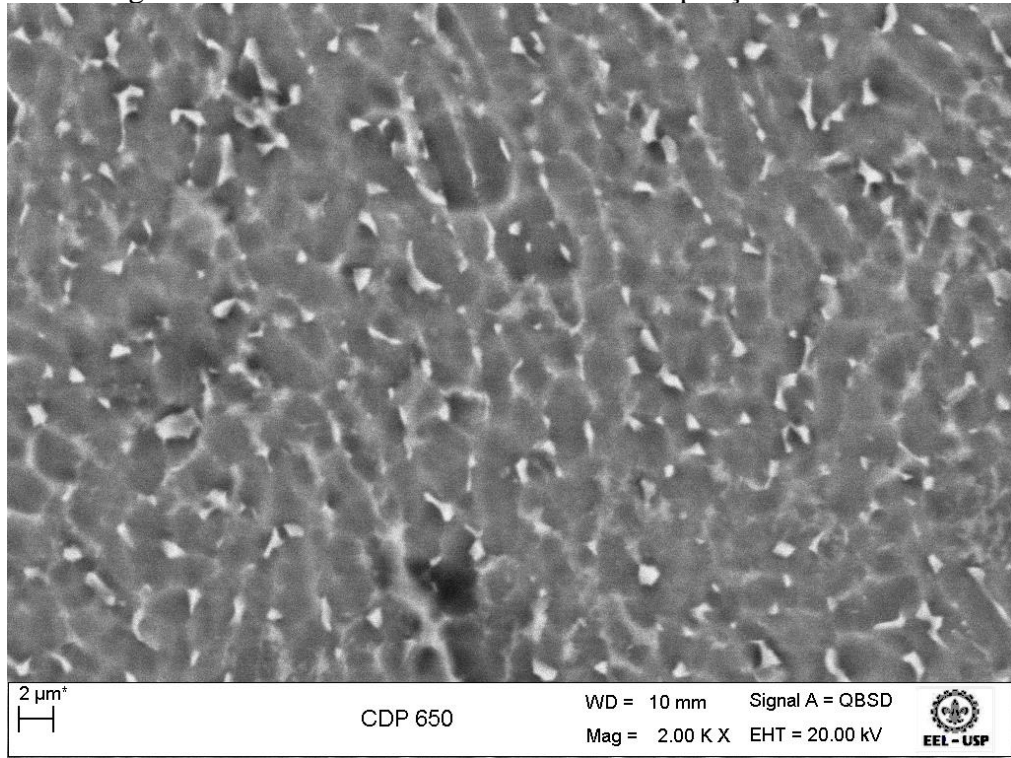


Fonte: Autoria própria

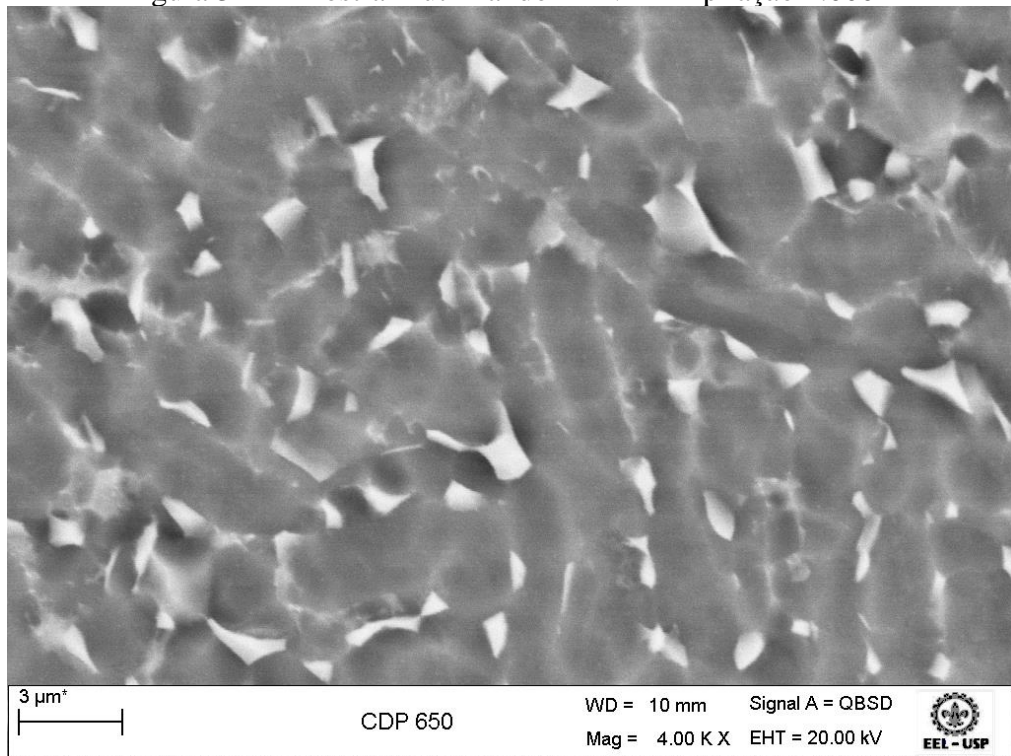
Figura 30 - Amostra *P* utilizando MEV - Ampliação 2.000X.



