

Pedro Henrique Souza de Paula

Efeito da temperatura de oxidação isotérmica na vida em fadiga da liga Ti-6Al-4V

Pedro Henrique Souza de Paula

Efeito da temperatura de oxidação isotérmica na vida em fadiga da liga Ti-6Al-4V

Trabalho de Graduação apresentado ao Conselho de Curso de Graduação em Engenharia de Materiais 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 de Materiais.

Orientador: Martin Ferreira Fernandes
Coorientadora: Prof. Dra. Maria Odila Hilário Cioffi

Guaratinguetá - SP
2023

P324e	Paula, Pedro Henrique Souza de Efeito da temperatura de oxidação isotérmica na vida em fadiga da liga Ti-6Al-4VT / Pedro Henrique Souza de Paula - Guaratinguetá, 2024. 76 f : il. Bibliografia: f. 70-76 Trabalho de Graduação em Engenharia de Materiais – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia e Ciências de Guaratinguetá, 2024. Orientador: Martin Ferreira Fernandes Coorientadora: Prof.^a Dr.^a Maria Odila Hilário Cioffi 1. Ligas de titânio. 2. Oxidação. 3. Materiais - Fadiga. I. Título. CDU 669.295
-------	---

PEDRO HENRIQUE SOUZA DE PAULA

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

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


Prof. Dr. José Vitor Candido de Souza
Coordenador

BANCA EXAMINADORA:


Eng. Martin Ferreira Fernandes
Orientador/UNESP-FEG


Prof. Dr. Peterson Luiz Ferrandini
UNESP-FEG


Ma. Emanuele Schneider Callisaya
UNESP-FEG

Dezembro de 2023

DADOS CURRICULARES

Pedro Henrique Souza de Paula

NASCIMENTO	02.02.2000 – São José dos Campos / SP
FILIAÇÃO	Márcio William de Paula Meire Cristina Souza de Paula
2019/2023	Graduação em Engenharia de Materiais – Bacharelado Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” Campus Guaratinguetá

dedico este trabalho

de modo especial, à milha família, e aquele que
me deu o conhecimento de quem procede todo
dom perfeito.

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar agradeço a Deus, fonte da vida e da graça, quem nos concede toda sabedoria, dádiva e dom perfeito. Agradeço pela minha vida, minha família e minha saúde;

ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pelo suporte financeiro para a realização do projeto (Processo n.º 6288);

à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP), processo n.º 2019/02125-1, por financiar parte deste projeto;

à Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Campus Guaratinguetá, funcionários e professores, pelos laboratórios e equipamentos utilizados;

ao meu orientador, Martin Ferreira Fernandes, pela orientação, ensinamentos, auxílio e que jamais deixou de me incentivar. Sem a sua contribuição, o estudo aqui apresentado seria praticamente impossível;

ao Prof. Dr. Peterson Luiz Ferrandini pelo auxílio no decorrer do projeto, disposição e boa vontade em contribuir;

ao Prof. Dr. Herman Jacobus Cornelis Voorwald pelos ensinamentos e contribuição para o projeto;

ao Prof. Dr. Carlos Antônio Reis Pereira Baptista pela contribuição na realização nos ensaios de fadiga deste projeto;

à Prof^ª. Dr^ª. Maria Odila Hilário Cioffi pela orientação e apoio na realização deste projeto;

à Prof^ª. Ma. Emanuele Schneider Callisaya pelo apoio na realização da análise estatística;

à Prof^ª. Dr^ª. Verônica Mara de Oliveira Velloso pelo suporte, auxílio e contribuições para a realização do projeto;

aos familiares, amigos e professores que me apoiaram durante a graduação.

“O homem erudito é um descobridor de fatos que já existem – mas o homem sábio é um criador de valores que não existem e que ele faz existir.”

Albert Einstein

RESUMO

As ligas de titânio apresentam ampla aplicação na indústria aeronáutica devido às suas propriedades, como, por exemplo, elevada resistência mecânica específica e resistência à corrosão. Na indústria aeronáutica, a liga Ti-6Al-4V é utilizada na produção de pás e discos de turbina a gás e partes estruturais da aeronave. Por conta disto, tratamentos superficiais são realizados na liga, como por exemplo a oxidação térmica, para que seja possível aumentar a resistência ao desgaste. A vida em fadiga axial foi estudada após a realização de ensaios de oxidação isotérmica nas temperaturas de 350°C, 500°C e 650°C. A temperatura de 350°C foi utilizada devida à aplicação da liga no primeiro estágio de pás e discos de turbinas à jato. O objetivo do trabalho foi o estudo da variável temperatura de oxidação isotérmica no comportamento em fadiga da liga Ti-6Al-4V. A variação de massa após ensaio de oxidação isotérmica nas temperaturas de 350 °C, 500 °C e 650 °C foi de 0,2%, 0,7% e 0,8%, respectivamente, o que indica a presença de óxido na superfície, principalmente nas temperaturas mais elevadas. Os tratamentos de oxidação isotérmica nas temperaturas de 350 °C, 500 °C e 650 °C durante 72 horas resultaram em uma redução na vida em fadiga no nível de tensão de 908 MPa de 114518 ciclos para 10402, 4063 e 9523 ciclos, respectivamente. Os ensaios de fadiga sugerem a importância do estudo e da consideração da confiabilidade desejada visto que a oxidação tem fator preponderante na resposta da vida em fadiga da liga Ti-6Al-4V. A análise estatística de Weibull e análise de variância ANOVA das superfícies de fratura foram realizadas para análise do comportamento em fadiga.

PALAVRAS-CHAVE: Liga de Titânio; Ti-6Al-4V; Fadiga; Oxidação Isotérmica.

ABSTRACT

Titanium alloys have wide application in the aeronautical industry due to their properties, such as high specific mechanical strength and corrosion resistance. In the aircraft industry, Ti-6Al-4V alloy is used in the production of gas turbine blades and discs and aircraft structural parts. Because of this, surface treatments are carried out on the alloy, such as thermal oxidation, so that it is possible to increase wear resistance. Axial fatigue life was studied after isothermal oxidation tests at temperatures of 350°C, 500°C and 650°C. The temperature of 350°C was used due to the application of the alloy in the first stage of jet turbine blades and discs. The objective of this work was to study the variable isothermal oxidation temperature in the fatigue behavior of the Ti-6Al-4V alloy. The mass variation after isothermal oxidation test at temperatures of 350 °C, 500 °C and 650 °C was 0.2%, 0.7% and 0.8%, respectively, which indicates the presence of oxide on the surface, especially at higher temperatures. Isothermal oxidation treatments at temperatures of 350 °C, 500 °C and 650 °C for 72 hours resulted in a reduction in fatigue life at the stress level 908 MPa of 114518 cycles to 10402, 4063 and 9523 cycles, respectively. The fatigue tests suggest the importance of studying and considering the desired reliability, since oxidation is a preponderant factor in the fatigue life response of the Ti-6Al-4V alloy. Weibull statistical analysis and ANOVA analysis of variance of fracture surfaces were performed to analyze fatigue behavior.

KEYWORDS: Titanium Alloy; Ti-6Al-4V; Fatigue; Isothermal Oxidation.

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	12
1.1	OBJETIVOS.....	13
1.1.1	Objetivos gerais	13
1.1.2	Objetivos específicos.....	13
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	14
2.1	LIGA Ti-6Al-4V	14
2.2	FADIGA	19
2.2.1	Modelo da distribuição de Weibull	20
2.3	TRATAMENTO DE OXIDAÇÃO ISOTÉRMICA	21
2.4	EFEITO DE TEMPERATURA E TEMPO DE OXIDAÇÃO.....	23
3	Materiais e métodos	24
3.1	MATERIAL	24
3.2	MÉTODOS	24
3.2.1	Caracterização metalográfica	24
3.2.2	Ensaio de tração	28
3.2.3	Ensaio de oxidação isotérmica	29
3.2.4	Ensaio de fadiga.....	30
3.2.5	Análise de Variância (ANOVA)	33
3.2.6.	Difratometria de Raio-X (DRX)	33
4	RESULTADOS.....	35
4.1	ANÁLISE MICROESTRUTURAL	35
4.2	ENSAIOS DE OXIDAÇÃO ISOTÉRMICA	39
4.3	DIFRAÇÃO POR RAIO-X.....	41
4.4	ANÁLISE DE VARIÂNCIA (ANOVA).....	47
4.4.1	Modelo de Regressão Linear Geral	48
4.4.2	Análise de Tukey	52
4.5	ENSAIOS DE FADIGA.....	54
4.6	ANÁLISE DAS SUPERFÍCIES DE FRATURA.....	58
5	CONCLUSÕES	69
	REFERÊNCIAS	71

1. INTRODUÇÃO

As ligas de titânio apresentam ampla aplicação na indústria aeronáutica devido às suas propriedades, como elevada resistência mecânica específica e resistência à corrosão (AGUERO, 2018; ALTENBERGER *et al.*, 2012). Na indústria aeronáutica, a liga Ti-6Al-4V é utilizada na produção de pás e discos de turbina a gás e partes estruturais da aeronave (CHUNXIANG *et al.*, 2010).

O titânio apresenta variação microestrutural devido a uma propriedade alotrópica. A fase α possui estrutura hexagonal compacta, possuindo estabilidade na temperatura ambiente, enquanto a fase β apresenta estrutura cúbica de corpo centrado (CCC), sendo estável a temperaturas superiores a 882°C (HARDT *et al.*, 1999; WHITTAKER, 2013). A liga Ti-6Al-4V é classificada como $\alpha+\beta$ por possuir tanto o alumínio, que é um estabilizador da fase α , e o vanádio, que é estabilizador da fase β (KUMAR, 2018).

Mesmo com esse conjunto de propriedades que garantem sua excelente aplicabilidade na indústria aeronáutica, a liga Ti-6Al-4V possui uma resistência ao desgaste baixa, limitando sua aplicação (LIMA, 2019). Por conta disto, tratamentos superficiais são realizados na liga, como por exemplo a oxidação térmica, para que seja possível aumentar a resistência ao desgaste (GULERYUZ *et al.*, 2004). O processo de oxidação térmica é feito por meio do aquecimento da liga Ti-6Al-4V sob uma atmosfera de caráter oxidante e, como resultado desse processo, haverá crescimento de uma camada de óxido, da qual as determinadas propriedades e características irão depender da variável temperatura (ZHANG *et al.*, 2019).

De acordo com Guleryuz *et al.* (2004), a oxidação em temperaturas acima de 200°C fará com que se desenvolva um filme de óxido cristalino, o que influencia a resistência ao desgaste. No trabalho dos autores, um tratamento de oxidação isotérmica foi realizado na temperatura de 600°C por 60 horas, resultando em uma resistência ao desgaste da ordem de 25 vezes maior do que a liga não tratada (GONÇALVES *et al.*, 2021).

A temperatura de aplicação influencia na vida em fadiga de ligas de titânio, bem como nas condições superficiais do material (EBRAHIMI *et al.*, 2003). Ao considerarmos o efeito da temperatura em consonância com seu aumento e durante um período de tempo no qual estará submetido à fadiga, Hardt *et al.* (2012) observaram que os contornos de grãos podem acumular discordâncias, fazendo com que estes se movimentem um em direção aos outros e os vazios ao redor deles podem coalescer, gerando assim a formação de trincas em processos de fadiga a altas temperaturas. Desta forma, o tratamento térmico de oxidação permitirá com que se veja a

influência na resistência à fadiga da liga Ti-6Al-4V em função da temperatura (ESPÍNDOLA, 2012).

A forma como as ligas de titânio se comportam sob temperaturas elevadas dependerá diretamente da sua interrelação com o oxigênio, pois o oxigênio que o titânio tem a capacidade de absorver, terá o potencial de reagir com os outros elementos de liga, gerando uma camada de óxido em sua superfície, contribuindo para que a liga Ti-6Al-4V tenha uma comparativa variação de massa quando há formação de óxido. Dessa maneira, a liga torna-se altamente ativa em temperaturas superiores a 600°C (MOURA *et al.*, 2015).

De acordo com Gonçalves *et al.* (2021), a difusão do oxigênio para o caso citado pode estar relacionada com a microestrutura da liga e com o tamanho do grão, e o aumento deste nível de oxigênio está relacionada com o aumento da microdureza do material e da respectiva diminuição de sua ductibilidade (SECO *et al.*, 2008).

Cingi *et al.* (2007) estudaram a oxidação isotérmica na temperatura de 600° com o tempo de 60 horas e mostrou reduções da ordem de 34% na resistência em fadiga e também uma melhora na dureza superficial em 85% e de 36% no limite de escoamento. Singh *et al.* (2012) estudou o efeito dos tempos de 16, 24 e 48 horas nas temperaturas de 600°C a 800°C na resistência ao desgaste, observando uma redução da taxa de desgaste em cerca de 80%, mas sem o estudo da variável de fadiga.

Neste projeto, a vida em fadiga axial foi estudada após a realização de tratamentos isotérmicos nas temperaturas de 350°C (temperatura máxima de aplicação da liga Ti-6Al-4V no primeiro estágio de pás e discos de turbinas a jato em aeronaves), 500°C e 650°C.

1.1 OBJETIVOS

1.1.1 Objetivos Gerais

O presente trabalho foi desenvolvido com o objetivo de investigar a variável da temperatura de oxidação isotérmica no comportamento em fadiga da liga Ti-6Al-4V.

1.1.2 Objetivos Específicos

Os objetivos específicos deste trabalho podem ser listados como:

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

- Estudo das superfícies de fratura por fadiga da liga após tratamento de oxidação.
- Análise estatística do efeito da temperatura de oxidação na vida em fadiga do material.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Liga Ti-6Al-4V

As ligas de titânio apresentam boa aplicabilidade em vários setores, como por exemplo o setor de próteses, o setor marítimo e, também, o setor aeroespacial e aeronáutico (CHUNXIANG *et al.*, 2011). Os principais motivos de sua grande utilização na indústria aeronáutica se deve ao fato deles possuírem uma boa relação resistência/massa, possuindo assim uma elevada resistência mecânica e uma baixa densidade (JOHNSON, 2017).

A liga Ti-6Al-4V destaca-se fortemente por ser uma liga bifásica, possuindo a fase alfa (α) com estrutura hexagonal compacta (HC), a qual possui estabilidade à temperatura ambiente, e a fase beta (β), com estrutura cúbica de corpo centrado (CCC), a qual possui estabilidade a temperaturas superiores a 882°C (HARDT *et al.*, 1999). A liga também possui os estabilizadores de fase, sendo eles o Alumínio, que é responsável por estabilizar a fase alfa e o Vanádio, que é responsável por estabilizar a fase beta, sendo então classificada principalmente como uma liga $\alpha+\beta$. A liga Ti-6Al-4V, conhecida também como Ti64 ou ASTM grau 5, também apresenta propriedades de baixa massa específica, dado que o Titânio é conhecido por sua baixa densidade, cerca de 60% da densidade do aço. Isso torna a Ti-6Al-4V uma escolha preferencial em aplicações onde a redução de peso é crítica, como na indústria aeroespacial, contribuindo para o aumento da eficiência e economia (WHITTAKER, 2003).

A sua alta resistência mecânica atua oferecendo excelente resistência à tração. Sua resistência é comparável à do aço inoxidável, mas com redução de 50% do peso do material. Isso torna a liga Ti-6Al-4V adequada para aplicações que exigem alta resistência e rigidez, como componentes estruturais de aeronaves. A excelente resistência à corrosão é uma propriedade inerente ao Titânio e, por si só, é naturalmente resistente à corrosão. A adição de alumínio e vanádio na liga Ti-6Al-4V melhora substancialmente esta propriedade, permitindo com que a liga seja resistente em ambientes corrosivos, incluindo ambientes marinhos e substâncias químicas agressivas, tornando-a ideal para aplicações submersas e industriais (ALTENBERGER *et al.*, 2012).

Além disso, a estabilidade térmica presente nas propriedades mecânicas da liga permite

sua aplicação em uma ampla faixa de temperatura, desde ambientes criogênicos até temperaturas moderadas, tornando-a útil em aplicações aeroespaciais, onde a exposição a temperaturas de aplicação é comum e corriqueira. Biocompatibilidade em paralelo com a facilidade de fabricação permite que a liga Ti-6Al-4V seja amplamente utilizada em implantes médicos, como próteses de quadril e placas ósseas. Ela é bem tolerada pelo corpo humano, não provocando reações adversas, podendo ser facilmente conformada, usinada e soldada. Isso a torna versátil em termos de processamento e fabricação e adaptável para bioimplantes (CHUNXIANG *et al.*, 2011).

No projeto estudado, a alta relação resistência-massa, tem um grande fator de influência na aplicação da liga. Tal fator age como resultante da combinação de alta resistência mecânica e baixa densidade, permitindo uma das melhores relações resistência-peso entre todos os materiais metálicos, tornando-a altamente eficiente em aplicações onde o desempenho estrutural é crítico.

Devido aos fatores e propriedades mencionadas, no estudo realizado a liga Ti-6Al-4V é utilizada no primeiro estágio de pás e discos de turbinas a gás, tendo por faixa de operação variando entre a temperatura ambiente e 350°C (YONEKURA *et al.*, 2015).

Tabela 1 - Principais análises bibliográficas para os ensaios de oxidação isotérmica.

Autor	Ano	Material	Oxidação isotérmica		Variável estudada	Observações
			Temperaturas (°C)	Tempo (em horas)		
Singh <i>et al</i>	2022	Ti-6Al-4V	600 - 800	16, 24 e 48	Zona de deformação plástica	Após 48 horas, houve 80% de redução da taxa de desgaste.
Zimmer	2011	Ti-6Al-4V	650, 600, 760-925	5, 5 e 7	Dureza, rugosidade, tensão de ruptura	A dureza (foi alterada e foi registrada como o triplo daquela encontrada no substrato), rugosidade, tensão de ruptura, geração de múltiplos núcleos de crescimento de trinca.
Cingi <i>et al</i>	2007	Ti-6Al-4V	600	60	Redução da resistência a fadiga	A oxidação térmica levou a uma redução na resistência à fadiga de cerca de 34%, enquanto melhora a dureza superficial e o limite de escoamento em 85% e 36% respectivamente
Lima <i>et al</i>	2019	Ti-6Al-4V	600	2, 5 e 10	Redução na resistência à fadiga	Houve uma fragilização na superfície das amostras oxidadas, contribuindo para nucleação de trincas iniciais nos primeiros ciclos de fadiga
Frkan <i>et al</i>	2018	Ti-6Al-4V	730, 900 e 1200	2	Microestrutura do material	Material foi tratado termicamente
Assis <i>et al</i>	2021	Ti-6Al-4V	500, 600, 700 e 800	48	Oxidação	A microestrutura “Widmanstätten” apresentou-se mais resistente à oxidação pela formação de grãos mais grosseiros e formação de película de óxidos mais espessos e mais resistentes a deformação localizada.
Wang <i>et al</i>	2015	Ti-6Al-4V	730, 900 e 1200	2 a 8	Comportamento ao desgaste, rugosidade e nanodureza	Observou também que teve uma deformação plástica severa sob alta tensão. Eles falam também que o revestimento de óxido não foi desgastado e melhorou a resistência ao desgaste por atrito da liga de titânio.
Guleryuz <i>et al</i>	2004	Ti-6Al-4V	600	60	Oxidação e resistência ao desgaste	Resistência ao desgaste sendo ela da ordem de 25 vezes maior que a liga que não foi tratada

Fonte: Autoria Própria.

No estudo conduzido por Singh *et al.* (2022) foi analisado como a duração do tratamento de oxidação isotérmica afeta o desgaste por fricção de uma liga de Ti-6Al-4V. O tratamento foi aplicado a amostras de Ti-6Al-4V a 650 °C, com diferentes durações de 16 horas, 24 horas e 48 horas, em ambiente com ar. Observou-se que a formação da camada de TiO₂ devido ao ensaio de oxidação isotérmica realizado teve impacto no coeficiente de atrito e na resistência ao desgaste por fricção. O ensaio de oxidação isotérmica por 48 horas resultou em uma redução de aproximadamente 80% de volume de material no desgaste.

O trabalho de Zimmer (2012), teve como principal objetivo a investigação do comportamento em fadiga da liga Ti-6Al-4V após a aplicação de um tratamento superficial conhecido como oxidação isotérmica. O tratamento de oxidação térmica controlada de titânio e suas ligas é conhecida por conferir propriedades vantajosas em termos de resistência à corrosão-desgaste, devido à alta estabilidade e dureza resultantes desse processo. Os resultados obtidos nos ensaios de fadiga foram comparados com os resultados obtidos em corpos de prova

da mesma liga (material base) que não passaram pelo processo de oxidação térmica. Os pesquisadores mostram que embora para uma condição específica de oxidação isotérmica tenha ocorrido uma melhora significativa de até 30 vezes na resistência à corrosão-desgaste, o mesmo tratamento resultou em uma redução de 18% no limite de resistência à fadiga. Sendo assim, o estudo destacou a relevância de considerar as diferentes propriedades mecânicas e de desempenho ao avaliar a adequação de tratamentos superficiais em ligas metálicas para aplicações específicas.

