



MINISTÉRIO DA CIÊNCIA E TECNOLOGIA  
**INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS**

**INPE-14182-TDI/1094**

**EFEITO DO RECOBRIMENTO CERÂMICO E DA ATMOSFERA  
DE ENSAIO NA FLUÊNCIA DE LIGA METÁLICA REFRAATÁRIA  
DE TITÂNIO**

Danieli Aparecida Pereira Reis

Tese de Doutorado do Curso de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia  
Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores, orientada pelos Drs. Cosme  
Roberto Moreira da Silva e Maria do Carmo de Andrade Nono,  
aprovada em 30 de setembro de 2005.

Publicado por:

**esta página é responsabilidade do SID**

Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE)

Gabinete do Diretor – (GB)

Serviço de Informação e Documentação (SID)

Caixa Postal 515 – CEP 12.245-970

São José dos Campos – SP – Brasil

Tel.: (012) 3945-6911

Fax: (012) 3945-6919

E-mail: [pubtc@sid.inpe.br](mailto:pubtc@sid.inpe.br)

**Solicita-se intercâmbio  
We ask for exchange**

**Publicação Externa – É permitida sua reprodução para interessados.**



MINISTÉRIO DA CIÊNCIA E TECNOLOGIA  
**INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS**

**INPE-14182-TDI/1094**

**EFEITO DO RECOBRIMENTO CERÂMICO E DA ATMOSFERA  
DE ENSAIO NA FLUÊNCIA DE LIGA METÁLICA REFRAATÁRIA  
DE TITÂNIO**

Danieli Aparecida Pereira Reis

Tese de Doutorado do Curso de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia  
Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores, orientada pelos Drs. Cosme  
Roberto Moreira da Silva e Maria do Carmo de Andrade Nono,  
aprovada em 30 de setembro de 2005.

669.295:523.03

Reis, D. A. P.

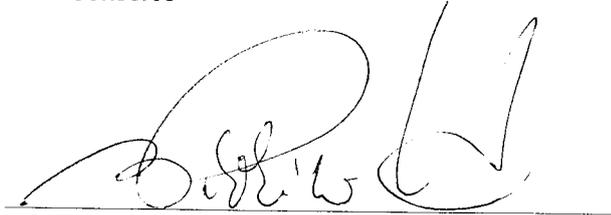
Efeito do recobrimento cerâmico e da atmosfera de ensaio na fluência de liga metálica refratária de titânio / Danieli Aparecida Pereira Reis. – São José dos Campos: INPE, 2005.

199 p. ; (INPE-14182-TDI/1094)

1. Análise de fluência. 2. Ligas de titânio. 3. Atmosferas controladas. 4. Resistência à oxidação. 5. Óxidos de zircônio. I. Título.

Aprovado (a) pela Banca Examinadora  
em cumprimento ao requisito exigido para  
obtenção do Título de Doutor(a) em  
ETE/Ciência e Tecnologia de Materiais e  
Sensores

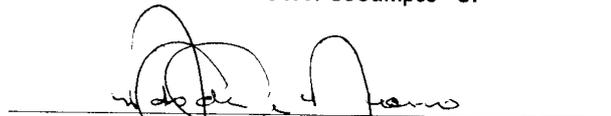
Dr. Francisco Piorino Neto



---

Presidente / IAE/CTA / SJC Campos - SP

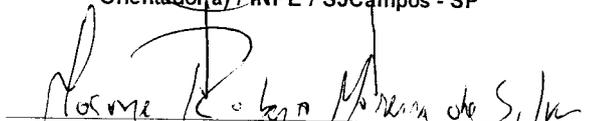
Dra. Maria do Carmo de Andrade Nono



---

Orientador(a) / INPE / SJC Campos - SP

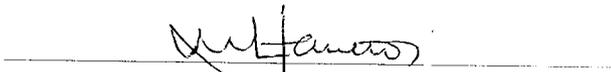
Dr. Cosme Roberto Moreira da Silva



---

Orientador(a) / IAE/CTA / SJC Campos - SP

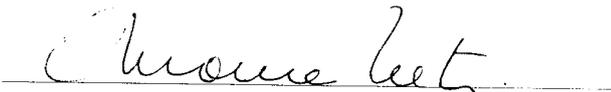
Dra. Sonia Maria Zanetti



---

Membro da Banca / INPE / São José dos Campos - SP

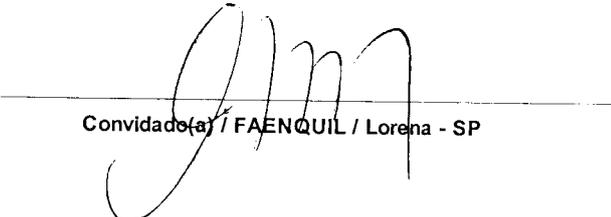
Dr. Carlos de Moura Neto



---

Convidado(a) / ITA / SJC Campos - SP

Dr. Miguel Justino Ribeiro Barboza



---

Convidado(a) / FAENQUIL / Lorena - SP

Aluno (a): Danieli Aparecida Pereira Reis

São José dos Campos, 30 de setembro de 2005



*“O valor das coisas não está no tempo que elas duram, mas na intensidade com que acontecem. Por isso existem momentos inesquecíveis, coisas inexplicáveis e pessoas incomparáveis”.*

FERNANDO PESSOA



*Às minhas fontes de vida e amor,*

*Dri e Rafael.*

*Ao mestre e amigo,*

*Miguel Justino Ribeiro Barboza.*



## AGRADECIMENTOS

Ao Laboratório de Materiais e Sensores do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (LAS/INPE), pela oportunidade de estudo e utilização de suas instalações.

À Pós-Graduação de Engenharia e Tecnologia Espaciais na Área de Concentração em Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores, pela oportunidade de desenvolvimento deste trabalho.