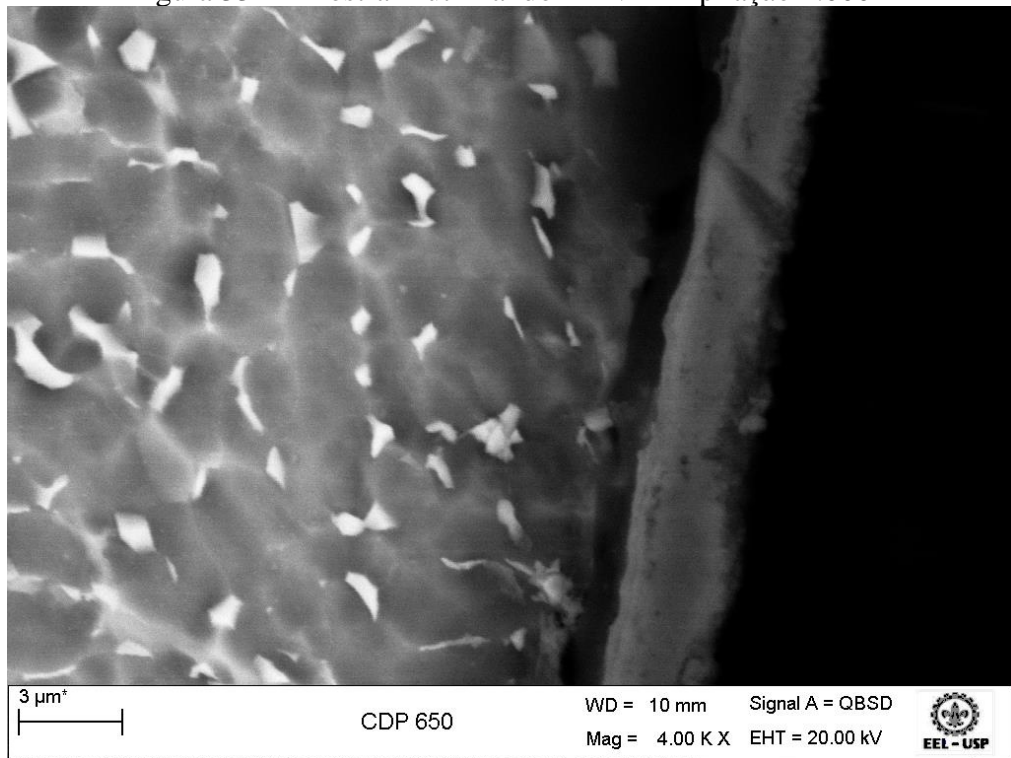
Fonte: Autoria própria

Figura 31 - Amostra *P* utilizando MEV - Ampliação de 2.000X.