O estudo realizado por Cingi *et al.* (2007), investigaram como a oxidação térmica afetou a liga Ti-6Al-4V, melhorando sua dureza e resistência à tração, mas reduzindo significativamente sua resistência à fadiga em flexão rotativa. Esse processo resultou em uma redução de 34% na resistência à fadiga, apesar das melhorias em outras propriedades mecânicas.

Lima *et al.* (2019) focaram seu estudo na redução da resistência a fadiga, considerando a realização do tratamento de oxidação térmica na liga Ti-6Al-4V a 600°C, com durações variando entre 2, 5 e 10 horas. O objetivo foi analisar o comportamento da liga sob fadiga após esse tratamento, comparando-o com amostras não tratadas, por análises abrangentes, incluindo microscopia ótica e eletrônica, DRX e medição de rugosidade. De acordo com os resultados de difração de raios-X, houve um aumento nos picos de rutilo, indicando a formação de uma camada superficial. Cujas espessuras médias dessa camada aumentaram de 0,12 µm para 1,09 µm com o aumento da duração do tratamento de 2 para 10 horas. Os resultados demonstraram uma redução significativa na resistência à fadiga das amostras submetidas ao tratamento de oxidação térmica em comparação com as amostras não tratadas. A redução foi de 35% para 2 horas de tratamento, 27% para 5 horas e 29% para 10 horas. Surpreendentemente, o efeito prejudicial causado pela camada formada após 2 horas de oxidação foi tão pronunciado quanto o causado após 10 horas, independentemente da diferença na espessura das camadas.

O estudo realizado por Frkan *et al.* (2018) teve por principal objetivo avaliar o efeito de um tratamento térmico nas propriedades de amostras da liga Ti-6Al-4V fabricadas aditivamente. Foram investigados três conjuntos de amostras, tratados em diferentes temperaturas, variando de 730°C, 900°C e 1200°C, possibilitando obter resultados com estruturas distintas e propriedades mecânicas e de fadiga associadas. A microestrutura das amostras de Ti-6Al-4V preparadas pelo SLM (*Selective Laser Melting*) e posteriormente tratadas termicamente é caracterizada por grãos primários β colunares que estão preenchidos com finas agulhas da fase α' / α no caso do tratamento térmico a 730 °C, ou agulhas grossas da

fase α na matriz β no caso do tratamento térmico a 900 °C, ou lamelas grossas da fase $\alpha+\beta$ a 1200 °C. Para o melhor tratamento térmico, a resistência à fadiga a 1×10^7 ciclos para o Ti-6Al-4V produzido na forma construída foi estimada em 150 MPa. No caso de superfícies usinadas, a resistência à fadiga a 1×10^7 foi estimada em 500 MPa, similar ao que é relatado para o Ti-6Al-4V processado de forma convencional. O Estudo focou em enfatizar a importância da qualidade da superfície para a resistência à fadiga das peças produzidas por essa tecnologia.

Assis *et al.* (2021) estudaram o comportamento da liga Ti-6Al-4V na resposta a oxidação sofrida pelo material. A oxidação é uma de suas limitações de uso do material em temperaturas superiores, como a 600°C por conta da forte afinidade do titânio com o oxigênio. O estudo investigou a oxidação da liga de titânio Ti-6Al-4V com diferentes microestruturas, obtidas por tratamento térmico. Amostras com microestruturas equiaxial, Widmanstätten, martensítica e bimodal foram submetidas aos tratamentos térmicos de oxidação nas temperaturas de 500°C, 600°C, 700°C e 800°C por um tempo de 48 horas. Os resultados mostraram a formação de uma camada de óxido nas amostras oxidadas, analisadas por microscopia óptica e eletrônica de varredura (MEV), medição da variação de massa e análise de microdureza. Portanto, o estudo indicou que diferentes microestruturas influenciam a oxidação da liga Ti-6Al-4V em altas temperaturas, com a microestrutura Widmanstätten demonstrando uma maior resistência à formação de óxidos em comparação com as outras microestruturas testadas.

Wang *et al.* (2015) teve por objetivo estudar o comportamento ao desgaste, rugosidade e nanodureza da liga Ti-6Al-4V. Foram realizados ensaios de oxidação térmica em atmosfera oxidante de água na liga Ti-6Al-4V em diferentes durações, variando de 2 a 8 horas. A caracterização da superfície foi realizada por meio do DRX, microscopia eletrônica de varredura (SEM), espectroscopia Raman, nanoindentação e testes de nano riscamento. A camada de óxido formada consistiu principalmente de TiO_2 rutilo, com uma pequena quantidade de alumina. A variação de massa em relação à duração da oxidação seguiu a lei de cinética linear de oxidação. A lei de Cinética Linear de Oxidação para a liga Ti-6Al-4V indica que se dobrar o tempo de exposição à oxidação, a variação de peso da amostra será duplicada. Isso implica que a taxa de oxidação da liga é constante e linear com o tempo de oxidação em condições específicas. A espessura do revestimento aumentou de 5 μm para 12 μm à medida que a duração da oxidação aumentou de 2 horas para 8 horas, provando a influência do tempo de exposição ao ambiente oxidante como um dos fatores preponderantes na camada espessa de formação de óxido (LIMA *et al.*, 2019).

As amostras de material base não tratadas e oxidadas apresentaram o mesmo comportamento de desgaste. Para a amostra não tratada, o desgaste foi principalmente abrasivo e adesivo sob a força de arado. As amostras oxidadas apresentaram uma mistura de abrasão por três corpos causada pelo rolamento de partículas de óxido e deformação plástica severa sob alto estresse de contato entre dois materiais cerâmicos (MAEDA, 2019).

No estudo desenvolvido por Guleryuz *et al.* (2004), foi realizado uma análise comparativa do tratamento de oxidação térmica aplicado à liga Ti-6Al-4V, com o propósito de identificar as condições ideais de oxidação para uma posterior avaliação de seu desempenho em relação à resistência à corrosão e ao desgaste. A caracterização das camadas superficiais foi realizada por meio de exames microscópicos, medições de dureza e análises de DRX. Os resultados revelaram que a liga Ti-6Al-4V apresentou uma notável resistência à corrosão após o processo de oxidação a 600°C por 60 horas. Essa condição específica de oxidação proporcionou uma melhoria de 25 vezes na resistência ao desgaste em comparação com a liga não tratada.

2.2 Fadiga

De acordo com Dowling *et al.* (2012) fadiga é um mecanismo de falha que ocorre em componentes sujeitos a carregamentos dinâmicos, sejam de amplitude constante ou variável, durante um período. Estudar o comportamento em fadiga é crucial para prever a vida útil de componentes mecânicos, pois a maior parte das falhas em materiais resulta de cargas dinâmicas. Em diversas aplicações de engenharia, esses carregamentos são inevitáveis, tornando essencial o estudo da fadiga para garantir a segurança e eficiência dos componentes.

A fadiga é um processo de alteração estrutural permanente, progressivo e localizado devido a um mecanismo de deformações cíclicas em um componente que pode nuclear trincas que se propagam até a fratura após um determinado número de ciclos (ZHENG *et al.*, 2015).

A fratura por fadiga pode resultar em um colapso estrutural súbito, mesmo a níveis de tensão abaixo do limite de escoamento do material. Embora o mecanismo de fadiga opere no regime elástico, deformações plásticas microscópicas localizadas ocorrem, criando concentrações de tensão em escala microscópica. Essas áreas atuam como pontos de início para trincas. Essa deformação plástica em escala microscópica contribui para a irreversibilidade do processo (AGUERO *et al.*, 2012). Para a ocorrência da fratura por fadiga, são necessários cargas

dinâmicas, deformação plástica em escala microscópica e tensões de tração que promovam a propagação das trincas (MAEDA, 2019).

No projeto para evitar o colapso estrutural devido à fadiga, podem ser aplicados diferentes critérios: vida segura, falha segura ou tolerância ao dano. O critério de vida segura envolve a substituição ou reparo do componente após atingir uma vida útil projetada. No critério de falha segura, o componente pode apresentar trincas, desde que não alcancem um tamanho crítico durante sua vida útil. Já o critério de tolerância ao dano combina os dois critérios anteriores, com monitoramento após o término da vida segura para identificar possíveis falhas (BONORA *et al.*, 2010).

2.2.1 Modelo da distribuição de Weibull

A avaliação da resistência dos materiais é um aspecto crítico na Engenharia de Materiais e na concepção de componentes. Para garantir a segurança e a confiabilidade desses componentes, é essencial entender e modelar sua probabilidade de falha. O Modelo da Distribuição de Weibull se destaca como uma ferramenta valiosa para analisar a variabilidade da vida em fadiga e estimar a probabilidade de falha na liga de Ti-6Al-4V. A variabilidade na vida em fadiga é uma característica intrínseca dos materiais devido a diversas fontes de incerteza, como microestrutura, concentração de defeitos, processamento e condições ambientais. A distribuição Weibull é particularmente adequada para modelar essa variabilidade, uma vez que ela descreve a probabilidade de falha ao longo do tempo de forma precisa e robusta. O ajuste da distribuição Weibull aos dados experimentais da vida em fadiga de amostras da liga Ti-6Al-4V permite a caracterização da vida média, do desvio-padrão e do tempo até a falha com uma boa precisão (KUJUR, M. S., KUNDU, S., 2015).

A Distribuição de Weibull, nomeada em homenagem ao estatístico Wallodi Weibull, é particularmente adequada para descrever a distribuição de falhas em materiais frágeis, uma vez que leva em consideração a variabilidade intrínseca na resistência do material. A função densidade de probabilidade da Distribuição de Weibull é dada pela equação (1).

Equação (1) – Distribuição de Weibull.

$$f(x) = \frac{\kappa}{\lambda} \left(\frac{x}{\lambda}\right)^{\kappa-1} e^{-\left(\frac{x}{\lambda}\right)^{\kappa}} \quad (1)$$

No qual “ k ” é o parâmetro de forma e “ λ ” é o parâmetro de escala.

Na liga de Ti-6Al-4V, a aplicação do Modelo da Distribuição de Weibull é de extrema relevância para entender a variabilidade da resistência do material. A análise Weibull oferece uma maneira robusta de abordar essas complexidades. Várias pesquisas têm aplicado a Distribuição de Weibull à liga Ti-6Al-4V, obtendo resultados significativos (KUJUR, M. S., KUNDU, S., 2015).

O estudo realizado por Gupta e Kumar (2017) investigaram a resistência à tração da liga e utilizou a Distribuição de Weibull para modelar a variabilidade dos resultados experimentais. Os parâmetros k e λ foram determinados a partir dos dados experimentais, e a função de confiabilidade foi calculada para prever a probabilidade de falha em diferentes níveis de tensão. Esse estudo demonstrou a utilidade do modelo na avaliação da confiabilidade da liga em aplicações estruturais.

Além disso, a Distribuição de Weibull tem sido aplicada com sucesso na análise de fadiga da liga Ti-6Al-4V. Zhao *et al.* (2023) investigaram a resistência à fadiga da liga e utilizou o modelo Weibull para estimar a vida útil do material sob diferentes níveis de tensão cíclica. Os resultados mostraram que a modelagem Weibull forneceu uma boa concordância com os dados experimentais, validando sua aplicação na análise de fadiga.

A capacidade de modelar a variabilidade da resistência do material e prever a probabilidade de falha demonstram ser essenciais em sua aplicação na análise de resistência à tração e fadiga da liga. No entanto, é crucial garantir dados experimentais de alta qualidade e escolher os parâmetros corretos para obter resultados confiáveis. A incorporação desse modelo em estudos e projetos relacionados à liga Ti-6Al-4V pode melhorar significativamente a confiabilidade e a segurança dos componentes fabricados com esse material. A capacidade de estimar a probabilidade de falha em diferentes pontos do tempo é fundamental na engenharia pois a previsão de falha é crucial para o projeto e a manutenção de componentes. Ao empregar esse método, cada conjunto de coordenadas associado a um determinado nível de tensão em um ensaio de fadiga resulta em uma reta que viabiliza a determinação dos parâmetros da Distribuição de Weibull (k e λ). Através dessa abordagem, torna-se viável tanto o cálculo da probabilidade de falha com base no número de ciclos como a obtenção da vida útil esperada em relação a um nível de confiabilidade predefinido (BOYLES, J. L., NICOLE, M. A., 2010).

2.3 Tratamento de Oxidação Isotérmica

Mesmo com esse conjunto de propriedades que garantem sua excelente aplicabilidade na indústria aeronáutica, a liga Ti-6Al-4V possui uma resistência ao desgaste baixa, limitando sua aplicação (LIMA *et al.*, 2019). Por conta disto, tratamentos superficiais são realizados na liga, como por exemplo a oxidação térmica, para que seja possível aumentar a resistência ao desgaste (GULERYUZ, 2004). O processo de oxidação térmica é feito por meio do aquecimento da liga Ti-6Al-4V através de uma atmosfera de caráter oxidante e, como resultado desse processo, haverá crescimento de uma fina camada de óxido, nas quais as determinadas propriedades e características irão depender de variáveis como tempo e temperatura.

De acordo com Guleryuz (2004), a oxidação em temperaturas acima de 200°C fará com que se desenvolva um filme de óxido cristalino, o que influencia a resistência ao desgaste. No trabalho dos autores, um tratamento de oxidação isotérmica foi realizado na temperatura de 600°C por 60 horas, resultando em uma resistência ao desgaste da ordem de 25 vezes maior do que a liga não tratada (GONÇALVES *et al.*, 2021).

A temperatura de aplicação influencia na vida em fadiga de ligas de titânio, bem como nas condições superficiais do material (EBRAHIMI *et al.*, 2003). Ao considerarmos o efeito da temperatura em consonância com seu aumento e durante um período de tempo no qual estará submetido à fadiga, Hardt *et al.* (1999), observaram que os contornos de grãos podem acumular discordâncias, fazendo com que estes se movimentem um em direção aos outros e os vazios ao redor deles podem coalescer, gerando assim a formação de trincas em processos de fadiga a altas temperaturas. Desta forma, o tratamento térmico de oxidação permitirá com que se veja a influência na resistência à fadiga da liga Ti-6Al-4V em função destas variáveis, as quais são temperatura e tempo (ESPÍNDOLA *et al.*, 2012).

A forma como as ligas de titânio se comportam sob temperaturas elevadas dependerá diretamente da sua interrelação com o oxigênio, que pode reagir com os outros elementos de liga, gerando uma camada de óxido em sua superfície e fazendo com que a liga Ti-6Al-4V tenha um comparativo ganho de massa quando há difusão do oxigênio intersticialmente. Dessa maneira, a liga torna-se altamente ativa em temperaturas superiores a 600°C (OLIVEIRA *et al.*, 2014).

De acordo com Gonçalves *et al.* (2021), a difusão do oxigênio para o caso citado pode estar relacionada com a microestrutura da liga e com o tamanho do grão, e o aumento deste nível de oxigênio está relacionada com o aumento da microdureza do material e da respectiva diminuição de sua ductibilidade (SECO, IRISARRI, 2008).

Os ensaios de oxidação isotérmica são uma parte importante da caracterização de ligas, incluindo a liga Ti-6Al-4V, com o objetivo de avaliar como o material responde quando exposto

a altas temperaturas e ambientes oxidantes. No caso da liga Ti-6Al-4V, esses ensaios são significativos para caracterização da camada de óxido e para estudo da degradabilidade da liga.

No fim dos ensaios de oxidação isotérmica da liga Ti-6Al-4V, a formação da camada de óxido na superfície da liga foi averiguada. Essa camada é crítica, pois atua como uma barreira protetora contra a oxidação e a corrosão. A análise da estrutura e da composição dessa camada é fundamental por motivos como: estrutura da camada de óxido, que inclui sua espessura e porosidade, sendo um fator determinante na resistência à oxidação. Portanto uma camada densa e aderente é mais eficaz em proteger a liga contra ambientes oxidantes.

A composição química da camada de óxido pode variar dependendo das condições de oxidação. Uma composição adequada, geralmente consistindo de óxidos de titânio, é desejável para garantir uma boa resistência à oxidação.

2.4 Efeito de temperatura e tempo de oxidação

Diversos fatores podem influenciar na oxidação como a atmosfera a qual será realizado o ensaio, o tempo de ensaio e a temperatura a qual as amostras são submetidas. Cingi *et al.* (2007), estudou a oxidação isotérmica na temperatura de 600°C com o tempo de 60 horas e mostrou reduções da ordem de 34% na resistência em fadiga e uma melhora na dureza superficial em 85% e de 36% no limite de escoamento. Singh *et al.* (2012) estudaram o efeito dos tempos de 16, 24 e 48 horas nas temperaturas de 600°C a 800°C na resistência ao desgaste, observando uma redução da taxa de desgaste em cerca de 80%, mas sem o estudo da variável de fadiga.

Com base nisso, efeito da temperatura e do tempo de oxidação na liga Ti-6Al-4V é um aspecto importante a ser considerado em várias aplicações, especialmente na indústria aeronáutica, onde a resistência à oxidação é fundamental.

A temperatura desempenha um papel significativo na oxidação da liga Ti-6Al-4V, pois a oxidação tende à medida que a temperatura aumenta também. Em temperaturas elevadas, o titânio reage com mais facilidade com o oxigênio do ar, formando óxidos de titânio na superfície do material. Esses óxidos atuam como uma barreira protetora contra a oxidação adicional, o que pode ser benéfico em temperaturas moderadas. No entanto, em temperaturas muito elevadas, a formação de óxidos pode se tornar insuficiente para proteger a liga, resultando em um aumento significativo na taxa de oxidação. Portanto, considera-se crucial controlar a temperatura em aplicações críticas para evitar a degradação da liga devido à oxidação.

Como outro fator preponderante para a resposta do material, observa-se o tempo de exposição à oxidação é igualmente importante, pois, quanto mais tempo a liga Ti-6Al-4V ficar exposta a condições oxidantes, maior tenderá a ser o acúmulo de óxidos na superfície. Portanto, em longos períodos de exposição, essa camada pode eventualmente se tornar porosa e propensa à descamação, o que pode comprometer a proteção.

O efeito da temperatura e do tempo de oxidação na liga Ti-6Al-4V é complexo e depende das condições específicas da aplicação. É essencial entender esses fatores e otimizá-los de acordo com as necessidades da aplicação para garantir a máxima durabilidade e desempenho da liga em ambientes que envolvam oxidação e altas temperaturas.

Neste projeto, a vida em fadiga axial será estudada após a realização de tratamentos isotérmicos nas temperaturas de 350°C (temperatura máxima de aplicação da liga Ti-6Al-4V no primeiro estágio de pás e discos de turbinas a jato em aeronaves), 500°C e 650°C.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Material

O material utilizado no projeto foi a liga Ti-6Al-4V conforme a norma ASTM B348 GR5 conforme fornecido pela Acnis do Brasil. O material foi fornecido na forma de barras extrudadas e recozidas. A composição da liga é indicada na Tabela 2.

Tabela 2 - Composição Química liga Ti-6Al-4V em porcentagem de massa.

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

Fonte: Acnis do Brasil (certificado de qualidade 1664/2021).

3.2 Métodos

3.2.1 Caracterização Metalográfica

Com o objetivo de identificar as fases presentes no material, foi realizado uma caracterização metalográfica da amostra. Primeiramente foi realizado o embutimento à quente

(Figura 1), posteriormente a amostra foi lixada nas lixas na ordem de 360, 600, 1000, 1200 e 1500 granas. Realizou-se o polimento com suspensão de sílica coloidal.

Realizou-se o ataque químico com a solução *Kroll* (1% HF, 4% HNO₃, H₂O). Após obter a solução atacada, realizou-se análise das imagens através do microscópio óptico, com o objetivo posterior de realizar a análise das proporções de fase no software *ImageJ*.

O objetivo do ataque *Kroll* é revelar os contornos de grão, fases, inclusões e outros detalhes microestruturais da liga Ti-6Al-4V, tornando-os visíveis sob um microscópio óptico ou eletrônico de varredura (MEV).

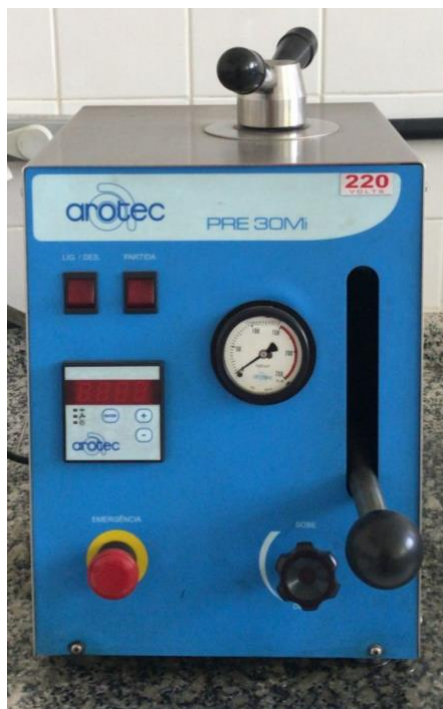
No processo a amostra é preparada, por meio do lixamento e polimento, obtendo-se uma superfície lisa e livre de deformações. Em seguida, ela é imersa na solução de ataque *Kroll* até que o ácido reaja com a superfície da amostra, corroendo-a de maneira seletiva, permitindo a obtenção das características microestruturais da liga. Os procedimentos citados foram realizados tanto para o material base tanto para a amostra oxidada a 650°C, por ser a amostra que mais se esperava uma resposta em detrimento a temperatura aplicada.