À Divisão de Materiais do Instituto de Aeronáutica e Espaço do Centro Técnico Aeroespacial (AMR/IAE/CTA), pela utilização de suas instalações, principalmente para a realização dos ensaios de fluência.

À Fundação de Amparo à Pesquisa de São Paulo (FAPESP), pelo apoio financeiro - Proc. 02/04736-7.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Cosme Roberto Moreira da Silva, pela orientação, amizade e confiança e por quem tenho profunda admiração e carinho.

À orientadora, Prof. Dra. Maria do Carmo de Andrade Nono, pela orientação, apoio na realização deste trabalho e principalmente pela pessoa especial que demonstrou ser, sempre me ajudando a superar as dificuldades ocorridas em minha vida.

Ao mestre e grande amigo, Prof. Dr. Miguel Justino Ribeiro Barboza, pela oportunidade deste trabalho de tese, por me apresentar uma área tão apaixonante como a da fluência e pela sua atenção e longas conversas e discussões de resultados durante todo o trabalho. E a sua esposa, Michele Barboza, pela constante amizade e incentivo.

Ao amigo Prof. Dr. Francisco Piorino Neto, pela amizade, apoio e constante ajuda na montagem dos fornos e execução dos ensaios de fluência.

À Rolls-Royce Brasil em São Bernardo do Campo - SP pela execução dos recobrimentos de aspersão térmica, em especial aos Engs. Luciano de Pinho e César A. Segala, pela atenção e suporte prestados.

Ao Departamento de Engenharia de Materiais (DEMAR) da Faculdade de Engenharia Química de Lorena (FAENQUIL), pelas análises de Microscopia Eletrônica de Varredura.

Aos amigos do Laboratório Associado de Materiais e Sensores (LAS/INPE), da Divisão de Materiais (AMR/CTA) e do Departamento de Engenharia de Materiais (DEMAR/FAENQUIL), pela amizade e ajuda na execução deste trabalho.

A Deus, pelas inúmeras vitórias conseguidas durante a execução deste trabalho.

À minha família, pelo constante apoio, em especial ao meu marido Dri, sempre me dando força e carinho e a meu filhote Rafael, fonte de amor e alegria durante a escrita da tese.

Aos amigos, que não mediram esforços para me apoiar e incentivar nesta caminhada: Gislene Valdete Martins, Rogério de Almeida Vieira, Yuliya Koldayeva, Elisa Bueno Taddei e Daniel Soares de Almeida.

## RESUMO

Neste trabalho de doutorado, pretende-se dar continuidade às pesquisas já iniciadas nos estudos da liga Ti-6Al-4V. Tais estudos foram efetuados apenas com a liga não recoberta, sob condições de fluência realizada ao ar. O objetivo deste projeto foi a avaliação do efeito de recobrimento cerâmico e da atmosfera de ensaio na fluência de liga refratária. A liga selecionada (Ti-6Al-4V) foi submetida a ensaios de fluência em atmosfera controlada de nitrogênio, em temperaturas de 500°C, 600°C e 700°C, inicialmente na modalidade de carga constante, na faixa de 312 a 520 MPa, para a temperatura de 500°C; na faixa de 125 a 319 MPa, para a temperatura de 600°C e, na faixa de 14 a 56 MPa, para a temperatura de 700°C. Outras amostras da liga foram recobertas com CoNiCrAlY + ZrO<sub>2</sub>, através da deposição por aspersão térmica. O recobrimento supracitado, além de atuar como barreira térmica, teve o efeito de reduzir a oxidação sob condições de ensaio. A liga Ti-6Al-4V recoberta foi analisada sob condições de fluência ao ar, em temperaturas de 500°C, 600°C e 700°C e mesmas condições de carga utilizadas nos ensaios de fluência realizados sob atmosfera de nitrogênio da liga não recoberta. São obtidos para todos os casos, conjuntos de curvas e parâmetros experimentais relativos às regiões primária, secundária e terciária como função das tensões e temperaturas aplicadas. A ductilidade, taxa de fluência estacionária e tempo de vida são avaliados quanto aos efeitos da atmosfera de ensaio e do recobrimento, podendo-se estabelecer uma análise comparativa com os resultados obtidos ao ar e sem recobrimento da mesma liga, em estudos anteriores. A caracterização microestrutural é avaliada por microscopia óptica e pela técnica de microscopia eletrônica de varredura.



## **EFFECT OF THE CERAMIC COATING AND THE ATMOSPHERE ON THE CREEP OF TITANIUM METALLIC REFRACTORY ALLOY**

### **ABSTRACT**

In this work intends to continue the research already initiated in the studies of the Ti-6Al-4V alloy. Such studies had been effected only with the uncovered alloy under creep air conditions. The objective of this project was the evaluation of the effects of ceramic coatings and the atmosphere on creep in titanium metallic refractory alloy. The selected alloy (Ti-6Al-4V) was submitted to creep tests in controlled nitrogen atmosphere in temperatures of 500°C, 600°C and 700°C, initially in constant load modalities, in the range of 312 to 520 MPa for the temperature of 500°C, in the range of 125 to 319 MPa for 600°C and in the range of the 14 to 56 MPa for 700°C. Other samples of the alloy had been covered with CoNiCrAlY + ZrO<sub>2</sub> through the deposition for thermal aspersión. The above-mentioned coating besides acting as thermal barrier had the effect to reduce the oxidation under test conditions. The covered Ti-6Al-4V alloy is analyzed under creep room conditions in temperatures of 500°C, 600°C and 700°C and the same used conditions of load in the creep tests under nitrogen atmosphere of the uncovered alloy. It is obtained to all cases, sets of curves and relative experimental parameters to the primary, secondary and tertiary regions as applied function of the stress and temperatures applied. Ductility, stead-state creep rate and life time had been evaluated in relation to the effect of the test atmosphere and the coating, it was established a comparative analysis with the results gotten to the air and without coating of the same alloy, in previous studies. The microstructural characterization is evaluated by optical and scanning electronic microscopy.