Fonte: Autoria própria

Figura 32 - Amostra *P* utilizando MEV - Ampliação 4.000X

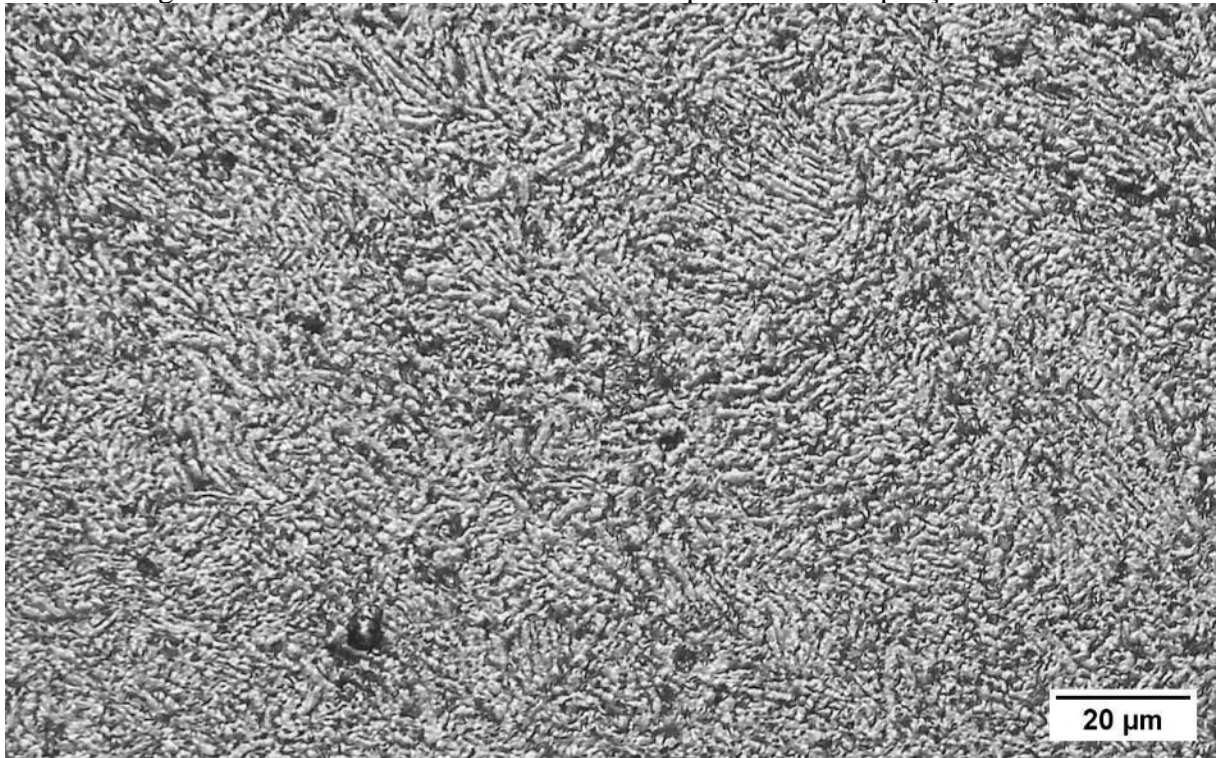
Fonte: Autoria própria

Figura 33 - Amostra *P* utilizando MEV -Ampliação 4.000X

Fonte: Autoria própria

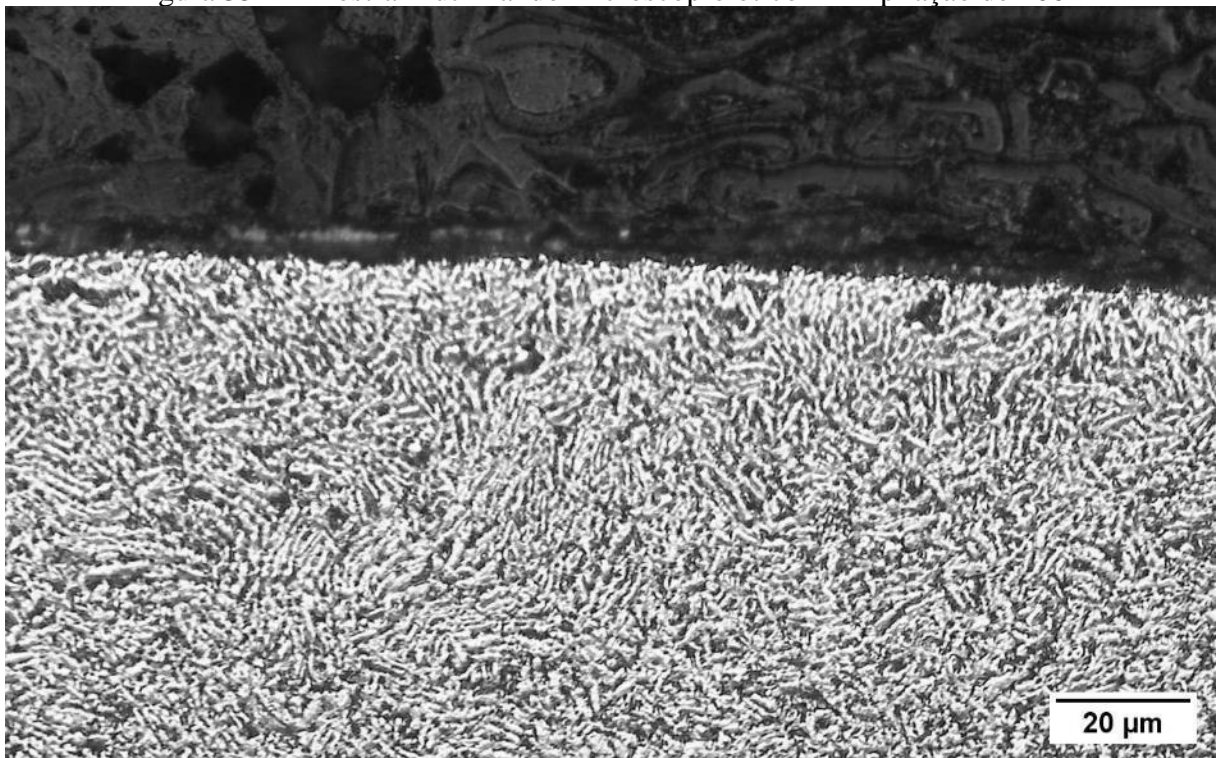
As Figuras 34 a 39 demonstram as imagens obtidas em microscópio óptico. As áreas claras representam a fase α , e escuras, fase β . As Figuras 36 e 39 destacam a camada de óxido formada.