Com a finalidade de investigar uma possível alteração microestrutural após ensaio a 650°C, ensaios de microdureza Vickers foram realizados para o material base sem e com o tratamento de oxidação. O ensaio de microdureza Vickers utilizou como parâmetro uma carga de 9,8 N com um tempo de 10 segundos de penetração.

Após o ensaio de oxidação Isotérmica a 650° C e preparação metalográfica, foi realizado o ensaio de microdureza Vickers utilizando o microdurômetro digital, modelo HMV-2T, da marca SHIMADZU (Figura 3) com um penetrador em formato de pirâmide de diamante com ângulo de 136°. A partir do ensaio realizado, foi possível obter os dados tanto para a amostra do material base como para a amostra do material oxidado a 650°C.

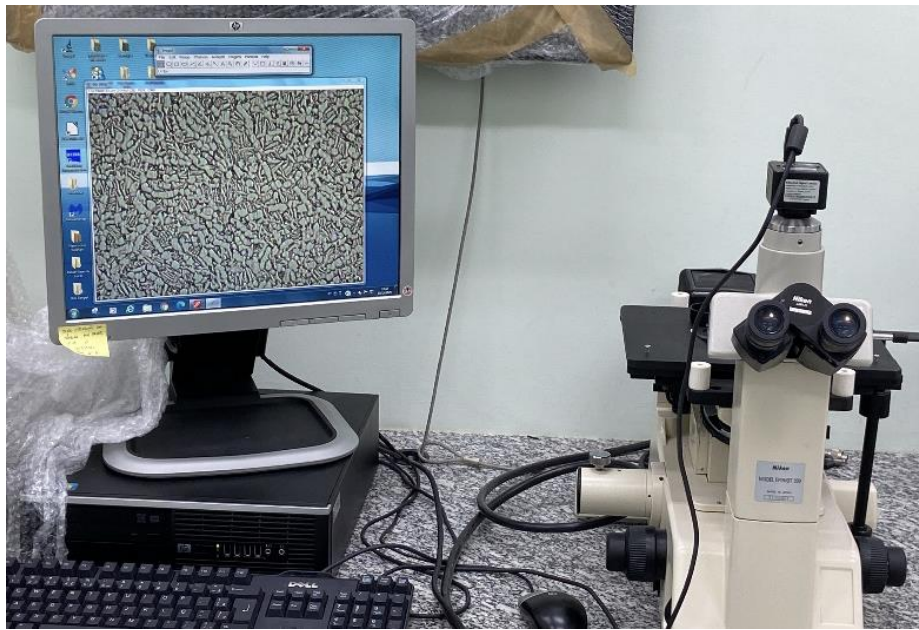
Para a captura das imagens em microscopia óptica foi utilizado um microscópio óptico (MO) Nikon Epihot 200 (Figura 2), localizado no Departamento de Materiais e Tecnologia da Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, UNESP.

Figura 1 – Embutidora metalográfica PRE 30Mi Arotec presente no laboratório de metalográfica (FEG-UNESP) e, ao lado, a baquelite, utilizados para embutir uma parte cortada da amostra de Ti-6Al-4V.



Fonte: Autoria Própria.

Figura 2 – Microscópio óptico Nikon Epiphot 200 utilizado para realizar as imagens da amostra oxidada a 650°C e do material base, localizado no Departamento de Materiais e Tecnologia, da Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, FEG - UNESP.



Fonte: Autoria Própria.

Figura 3 – Corpo de prova (material base) sendo ensaiado no microdurômetro Shimadzu HMV.



Fonte: Autoria Própria.

3.2.2 Ensaio de tração

Os ensaios de tração da liga Ti-6Al-4V têm a finalidade de obter as propriedades mecânicas e o nível de tensão a ser utilizado nos ensaios de fadiga. Os ensaios foram realizados de acordo com a norma ASTM E8.

Os ensaios de tração foram realizados na máquina universal de ensaios, a Instron 8801 (Figura 4), localizada no laboratório de Ensaio Mecânicos dos Departamento de Materiais e Tecnologia da Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá.

A Tabela 3 exibe as propriedades mecânicas advindas dos testes de tração, representando a média dos valores obtidos de limite de resistência a tração e resistência ao escoamento. A resistência ao escoamento teve um papel fundamental na definição dos níveis de tensão máxima utilizados nos testes de fadiga axial.

Tabela 3 – Propriedades mecânicas da liga Ti-6Al-4V obtidas pelo ensaio de tração.

Parâmetro	Valores
Limite de resistência a tração	$(1022,0 \pm 7,8)$ MPa
Resistência ao Escoamento	$(976,3 \pm 13,7)$ MPa

Fonte: Autoria Própria.

Figura 4 – Instron 8801, localizada no Departamento de Materiais e Tecnologia, da Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, FEG - UNESP.



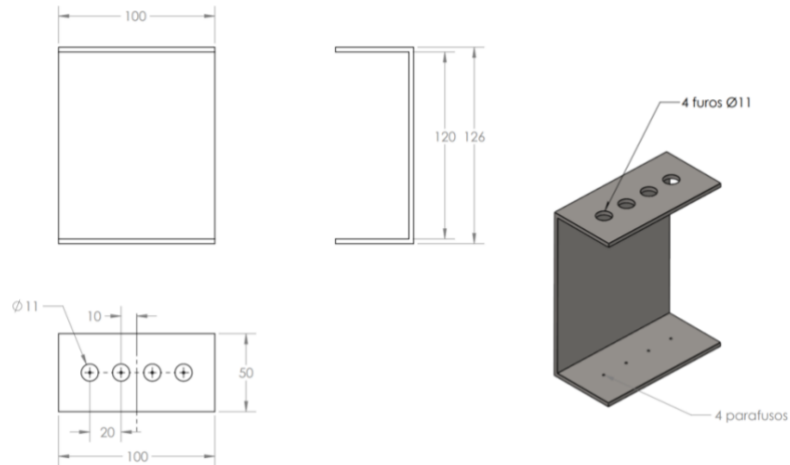
Fonte: Autoria Própria.

3.2.3 Ensaios de oxidação isotérmica

Os corpos de prova de fadiga foram submetidos a ensaios de oxidação isotérmica ao ar nas temperaturas de 350°C, 500°C e 650°C e nos tempos de 24, 48 e 72 horas. Desta forma, para o tempo de 72 horas foram realizados 9 ensaios de oxidação isotérmica, cada um com um conjunto de 4 amostras de fadiga, sendo que 3 amostras de cada ensaio de oxidação isotérmica serão utilizadas nos ensaios de fadiga. A massa das amostras foi mensurada em uma balança analítica, com precisão de 4 casas decimais, antes e após os ensaios de oxidação para quantificar a massa dos óxidos formados bem como analisar a porcentagem de variação de massa em decorrência da temperatura e do tempo aplicado.

Um suporte de aço Inox 304 conforme as dimensões da Figura 5 foi utilizado nos ensaios de oxidação isotérmica.

Figura 5 - Projeto do suporte para ensaio de oxidação isotérmica (dimensões em milímetros).

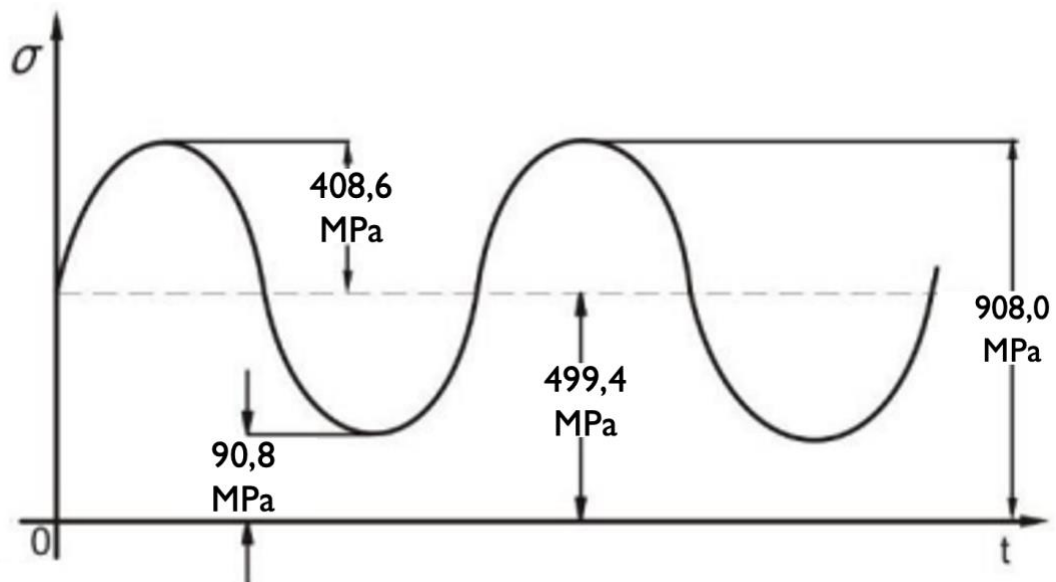


Fonte: Autoria Própria.

3.2.4 Ensaios de fadiga

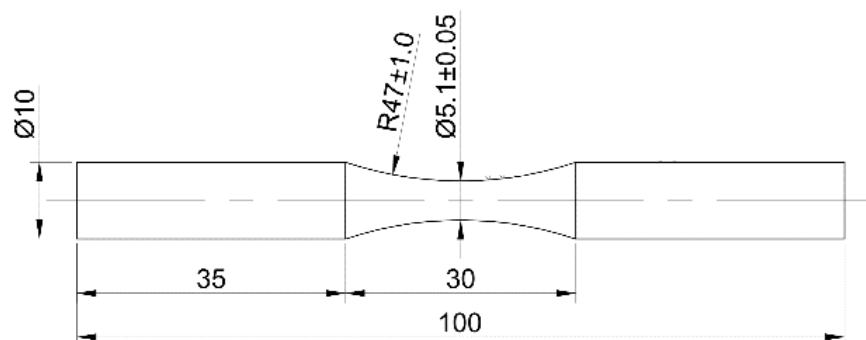
As amostras, após ensaio de oxidação, foram submetidas e testadas em ensaios de fadiga. Os ensaios de fadiga foram conduzidos com onda senoidal em uma máquina universal de ensaios MTS 810 *Material Test System* (Figura 8), localizada no Laboratório de Ensaios Mecânicos da Universidade de São Paulo, Câmpus Lorena, (EEL-USP). O ensaio de fadiga com onda senoidal consistiu na oscilação entre a tensão máxima ($\sigma_{\text{máx}}$) e a tensão mínima ($\sigma_{\text{mín}}$) com um valor de tensão média (σ_m) trativa, conforme Figura 6, com corpo de prova conforme Figura 7.

Figura 6 - Forma de onda senoidal do ensaio de fadiga.



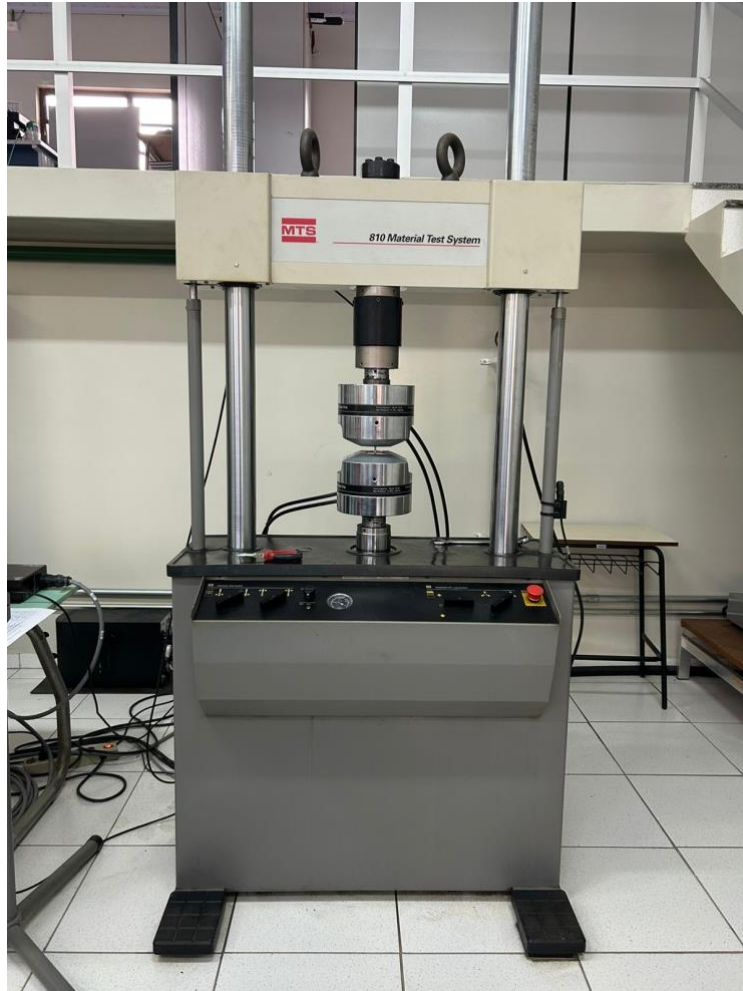
Fonte: MOURA, GOMES, 2015 (adaptado).

Figura 7 – Corpo de prova para ensaio de fadiga.



Fonte: Autoria Própria.

Figura 8 - Máquina universal de ensaios MTS 810 Material Test System.



Fonte: Autoria Própria.

Os ensaios foram realizados no modo controle de carga com forma de onda senoidal e razão de tensões $R=0,1$, o que significa que a tensão mínima ($\sigma_{\min}$) foi 10% da tensão máxima ($\sigma_{\max}$). Ensaio de fadiga axial foram conduzidos com uma razão de tensões $R = 0,1$ e frequência de 15 Hz à temperatura ambiente até a fratura ou até 10^6 ciclos. As amostras utilizadas para este ensaio foram do material base.

O objetivo final em relação ao número de ensaios de fadiga realizados totalizam 12 ensaios, sendo 9 ensaios após tratamento de oxidação (3 ensaios para cada uma das respectivas temperaturas de 350°C, 500°C e 650°C, todas elas em 72 horas) e 3 ensaios na condição de

material base não tratado, com nível de tensão dos ensaios será de 93% do limite de escoamento do material.

3.2.5 Análise estatística por ANOVA

Consonante a estes ensaios realizados, foi realizada a análise estatística por meio do fatorial completo envolvendo a variável de entrada (temperatura) e a variável de saída (vida em fadiga). Com base nisto, foi realizado uma análise de variância (ANOVA) com o estudo dos gráficos de efeitos principais e secundários, assim como análise de resíduos.

3.2.6 Difratometria de Raio-X (DRX)

A difratometria de raio-X (DRX) é uma técnica poderosa e amplamente utilizada na caracterização de materiais cristalinos, incluindo ligas metálicas como o Ti-6Al-4V. Essa técnica fornece informações detalhadas sobre a estrutura cristalina de um material, sua composição, tamanho de cristalito e orientação cristalina.

Antes de iniciar o ensaio de DRX, é essencial preparar o corpo de prova da liga Ti-6Al-4V. Primeiramente, o material foi cortado para obter um pequeno fragmento adequado para a análise em forma de pastilha. Em seguida, a superfície do corpo de prova foi cuidadosamente lixada com lixa 1500 granas para remover quaisquer irregularidades ou imperfeições que possam afetar os resultados da difração. A rotação utilizada para o corte material foi de 1,25 mm/m, com um RPM de 3000.

Nesse processo de análise por difração de raios-X da amostra de Ti-6Al-4V, os raios-X são emitidos em direção à amostra, que foi posicionada de modo que eles atinjam sua superfície. Quando os raios-X interagem com os átomos da amostra, ocorre a difração devido à interação com os planos atômicos da estrutura cristalina, gerando um padrão característico de difração. Os raios-X difratados são coletados por um detector que registra a intensidade em função do ângulo de difração, variando esse ângulo ao girar o corpo de prova em relação à fonte de raios-X, resultando em um difratograma que exibe picos de intensidade em ângulos específicos, fornecendo informações sobre a estrutura cristalina da liga.

A partir do difratograma obtido, é possível determinar várias informações cruciais sobre a liga Ti-6Al-4V. Os picos de difração correspondem aos planos de difração da estrutura

cristalina da amostra. A posição dos picos permite calcular os parâmetros da célula unitária da estrutura cristalina, como o comprimento dos lados e os ângulos entre eles.

Além disso, a intensidade dos picos está relacionada à quantidade de material presente em uma orientação cristalina específica. Isso pode ser utilizado para quantificar a fração de fases cristalinas na amostra e até mesmo detectar fases secundárias ou impurezas.

Para o projeto, a análise de DRX foi realizada no Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade de São Paulo, câmpus Lorena (USP – EEL). O parâmetro de análise utilizado para esta análise do projeto foi corrente foi 30mA, tensão 40kV, com passe angular $0,02^\circ$, com tempo de passe de 100 segundos. Os parâmetros foram adicionados na máquina de ensaios de DRX Empyrean. O corpo de prova foi cortado em seção transversal e na borda da amostra oxidada a 350°C , 500°C e 650°C .

Figura 9 – Máquina Empyrean de ensaios de difratometria de raio-X (DRX).



Fonte: Autoria Própria.

O ensaio de difratometria de raio-X desempenha um papel fundamental na caracterização de corpos de prova da liga Ti-6Al-4V. Por meio da geração de raios-X, interação com a amostra e análise dos difratogramas, é possível obter informações valiosas sobre a estrutura cristalina, composição e outras propriedades do material. Esses dados são essenciais

para o desenvolvimento e controle de qualidade de ligas metálicas de alta performance, como o Ti-6Al-4V, em aplicações críticas, como na indústria aeroespacial e biomédica, sendo uma técnica indispensável na pesquisa e na indústria, contribuindo para avanços significativos no conhecimento e na aplicação de materiais metálicos avançados.

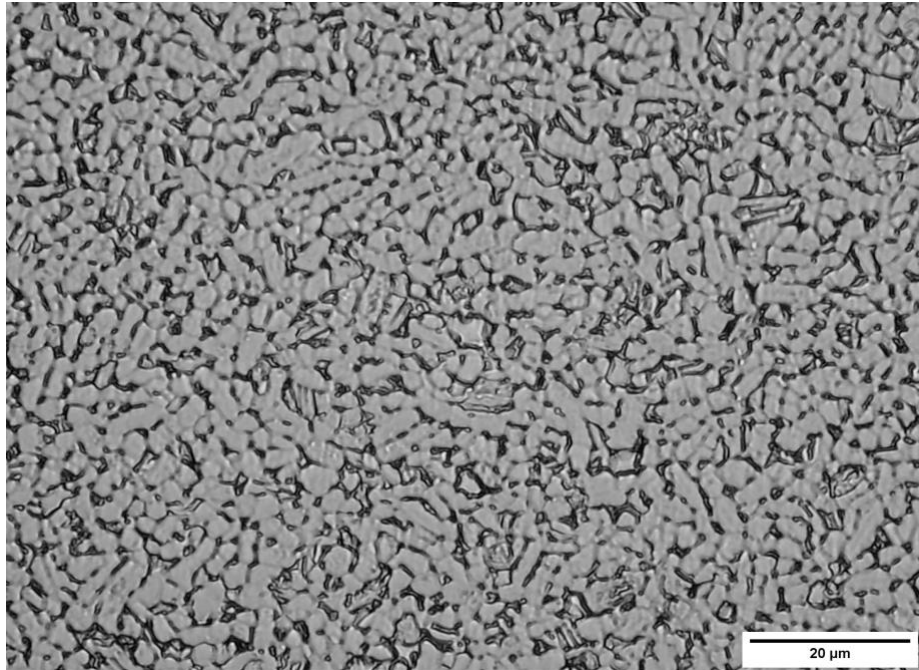
4. RESULTADOS

4.1 Análise Microestrutural

Após o ataque *Kroll*, a amostra de material base revelou características como grãos individuais, contornos de grão, fases diferentes (como a fase alfa α e β). Isso fornece informações valiosas sobre a microestrutura da liga, que são fundamentais para entender seu comportamento mecânico, resistência à corrosão e outras propriedades.