## SUMÁRIO

Pág.

### LISTA DE FIGURAS

### LISTA DE TABELAS

### LISTA DE SÍMBOLOS

### LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

<b>CAPÍTULO 1 -INTRODUÇÃO .....</b>	<b>29</b>
1.1 – Considerações Gerais.....	29
1.2 – Objetivos .....	32
<b>CAPÍTULO 2 -REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....</b>	<b>35</b>
2.1 – Aspectos Gerais do Fenômeno de Fluência .....	35
2.2 – O Fenômeno de Fluência .....	39
2.2.1 – Ensaio de Fluência.....	42
2.2.2 – Efeitos da Tensão e da Temperatura.....	44
2.2.3 – Estágios de Fluência .....	46
2.2.3.1 – Estágio I.....	45
2.2.3.2 – Estágio II.....	46
2.2.3.3 – Estágio III.....	47
2.2.4 – Comportamento dos Materiais em Altas Temperaturas .....	48
2.2.5 – Mecanismos de Fratura.....	51
2.2.6 – Mecanismos Responsáveis pela Deformação em Fluência .....	51
2.2.6.1 – Fluência por difusão.....	52
2.2.6.2 – Fluência por deslizamento e escalagem de discordâncias.....	57
2.2.6.3 – Fluência por deslizamento de contorno de grão.....	61
2.2.7 – A Lei de Potência.....	66
2.2.8 – Energia de Ativação para o Estado de Equilíbrio em Fluência .....	69
2.2.9 – Teorias de Fluência .....	71
2.2.10 – Apresentação dos Dados Experimentais de Fluência em Engenharia .....	74
2.2.10.1 – Métodos para Extrapolação de Dados .....	74
2.2.11 – Ligas Metálicas Resistentes à Fluência .....	75
2.3 – Aspectos Gerais sobre Titânio e Suas Ligas.....	77
2.3.1 – Classificação das Ligas de Titânio .....	83

<a href="#">2.3.2 – A Liga Ti-6Al-4V</a> .....	85
<a href="#">2.4 – Recobrimentos Resistentes à Oxidação</a> .....	85
<a href="#">2.4.1 – Recobrimentos por Aspersão Térmica</a> .....	86
<a href="#">2.4.2 – Recobrimentos de Barreira Térmica (TBCs)</a> .....	88

### **CAPÍTULO 3 -MATERIAIS E METÓDOS..... 91**

<a href="#">3.1 – A Liga Ti-6Al-4V</a> .....	91
<a href="#">3.2 – Ensaios de Tração a Quente</a> .....	92
<a href="#">3.3 – Ensaios de Fluência</a> .....	93
<a href="#">3.3.1 – Adaptação de Forno de Fluência em Atmosfera de Nitrogênio</a> .....	93
<a href="#">3.3.1.1 – Forno de Fluência</a> .....	93
<a href="#">3.3.1.2 – Tampa refratária</a> .....	96
<a href="#">3.3.1.3 – Fole de vedação</a> .....	97
<a href="#">3.3.2 – Ensaio de fluência ao ar com corpos de prova recobertos</a> .....	106
<a href="#">3.3.2.1 – Forno de fluência</a> .....	106
<a href="#">3.4 – Deposição por Aspersão Térmica</a> .....	106
<a href="#">3.5 – Caracterização do Recobrimento</a> .....	109
<a href="#">3.5.1 – Análise de rugosidade</a> .....	109
<a href="#">3.5.2 – Ensaio de dobramento</a> .....	109
<a href="#">3.5.3 – Ensaio de microdureza</a> .....	110
<a href="#">3.5.4 – Difração de Raios X</a> .....	110
<a href="#">3.5.5 – Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Raios X por Energia Dispersiva (EDS)</a> .....	110
<a href="#">3.6 – Execução dos Ensaios de Fluência</a> .....	110
<a href="#">3.7 – Caracterização Microestrutural dos CDP Após Ensaio de Fluência</a> .....	112

### **CAPÍTULO 4 -RESULTADOS E DISCUSSÕES..... 113**

<a href="#">4.1 – Ensaios de Tração à Quente</a> .....	113
<a href="#">4.2 – Ensaios Preliminares de Fluência em Atmosfera de Nitrogênio</a> .....	113
<a href="#">4.3 – Caracterização do Recobrimento</a> .....	117
<a href="#">4.3.1 – Análise de rugosidade</a> .....	118
<a href="#">4.3.2 – Ensaio de dobramento</a> .....	119
<a href="#">4.3.3 – Ensaio de microdureza</a> .....	121
<a href="#">4.3.4 – Difração de Raios X</a> .....	122
<a href="#">4.3.5 – Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Raios X por Energia Dispersiva (EDS)</a> .....	123
<a href="#">4.4 – Microscopia Óptica</a> .....	124
<a href="#">4.4.1 – Análise das Seções Transversal e Longitudinal dos CDP após Ensaio de Fluência</a> .....	125
<a href="#">4.5 – Ensaios de Fluência</a> .....	127
<a href="#">4.5.1 – Ensaios de Fluência em Atmosfera de Nitrogênio</a> .....	128
<a href="#">4.5.2 – Comparação dos Resultados de Fluência em Atmosfera de Nitrogênio e ao Ar<sup>[1]</sup></a> .....	139