Figura 34 – Amostra *P* utilizando microscópio ótico – Ampliação de 200X



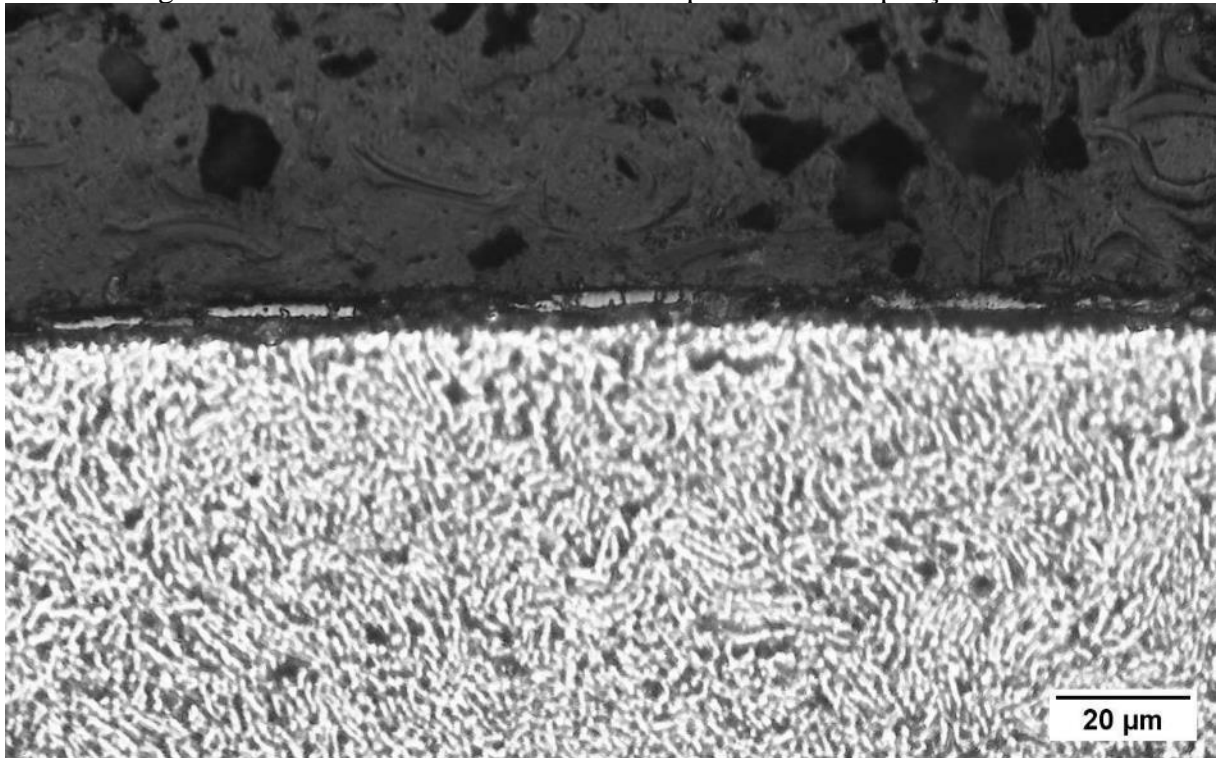
Fonte: Autoria própria

Figura 35 – Amostra *P* utilizando microscópio ótico – Ampliação de 200X



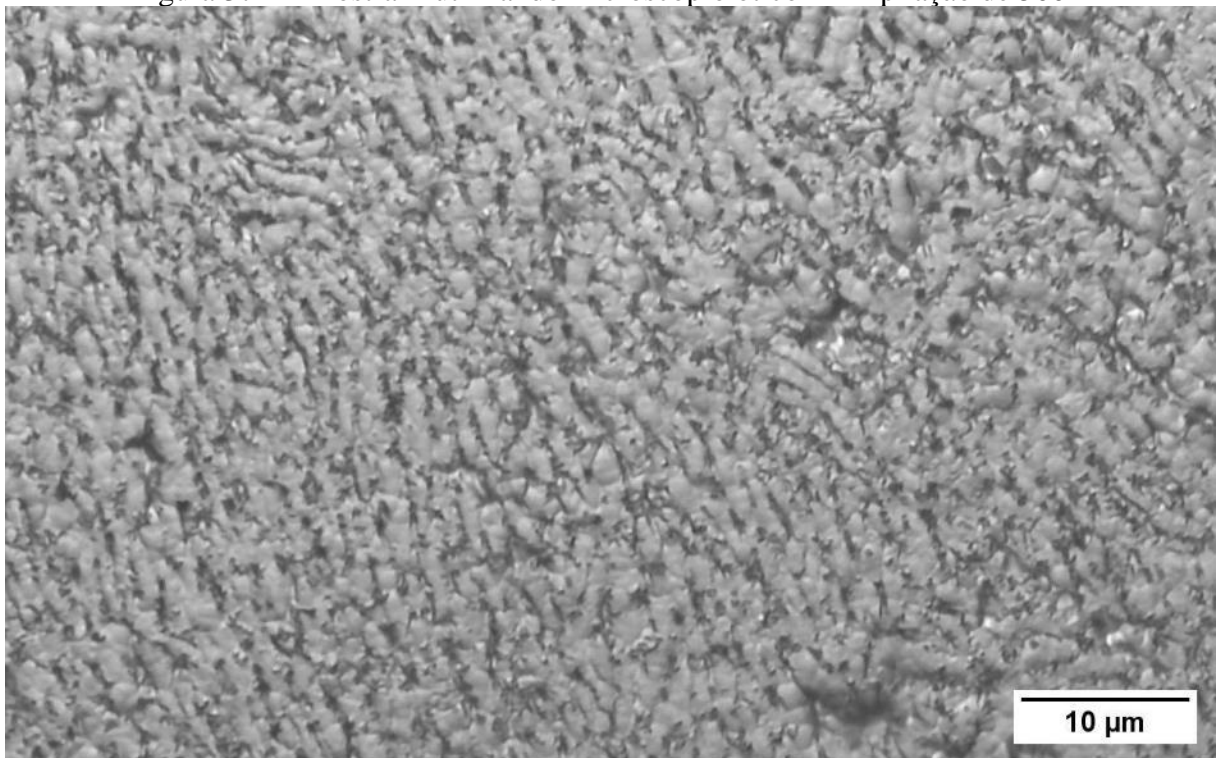
Fonte: Autoria própria

Figura 36 – Amostra *P* utilizando microscópio ótico – Ampliação de 200X



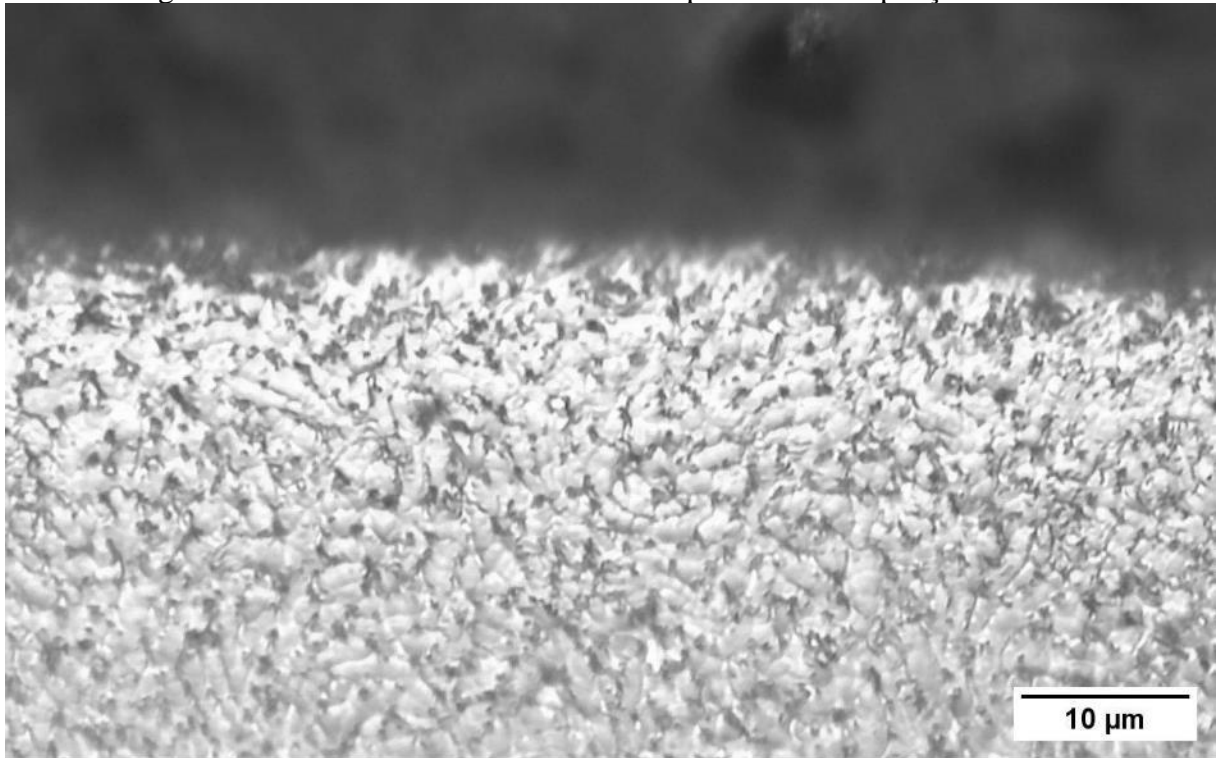
Fonte: Autoria própria

Figura 37 – Amostra *P* utilizando microscópio ótico – Ampliação de 500X



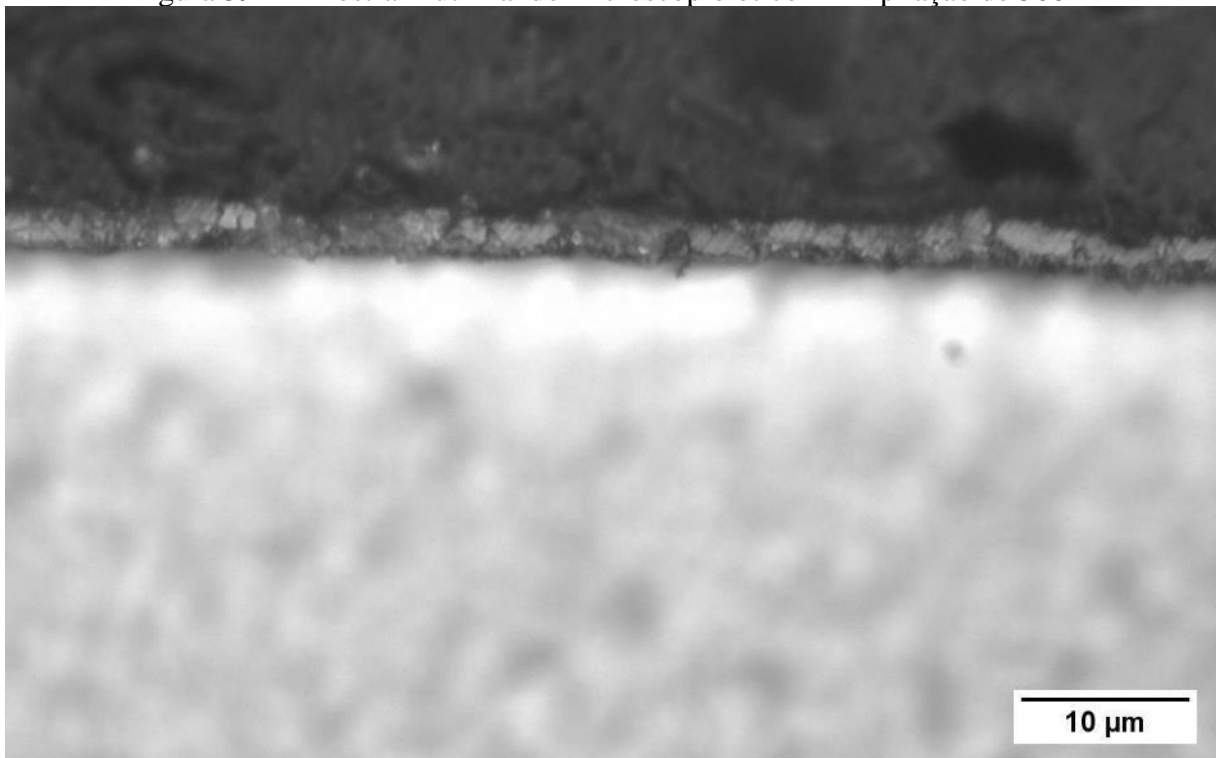
Fonte: Autoria própria

Figura 38 – Amostra *P* utilizando microscópio ótico – Ampliação de 500X



Fonte: Autoria própria

Figura 39 – Amostra *P* utilizando microscópio ótico – Ampliação de 500X



Fonte: Autoria própria

Através das imagens obtidas por MEV e microscópio ótico da superfície da liga tratada a 650 e 72 horas, não foi possível observar a formação da camada de *alfa case* após a camada de óxido depositada. Na literatura, verifica-se que a partir de 480°C ocorre a formação da camada alfa (Gaddam *et al.*, 2013). Zimmer (2011) apontou que a espessura da camada alfa formada é proporcional ao aumento da temperatura de oxidação, com camadas próximas de 5 µm para exposição a 650°C e 5 horas. Lima (2019) observou a uma camada na subsuperfície de 4 µm de espessura formada durante a exposição a oxidação a 650°C e 10 horas, que o autor conclui ser referente à camada alfa na subsuperfície, mesmo a região não sendo tão evidente devido à baixa temperatura e período de exposição. Sefer (2014) observou o avanço da formação da camada alfa em oxidação para 500, 593 e 700°C durante os intervalos de 5, 50 e 500 horas, concluindo que a camada formada também é proporcionalmente relativa a temperatura e, em menor razão, ao tempo. Os valores médios encontrados pelo autor podem ser visualizados na Tabela 4.