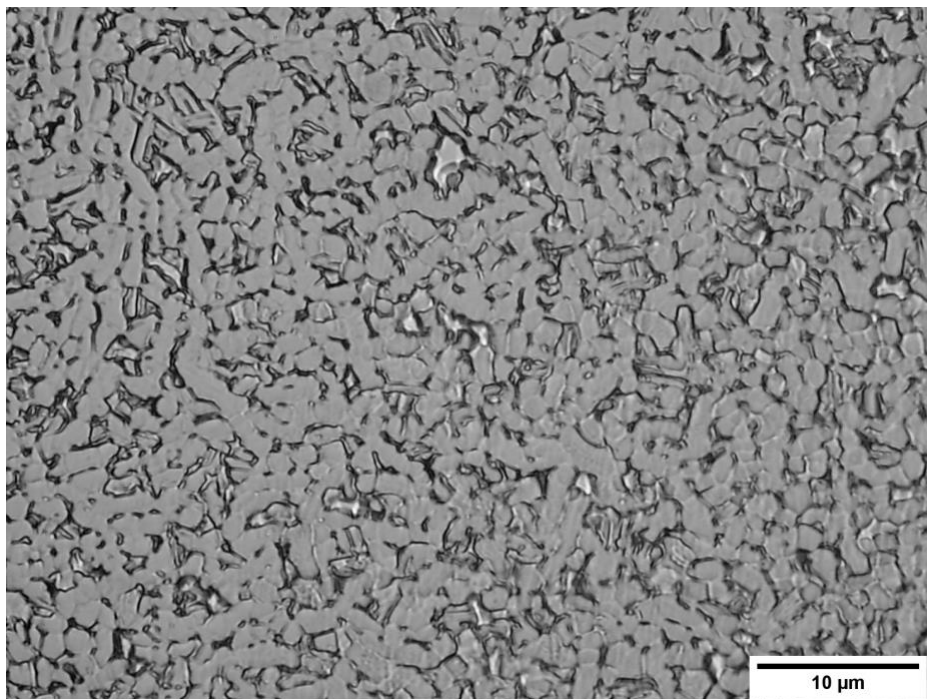
As microestruturas reveladas antes dos ensaios de oxidação isotérmica após o ataque químico *Kroll* (1% HF, 4% HNO₃, H₂O) e obtidas através da microscopia óptica estão apresentadas nas Figuras 10 e 11. As microestruturas nas ampliações de 500x e 1000x apresentam as fases α e β , na qual a parte mais escuras da Figura são compostas por fase β , e as partes mais claras são fase α . Por meio desta técnica, foram mostrados detalhes microestruturais da amostra antes dos ensaios de oxidação isotérmica. A análise da microestrutura é essencial para compreender as propriedades e o comportamento dessa liga em diversas aplicações.

Figura 10 – Microestrutura da liga Ti-6Al-4V antes do ensaio de oxidação isotérmica após ataque *Kroll* com ampliação de 500x.



Fonte: Autoria Própria.

Figura 11 – Microestrutura da liga Ti-6Al-4V antes do ensaio de oxidação isotérmica após ataque *Kroll* com ampliação de 1000x.



Fonte: Autoria Própria.

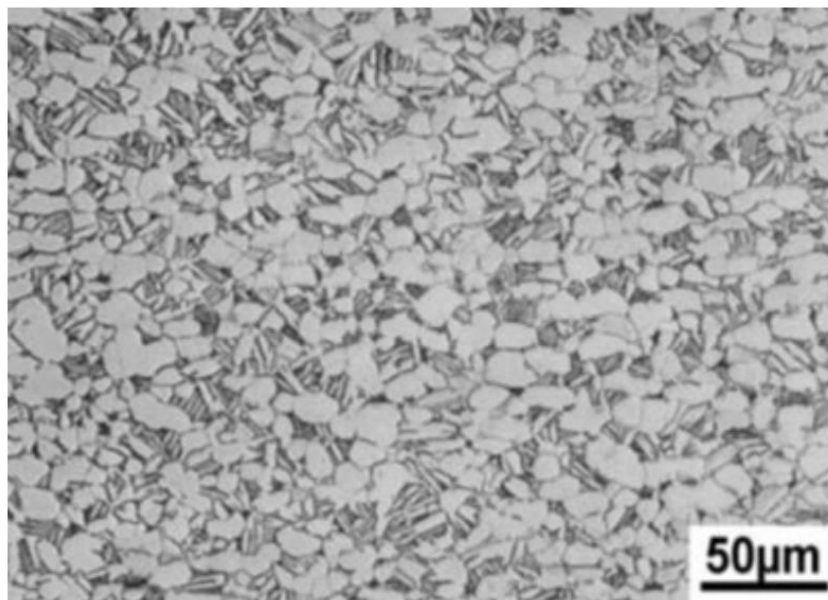
A proporção de fases alfa e beta na liga Ti-6Al-4V pode variar dependendo do tratamento térmico aplicado e da composição precisa da liga. Para a amostra com ampliação de 1000x, foi observado uma presença de fase beta de 22,70%, enquanto na fase alfa, há a presença de 77,30%.

Deste modo, de acordo com VENKATESH *et al.* (2009), em condições padrão, a liga possui uma microestrutura equiaxial com fase alfa mais resistente, possuindo uma estrutura hexagonal compacta (HC). A quantidade de fase alfa varia de 10% a 40%, dependendo das condições.

Já a fase beta é mais leve, porém menos resistente, e possui uma estrutura cúbica de corpo centrado (CCC), com uma quantidade de grãos na fase beta normalmente variando de 60% a 90%. Essas proporções, como o caso do trabalho em questão, foram ser alteradas por meio de tratamentos térmicos específicos, possibilitando aumento na quantidade de fase alfa e, assim, uma melhora na resistência mecânica em detrimento da ductilidade.

A microestrutura equiaxial se caracteriza por uma fração de volume de fase α em torno de 60%, levando os grãos α a se interconectarem, ao contrário das microestruturas bimodais, que mantêm os grãos separados por grãos lamelares cuja expressão equiaxial é usada para descrever essa configuração.

Figura 12 – Microestrutura equiaxial com volume de 60% da fase α da liga Ti-6Al-4V.

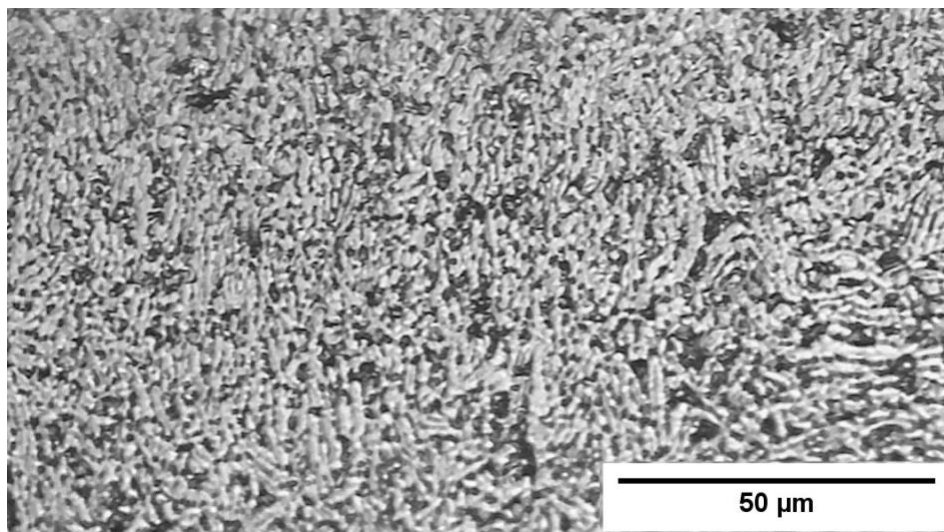


Fonte: LUTJERING, G., WILLIAMS, J. C., 2003.

De acordo com a Figura 12 e os resultados de microestrutura obtidos nesse trabalho, nota-se que a caracterização como microestrutura do tipo equiaxial está de acordo com a literatura.

Por meio da técnica utilizada para o material base, também coletadas imagens que mostram os detalhes microestruturais da amostra depois do ensaio de oxidação isotérmica a 650°C.

Figura 13 – Microestrutura da liga Ti-6Al-4V após o ensaio de oxidação isotérmica a 650°C e após ataque *Kroll* com ampliação de 200x.



Fonte: Autoria Própria.

Ao observarmos a Figura 13, constata-se que visualmente as imagens da amostra após o ensaio de oxidação isotérmica a 650°C apresentam similaridade em termos de morfologia com as imagens obtidas do material base.

O resultado encontrado pode ser explicado pela temperatura β -transus ser maior do que a temperatura ensaiada isotermicamente. A " β -transus" é uma temperatura crítica na metalurgia de ligas de titânio, incluindo a liga Ti-6Al-4V. Refere-se à temperatura na qual existe uma transformação da fase alfa para fase beta durante o aquecimento da liga.

Para a liga Ti-6Al-4V, a temperatura β -transus está entre aproximadamente 995°C a 1005°C (FEDRIGO, G; WOLFART, M, 2017), e isso significa que, se a liga estiver abaixo dessa temperatura, não haverá mudança de fase e, desta forma, indicando que a microestrutura não se alterou e se manteve similar a estrutura encontrada na amostra de material base. O conhecimento da temperatura β -transus é crucial no tratamento térmico e processamento de ligas de titânio, pois afeta diretamente a microestrutura e, conseqüentemente, as propriedades mecânicas da liga.

A tabela 4 mostra os resultados de microdureza para a liga antes e após a oxidação à 650°C.

Tabela 4 – Resultados obtidos a partir do ensaio de microdureza Vickers para a amostra oxidada a 650°C e o material base.

Medidas	Dureza (HV) - Material Base	Dureza (HV) - 650°C
M1	316	325
M2	322	325
M3	319	321
M4	319	328
M5	324	330
M6	323	336
M7	320	333
M8	326	338
M9	327	329
M10	330	330
Média	322,5	329,5
Desvio Padrão	4,1	4,9

Fonte: Autoria Própria.

Através dos resultados do ensaio de microdureza Vickers para a liga Ti-6Al-4V, observa-se que a média de dureza é muito similar entre o material base (322,5 HV) e o material tratado a 650°C (329,5 HV).

Como os valores da média e do desvio padrão da liga Ti-6Al-4v são consideravelmente próximos, conclui-se que a oxidação não apresentou dados que evidenciem uma diferença significativa em termos de dureza quando comparado ao material base, sugerindo, portanto, que a oxidação do material a 650°C por 72 horas não influenciou consideravelmente a resposta à dureza.

4.2 Ensaio de Oxidação Isotérmica

Seguindo o escopo do projeto, os corpos de prova de fadiga seguindo a norma ASTM E466, foram submetidos a ensaios de oxidação isotérmica ao ar nas temperaturas de 350°C, 500°C e 650°C e no tempo de 72 horas. No total, foram realizados 12 ensaios, sendo 9 ensaios após tratamento de oxidação (3 ensaios para cada uma das respectivas temperaturas de 350°C, 500°C e 650°C, todas elas em 72 horas).

Nas Figuras 14 e 15, pode-se observar a superfície das amostras após os ensaios de oxidação isotérmica. A Figura 14, refere-se então a liga Ti-6Al-4V antes do ensaio de oxidação isotérmica na temperatura ambiente e a amostra que sofreu oxidação na temperatura de 350°C. A Figura 15, mostra o material antes do ensaio de oxidação isotérmica e depois do ensaio de oxidação isotérmica a 650°C, havendo possibilidade de notar clara diferença entre o modo como a superfície do material reagiu ao óxido formado na superfície do CDP. Uma etapa complementar de análise DRX foi realizada para, dentre outras finalidades, descobrir qual foi, de fato, o óxido depositado na superfície do material e será discutida no tópico posterior.

Figura 14 – (a) Liga Ti-6Al-4V sem ensaio de oxidação isotérmica (b) comparado com a amostra submetida ao ensaio de oxidação isotérmica, na temperatura de 350°C.



Fonte: Autoria Própria.

Figura 15 – (a) Liga Ti-6Al-4V sem ensaio de oxidação isotérmica (b) comparado com a amostra submetida ao ensaio de oxidação isotérmica, na temperatura de 650°C.



Fonte: Autoria Própria.

Antes e depois de cada um dos ensaios, a massa foi pesada em uma balança analítica, com precisão na quarta casa decimal, com a finalidade de averiguar qual foi a variação de massa encontrada antes e depois dos ensaios.

Notou-se que, conforme a temperatura de ensaio foi aumentando, a variação de massa entre as amostras na temperatura de ensaio de 72 horas houve uma tendência de aumento entre as porcentagens de variação de massa, como mostra a tabela 5.

Tabela 5 - Variação de massa e temperaturas das variações no tempo de 72 horas para a Liga Ti-6Al-4V após o ensaio de oxidação isotérmica.

Temperatura (°C)	Variação de massa (%)
350	0,2%
500	0,7%
650	0,8%

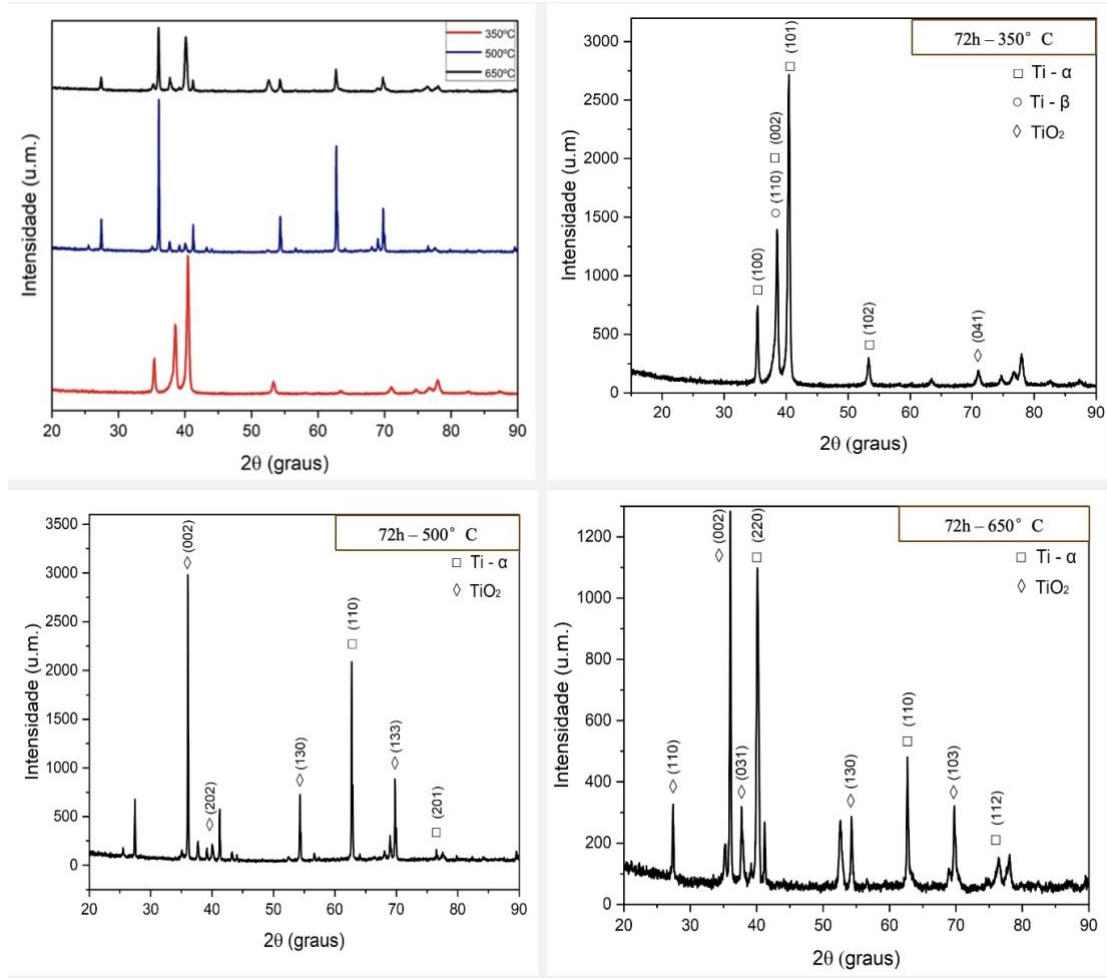
Fonte: Autoria Própria

De acordo com Gonçalves *et al.* (2021), o resultado dessa variação de massa ocorreu em detrimento da formação e crescimento de uma película de óxido sobre a superfície mediante aumento da temperatura do tratamento de oxidação. Ainda segundo o trabalho, variação de massa conforme vista neste projeto é plausível pois, a medida com que o material fica exposto a temperaturas maiores, a superfície da liga irá reagir com mais facilidade ao ambiente corrosivo o qual o corpo de prova está inserido.

4.3 Difratometria de Raio-X

A Difratometria de Raio-X (DRX) realizada no corte feito no CDP em seção transversal, foi realizada para averiguar quais seriam as possíveis influências sobre a superfície da liga Ti-6Al-4V, realizando análise para amostras ensaiadas em um tempo de 72 horas cada nas temperaturas de 350°C, 500°C e 650°C. Como principal finalidade da análise, deseja-se estudar e observar a presença de Óxidos de Titânio nas formas de Anatásio e Rutilo (TiO₂), bem como as respectivas fases Ti- α e Ti- β .

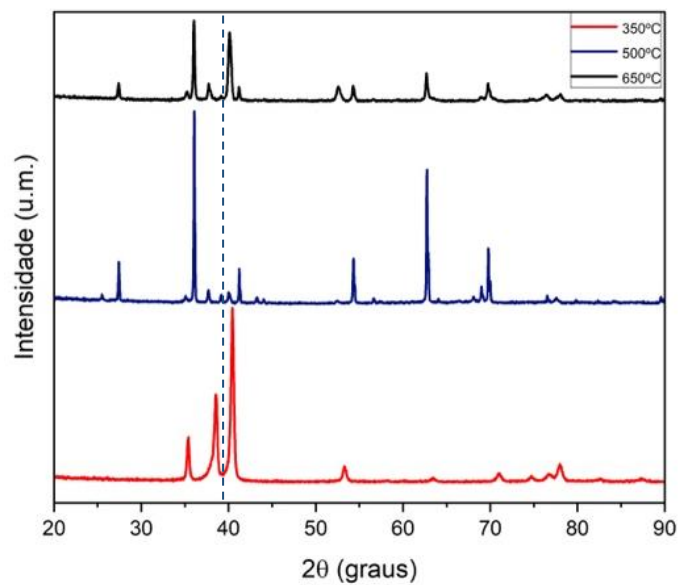
Figura 16 - Comparação das curvas obtidas para as diferentes temperaturas analisadas (350°C, 500°C e 650°C) e o difratograma de cada temperatura.



Fonte: Autoria Própria.

A Figura 16 exibe um panorama geral da comparação dos resultados obtidos no DRX para as diferentes temperaturas bem como mostra em perspectiva o conjunto das informações obtidas separadamente para cada ensaio em relação a devida temperatura utilizada na amostra. A Figura 17 mostra os espectros das superfícies analisadas avaliadas por meio do DRX, as quais foram submetidas a análise mediante comparação qualitativa por meio da intensidade normalizada (μm) em relação ao ângulo padrão 2θ utilizado no ensaio de DRX.

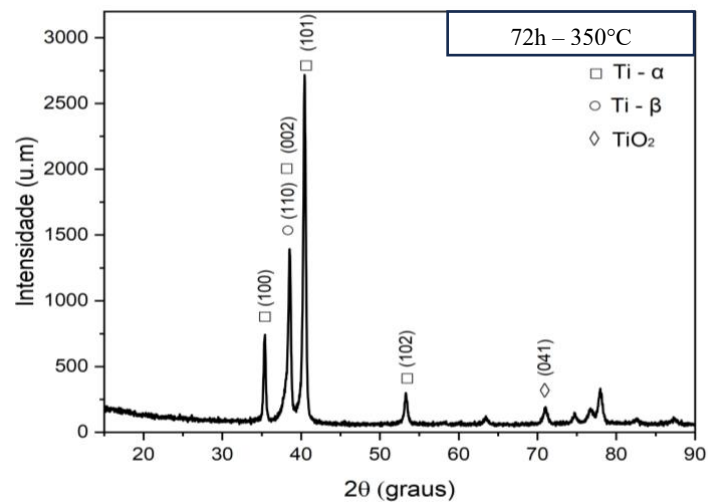
Figura 17 - Comparação da curva obtida para as três diferentes temperaturas analisadas (350°C, 500°C e 650°C).



Fonte: Autoria Própria

Foi observado na Figura 18 a presença da fase alfa do Titânio (Ti- α) aparente em todas as temperaturas na faixa de 40 variando em intensidade de pico. Os resultados obtidos sugerem que, em temperaturas mais elevadas, como 500°C e 600°C, a influência da temperatura é atuante diretamente na forma como os picos irão se comportar ao longo da curva, como pode ser observado através da presença de novos picos.