<u>4.5.3 – Ensaio de Fluência ao Ar com Recobrimento Cerâmico</u> .....	149
<u>4.5.4 – Ensaio de Fluência ao Ar com Recobrimento Metálico</u> .....	155
<u>4.5.5 – Comparação dos Resultados de Fluência em Atmosfera de Nitrogênio, ao Ar com Recobrimento Cerâmico e Metálico e ao Ar sem Recobrimento<sup>[1]</sup></u> .....	159
<u>4.6 – Análise Fractográfica</u> .....	164
<u>4.7 – Estereoscópio</u> .....	175
<b><u>CAPÍTULO 5 -CONCLUSÕES</u></b> .....	<b>179</b>
<b><u>CAPÍTULO 6 -SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS</u></b> .....	<b>183</b>
<b><u>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</u></b> .....	<b>185</b>
<b><u>APÊNDICE A - ARTIGOS APRESENTADOS EM CONGRESSOS E SUBMETIDOS À PUBLICAÇÃO</u></b> .....	<b>193</b>



## LISTA DE FIGURAS

<u>2.1</u> - Representação esquemática de uma turbina a gás.....	38
2.2 - Curva típica de fluência com a designação dos estágios.....	41
2.3 - Corpo de prova padrão para ensaios de tração com seção reta circular (dimensões em mm).....	42
2.4 - Influência da tensão $\sigma$ e da temperatura $t$ no comportamento em fluência de materiais.....	44
2.5 - Tensão em função do tempo de vida até a ruptura para uma liga Ni-C com baixo teor de liga a três temperaturas diferentes.....	45
2.6 - Curva típica de fluência mostrando os três estágios do processo: Curva A, ensaio em carga constante; curva B, ensaio em tensão constante.....	50
2.7 - Representação esquemática da fluência por difusão em uma microestrutura de grãos.....	52
2.8 - Fluxo de vazios resultando em aumento de comprimento de grão.....	54
2.9 - Fluxo de vacâncias através do volume do grão (Nabarro-Herring) ou ao longo do contorno de grão (Coble).....	55
2.10 - Deslizamento de discordâncias em baixas temperaturas. a) Superação da barreira de Peierls, b) Interação entre as partículas de precipitado.....	57
2.11 - Deslizamento e escalagem de discordâncias em altas temperaturas (S é a fonte de discordâncias).....	58
2.12 - Representação esquemática da movimentação das mudanças de discordâncias durante a fluência. a) emaranhado de discordâncias, b) recuperação, c) formação do sub-grão e d) discordâncias mais livres.....	60
2.13 - Princípio de deslizamento do contorno de grão: a) como na fluência convencional, quando o tamanho de grão, $d$ , é maior que o tamanho de equilíbrio do subgrão, $\lambda$ , a acomodação se dá por deslizamento intragranular no contorno de subgrão dentro dos grãos; e b) como na superplasticidade, quando o tamanho de grão, $d$ , é menor que o tamanho de equilíbrio do subgrão, $\lambda$ , a acomodação se dá por deslizamento intragranular no contorno de grão oposto.....	62
2.14 - Ilustração esquemática da taxa de deformação como função da tensão para metais puros (escala logarítmica). a) próximo ao ponto de fusão b) próximo a $0,5 T_f$ .....	64
2.15 - Energia de ativação para fluência em monocristais de Al.....	71
2.16 - Variação da tensão local e a densidade de discordâncias em regiões de alta dureza (paredes da célula) e de baixa dureza (interior da célula) durante a fluência.....	72
2.17 - Gráfico força $\times$ distância para uma discordância superar a barreira ABCDE.....	73
2.18 - Representação esquemática de uma escalagem de discordância.....	73
2.19 - Pseudo-diagrama de fases binário do titânio.....	84
3.1 - Configuração do corpo de prova (dimensões em mm).....	92

3.2 - Representação esquemática do forno de fluência sem as adaptações para os ensaios em atmosfera de nitrogênio.....	94
3.3 - Forno de fluência realizando um ensaio ao ar.....	95
3.4 - Desenho do forno de fluência com a tampa refratária.....	96
3.5 - a) Desenho esquemático do forno de fluência com fole de vedação para ensaios em atmosfera de nitrogênio. b) Ampliação do sistema de vedação do forno de fluência: 1-flange do fole superior; 2-tampa dos o-rings superiores; 3-fole superior; 4-isolador de calor superior; 5-tubo da câmara do forno; 6-corpo de prova; 7-isolador de calor inferior; 8-fole inferior; 9- tampa dos o-rings inferiores; 10- flange do fole inferior; 11-haste do extensômetro; 12- fixador do LVDT.).....	99
3.6 - Forno de fluência com fole de vedação para ensaio com atmosfera de nitrogênio....	100
3.7 – a) Ventoinhas utilizadas para a refrigeração dos foles de vedação, b) chapa de aço-inox para efetivar a refrigeração na parte superior do forno, c) sistema de Y para a troca de gás sem interrupção e d) borbulhador com mangueira de saída de gás para fora do laboratório (d).....	101
3.8 - Termopar tipo cromel-alumel utilizado nos ensaios.....	102
3.9 – a) Sistema utilizado nas medidas de alongamento e b) controle da temperatura.....	103
3.10 - Extensômetro com varetas mais compridas, comparado com o extensômetro anteriormente utilizado.....	103
3.11 - Monitor de vídeo no momento da execução de um teste de fluência.....	104
3.12 - Curva de calibração para o LVDT.....	105
3.13 - Equipamento utilizado para a calibração do LVDT.....	105
3.14 - Etapas para o recobrimento dos cdp para ensaio de fluência: a) corpo de prova jateado; b) preparação do equipamento; c) metalização da camada metálica; d) cdp com camada metálica; e) cdp pronto para metalização; f) aplicação da camada cerâmica; g) cdp com camada cerâmica; h) cdp recoberto para ensaio de fluência.....	108
4.1 - Corpo de prova após ruptura em ensaio a 600°C e 250MPa.....	114
4.2 - Curva deformação verdadeira X tempo a 600°C e 250 MPa.....	115
4.3 - Corpo de prova após ruptura em ensaio a 600°C e 250MPa.....	116
4.4 - Curva deformação verdadeira X tempo a 600°C e 250 MPa.....	116
4.5 - Curva deformação verdadeira X tempo a 600°C e 319 MPa.....	117
4.6 - Linha de perfil de rugosidade das superfícies analisadas.....	119
4.7 - Etapas do ensaio de dobramento nas chapas de Ti-6Al-4V recobertas: a) início do dobramento; b) dobramento até 90°; c) chapa recoberta e não recoberta após ensaio (visão lateral) e d) chapa recoberta e não recoberta após ensaio (visão frontal).....	120
4.8 – Imagens via MEV das chapas ensaiadas: a) chapa com recobrimento metálico; e b) chapa com recobrimento cerâmico.....	121
4.9 - Difrátogramas de raios X das pastilhas recobertas: a) recobrimento cerâmico; e b) recobrimento metálico.....	122
4.10 - Micrografias obtidas via MEV do recobrimento utilizado no substrato de titânio. a) camadas depositadas sob substrato de titânio, b) visão ampliada das camadas depositadas sob substrato de titânio: 1) camada cerâmica, 2) camada metálica e 3) substrato de titânio.....	123