Tabela 4 – Espessuras de *alfa case*

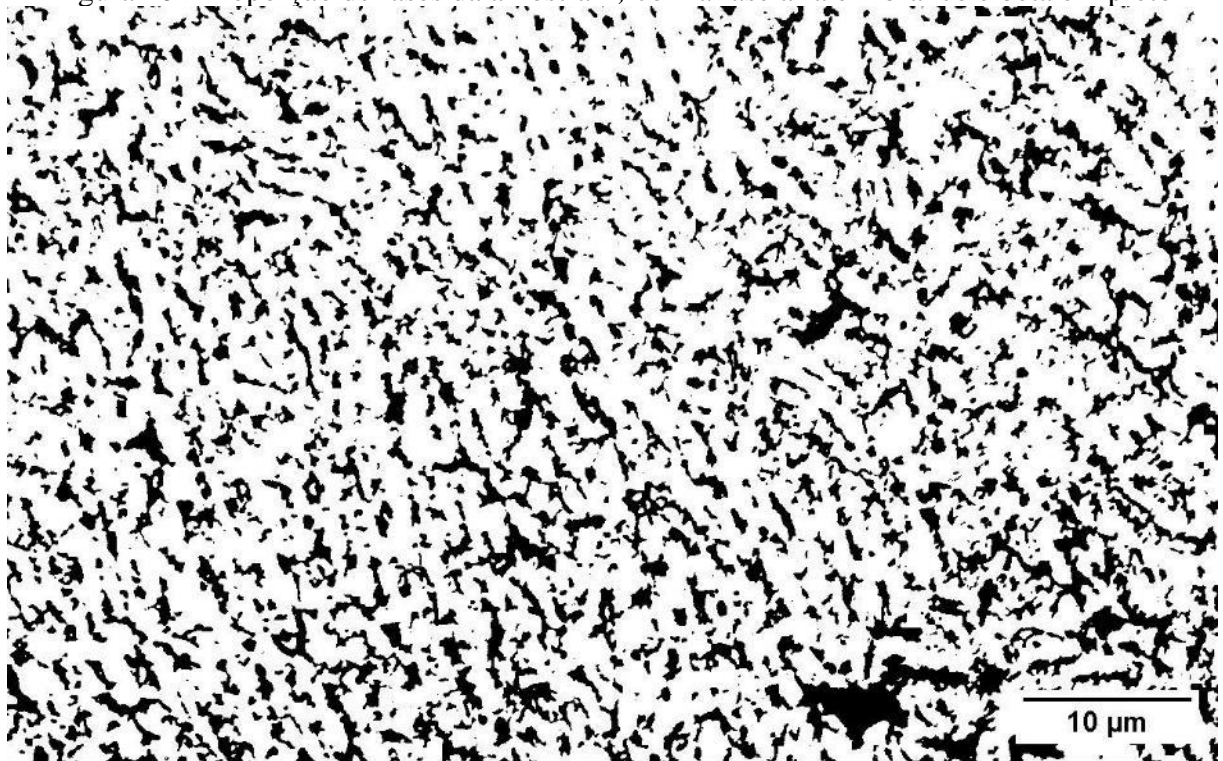
Temperatura (°C)	5 horas	50 horas	500 horas
	Camada alfa (µm)		
500	1,5 ± 0,2	2,9 ± 0,7	9,0 ± 1,8
593	2,2 ± 0,3	8,9 ± 1,9	28,4 ± 2,0
700	14,5 ± 1,5	32,5 ± 1,6	107,2 ± 4,2

Fonte: Adaptado Sefer (2014)

A amostra demonstrou um tamanho de grão médio de 1.97 µm com um desvio padrão de 0.59µm. A análise da Figura 40, realizada com o software ImageJ, revelou uma composição de 75,7% da fase alfa e 24,3% da fase beta. Ainda que não tenham sido observadas alterações na microestrutura e presença de formação de *alfa case*, a difusão do oxigênio pode ter atuado na formação de uma fina camada de alfa que não pode ser observada pelos métodos adotados.

Neste trabalho, a queda da resistência a fadiga das amostras é atribuída à presença da camada de óxido depositada durante o processo de oxidação isotérmica, em que tempo e temperatura atuam no sentido de desenvolver uma camada quebradiça que atua como concentradores de tensão ou até mesmo pré-trincas na superfície da amostra exposta à carregamentos cíclicos.