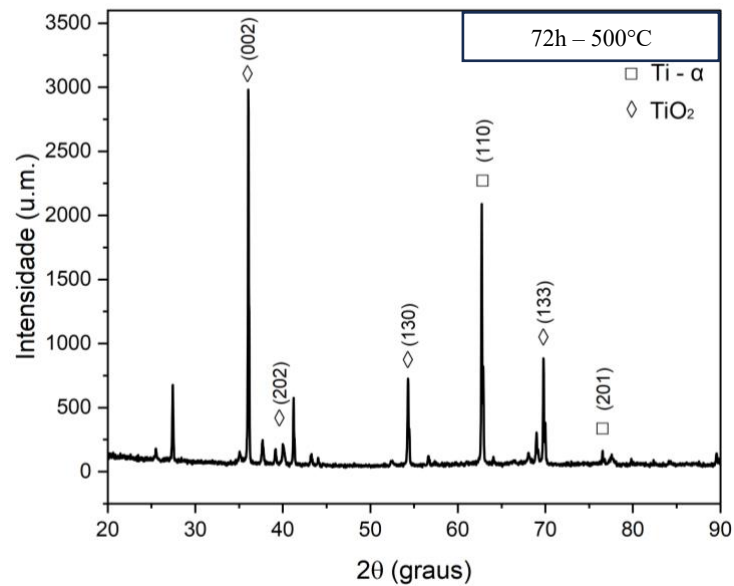
Figura 18 - Curva obtida após ensaio de DRX para temperatura de 350°C.



Fonte: Autoria Própria.

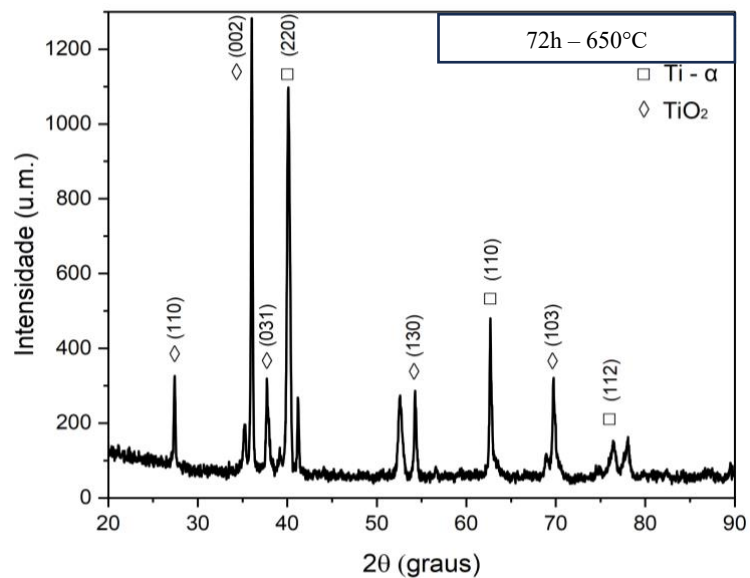
Na Figura 18, o pico correspondente à fase beta (Ti-β) em 350°C coincide com a fase alfa (Ti-α). A sobreposição dos picos torna difícil analisar a presença da fase beta. O estudo será focado nas fases alfa e na presença de óxido. De acordo com Zhang *et al.* (2019), quando analisado qualitativamente, a sobreposição de fases entre Ti-α e Ti-β, acontece devido a classificação de sua estrutura cristalina, pois a fase β possui um ângulo de difração característico, evidenciado em 38,744° no plano cristalográfico encontrado de (110), classificado como cúbico de corpo centrado (CCC), enquanto os demais picos de intensidade características da fase α apresentam estrutura cristalina típica em formato hexagonal compacto (HC).

Figura 19 - Curva obtida após ensaio de DRX para temperatura de 500°C.



Fonte: Autoria Própria.

Figura 20 - Curva obtida após ensaio de DRX para temperatura de 650°C.



Fonte: Autoria Própria

Através das análises de DRX, nota-se que o aparecimento de picos de Rutilo (TiO₂) em diferentes intensidades, como pode-se comparar nas Figuras 18, 19 e 20, nos quais a camada de óxido se faz presente em picos mais evidentes em temperaturas mais elevadas.

Ao se comparar as Figuras 18, 19 e 20, constata-se a mudança de estrutura cristalina do óxido em função da maior temperatura na qual a amostra foi submetida. Na Figura 19, observa-se um menor pico de óxido a direita da imagem, sugerindo que nesta temperatura, o gradiente

de temperatura empregado sob a amostra não teve influência na formação de óxidos, permitindo a conclusão de que na temperatura de 350°C o efeito do óxido é pouco relevante.

Já para a Figura 19 e 20, o efeito da temperatura sob a amostra da liga Ti-6Al-4V apresentou-se relevante, influenciando diretamente na resposta do material à formação de óxido, permitindo não somente a alteração na estrutura cristalina da liga, mas também refletindo na aparência do material.

A análise permite dizer que, conforme a temperatura de ensaio aumenta, o modo como o óxido se comporta também irá se alterar. De acordo com Espindola (2012), o óxido de Titânio (TiO₂) nas temperaturas de ensaio menores, como 350°C, apresentam um comportamento de Anatásio e, conforme a intensidade dos picos aumentam em decorrência com a temperatura a qual foram submetidos, o óxido passa a se comportar em uma estrutura cristalina de Rutilo, estando diretamente ligado ao aumento da temperatura na qual a liga Ti-6Al-4V foi submetida, apontando para uma tendência de formação de uma camada de óxido no em temperaturas superiores.

Zheng *et al.* (2005) estudaram a liga Ti-6Al-4V submetida a ensaios de oxidação a 350°C exibe a formação de uma camada de óxido predominantemente amorfa. Essa camada amorfa consiste principalmente de TiO₂ amorfo, que é caracterizado por sua falta de ordem cristalina.

No entanto, à medida que a temperatura aumenta para 500°C e 650°C, as análises de difração de raios-X realizadas por Smith *et al.* (2010) e Zhu *et al.* (2013) revelaram uma transição da camada de óxido amorfo para cristalino. Os óxidos de titânio cristalinos, como o rutilo (TiO₂), foram identificados nessas temperaturas mais elevadas.

Essa mudança na estrutura cristalina dos óxidos de titânio na superfície da liga Ti-6Al-4V tem implicações importantes nas propriedades de resistência à corrosão e na estabilidade mecânica do material. A transição de óxidos amorfos para cristalinos pode alterar a taxa de corrosão da liga e afetar sua resistência à tração e tenacidade. Portanto, compreender essas mudanças é essencial para otimizar o desempenho da liga em aplicações de alta temperatura.

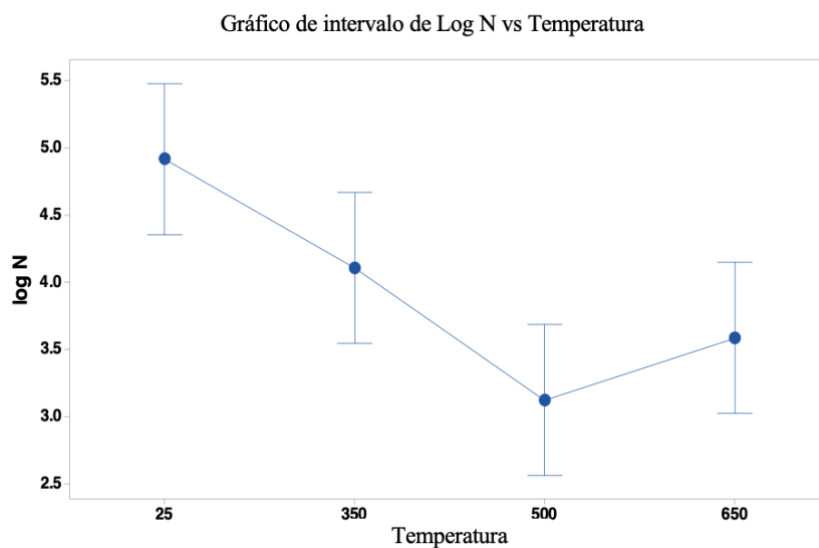
Desta maneira a liga Ti-6Al-4V submetida a ensaios de oxidação isotérmica nas temperaturas de 350°C, 500°C e 650°C demonstra uma mudança na estrutura dos óxidos de titânio, indo de amorfa para cristalina. Essas mudanças têm um impacto significativo nas propriedades do material e devem ser cuidadosamente consideradas ao projetar componentes que estarão sujeitos a ambientes de alta temperatura e corrosivos.

4.4 Análise de Variância (ANOVA)

Através da Análise de Variância (ANOVA), foi investigado o impacto da temperatura em um conjunto de dados, com base na hipótese de que pelo menos uma das médias é diferente. Para a ANOVA, considerando log N versus temperatura, o nível de significância foi definido em $\alpha = 0,05$.

A análise revelou uma influência estatisticamente significativa da temperatura nas médias dos grupos, sendo que o valor de F (*F-value*) foi de 9,94 e o de p (*p-value*) foi de 0,004. A rejeição da hipótese nula (H_0) devido ao *p-value* ser menor do que o nível de significância de 0,05 sugere que pelo menos uma das médias é diferente, o que nos instiga a investigar mais profundamente essas diferenças.

Figura 21 - Resultados da análise ANOVA considerando log N versus temperatura.



Fonte: Autoria Própria.

O modelo ANOVA apresenta um R-quadrado de 78,85%, indicando que a variável Temperatura explica aproximadamente 78,85% da variação total observada nos dados. O R-quadrado ajustado de 70,91% leva em consideração o número de níveis de temperatura. Além disso, o R-quadrado de previsão de 52,40% sugere que nosso modelo tem a capacidade de explicar 52,40% da variabilidade observada nos dados, o que é relevante para previsões.

Tabela 6 - Resultados dos ensaios de fadiga obtidos pelos ensaios dos corpos de prova da liga Ti-6Al-4V.

Temperatura (°C)	Desvio Padrão	Intervalo de Confiança (95%)	Média
25	0,419	(4,355, 5,479)	4,917
350	0,202	(3,546, 4,670)	4,108
500	0,419	(2,563, 3,687)	3,125
650	0,566	(3,025, 4,150)	3,588

Fonte: Autoria Própria

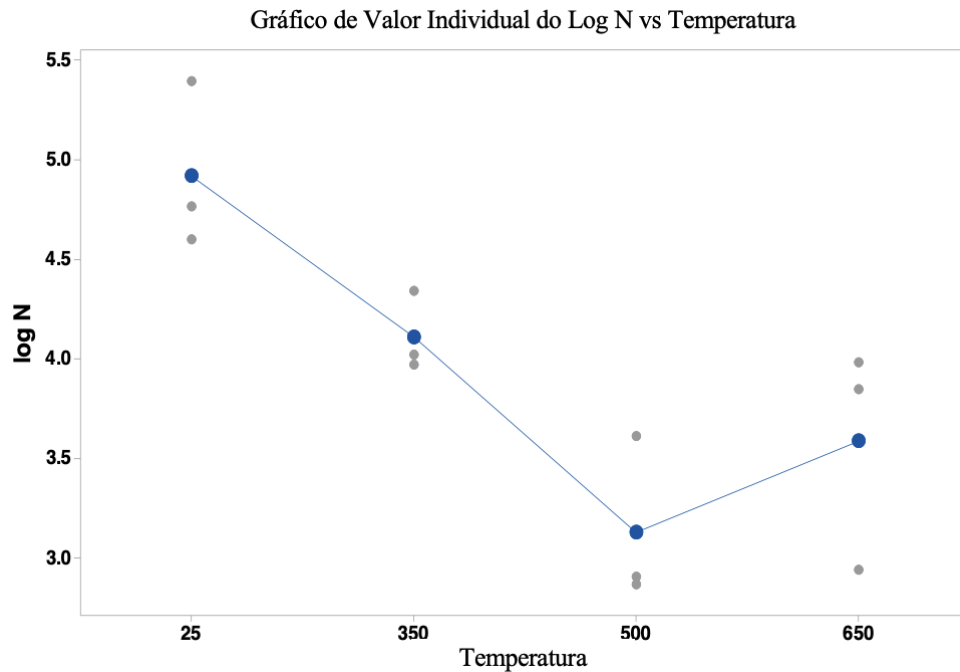
Os resultados mostrados pela Tabela 6 indicam que a temperatura exerce uma influência estatisticamente significativa nas médias dos grupos. As diferenças nas médias observadas entre os níveis de temperatura sugerem que a temperatura pode ser um fator importante na variabilidade dos dados.

A ANOVA revelou que a temperatura desempenha um papel crucial nas médias dos grupos. Essa informação é fundamental para a compreensão dos fatores que afetam os resultados em nosso estudo e pode ter implicações práticas significativas. Portanto, consideramos que a temperatura é uma variável digna de atenção em futuras análises e aplicações.

4.4.1 Modelo de Regressão Linear Geral

Ao realizar um Modelo de Regressão Linear Geral para investigar a relação entre a variável independente "Temperatura" e a variável de resposta "log N", múltiplos níveis de temperatura (25°C, 350°C, 500°C e 650°C) foram analisados em relação às medições de "log N". A análise de variância (ANOVA) revelou resultados altamente significativos, indicando mais uma vez que a temperatura exerce um impacto substancial nas medições de "log N". O modelo de regressão resultante forneceu uma equação que descreve essa relação, fornecendo insights valiosos sobre como as mudanças na temperatura afetam a variável de interesse.

Figura 22 - Resultados da análise ANOVA de acordo com o Modelo de Regressão Linear Geral.



Fonte: Autoria Própria.

A ANOVA revelou que a variável "Temperatura" é um fator altamente significativo ($F=9,94$ e $p=0,004$), o que sugere que a temperatura tem um efeito considerável nas medições de "log N". Ao examinar os coeficientes do modelo de regressão, pode-se interpretar a relação entre a temperatura e "log N". A equação (2) mostra que na temperatura de 25°C, existe um coeficiente positivo de 0,983, indicando um aumento de 0,983 na predição de "log N". Em contraste, as temperaturas a 350°C e 500°C têm coeficientes menores, enquanto a temperatura a 650°C exibe um coeficiente negativo significativo, indicando uma redução nas medições de "log N" com o aumento da temperatura. Essa análise detalhada fornece uma compreensão mais profunda da relação entre a temperatura e a variável de resposta.

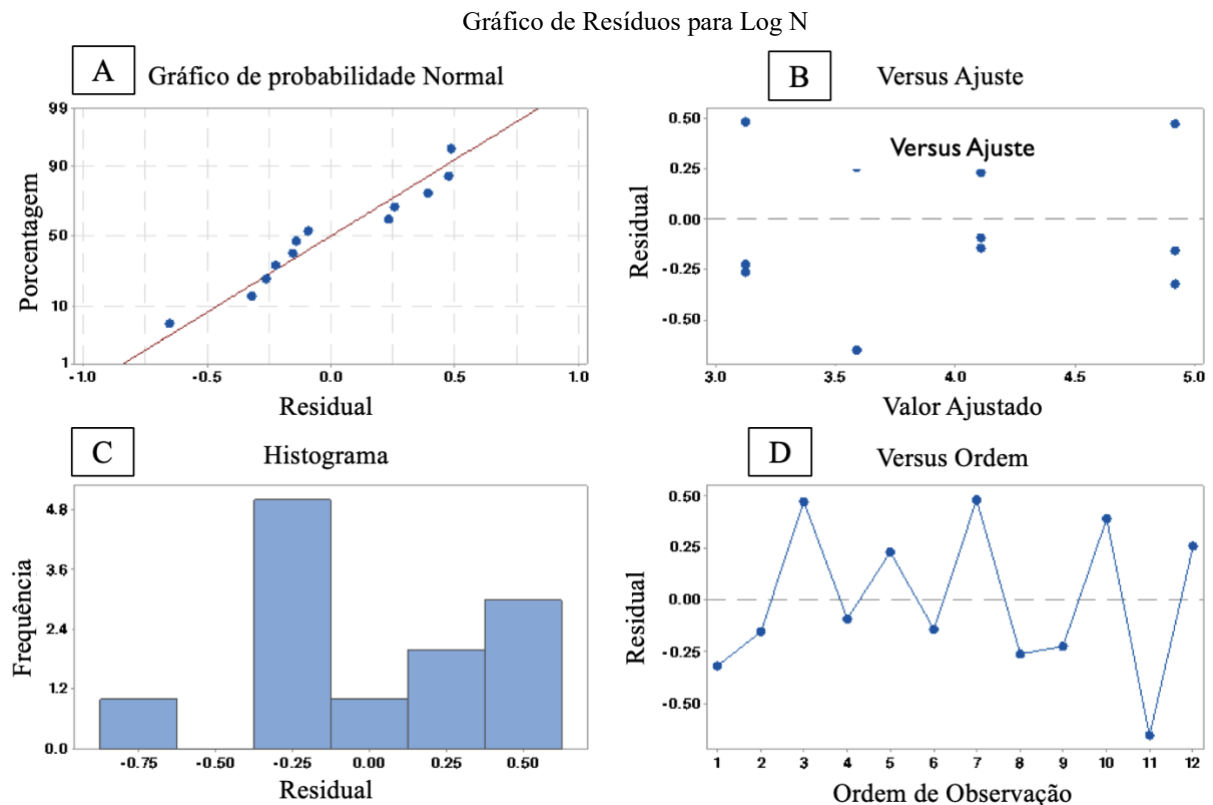
Como o Modelo de Regressão Linear Geral é uma extensão do modelo de regressão linear simples que permite lidar com diferentes tipos de distribuições de erro e modelos de ligação, a forma geral de um modelo de regressão linear geral pode ser expressa da seguinte maneira:

Equação (2): Modelo de Regressão Linear Geral.

$$g(\mu) = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \dots + \beta_p x_p \quad (2)$$

“ $g(\mu)$ ” é a função de ligação, que relaciona a média (μ) da distribuição condicional da variável dependente com uma combinação linear das variáveis independentes, β_0 é o intercepto e $\beta_1, \beta_2, \dots, \beta_p$ são os coeficientes associados às variáveis independentes X_1, X_2 e X_3 respectivamente.

Figura 23 - Dispersão da amostra obtida na análise ANOVA.



Fonte: Autoria Própria.

A Figura 23 mostra a dispersão da amostra obtida na análise ANOVA. Por meio do gráfico (a), observa-se que os pontos estão próximos a reta, o que evidencia que os resíduos da análise estão normalmente distribuídos. Os resíduos referem-se às diferenças entre os valores observados e os valores previstos pelo modelo estatístico. Os resíduos estarem normalmente distribuídos, significa que essas diferenças seguem uma distribuição normal, ou seja, estão aproximadamente simetricamente distribuídas ao redor de zero.

Uma distribuição normal dos resíduos é uma suposição importante para a validade dos resultados da ANOVA. A análise sugere que as variações não explicadas pelo modelo são aleatórias e não apresentam padrões sistemáticos. Uma distribuição normal dos resíduos é fundamental para garantir que os testes de significância e intervalos de confiança derivados da ANOVA sejam válidos, ou seja, se os resíduos estão normalmente distribuídos em uma análise de variância, isso fortalece a confiança nos resultados e nas conclusões obtidas a partir do modelo estatístico utilizado.

No gráfico (b) da Figura 23, observa-se que não há nenhuma tendência com relação a ordem com que foram feitos os ensaios. Isso significa que a ordem na qual os ensaios foram conduzidos não parece ter um efeito sistemático nas variáveis em estudo.

Tal análise realizada indica que não foi encontrada uma relação consistente entre a ordem dos ensaios e as variações observadas nas variáveis dependentes porque sugere que a ordem dos ensaios não está introduzindo viés ou influenciando de forma sistemática os resultados. Isso fortalece a confiabilidade das conclusões obtidas na ANOVA, pois sugere que as diferenças observadas entre os grupos não podem ser explicadas por uma tendência na ordem em que os ensaios foram realizados.

O gráfico (c) da Figura 23 mostra que os resíduos não estão normalmente distribuídos ao longo do zero, mas está muito próximo a zero. Isso sugere que há uma leve divergência da normalidade, mas que essa diferença não é significativa.

A distribuição normal dos resíduos é uma suposição importante para inferências estatísticas válidas. Quando os resíduos estão próximos de zero, apesar de não serem perfeitamente normalmente distribuídos, isso pode indicar que a violação dessa suposição é pequena o suficiente para não afetar substancialmente os resultados da ANOVA.

Contudo, se o histograma mostra uma forma que se aproxima da normalidade e está centrado em torno de zero, isso sugere que a distribuição dos resíduos é razoavelmente simétrica, mesmo que não seja perfeitamente normal.