4.11 - Micrografia da liga Ti-6Al-4V como recebida.....	125
4.12 - Seção transversal (a) e longitudinal (b) de uma amostra testada sob condições de fluência a 600°C, 250 MPa em atmosfera de nitrogênio.....	126
4.13 - Seção longitudinal de uma amostra testada sob condições de fluência a 700°C, 42 MPa com recobrimento cerâmico ao ar.....	126
4.14 - Seção longitudinal de uma amostra testada sob condições de fluência a 700°C, 56 MPa com recobrimento metálico ao ar.....	127
4.15 - Curva deformação verdadeira X tempo a 500°C e 312 MPa em atmosfera de nitrogênio (teste interrompido).....	128
4.16 - Curva deformação verdadeira X tempo a 500°C e 361 MPa em atmosfera de nitrogênio (teste interrompido).....	129
4.17 - Curva deformação verdadeira X tempo a 500°C e 465 MPa em atmosfera de nitrogênio (teste interrompido).....	130
4.18 - Curva deformação verdadeira X tempo a 500°C e 520 MPa em atmosfera de nitrogênio.....	131
4.19 - Curva deformação verdadeira X tempo a 600°C e 125 MPa em atmosfera de nitrogênio.....	132
4.20 - Curva deformação verdadeira X tempo a 600°C e 222 MPa em atmosfera de nitrogênio.....	133
4.21 - Curva deformação verdadeira X tempo a 600°C e 250 MPa em atmosfera de nitrogênio.....	134
4.22 - Curva deformação verdadeira X tempo a 600°C e 319 MPa em atmosfera de nitrogênio.....	135
4.23 - Curva deformação verdadeira X tempo a 700°C e 14 MPa em atmosfera de nitrogênio (teste interrompido).....	136
4.24 - Curva deformação verdadeira X tempo a 700°C e 42 MPa. em atmosfera de nitrogênio (teste interrompido).....	137
4.25 - Curva deformação verdadeira X tempo a 700°C e 56 MPa em atmosfera de nitrogênio (teste interrompido).....	138
4.26 - Curvas típicas de fluência da liga Ti-6Al-4V: a) 500°C / 520 MPa; b) 600°C / 319 MPa e c) 700°C / 14 MPa.....	139
4.27 - Dependência do tempo de fluência primária com a tensão aplicada ao ar <sup>[1]</sup> e em atmosfera de nitrogênio (a) 500°C, (b) 600°C e (c) 700°C.....	143
4.28 - Dependência da taxa de fluência estacionária com a tensão aplicada ao ar <sup>[1]</sup> e em atmosfera de nitrogênio (a) 500°C, (b) 600°C e (c) at 700°C.....	144
4.29 - Dependência da taxa de fluência estacionária com o tempo de ruptura.....	148
4.30 - Deformação na fratura como uma função da tensão aplicada.....	148
4.31 - Curva deformação verdadeira X tempo a 500°C e 465 MPa, ao ar em amostras com recobrimento cerâmico.....	150
4.32 - Curva deformação verdadeira X tempo a 500°C e 520 MPa, ao ar em amostras com recobrimento cerâmico.....	151
4.33 - Curva deformação verdadeira X tempo a 600°C e 250 MPa, ao ar em amostras com recobrimento cerâmico.....	152
4.34 - Curva deformação verdadeira X tempo a 600°C e 319 MPa, ao ar em amostras com recobrimento cerâmico.....	153