Figura 40 - Proporção de fases da amostra *P*, com a fase alfa em branco e beta em preto



Fonte: Autoria própria

6 CONCLUSÃO

O presente trabalho investigou o efeito da oxidação isotérmica nas temperaturas de 350, 500 e 650 °C no comportamento em fadiga e superfícies de fratura de fadiga da liga Ti-6Al-4V. As principais conclusões são destacadas a seguir:

- A oxidação isotérmica nas temperaturas de 350, 500 e 650 °C diminuiu a resistência em fadiga para as amostras de liga Ti-6Al-4V.
- A vida em fadiga foi reduzida em 88%, 98% e 95% para oxidação isotérmica nas temperaturas de 350°C, 500°C e 650°C, respectivamente.
- As amostras expostas a atmosfera oxidante em mesma temperatura nos períodos de 24 e 72 horas demonstraram valores de vida em fadiga média semelhantes, caracterizando a estabilização no efeito da camada de óxido formada.
- O aumento da camada depositada foi dependente principalmente da temperatura, conforme a segunda lei de Fick.
- O número de pontos de nucleação aumentou conforme presença de oxidação, devido à camada porosa depositada, concentração de tensões e possível alteração de microestrutura.
- A amostra exposta a oxidação em 24 horas e 650°C apresentou tamanho de grão médio de 1,97 μm com um desvio padrão de 0,59 μm e uma proporção de fase contendo 75,7% da fase alfa e 24,3% da fase beta.

REFERÊNCIAS

- AGARWAL, K. M.; *et al.* Simulated analysis of Ti-6Al-4V processed through equal channel angular pressing for biomedical applications. **Materials Science for Energy Technologies**, India, v. 4, p. 290-295, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.mset.2021.08.005>. Acesso em 10 set. 2024.
- ASM HANDBOOK COMMITTEE. **Fatigue and Fracture Properties of Titanium Alloys**. Ohio: ASM INTERNATIONAL, 1996. v. 19. E-book.
- ASM HANDBOOK COMMITTEE. **Properties and selection: Nonferrous alloys and special-purpose materials**. Ohio: ASM Handbook, ASM International Handbook, 1990. v. 2. E-book.
- BATORY, D; *et al.* Plasma nitriding of Ti6Al4V alloy for improved water erosion resistance. **Wear**, Slovenia, v. 374-375, p. 120-127, 2017. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0043164817301242>. Acesso em: 24 set. 2024.
- BRANTLEY, W. A. Evolution, clinical applications, and prospects of nickel-titanium alloys for orthodontic purposes. **Journal of the World Federation of Orthodontists**, EUA, v. 9. 2020. Disponível em: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/33023727/>. Acesso em: 24 set. 2024.
- CALLISTER, W. D. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. Hoboken: John Wiley & Sons inc, 2002. *E-book*.
- CHUNXIANG, C; *et al.* Titanium alloy production technology, market prospects and industry development. **Journal of alloys and compounds**, Binghamton, v. 32, p. 1684 – 1691, 2010. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0261306910005534>. Acesso em: 24 set. 2024.
- DALILI, N; *et al.* Improving the wear resistance of Ti-6Al-4V/TiC composites through thermal oxidation (TO). **Wear**, Canadá, v. 269, p. 590-601, 2010. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0043164810002292>. Acesso em: 24 set. 2024.
- DEDAVID, A. B.; GOMES, I. C.; MACHADO. **Microscopia eletrônica de varredura: aplicações e preparo de amostras: materiais poliméricos, metálicos e semicondutores**. Porto Alegre: EDIPUCRS, 2007. Disponível em: <https://repositorio.pucrs.br/dspace/handle/10923/22337>. Acesso em: 24 set. 2024.
- EBRAHIMI, A. R.; ZAREI, F.; KHOSROSHAHI, R. A. Effect of thermal oxidation process on fatigue behavior of Ti-4Al-2V alloy. **Surface and Coatings Technology**, Iran, p. 199–203, 2008. DOI:10.1016/j.surfcoat.2008.08.038, Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/248238810_Effect_of_thermal_oxidation_process_on_fatigue_behavior_of_Ti4Al2V_alloy. Acesso em: 26 out. 2024.

ESPINDOLA, E. S. Influência da oxidação térmica sobre as propriedades da liga Ti 6Al 4V para aplicações em próteses – tratamento térmico de 5 hora em ar ambiente. **Revista e-TECH: Tecnologias para Competitividade Industrial - ISSN - 1983-1838**, [S. l.], p. 92–104, 2012. DOI: 10.18624/e-tech.v0i0.225. Disponível em: <https://etech.sc.senai.br/revista-cientifica/article/view/225>. Acesso em: 26 out. 2024.

ESPINDOLA, E. S. Influência da oxidação térmica sobre as propriedades da liga Ti 6Al 4V para aplicações em próteses – tratamento térmico de 5 hora em ar ambiente. **Revista eTECH: Tecnologias para Competitividade Industrial**, Florianópolis, p. 92 – 104, 2012. DOI: 10.18624/e-tech.v0i0.225. Disponível em: <https://etech.sc.senai.br/revistacientifica/article/view/225>. Acesso em: 26 out. 2024.

FEKETE, J. R.; HALL, J. N. **Automotive Steels: Design, Metallurgy, Processing and Applications**. Cambridge: Woodhead, 2017. *E-book*.

GADDAM, R.; *et al.* Study of alpha-case depth in Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo and Ti-6Al-4V. **IOP Conference Series: Material Science and Engineering**, 2013. Disponível em: <https://iopscience.iop.org/article/10.1088/1757-899X/48/1/012002>. Acesso em: 14 out. 2024.

GONÇALVES, F. A. R.; TAKAHASHI, R. J.; REIS, D. A. P. Estudo do tratamento de oxidação em diferentes microestruturas da liga de Titânio. **Tecnologic Mater Min**, Brasil, v. 18, p. 1-7, 2021.