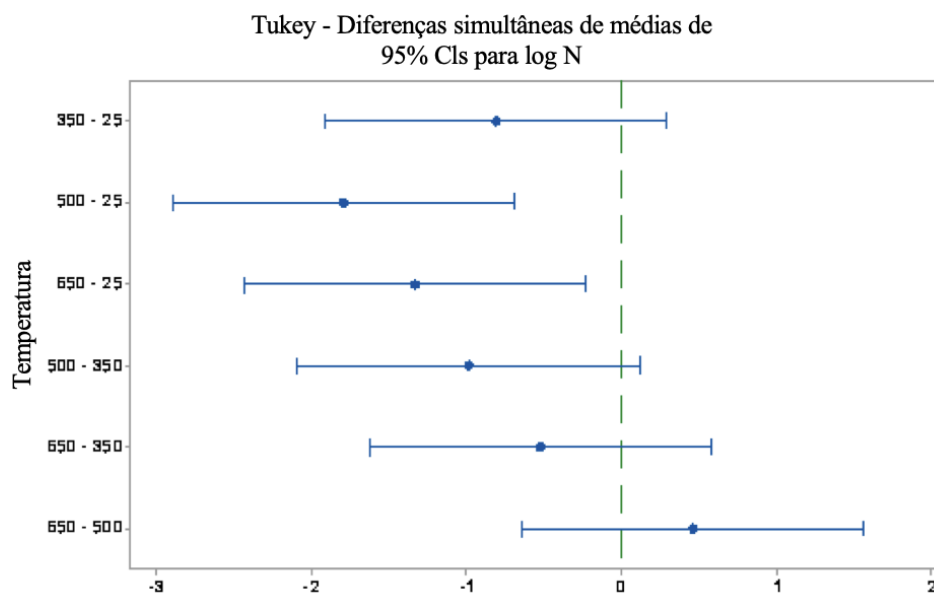
Os resultados deste estudo têm implicações significativas para diversos campos, onde o controle da temperatura desempenha um papel crucial. Compreender como a temperatura afeta a variável "log N" fornece informações valiosas para otimizar processos, tomar decisões informadas e melhorar a eficiência em aplicações práticas. O modelo de regressão gerado permite prever como as mudanças na temperatura podem afetar as medições de "log N", o que é fundamental para garantir resultados desejados. Em última análise, esta análise contribui para a base de conhecimento em que se baseiam importantes decisões e estratégias em campos científicos e industriais, destacando a importância da consideração da temperatura como

variável influente.

4.4.2 Análise de Tukey

A análise de Tukey é outra ferramenta valiosa para aprofundar a compreensão das diferenças nas médias entre os grupos de temperatura. Com base nos resultados da análise de Tukey, os níveis de temperatura foram divididos em grupos, identificados pelas letras "A" e "B". O grupo "A" inclui a temperatura de 25°C e a temperatura de 350°C, enquanto o grupo "B" engloba a temperatura de 650°C e a temperatura de 500°C. Essa divisão indica que as médias das temperaturas de 25°C e 350°C não são significativamente diferentes entre si, mas diferem de maneira estatisticamente significativa das temperaturas de 650°C e 500°C. Essas informações são vitais para compreender as variações nas medições de "log N" em relação à temperatura.

Figura 24 - Resultados da análise ANOVA de acordo com o Modelo Tukey.



Fonte: Autoria Própria.

Uma análise mais aprofundada da tabela de diferenças de médias revela as magnitudes e significâncias das diferenças entre pares de temperaturas específicas. Por exemplo, a diferença entre as temperaturas de 350°C e 25°C é de -0,809, indicando uma redução nas medições de "log N" quando a temperatura aumenta de 25°C para 350°C. Esta diferença, no entanto, não é estatisticamente significativa ($p = 0,166$). Por outro lado, a diferença entre 500°C e 25°C é de -

1,792, uma diferença estatisticamente significativa ($p = 0,004$), o que destaca a influência considerável da temperatura nessa faixa. Esses resultados permitem uma interpretação mais precisa das variações nas medições de "log N" em diferentes níveis de temperatura.

Na análise de Tukey, a tabela de diferenças de médias desempenha um papel fundamental na interpretação dos resultados desta pesquisa. Ela evidencia que as temperaturas de 25°C e 350°C compartilham médias semelhantes, enquanto as temperaturas de 650°C e 500°C diferem significativamente, com uma tendência de diminuição das medições de "log N" à medida que a temperatura aumenta nessa faixa.

Isso tem implicações práticas significativas para situações em que o controle da temperatura é importante. Compreender essas relações pode orientar decisões e estratégias para otimização de processos, produção e qualidade em diversas áreas científicas e industriais. Essa análise robusta e detalhada reforça a importância da temperatura como variável influente e oferece insights valiosos para aplicações futuras.

Esta análise estatística detalhada explora a relação entre a variável independente, Temperatura, e a variável dependente, log N. O teste foi realizado com um nível de significância de 0,05, pressupondo igualdade de variâncias entre os grupos de temperatura. A hipótese nula sustenta que todas as médias são iguais, enquanto a hipótese alternativa postula que pelo menos uma média difere das demais. Os resultados da ANOVA indicam uma diferença significativa entre as médias dos grupos de temperatura ($p\text{-value} = 0,004$), sugerindo que a temperatura tem um impacto substancial nas medições de log N.

Os dados mostram as médias, desvios-padrão e intervalos de confiança de 95% para cada nível de temperatura. A temperatura de 25°C apresenta a maior média (4,917), seguida por 350°C (4,108), 650°C (3,588) e 500°C (3,125). Através da análise de Tukey, as temperaturas foram agrupadas como A, A/B, B, e B. Isso significa que as temperaturas de 25°C e 350°C não são estatisticamente diferentes entre si, mas diferem significativamente das temperaturas de 650°C e 500°C. Esse detalhe fornece uma compreensão mais refinada das diferenças nas medições de log N em relação à temperatura.

Por fim, os resultados dessa análise detalhada da ANOVA e da análise de Tukey fornecem informações valiosas para a compreensão da influência da temperatura nas medições de log N. Foi evidente que a temperatura é uma variável crítica que merece atenção especial em muitos contextos, onde a precisão e a qualidade são essenciais.

4.5 Ensaio de Fadiga

Os resultados dos ensaios de fadiga realizados nos corpos de prova da liga Ti-6Al-4V, estão registrados na Tabela 7 abaixo. O nível de tensão máxima dos ensaios foi de 93% do limite de escoamento do material, o que corresponde a 908 MPa.

Foram realizados ao todo 12 ensaios de fadiga, sendo 3 deles para o material base, 3 para as amostras ensaiadas a 350°C, 3 ensaios para as amostras ensaiadas a 500°C e mais 3 para as amostras ensaiadas a 650°C.

Tabela 7 - Resultados dos ensaios de fadiga obtidos pelos ensaios dos corpos de prova da liga Ti-6Al-4V.

Ensaio de fadiga	Ti-6Al-4V (material base)	Vida em fadiga (número de ciclos)		
		Oxidação isotérmica por 72h		
		350°C	500°C	650°C
1	39581	10402	4063	9523
2	57914	21859	733	867
3	246059	9276	796	7011
Média	114518	13846	1864	5800
Desvio Padrão	114286	6963	1905	4453

Fonte: Autoria Própria

Na tabela 7, observa-se a influência direta da oxidação no resultado da vida em fadiga do material. Nota-se que a redução comparativa ao material base para a temperatura de 350°C foi de 93,91%, evidenciando uma diferença abrupta em consonância ao material base.

Para as amostras de 500°C e 650°C, a diferença foi respectivamente de 98,34% e 96,10%. Através do desvio padrão pode-se observar que a porcentagem de variação da vida em fadiga do material é muito próxima em detrimento ao material base. Por conta disso, nas temperaturas de 500°C e 650°C, a maneira como o óxido influencia a resposta da vida em fadiga podem ser considerada próximas, indicando maior influência na resposta da vida em fadiga do material.

Os resultados encontrados podem ser explicados por meio da reação que ocorre nos ensaios de oxidação isotérmica, através da formação de camadas de óxido na superfície da liga Ti-6Al-4V. Além disso, o resultado da redução da vida em fadiga corrobora com Cingi *et al.* (2007) o qual por estudo provaram uma redução na resistência à fadiga de cerca de 34%, indicando grande afinidade dos resultados quando exposto à análise de vida em fadiga.

A formação das camadas de óxido durante a oxidação isotérmica introduz tensões residuais no material. Essas tensões residuais são resultado das diferentes taxas de expansão térmica entre a camada de óxido e o substrato metálico da liga. Em temperaturas mais elevadas, como 500°C e 650°C, as camadas de óxido podem ser mais espessas e, portanto, as tensões residuais associadas a essas camadas tendem a ser mais significativas (LIU *et al.*, 2015).

As camadas de óxido formadas durante a oxidação não apenas introduzem tensões residuais, mas também atuam como pontos de concentração de tensão. Esses pontos de concentração de tensão facilitam a iniciação de trincas de fadiga na superfície da liga. Quando a tensão cíclica aplicada atinge um valor crítico, trincas podem se formar na interface entre a camada de óxido e o substrato metálico, dando início ao processo de fadiga (WILLIAMS *et al.*, 2021).

Uma vez iniciadas, as trincas de fadiga podem se propagar mais rapidamente devido à presença das camadas de óxido. A camada de óxido atua como uma barreira à propagação das trincas, aumentando a resistência à fadiga. No entanto, a presença de camadas de óxido espessas também pode dificultar a detecção precoce de trincas durante os ensaios de fadiga, já que essas camadas podem ocultar as trincas em estágios iniciais (CHEN, BOEHLERT *et al.*, 2010).

A temperatura de oxidação desempenha um papel crucial na extensão dos efeitos observados na liga Ti-6Al-4V. Estudos realizados por Zhang *et al.* (2016) demonstraram que a oxidação a 350°C resulta em camadas de óxido mais finas e compactas, enquanto a oxidação a 650°C produz camadas de óxido mais espessas e rugosas. Isso implica que os efeitos adversos na vida em fadiga são mais pronunciados em temperaturas mais elevadas de oxidação devido à formação de camadas de óxido mais espessas e à maior expansão térmica (DONG *et al.*, 2015).

A redução da vida em fadiga nos corpos de prova da liga Ti-6Al-4V submetidos à oxidação isotérmica pode ser atribuída a uma combinação de fatores interligados. A formação de camadas de óxido e as tensões residuais associadas facilitam a iniciação de trincas de fadiga.

Para mitigar os efeitos adversos da oxidação nas propriedades de fadiga da liga Ti-6Al-4V, várias estratégias têm sido investigadas na literatura. Uma delas é a aplicação de tratamentos térmicos pós-oxidação, conhecidos como recozimento, que têm o objetivo de aliviar as tensões residuais introduzidas durante o processo de oxidação. Além disso, a modificação da composição da liga, incluindo a adição de elementos de liga que melhorem a resistência à oxidação, tem sido estudada como uma forma de reduzir a formação de camadas de óxido e, conseqüentemente, melhorar a resistência à fadiga (TOKAJI, 2006).

Desta maneira, a vida em fadiga reduzida nos corpos de prova da liga Ti-6Al-4V submetidos a ensaios de oxidação isotérmica a diferentes temperaturas (350°C, 500°C e 650°C)

em comparação com o material base e o não oxidado pode ser atribuída à formação de camadas de óxido, às tensões residuais induzidas, à iniciação de trincas de fadiga devido à fragilidade e porosidade das camadas de óxido formadas.

A temperatura de oxidação desempenha um papel crítico na extensão desses efeitos adversos. Estratégias de mitigação, como o recozimento e a modificação da composição da liga, podem ser adotadas para melhorar as propriedades de fadiga da liga Ti-6Al-4V em ambientes de alta temperatura e oxidação.

Tabela 8 - Weibull para os níveis de confiabilidade de 50%, 70%, 90% e 95%.

Confiabilidade (%)	Ti-6Al-4V (material base)	Oxidação isotérmica por 72h		
		350°C	500°C	650°C
50	91346	1265	5054	1560
70	44366	594	2511	775
90	11787	149	696	215
95	5390	66	326	101

Fonte: Autoria Própria

A Tabela 8 exhibe os dados de vida em fadiga para diferentes níveis de confiabilidade, representando a proporção de amostras que alcançam ou excedem um determinado número de ciclos de vida. Conforme esperado, um aumento na confiabilidade desejada resulta em uma redução na vida em fadiga estimada para o material.

A vida em fadiga é um conceito fundamental que descreve a capacidade de um material de resistir à falha quando sujeito a cargas cíclicas. A confiabilidade está associada à probabilidade de um material atingir ou exceder um determinado número de ciclos de vida sob condições de fadiga específicas. Além disso a confiabilidade é habitualmente expressa em termos do número de ciclos de carga que um material pode suportar antes de falhar. Níveis mais altos de confiabilidade implicam em um maior grau de segurança e garantia de desempenho do material. Nota-se que a oxidação isotérmica a 350°C, 500°C e 650°C tem um impacto significativo na vida em fadiga da liga Ti-6Al-4V em todos os níveis de confiabilidade testado. A 350°C, houve uma redução drástica na vida em fadiga em relação ao material base não oxidado em cerca de 98,65% em comparação da média de ambos os valores com o material base, evidenciando que mesmo em níveis mais baixos de confiabilidade, a vida em fadiga foi severamente comprometida. Em 500°C, observou-se uma diminuição substancial na vida em

fadiga em todas as confiabilidades, cuja média da influência da perda da vida em fadiga para as amostras foi de 94,4%, indicando que essa temperatura é prejudicial à resistência à fadiga da liga. Em 650°C, os resultados também apontaram para uma redução significativa na vida em fadiga, cujo valor médio da perda da vida em fadiga foi de 98,27%, destacando o efeito negativo da oxidação a altas temperaturas.

Os dados confirmam a importância crítica da escolha da temperatura de oxidação isotérmica ao avaliar a vida em fadiga da liga Ti-6Al-4V. Temperaturas mais elevadas tendem a maiores reduções na vida em fadiga.

Para aplicações em que a vida em fadiga é um fator crítico, é essencial considerar não apenas a confiabilidade desejada, mas também as condições de exposição, como a temperatura de operação. Isso é particularmente relevante para componentes sujeitos a ciclos de fadiga em ambientes de alta temperatura.

Estratégias de proteção contra a oxidação, como revestimentos protetores ou ligas resistentes à oxidação, podem ser necessárias para mitigar os efeitos adversos da oxidação em ligas de titânio, como a Ti-6Al-4V no caso de oxidação durante operação.

Os resultados de vida em fadiga fornecem informações cruciais para o projeto de componentes de liga Ti-6Al-4V em ambientes desafiadores. A consideração cuidadosa da confiabilidade desejada e das condições ambientais é fundamental para garantir a segurança e a durabilidade desses componentes em aplicações críticas. Portanto, a escolha da temperatura de oxidação e a implementação de medidas de proteção adequadas são aspectos essenciais a serem considerados no desenvolvimento de materiais e componentes de alta performance.

A oxidação isotérmica a 350°C, 500°C e 650°C prejudica significativamente a vida em fadiga da liga Ti-6Al-4V, independentemente do nível de confiabilidade, variando e sendo mais influente em temperaturas maiores, como de 500°C e 650°C, pois devido à formação de camadas de óxido que afetam adversamente a resistência à fadiga do material.

Além disso, a análise de Weibull é frequentemente utilizada para avaliar a distribuição de falhas em materiais e componentes, e o parâmetro β desempenha um papel crucial nessa análise.

Para o mesmo nível de tensão (93%) utilizado nos ensaios, observou-se que o parâmetro de forma apresentou valores inferiores a 1, porém próximos. Isso indica que houve uma maior dispersão dos dados e, conseqüentemente, uma menor confiabilidade nas medições.

No entanto, é importante notar que a interpretação do parâmetro β deve ser feita considerando o contexto específico da aplicação e dos dados coletados. Outros fatores, como as condições de teste e a análise estatística, também desempenham um papel na interpretação

correta dos resultados da análise de Weibull. Desta maneira, é essencial considerar todos esses aspectos ao tirar conclusões baseadas no parâmetro β em uma análise de Weibull.

O parâmetro de escala, representado como α , desempenha um papel fundamental nesse contexto. Ele denota o número de ciclos nos quais existe uma probabilidade de 63,2% das amostras falharem sob um determinado nível de tensão, conforme explicado por Cheng *et al.* (2012). Portanto, para cada nível de tensão específico utilizado no ensaio, aproximadamente 63,2% das amostras alcançarão a falha até atingirem o número de ciclos associado ao valor de α .

Essas conclusões são de grande relevância para compreender a distribuição das falhas em relação à vida em fadiga e como os parâmetros de forma e escala afetam a confiabilidade das medições realizadas.

A escolha da temperatura de oxidação isotérmica desempenha um papel crítico no impacto na vida em fadiga, com temperaturas mais altas tendo um efeito mais prejudicial. Os ensaios realizados bem como o presente estudo sugerem a importância do estudo e da consideração da confiabilidade desejada e as condições ambiente na qual o material será empregado, como a temperatura de oxidação, ao projetar componentes de liga Ti-6Al-4V para aplicações sujeitas a ciclos de fadiga e exposição a altas temperaturas, como ocorre na indústria aeronáutica. As informações fornecidas pelos dados de vida em fadiga são essenciais para garantir a segurança e a confiabilidade dessas aplicações.

4.6 Análise das Superfícies de Fratura

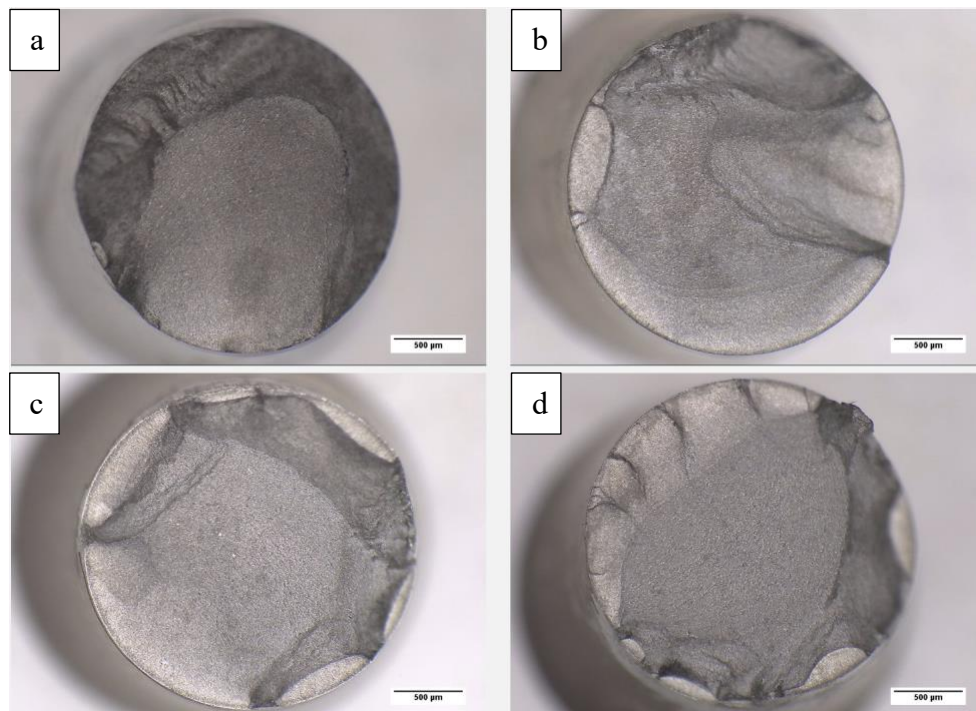
Nesta seção, são apresentadas imagens obtidas através do microscópio Zeiss Axioskop 40 de superfícies de fratura típicas obtidas por meio de microscopia óptica. Essas imagens são de corpos de prova fabricados de acordo com a norma ASTM E466 e incluem amostras de material base (os que não foram submetidos ao ensaio de oxidação isotérmica) e amostras submetidas ao ensaio de oxidação isotérmica.

Primeiramente será fornecida uma visão geral da superfície de fratura de um corpo de prova que não possui recobrimento e que foi confeccionado de acordo com a norma ASTM E466. Detalhamos a região de nucleação das trincas para cada uma das Figuras para as respectivas amostras do material base e as que foram submetidas a ensaios de oxidação isotérmica nas temperaturas de 350°C, 500°C e 650°C.

No processo de nucleação do material base, é relevante notar que as bandas de deslizamento deslizam e formam intrusões ou extrusões na superfície, que são perpendiculares

à mesma e se manifestam em grãos com uma orientação cristalográfica favorável. Essas intrusões e extrusões desempenham o papel de concentradores de tensão, desencadeando o início das trincas na superfície, conforme descrito em estudos anteriores (CHAN, 2010; OLIVEIRA *et al.*, 2018).