4.35 - Curva deformação verdadeira X tempo a 700°C e 42 MPa, ao ar em amostras com recobrimento cerâmico.....	154
4.36 - Curva deformação verdadeira X tempo a 700°C e 56 MPa, ao ar em amostras com recobrimento cerâmico.....	155
4.37 - Curva deformação verdadeira X tempo a 500°C e 520 MPa, ao ar em amostras com recobrimento cerâmico.....	156
4.38 - Curva deformação verdadeira X tempo a 600°C e 319 MPa, ao ar em amostras com recobrimento cerâmico.....	157
4.39 - Curva deformação verdadeira X tempo a 700°C e 56 MPa, ao ar em amostras com recobrimento cerâmico.....	158
4.40 - Curvas típicas de fluência da liga Ti-6Al-4V: a) 500°C / 520 MPa, b) 600°C / 319 MPa e c) 700°C / 56 MPa.....	159
4.41 - Aspecto geral da superfície de fratura a 500°C, 520 MPa, em atmosfera de nitrogênio.....	165
4.42 - Região central da superfície de fratura a 500°C, 520 MPa, em atmosfera de nitrogênio.....	165
4.43 - Aspecto geral da superfície de fratura a 600°C, 319 MPa, em atmosfera de nitrogênio.....	166
4.44 - Região central da superfície de fratura a 600°C, 319 MPa, em atmosfera de nitrogênio.....	166
4.45 - Aspecto geral da superfície de fratura a 700°C, 56 MPa, em atmosfera de nitrogênio.....	167
4.46 - Região central da superfície de fratura a 700°C, 56 MPa, em atmosfera de nitrogênio.....	167
4.47 - Aspecto geral da superfície de fratura a 500°C, 520 MPa, com recobrimento cerâmico ao ar.....	168
4.48 - Região central da superfície de fratura a 500°C, 520 MPa, com recobrimento cerâmico ao ar.....	169
4.49 - Aspecto geral da superfície de fratura a 600°C, 319 MPa, com recobrimento cerâmico ao ar.....	169
4.50 - Região central da superfície de fratura a 600°C, 319 MPa, com recobrimento cerâmico ao ar.....	170
4.51 - Aspecto geral da superfície de fratura a 700°C, 56 MPa, com recobrimento cerâmico ao ar.....	170
4.52 - Região central da superfície de fratura a 700°C, 56 MPa, com recobrimento cerâmico ao ar.....	171
4.53 - Aspecto geral da superfície de fratura a 500°C, 520 MPa, com recobrimento metálico ao ar.....	172
4.54 - Região central da superfície de fratura a 500°C, 520 MPa, com recobrimento metálico ao ar.....	172
4.55 - Aspecto geral da superfície de fratura a 600°C, 319 MPa, com recobrimento metálico ao ar.....	173
4.56 - Região central da superfície de fratura a 600°C, 319 MPa, com recobrimento metálico ao ar.....	173
4.57 - Aspecto geral da superfície de fratura a 700°C, 56 MPa, com recobrimento metálico ao ar.....	174

4.58 - Região central da superfície de fratura a 700°C, 56 MPa, com recobrimento metálico ao ar.....	174
4.59 - Amostra testada sob condições de fluência a 500°C, 520 MPa, com recobrimento cerâmico ao ar. Aumento 6x (a) e 20x (b).....	176
4.60 - Amostra testada sob condições de fluência a 500°C, 520 MPa, com recobrimento metálico ao ar. Aumento 6x (a) e 20x (b).....	176
4.61 - Amostra testada sob condições de fluência a 700°C, 56 MPa, com recobrimento cerâmico ao ar. Aumento 6x (a) e 16x (b).....	177
4.62 - Amostra testada sob condições de fluência a 600°C, 319 MPa, em atmosfera de nitrogênio. Aumento 32x.....	178



## LISTA DE TABELAS

3.1 - Composição química dos pós utilizados (Sulzer Metco).....	107
4.1 - Resultados dos testes de tração à quente.....	113
4.2 - Valores de rugosidade média ( $R_a$ ) obtidos para as superfícies de depósitos.....	118
4.3 - Valores médios de microdureza para pastilhas de Ti-6Al-4V recobertas analisadas.....	122
4.4 - Análise semi-quantitativa de EDS das superfícies analisadas.....	124
4.5 - Parâmetros experimentais a 500°C, em atmosfera de nitrogênio.....	132
4.6 - Parâmetros experimentais a 600°C, em atmosfera de nitrogênio.....	135
4.7 - Parâmetros experimentais a 700°C, em atmosfera de nitrogênio.....	138
4.8 - Dados de fluência a 500, 600 e 700°C.....	142
4.9 - Parâmetros experimentais a 500°C, ao ar em amostras com revestimento cerâmico.....	151
4.10 - Parâmetros experimentais a 600°C, ao ar em amostras com revestimento cerâmico.....	153
4.11 - Parâmetros experimentais a 700°C, ao ar em amostras com revestimento cerâmico.....	155
4.12 - Parâmetros experimentais a 500°C, ao ar com revestimento metálico.....	157
4.13 - Parâmetros experimentais a 600°C, ao ar com revestimento metálico.....	158
4.14 - Parâmetros experimentais a 700°C, ao ar com revestimento metálico.....	159
4.15 - Dados de fluência a 500°C.....	161
4.16 - Dados de fluência a 600°C.....	162
4.17 - Dados de fluência a 700°C.....	163



## LISTA DE SÍMBOLOS

- A - área da seção transversal
- $A_0$  - área inicial
- $A_p$  - alongamento percentual
- B,  $B_0$  - constante característica do material
- b - vetor de Burgers
- C - constantes características do material
- D - coeficiente de difusão
- d - tamanho médio de grão
- $D_0$  - difusividade
- $D_{cg}$  - coeficiente de difusão ao longo do contorno de grão
- $D_v$  - coeficiente de autodifusão
- E - módulo de elasticidade
- G - módulo de elasticidade transversal
- k - constante de Boltzman
- n - expoente de tensão
- $Q_c$  - energia de ativação para fluência
- $Q_{id}$  - energia de ativação para interdifusão de átomos de soluto
- $Q_{sd}$  - energia de auto-difusão na rede cristalina
- R - constante universal dos gases
- T - temperatura absoluta

- t - tempo
- $T_f$  - temperatura de fusão do material base
- $t_f$  - tempo correspondente à fratura do material
- $t_p$  - tempo correspondente ao início do estágio secundário
- $\varepsilon$  - deformação verdadeira, deformação total
- $\varepsilon_0$  - deformação instantânea
- $\dot{\varepsilon}$  - taxa de deformação
- $\dot{\varepsilon}_s$  - taxa de fluência estacionária
- $\dot{\varepsilon}_{sa}$  - taxa de acomodação
- $\dot{\varepsilon}_{sg}$  - taxa mínima de fluência ao longo dos contornos de grão
- $\varphi$  - redução percentual em área
- $\sigma$  - tensão aplicada
- $\sigma_e$  - tensão limite de escoamento
- $\sigma_{m\acute{a}x}$  - limite de resistência à tração

## LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

AMR	-	Divisão de Materiais
ASTM	-	American Society for Testing and Materials
CCC	-	Cúbico de Corpo Centrado
CFC	-	Cúbico de Face Centrada
CTA	-	Centro Técnico Aeroespacial
DEMAR	-	Departamento de Engenharia de Materiais
EB-PVD	-	Deposição Física de Vapores por Feixe de Elétrons (Electron Beam – Physical Vapor Deposition)
EDE	-	Energia de Defeito de Empilhamento
FAENQUIL	-	Faculdade de Engenharia Química de Lorena
FAPESP	-	Fundação de Amparo a Pesquisa do Estado de São Paulo
HC	-	Hexagonal Compacto
IAE	-	Instituto de Aeronáutica e Espaço
IEAv	-	Instituto de Estudos Avançados
INPE	-	Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais
IPT	-	Instituto de Pesquisas Tecnológicas
LAS	-	Laboratório Associado de Materiais e Sensores
MDC	-	Mecânica do Dano Contínuo
MEV	-	Microscopia Eletrônica de Varredura
SUTEC	-	Divisão de Suporte Técnico

- TBC - Recobrimento de Barreira Térmica (Thermal Barrier Coating)
- TGO - Camada de Óxido Termicamente Crescida (Thermal Growth Oxide Layer)
- YSZ - Zircônia Parcialmente Estabilizada com Ítria ( Yttria Stabilized Zirconia)

# CAPÍTULO 1

## INTRODUÇÃO

### 1.1 Considerações Gerais

O comportamento de metais e ligas durante deformação em altas temperaturas é complexo e muda com parâmetros de ensaio, tais como tensão, taxa de deformação e temperatura. A deformação em alta temperatura está associada com uma transformação de fase, a qual afeta a microestrutura e as propriedades do material. É importante entender os mecanismos de deformação em alta temperatura e a relação entre as variáveis do processamento, microestrutura e propriedades<sup>[1]</sup>. Pesquisas extensivas envolvendo estas relações têm sido feitas em metais Cúbicos de Faces Centradas (CFC) e cúbicos de corpo centrado<sup>[2-4]</sup>. Entretanto, a resposta da alta taxa de deformação e alta temperatura de metais hexagonais compactos, particularmente ligas, permanece investigada de forma incipiente.

O fenômeno da fluência consiste no acúmulo lento e progressivo de deformação ao longo do tempo, manifestando-se em todos os sólidos cristalinos em condições favoráveis de temperatura e tensão. A importância técnica do fenômeno de fratura por fluência tornou-se evidente a partir da metade do século passado, sendo reconhecida como um dos maiores problemas da área industrial, devido ao crescente nível de exigência das condições de operação empregadas em usinas de geração de energia, instalações químicas e em componentes estruturais desenvolvidos junto às indústrias aeroespaciais<sup>[1]</sup>.

Desta maneira, os estudos dos materiais usados nestes componentes exigem, cada vez mais, sofisticações tecnológicas, aprimoramentos nos ensaios experimentais (destrutivos e não destrutivos), e uma constante busca de uma vasta base de dados. Tais bases, associadas a métodos matemáticos e computacionais, podem conduzir a um melhor

entendimento de todos os fenômenos estruturais que podem ocorrer nos materiais, quando, por exemplo, submetidos a tensões em regimes de temperaturas elevadas ( $T > 0,7 T_f$ )<sup>[1]</sup>.

O meio ambiente no qual o corpo de prova é ensaiado pode exercer uma influência importante na resistência em altas temperaturas.

O comportamento dos materiais em alta temperatura está intimamente relacionado com a presença de imperfeições cristalinas, devido à maior mobilidade atômica, e conseqüentemente aos processos que envolvem o fenômeno da difusão<sup>[1]</sup>.

Temperaturas elevadas aumentam a capacidade de movimentação de discordâncias e podem ativar outros mecanismos responsáveis pelo processo de deformação, como a possibilidade de operação de novos sistemas de deslizamento e a deformação localizada ao longo dos contornos granulares. As condições ambientais, a exemplo dos meios agressivos, exercem uma forte influência na grande maioria das ligas, principalmente quando conjugadas com processos que envolvem a instabilidade metalúrgica, conduzindo um componente estrutural a uma possível falha de forma prematura<sup>[1]</sup>.

A natureza da oxidação pode ter uma influência importante sobre as propriedades em temperaturas altas. Uma camada fina de óxido normalmente conduzirá a um aumento na resistência mecânica, mas a penetração intergranular do óxido geralmente implica em um decréscimo no tempo de ruptura por fluência e fratura intergranular. A vida em serviço de um material é bastante reduzida quando operar em atmosfera de combustão de gases quentes ou em meios corrosivos<sup>[5]</sup>.

Materiais com comportamento adequado em temperaturas elevadas e ambientes agressivos tornaram-se uma necessidade científica, tecnológica e economicamente viável nos dias de hoje. Estudos têm sido realizados para o aprimoramento na obtenção de novas ligas e, principalmente, para a reavaliação de ligas comerciais já existentes, por meio da aquisição de dados em condições de maior severidade<sup>[6]</sup>.

Entretanto, o desenvolvimento de um processo para ensaios a quente de ligas de titânio sem recobrimento, em atmosfera controlada é um projeto inovador e representa um avanço no cenário tecnológico nacional e internacional, tendo em vista a necessidade de estudo da oxidação em materiais estruturais em temperaturas elevadas e ambientes agressivos, para que se possa avaliar o efeito do meio na resistência mecânica do material.

Melhorias no desempenho de turbinas a gás em termos de potência, eficiência e peso têm necessitado do uso de materiais de baixa massa específica e alta resistência. Isto tem resultado no desenvolvimento de uma grande faixa de ligas de titânio dentro da seção compressora de modernas turbinas a gás. A necessidade de alta eficiência requer o uso de altas temperaturas de operação, o que tem levado ao desenvolvimento de uma família de ligas com alta resistência à fluência<sup>[7]</sup>.