GÜLERYÜZ, H; CIMENOĞLU, H. Surface modification of a Ti-6Al-4V alloy by thermal oxidation. **Surf Coat Tech**, Turquia, 2005. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0257897204004049>. Acesso em: 14 out. 2024.

INAGAKI, I.; *et al.* Application and features of titanium for the aerospace industry. **Nippon steel & sumitomo metal technical report**, n. 106, 2014.

KRISHNA, D. S. R.; SUN, Y. Thermally Oxidised Rutile-TiO₂ coating on stainless steel for tribological properties and corrosion resistance enhancement. **Applied Surface Science**, Singapura, v. 252. p. 1107-1116, 2005. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/229129655_Thermally_oxidised_rutile-TiO2_coating_on_stainless_steel_for_tribological_properties_and_corrosion_resistance_enhancement. Acesso em: 10 out. 2024.

KUMAR S. *et al.* Thermal oxidation of Ti6Al4V alloy: Microstructural and electrochemical characterization. **Materials Chemistry and Physics**, India, v. 119, p. 337-346, 2010. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0254058409005550>. Acesso em: 10 out. 2024.

LEYENS, C.; PETERS, M. **Titanium and Titanium Alloys: Fundamentals and Applications**. Weinheim: Wiley-vch, 2003. *E-book*.

LIMA, G. D. Influência dos parâmetros de oxidação térmica no comportamento à fadiga da liga Ti-6Al-4V. In: CONGRESSO ANUAL DA ABM, 74., p. 1279-1289, 2019, São Paulo. **Anais...** Salvador: ABM, 2019.

LIU, Y.; *et al.* Thermal Oxidized Coating on Surface of Titanium Alloy for Improvement of Tribological Properties in Vacuum. **Technical Sessions Proceedings of CIST**, Beijing, p. 613 – 617, 2009. Disponível em: https://link.springer.com/chapter/10.1007/978-3-642-03653-8_200. Acesso em: 20 set. 2024.

LÜTJERING, G.; WILLIAMS, J., C. **Titanium**. 2. ed. Heidelberg: Springer, 2013. *E-book*.

MOHAMMED, A.; ABDULLAH, A. Scanning Electron Microscopy (SEM): A Review., *In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON HYDRAULICS AND PNEUMATICS – HERVEX*, p. 77-85, 2018, Romania. **Proceeding [...]**. Romania: EBSCO; Google, 2018.2018.

NIINOMI M. Mechanical properties of biomedical titanium alloys. **Materials Science and Engineering**. Japão, 1998. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S092150939700806X>. Acesso em: 20 set. 2024.

NIINOMI, M. Mechanical biocompatibilities of titanium alloys for biomedical applications. **Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials**. Japão, v. 1, 2008

NORTON, R. L. **Projeto de máquinas: uma abordagem integrada**. ed .2. Porto Alegre: Bookman (Grupo A), 2004. *E-book*.

PARR, G. R.; GARDNER L. K.; TOTH R. W. Titanium: the mystery metal of implant dentistry. Dental materials aspects. **The Journal of Prosthetic Dentistry**. EUA, p. 410-414, 1985. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/0022391385905621>. Acesso em: 20 set. 2024.

SABBAN, R.; *et al.* Globularization using heat treatment in additively manufactured Ti-6Al-4V for high strength and toughness. **Acta Materialia**. India, p. 239-254, 2019. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S1359645418307766>, Acesso em: 20 set. 2024.

SEVERINO, B. et al. Estudo do comportamento mecânico em temperaturas elevadas da liga Ti-6Al-4V termicamente oxidada. *In: CONGRESSO ANUAL DA ABM*, 67., p. 3151-3162, 2012, Rio de Janeiro. **Anais...** Rio de Janeiro: ABM, 2012.

SILVA, A. C. L. **Comparação da microestrutura e dureza do titânio puro e da liga Ti-6Al-4V fabricada por manufatura aditiva**. 2023. 47f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia Mecânica) - Instituto Federal do Espírito Santo, Vitória, 2023.

SPHERICAL INSIGHTS. Global Aerospace Titanium Market Size, Share, and COVID-19 Impact Analysis, By Material Type (Titanium Alloy and Commercially Pure Titanium), By Application (Structural Airframes, Engines, and Others), and By Manufacturing Processes (Casting, Machining, Powder Metallurgy, Additive Manufacturing, Superplastic Forming (SPF) and Others), and By Region (North America, Europe, Asia-Pacific, Latin America, Middle East, and Africa), Analysis and Forecast 2023 - 2033. **Chemicals and Materials**,

Texas, 2024. 200p. Disponível em: <https://www.sphericalinsights.com/reports/aerospace-titanium-market>. Acesso em: 21 set. 2024.

VIZUREAUNU, P.; BALTATU, M. S. **Titanium-Based Alloys: Classification and Applications**. Titanium-Based Alloys. IntechOpen, 2024. *E-book*.

VOORWALD, H. J. C.; TORRES, M. A. S.; PINTO JÚNIOR, C. C. E. Modelling of fatigue crack growth following overloads. **International Journal Of Fatigue**, Brasil, p 423-427, 1991. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/0142112391906004>. Acesso em: 21 set. 2024.

WANG, S.; *et al.* Influence of thermal oxidation temperature on the microstructural and tribological behavior of Ti6Al4V alloy. **Surface and Coatings Technology**, China, v. 240, p. 470–477, 2014. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0257897214000206>. Acesso em: 25 set. 2024.

ZIMMER, C. G. **Influência da oxidação térmica sobre as propriedades de fadiga da liga Ti-6Al-4V**. 2011. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais e Metalúrgica) – Faculdade de Engenharia, Universidade do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2011.