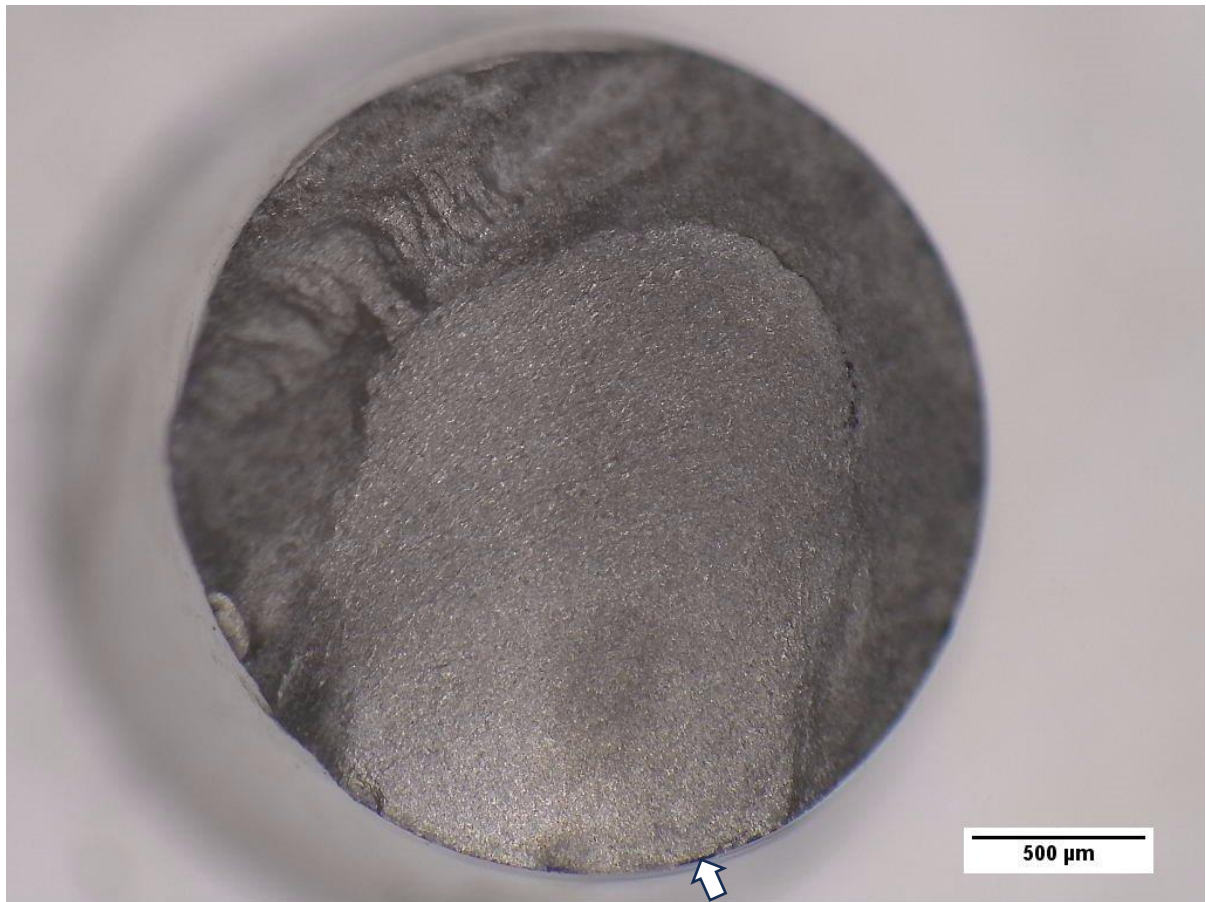
Figura 25 - Superfície de fratura de um corpo de prova do material base (a), 350°C (b), 500°C (c) e 650°C (d).



Fonte: Autoria Própria.

A Figura 25 apresenta as superfícies para o material base e as temperaturas de ensaio de 350°C, 500°C e 650°C para o tempo de 72 horas. Uma visão geral da superfície de fratura de um corpo de prova do material base que não passou pelos ensaios de oxidação isotérmica é mostrada na Figura 26.

Figura 26 - Superfície de fratura de um corpo de prova do material base.



Fonte: Autoria Própria

A Figura 26 exibe a superfície de fratura que retratam as características da zona de início de uma trinca no material base. Essas trincas se originaram na superfície livre no formato mais comumente observado com as características marcas de praia, no qual toda a parte que não apresentou rugosidade serviu como região de propagação de trinca. Esse ponto, ao concentrar as tensões, promove a ocorrência de deformações plásticas localizadas, possibilitando a formação de microtrincas, possuindo relação direta com o número de ciclos que a amostra suportou, um total de 57914 ciclos.

As microtrincas em ligas de Ti-6Al-4V, como em muitos outros materiais metálicos, têm um impacto significativo nas propriedades mecânicas e na integridade estrutural. A forma como as microtrincas agem na liga Ti-6Al-4V podem ser descritas em um formato muito característico dado pelo início da propagação das trincas, a concentração de tensões bem como pela redução da resistência a tração.

As microtrincas podem servir como pontos de início para o crescimento de trincas maiores sob tensão cíclica ou carregamento repetitivo. Isso é particularmente relevante em aplicações sujeitas a fadiga, onde o material é submetido a ciclos repetidos de carregamento e

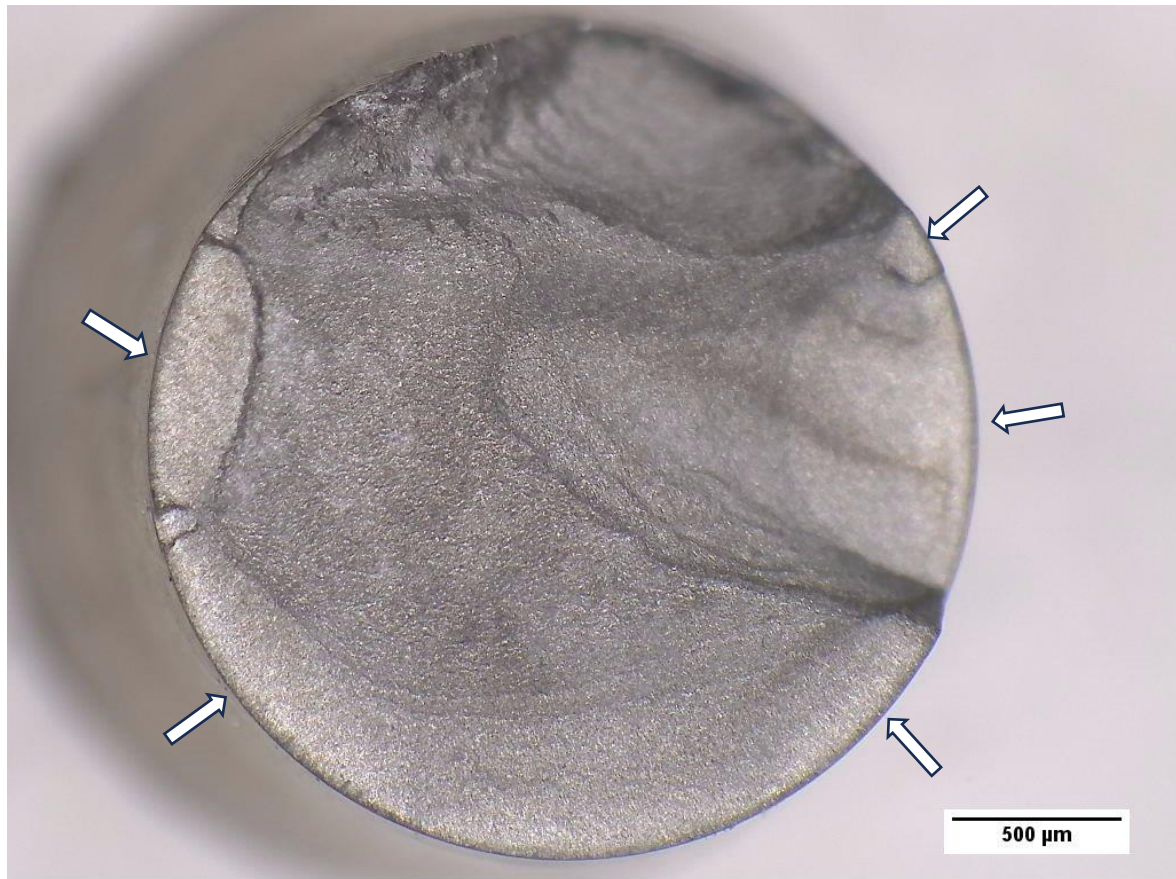
descarregamento, como no setor aeronáutico. As microtrincas podem atuar como sítios preferenciais para a nucleação de trincas de fadiga.

Estas microtrincas também podem atuar como fortes concentradores de tensão, no qual a concentração de tensões é significativamente maior do que na matriz do material circundante. Essas concentrações de tensão podem resultar em maior susceptibilidade à iniciação de trincas, especialmente quando o material está sob carga.

Além disso, a resistência à tração e a tenacidade do material é afetada, tornando-o mais suscetível à fratura. Isso ocorre porque as trincas, mesmo que microscópicas, atuam como pontos de descontinuidade que podem iniciar o processo de falha quando submetidas a tensões elevadas.

Desta maneira, uma vez iniciadas, as microtrincas podem crescer sob a ação de tensões cíclicas, levando à propagação de trincas de fadiga. O crescimento de microtrincas pode afetar adversamente as propriedades mecânicas da liga Ti-6Al-4V, como a resistência à tração, a ductilidade e a tenacidade. Isso é preocupante em aplicações onde a integridade estrutural é essencial.

Figura 27 - Superfície de fratura de um corpo de prova a 350°C -72h.



Fonte: Autoria Própria

A Figura 27 exibe as imagens que retratam as características das zonas de nucleação de trincas no material que sofreu oxidação a 350°C, apresentando 5 principais pontos nos quais é possível observar os pontos de nucleação de trinca na superfície livre do material. O material ensaiado sob fadiga após ensaios a 350°C, suportou 10402 ciclos em fadiga.

Liu *et al.* (2017) examinaram amostras de Ti-6Al-4V oxidadas a 350°C, levando em consideração o modo como a oxidação afeta a microestrutura e observou a formação de uma camada de óxido que se desenvolveu rapidamente durante as primeiras horas de exposição à temperatura de ensaio. Essa camada de óxido, composta principalmente de TiO_2 , desempenhou um papel crucial na nucleação de trincas. A microestrutura da camada de óxido, incluindo sua espessura e aderência à matriz metálica, foi identificada como um fator-chave na formação de trincas.

Smith *et al.* (2015) analisaram a influência das tensões residuais na nucleação de trincas em amostras de Ti-6Al-4V oxidadas a 350°C. Foi observado que as tensões residuais, que se desenvolveram devido à diferença de expansão térmica entre a camada de óxido e o material subjacente, desempenharam um papel crítico na nucleação de trincas. Zonas de maior

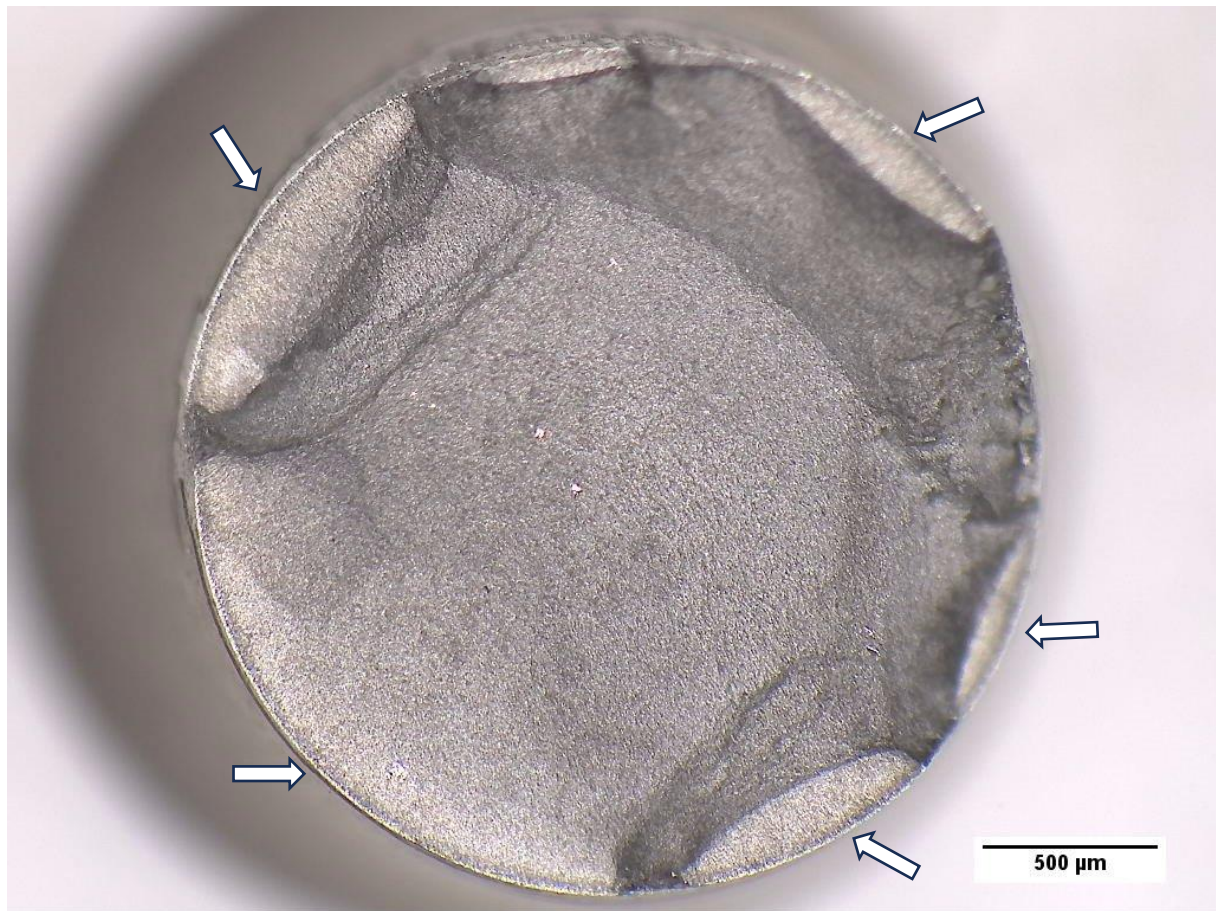
concentração de tensões residuais foram identificadas como locais preferenciais para a iniciação de trincas.

Uma investigação realizada por Chen *et al.* (2018) focada na relação entre as propriedades mecânicas e a nucleação de trincas em ligas de Ti-6Al-4V oxidadas a 350°C, observou que a resistência à tração do material e a dureza da camada de óxido eram fatores cruciais na formação de trincas. Amostras com uma camada de óxido mais dura e mais frágil foram mais suscetíveis à nucleação de trincas.

Com base nos resultados desses estudos e nos resultados obtidos, conclui-se que as características das zonas de nucleação de trincas em ligas de Ti-6Al-4V submetidas a oxidação a 350°C são influenciadas por uma interação complexa de fatores. A formação de uma camada de óxido, principalmente composta de TiO_2 , é um ponto de partida crucial para a nucleação de trincas. A microestrutura e a aderência dessa camada de óxido à matriz metálica desempenham um papel crítico, afetando a vulnerabilidade do material à iniciação de trincas.

Além disso, as tensões residuais, que surgem devido à expansão térmica desigual entre a camada de óxido e o material subjacente, são um fator determinante na nucleação de trincas. Zonas com maiores concentrações de tensões residuais são locais preferenciais para a iniciação de trincas.

As propriedades mecânicas do material e da camada de óxido também desempenham papel crucial na vida em fadiga do material. Uma camada de óxido mais dura e frágil aumenta a probabilidade de trincas, e a resistência à tração do material subjacente desempenha um papel na resistência à nucleação de trincas.



Fonte: Autoria Própria

A Figura 28 exibe as imagens que retratam as características das zonas de nucleação de trincas no material que sofreu oxidação a 500°C, apresentando os principais pontos nos quais é possível observar os pontos de nucleação de trinca na superfície livre do material devido à fragilidade do óxido. O material ensaiado sob fadiga após ensaios a 500°C, suportou 4060 ciclos em fadiga.

De acordo com López *et al.* (2018) as amostras de Ti-6Al-4V que foram oxidadas a 500°C, resultaram em uma camada de óxido mais espessa e porosa em comparação com as amostras oxidadas a 350°C. Essa camada de óxido mais espessa pode impactar significativamente a resposta do material em relação à nucleação de trincas, justificando o motivo do material ensaiado a 500°C apresentar mais pontos de nucleação de trinca, quando comparado ao material ensaiado a 350°C.

Difusão de oxigênio e formação de trincas de acordo com Johnson *et al.* (2017) tem fator preponderantemente ligado à difusão de oxigênio na matriz metálica da liga Ti-6Al-4V em altas temperaturas, como 500°C e 650°C. Foi observado que a difusão de oxigênio na matriz foi mais

pronunciada a 500°C, levando à formação de regiões de maior concentração de óxidos e tensões internas. Essas regiões foram identificadas como locais preferenciais para a nucleação de trincas.

Resistência à fadiga estudada por Wang *et al.* (2019) em consonância com a investigação da resistência à fadiga das amostras de Ti-6Al-4V, as quais foram submetidas a oxidação a 500°C e comparadas com amostras oxidadas a 350°C, foi possível notar que as amostras oxidadas a 500°C exibiram uma redução significativa na resistência à fadiga, com a nucleação de trincas ocorrendo em um número muito menor de ciclos de fadiga em comparação com as amostras oxidadas a 350°C.

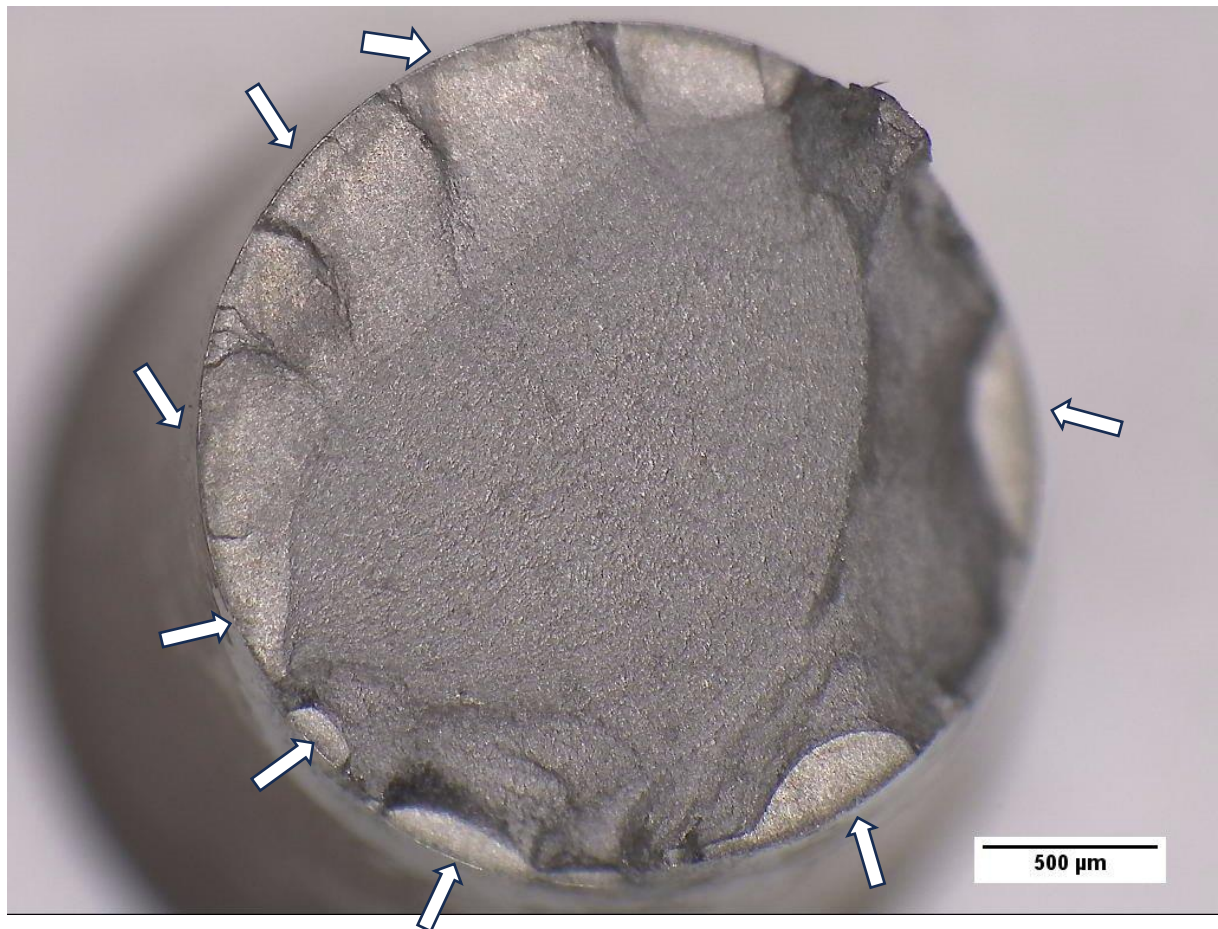
Tal estudo serve para explicar o porquê a diferença em números de ciclos de vida em fadiga passou de 10402 para as amostras que sofreram ensaio de oxidação isotérmica a 350°C para 4063 para as amostras que sofreram ensaio de oxidação isotérmica a 500°C, uma redução comparativamente grande de 50% no número de ciclos.

Com base nos resultados desses estudos e dos resultados obtidos por esse trabalho, nota-se que a oxidação a 500°C tem um impacto substancial nas características das zonas de nucleação de trincas em ligas de Ti-6Al-4V. A principal diferença em relação às amostras oxidadas a 350°C é a formação de uma camada de óxido mais espessa e porosa, juntamente com uma difusão de oxigênio mais acentuada na matriz metálica, influenciando diretamente no número de ciclos que o material foi capaz de suportar. Tal resultado ocorreu devido à fragilidade do óxido.

A principal diferença na resposta em ciclos de fadiga entre as amostras oxidadas a 500°C e as oxidadas a 350°C está na redução significativa na resistência à fadiga das primeiras. A nucleação de trincas ocorre em um número muito menor de ciclos de fadiga nas amostras oxidadas a 500°C, devido às condições mais adversas causadas pela camada de óxido mais espessa e pela difusão de oxigênio mais rápida.

A oxidação a 500°C pode comprometer significativamente a integridade estrutural desses componentes devido à redução na resistência à fadiga. Portanto, a seleção de condições de oxidação apropriadas e medidas de controle de qualidade são essenciais para garantir o desempenho seguro desses materiais em aplicações críticas.

Figura 29 - Superfície de fratura de um corpo de prova a 650°C -72h.



Fonte: Autoria Própria

A Figura 29 exibe as imagens que retratam as características das zonas de nucleação de trincas no material que sofreu oxidação a 650°C, apresentando os principais pontos nos quais é possível observar os pontos de nucleação de trinca na superfície livre do material. O material ensaiado sob fadiga após ensaios a 650°C, suportou 9523 ciclos em fadiga.

A redução na vida em fadiga do material oxidado está relacionada a fragilidade da camada de óxido, que facilita a nucleação de trincas na superfície.

A análise das características das zonas de nucleação de trincas em ligas de Ti-6Al-4V submetidas a ensaios de oxidação isotérmica a 650°C revela importantes implicações sobre o comportamento do material em altas temperaturas. Os resultados desses estudos fornecem informações cruciais sobre o comportamento da vida em fadiga e do número de ciclos que o material suportou durante o ensaio.

Johnson *et al.* (2017) estudaram a camada de óxido a 650°C e examinou amostras de Ti-6Al-4V que foram oxidadas a 650°C. A principal observação foi a formação de uma camada de

óxido significativamente espessa em comparação com as amostras oxidadas a temperaturas mais baixas, como 350°C e ainda mais espessas quando comparadas com as amostras submetidas a ensaios na temperatura de 500°C. A camada de óxido era composta principalmente de TiO₂ e apresentava uma estrutura porosa.

De acordo com Chen *et al.* (2018) o efeito nas propriedades mecânicas em relação com as alterações nas propriedades mecânicas da liga Ti-6Al-4V após a oxidação a 650°C pôde ser observado pela camada de óxido espessa a qual o autor atribuiu a principal causa de uma diminuição acentuada na resistência à tração e na dureza do material, tornando-o mais suscetível a falhas.

A nucleação de trincas em maior número foi um dos fatores preponderantes na amostra a 650°C e embora extremamente próximo aos valores encontrados a 500°C na vida em fadiga, indicaram uma resposta da vida em fadiga e número de ciclos igualmente afetada pela espessa camada de óxido presente no material nestas duas temperaturas mais elevadas.

De acordo com Wang *et al.* (2018) cujo estudo focou na análise da fratura, foi possível constatar que as amostras de Ti-6Al-4V oxidadas a 650°C apresentaram trincas que nuclearam principalmente nas regiões nas quais a camada de óxido estava mais danificada e porosa, indicando que a fragilização da camada de óxido desempenhou um papel fundamental na nucleação de trincas e consequentemente no número de ciclos do material.

A análise dos artigos em conjunto com os resultados obtidos por esse trabalho permitiu traçar um perfil de comportamento para os ensaios de fadiga do material base e para as determinadas amostras que sofreram ensaio de oxidação a 350°C, 500°C e 650°C.

A oxidação a 650°C tem um impacto significativo nas características das zonas de nucleação de trincas em ligas de Ti-6Al-4V em comparação com amostras oxidadas a temperaturas mais baixas, como 350°C e 500°C. Comportamento esse correlacionado com a espessura da camada de óxido, que culminou diretamente na maneira como as trincas se nuclearam, indicando forte fragilidade do material a medida que temperaturas mais elevadas foram empregadas visto que, quanto maior a temperatura de ensaio, maiores foram os pontos de nucleação de trinca das amostras.

Essa camada de óxido espessa afeta drasticamente as propriedades mecânicas do material. A resistência à tração e a dureza da liga Ti-6Al-4V havendo redução significativa, tornando-o mais frágil e menos capaz de resistir a tensões mecânicas. Além disso, a fragilização da camada de óxido poroso contribui para a nucleação de trincas, que tendem a se formar nas regiões danificadas da camada de óxido.

A principal diferença na resposta em ciclos de fadiga entre as amostras oxidadas a 650°C e as oxidadas a temperaturas mais baixas é a fragilização significativa causada pela camada de óxido espessa e porosa. Isso torna as amostras oxidadas a 650°C mais suscetíveis à nucleação de trincas em comparação com as amostras oxidadas a 350°C e 500°C.

A oxidação a 650°C pode comprometer substancialmente a integridade estrutural do material, especialmente em aplicações sujeitas a ciclos de fadiga. Portanto, a escolha das condições de oxidação e a monitorização da integridade do material são essenciais para garantir a segurança e o desempenho adequado em ambientes de alta temperatura.

5 CONCLUSÕES

As principais conclusões observadas a respeito do impacto da oxidação isotérmica nas temperaturas de 350°C, 500°C e 650°C na vida em fadiga da liga Ti-6Al-4V foram:

- A oxidação isotérmica nas temperaturas de 350°C, 500°C e 650°C durante o período de 72 horas, resultou em uma redução significativa na vida em fadiga da liga Ti-6Al-4V.
- A formação da camada de óxido durante a oxidação foi identificada como o fator predominante nessa considerável redução na resistência à fadiga.

Com relação a variação de massa e sua relevância observou-se que:

- A variação de massa indica a presença de óxido, o que influenciou na análise da vida em fadiga e na determinação da espessura média da camada de óxido formada.

Para o resultado relação a influência da temperatura na camada de óxido, constatou-se que:

- Temperaturas mais elevadas, especialmente 500°C e 650°C, favoreceram a formação de uma camada de óxido mais espessa.
- Essa camada mais espessa de óxido teve um impacto negativo na resistência à fadiga do material, destacando a importância crítica da temperatura nesse processo.

As respostas encontradas nos ensaios de vida em fadiga e fragilização especialmente a 650°C sugerem que o material sofreu influência de resposta nas:

- Respostas aos ciclos de fadiga entre amostras oxidadas a 650°C e àquelas a temperaturas mais baixas são atribuídas à fragilização causada pela formação de uma camada espessa e porosa de óxido.

Quando realizado a análise estatística e relação averiguando a resposta da aplicação de temperatura no material, observou-se que:

- A análise da ANOVA e Tukey confirmaram a influência significativa da temperatura nas medições de logaritmo da vida em fadiga.
- A oxidação não alterou significativamente a microdureza do material comparado ao material base.
- Na análise de Tukey, as médias de temperatura foram agrupadas, destacando a similaridade entre 25°C e 350°C, enquanto 650°C e 500°C apresentaram diferenças significativas em relação a temperatura ambiente.

Quando analisado o comprometimento da Integridade Estrutural da liga a 650°C, notou-se que:

- O processo de oxidação a 650°C comprometeu substancialmente a integridade estrutural do material, especialmente em aplicações sujeitas a ciclos de fadiga, como no setor aeronáutico.

- As reduções na vida em fadiga na tensão máxima de 908 MPa foram notáveis, reduzindo de 114.518 para 13.846 ciclos para 350°C, 1864 ciclos para 500°C e 5.800 ciclos para 650°C, destacando a importância da escolha criteriosa das condições de oxidação.

As conclusões para os ensaios de DRX como indicador do comportamento estrutural foram:

- A análise de difração de raios-X (DRX) indicou a presença de picos de TiO_2 que esteve presente principalmente nas temperaturas de 500° a 650°C.
- A presença de picos mais evidentes de TiO_2 a temperaturas mais altas sugere a formação de um óxido estável em relação ao Anatásio, o qual é formado em temperaturas mais baixas, como 350°C.

REFERÊNCIAS

- AGUERO, A. *et al.* Long-term behaviour of Nb and Cr nitrides nanostructured coatings under steam at 650° C: mechanistic considerations. **Journal of alloys and compounds**, Ohio, v. 739, p. 549–558, 2018. Available from: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0925838817344845?via%3Dihub>. Access in: 21 Jun. 2021.
- ALTENBERGER, I. *et al.* On the effect of deep-rolling and laser-peening on the stress-controlled low- and highcycle fatigue behavior of Ti-6Al-4V at elevated temperatures up to 550° C. **Journal of alloys and compounds**, Lausanne, v. 44, p. 292 - 302, 2012. Available from: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0142112312001235?via%3Dihub>. Access in: 23 Nov. 2022.
- ASSIS, F. *et al.* Estudo do tratamento de oxidação em diferentes microestruturas da liga de Titânio. **Tecnologia em metalúrgica, materiais e mineração**, São Paulo, v. 18, p. 1-7, 2021. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/351893906_Estudo_do_tratamento_de_oxidacao_e_m_diferentes_microestruturas_da_liga_de_titanio. Acesso em: 28 Jan. 2023.
- BONORA, R.G. *et al.* Fatigue in AISI 4340 steel thermal spray coating by HVOF for aeronautic application. **Procedia engineering**, Amsterdam, v. 2, n. 1, p. 1617-1623, 2010. Available from: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC7962068/>. Access in: 21 Apr. 2019.
- BOYLES, J. L.; NICOLE, M. A. Weibull analysis for Ti-6Al-4V fatigue life modeling. **Journal of materials engineering and performance**, Lusby, v. 21, p. 345-368, 2010.
- CHEN, W.; BOEHLERT, C. J. The elevated-temperature fatigue behavior of boron-modified Ti-6Al-4V(wt.%) castings. **Materials science and engineering**, Lausanne, v. 494, n. 2, p. 132-138, 2008. Available from: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0921509308004012>. Access in: 28 jan. 2024.

CHEN, D. *et al.* Oxidation-induced changes in surface roughness and microhardness and their effects on the fatigue life of Ti-6Al-4V alloy. **Journal of alloys and compounds**, Lausanne, v. 746, p. 148-155, 2018.

CHENG, X.Y. *et al.* Compression deformation behavior of Ti-6Al-4V alloy with cellular structures fabricated by electron beam melting. **Journal of the mechanical behavior of biomedical materials**, Cambridge, v. 16, p. 153–162, 2012. Available from: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S1751616112002639>. Access in: 28 Jan. 2024.

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. Available from: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0261306910005534>. Access in: 12 Oct. 2023.

CINGI, M. *et al.* High cycle fatigue of thermally oxidized Ti6Al4V alloy. **Materials science forum**, Istanbul, v. 566, p. 561-565, 2007. Available from: <https://www.scientific.net/MSF.561-565.2179>. Access in: 9 Oct. 2022.

DONG, E. *et al.* High-temperature oxidation kinetics and behavior of Ti-6Al-4V alloy. **Materials science and engineering**, Lausanne, v. 88, p. 719-732, 2015. Available from: https://www.researchgate.net/publication/315871007_High-Temperature_Oxidation_Kinetics_and_Behavior_of_Ti-6Al-4V_Alloy. Access in: 28 Jan. 2024.

EBRAHIMI, A. R. *et al.* Effect of thermal oxidation process on fatigue behavior of Ti-4Al-2V alloy. **Surface & coatings technology**, Berna, v. 203, p. 199-203, 2003. Available from: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0257897208007834>. Access in: 28 Jan. 2024.

ESPÍNDOLA, E. S. Influência da oxidação térmica sobre as propriedades da liga Ti-6Al-4V para aplicação em próteses. **Tecnologias para competitividade industrial**, Florianópolis, p. 92-104, 2012. Disponível em: <https://etech.sc.senai.br/revista-cientifica/article/view/225>.

Acesso em: 10 Jun. 2023.

FEDRIGO, G.; WOLFART, M. Avaliação da microestrutura da liga de Titânio Ti-6Al-4V após tratamento térmico de envelhecimento. In: CONGRESSO SEMANA DA CIÊNCIA E TECNOLOGIA SECITEC, 6., 2017, Luzerna. **Anais [...]**. Luzerna: SECITEC, 2017. Disponível em: <https://secitec.luzerna.ifc.edu.br/wp-content/uploads/sites/30/2017/03/Artigo-SECITEC-Vers%C3%A3o-5-Ghisana-21-29.pdf>. Acesso em: 28 Jan. 2024.

FRKAN, M. *et al.* Influence of heat treatment on microstructure, mechanical properties, and fatigue behavior of additively manufactured Ti-6Al-4V alloy. **Journal of alloys and compounds**, Lausanne, v. 20, p. 52-57, 2018. Available from: https://www.researchgate.net/publication/329944052_Influence_of_the_Heat_Treatment_on_the_Microstructure_Mechanical_Properties_and_Fatigue_Behavior_of_Additively_Manufactured_Ti6Al4V_Alloy. Access in: 11 Apr. 2022.

GONÇASVES, F. A. R. *et al.* Estudo do tratamento de oxidação em diferentes microestruturas da liga de titânio. **Tecnologia em metalúrgica, materiais e mineração**, São Paulo, v.18, 2021. Disponível em: <https://tecnologiammm.com.br/doi/10.4322/2176-1523.20212125>. Acesso em: 28 jan. 2024.

GULERYUZ, H. *et al.* Effect of thermal oxidation on corrosion and corrosion-wear behavior of a Ti-6Al-4V alloy. **Biomaterials**, Surrey, v. 25, p. 3325-3333, 2003. Available from: https://www.researchgate.net/publication/351893906_Estudo_do_tratamento_de_oxidacao_em_diferentes_microestruturas_da_liga_de_titanio. Access in: 17 Feb. 2022.

HARDT, S. *et al.* High-temperature fatigue damage mechanisms in near- α titanium alloy IMI 834. **Materials science and engineering**, Seattle, v. 21, p. 779 – 789, 1999. Available from: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0142112399000420>. Access in: 24 Nov. 2023.

JOHNSON, D. R. *et al.* Oxygen diffusion in α -Ti and Ti-6Al-4V at high temperature. **Metallurgical and Materials Transactions**, Warrendale, v. 48, n. 3, p. 1336-1345, 2017.

KUJUR, M. S.; KUNDU, S. Weibull analysis of fatigue life of Ti-6Al-4V alloy with double

Overloads. **Procedia Engineering**, Utrecht, v. 97, p. 1482-1489, 2015.

KUMAR, J. *et al.* Creep-fatigue damage simulation at multiple length scales for an aeroengine titanium alloy. **International journal of fatigues**, Nottingham, v. 116, p. 505–512, 2018. Available from: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S014211231830286X>. Access in: 15 Aug. 2023.

KUSANO, M. *et al.* Tensile properties prediction by multiple linear regression analysis for selective laser melted and post heat-treated Ti-6Al-4V with microstructural quantification. **Materials science and engineering**, Lausanne, v. 787, p. 139-549, 2020. Available from: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0921509320306286>. Access in: 28 Jan, 2024.

LIMA, G. D. *et al.* Influência dos parâmetros de oxidação térmica no comportamento à fadiga da liga Ti-6Al-4V. In: CONGRESSO ANUAL DA ABM, 74., 2019, São Paulo. **Anais [...]**. São Paulo: ABM, 2019. Disponível em: <https://abmproceedings.com.br/ptbr/article/influncia-dos-parmetros-de-oxidao-trmica-no-comportamento-fadiga-da-liga-ti-6al-4v>. Acesso em: 19 Mar. 2022.

LÓPEZ, F. E. *et al.* Oxidation kinetics of Ti-6Al-4V alloys by conventional and electron beam additive manufacturing. **National library of medicine**, Washington, v. 21, n. 4, 2018. Available from: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC9920580/>. Access in: 11 Jun. 2023.

LUTJERING, G.; WILLIAMS, J. C. **Titanium**. 4th ed. New York: Springer, 2007. 209 p.

MAEDA, K. *et al.* Experimental and theoretical study of the effect of Si on the oxidative behavior of Ti-6Al-4V alloys. **Journal of alloys and compounds**, Lausanne, v. 776, p. 519 – 528, 2019.

MASIERO, L. V. *et al.* **Simulação do comportamento mecânico de placas volares de aço inoxidável e da liga de titânio TI-6AL-4V**. 2021. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia, Universidade Federal Fluminense, Rio de Janeiro, 2021.

Disponível em: <https://www.bdt.d.uerj.br:8443/handle/1/16823>. Acesso em: 28 Jan. 2024.

MOURA, A. A.; GOMES, B. S. C. **Projeto de adaptação da MTS para ensaio de fadiga por fretting fio a fio**. 2015. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia, Universidade de Brasília, Brasília, 2015. Disponível em: https://www.oasisbr.ibict.br/vufind/Record/UNB-2_7dae1c6094651b457490ea93f4ac52c9. Acesso em: 28 Jan. 2024.

OLIVEIRA, A. C. *et al.* Effect of nitrogen high temperature plasma based ion implantation on the creep behavior of Ti-6Al-4V alloy. **Applied surface science**, Amsterdam, v. 311, p. 239–244, 2014. Available from: <https://pascal-francis.inist.fr/vibad/index.php?action=getRecordDetail&idt=28597715>. Access in: 11 Oct. 2019.

SECO, F. J.; IRISARRI, A. M. Creep failure of mechanisms of a Ti-6Al-4V thick plate. **Fatigue & fracture of engineering materials & structure**, Bristol, v. 24, p. 741-750, 2008. Available from: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1046/j.1460-2695.2001.00426.x>. Access in: 12 Jul. 2022.

SINGH, K. *et al.* Thermal oxidation of Ti-6Al-4V alloy: Microstructural and electrochemical characterization. **Materials chemistry and physics**, Lausanne, v. 119, n. 1-2, p. 337-346, 2022.

SMITH, W. F.; HASHEMI, J. **Foundations of materials science and engineering**. 7th ed. Tallahassee: McGraw-Hill, 2010. 367 p.

TOKAJI, K. High cycle fatigue behaviour of Ti-6Al-4V alloy at elevated temperatures. **Scripta materialia**, Bethesda, v. 53, n. 15, p. 4105-4113, 2006. Available from: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S1359646206001928>. Access in: 21 Oct, 2023.

VENKATESH. B. D. *et al.* Effect of heat treatment on mechanical properties of Ti-6Al-4V ELI alloy. **Materials science and engineering**, Lausanne, v. 506, n. 1-2, p. 117-124, 2009. Available from: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0921509308012926>.

Access in: 4 Oct. 2023.

WANG, S. *et al.* Influence of the duration of thermal oxidation on the fretting wear behavior of the alloy Ti-6Al-4V. **Materials chemistry and physics**, Lausanne, v. 159, p. 139-151, 2015. Available from: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0254058415002333>. Access in: 15 Aug. 2023.

WHITTAKER, M. T. An analysis of modern creep lifing methodologies in the titanium alloy Ti6-4. **Materials science and engineering**, Lausanne, v. 577, p. 114–119, 2013. Available from: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0921509313003006>. Access in: 10 Aug. 2023.

WILLIAMS, R. *et al.* The impact of oxidised powder particles on the microstructure and mechanical properties of Ti-6Al-4 V processed by laser powder bed fusion. **Additive manufacturing**, Lausanne, v. 46, p. 102-181, 2021. Available from: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S2214860421003444>. Access in: 28 Jan. 2024.

YONEKURA, D. *et al.* Fatigue and wear properties of Ti–6Al–4V alloy with Cr/CrN multilayer coating. **Surface and coatings technology**, Lausanne, v. 275, p. 232–238, 2015. Available from: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0257897215300098>. Access in: 8 Mar. 2023.

ZHANG, Z. X. *et al.* Achieving Grain Refinement and Enhanced Mechanical Properties in Ti–6Al–4V Alloy Produced by Multidirectional Isothermal Forging. **Materials science and engineering**, Lausanne, v. 692, p. 127–138, 2017. Available from: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0921509317303143>. Access in: 7 Dec, 2022.

ZHAO, Y. *et al.* Achieving low elastic modulus, excellent work hardening and high corrosion resistance in Ti-6Al-4V-5.6Cu alloy. **Journal of alloys and compounds**, Brighton, v. 959, p. 67-76, 2023. Available from: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0925838823018856>. Access in: 4 Oct,

2022.

ZHENG, Z. *et al.* Fractographic study of fatigue cracks in a Steel car wheel. **Engineering failure analysis**, Oxford, v. 47, p. 199-207, 2015. Available from:
<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S1350630714002854>. Access in 8 Feb. 2021.

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, 2012. Disponível em:
<https://lume.ufrgs.br/handle/10183/35620>. Acesso em: 4 Set. 2023.