Ligas de titânio, em geral, absorvem oxigênio levando a oxidação e formação de uma camada de óxido quando expostas a altas temperaturas (>500°C), limitando severamente a resistência em altas temperaturas. Para que as ligas de titânio possam ser utilizadas em altas temperaturas, o ingresso de oxigênio deve ser reduzido, se não prevenido completamente<sup>[7]</sup>.

A liga Ti-6Al-4V é a mais importante das ligas de titânio usadas em engenharia, combinando propriedades atrativas com trabalhabilidade. Tem sido muito utilizada na indústria aeronáutica e aeroespacial, particularmente para aplicações que requerem resistência em alta temperatura<sup>[3]</sup>. Com o propósito de se projetar novas ligas de titânio com melhores propriedades, e para otimizar as condições de processamento de forjamento a quente da liga Ti-6Al-4V, é necessário entender o seu comportamento em deformação, sob temperaturas elevadas<sup>[8]</sup>.

A oxidação resulta na perda de material pelo crescimento na camada de óxido e endurecimento da liga pela dissolução de oxigênio<sup>[9]</sup>. Revestimentos de proteção que servem como barreiras à ação de oxigênio seriam, a princípio, passíveis de serem usados em ligas de titânio por longo tempo em altas temperaturas. Todavia, problemas

de aderência durante o ciclo térmico e a difusão dos elementos do recobrimento no substrato são as atuais dificuldades encontradas na pesquisa destes materiais<sup>[10]</sup>.

A indústria aeroespacial absorve 75% da produção mundial de titânio, sendo uma das ligas mais versáteis a Ti-6Al-4V. Uma das características que mais tem contribuído para o crescimento no uso do titânio e suas ligas para fins estruturais refere-se ao seu alto ponto de fusão, cuja utilização concentra-se em temperaturas, onde a resistência à fluência, à fadiga e à degradação durante o período de serviço são consideradas essenciais<sup>[1]</sup>.

Em virtude dessas características e da equivalência em um conjunto de propriedades, as ligas de titânio, e potencialmente os materiais compostos, podem futuramente ocupar uma boa parte do mercado atual dos aços inoxidáveis, dependendo naturalmente das condições de evolução dos custos associados ao domínio tecnológico envolvido nos processos de obtenção de novas ligas<sup>[1]</sup>.

A aspensão térmica é uma técnica de deposição de recobrimentos. Suas aplicações incluem recobrimentos cerâmicos como forma de barreira térmica para componentes de partes quentes em turbinas a gás. O processo de aspensão térmica é aplicável a uma ampla faixa de materiais, onde o material a ser pulverizado não deve se decompor, sublimar ou reagir com a chama de plasma<sup>[11]</sup>.

## **1.2 Objetivos**

O presente trabalho tem como objetivo avaliar o efeito de recobrimento cerâmico e da atmosfera de ensaio na fluência da liga refratária Ti-6Al-4V. Estudos completos da influência de recobrimentos cerâmicos e atmosfera de ensaio na fluência desta liga são escassos na literatura, e podem servir de subsídios para incremento da vida útil da liga Ti-6Al-4V como componente de turbinas.

Para tanto, são apresentados os resultados de um conjunto de ensaios sob carga constante, com as tensões inicialmente aplicadas abrangendo as faixas de 312 a 520MPa

para a temperatura de 500°C; na faixa de 125 a 319MPa, para a temperatura de 600°C; e na faixa de 14 a 56MPa, para a temperatura de 700°C. A liga Ti-6Al-4V é analisada sob a forma não recoberta, sob condições de fluência em atmosfera controlada de nitrogênio, e posteriormente a liga Ti-6Al-4V é analisada sob a forma recoberta com CoNiCrAlY + ZrO<sub>2</sub> sob condições de fluência ao ar. O recobrimento da liga é feito através da técnica de aspersão térmica.

O trabalho é complementado pela caracterização microestrutural da liga Ti-6Al-4V recoberta e não-recoberta através de microscopia ótica e pela técnica de microscopia eletrônica de varredura. Para a compreensão dos mecanismos de fluência da liga sob as condições de temperatura, carga e recobrimento utilizados, é feita a determinação dos principais micromecanismos responsáveis pelo processo de fratura. Com base nestes resultados, efetua-se uma análise comparativa com os resultados de fluência obtidos ao ar e sem recobrimento da mesma liga em estudos anteriores<sup>[1]</sup>.



## CAPÍTULO 2

### REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 2.1 Aspectos Gerais do Fenômeno de Fluência

Fluência é a deformação lenta e contínua de um sólido com o tempo. Em geral, fluência é uma função complexa de tensões, tempo, temperatura, tamanho, forma e distribuição de tamanhos dos grãos, fração volumétrica, viscosidade da fase vítrea dos contornos de grãos e mobilidade das discordâncias<sup>[12]</sup>.

O comportamento dos metais em alta temperatura está intimamente relacionado com a presença de imperfeições cristalinas, devido à maior mobilidade atômica, e conseqüentemente aos processos que envolvem o fenômeno da difusão. A temperatura elevada aumenta a capacidade de movimentação de discordâncias e podem ativar outros mecanismos responsáveis pelo processo de deformação, como a possibilidade de operação de novos sistemas de deslizamento e a deformação localizada ao longo dos contornos de grãos. As condições ambientais, a exemplo dos meios agressivos, exercem uma forte influência no comportamento da grande maioria das ligas, principalmente quando conjugadas com processos que envolvem a instabilidade metalúrgica, conduzindo um componente estrutural a uma possível falha de forma prematura<sup>[1]</sup>.

O fenômeno de fluência manifesta-se em todos os sólidos cristalinos em condições especiais de temperatura e tensão<sup>[1]</sup>.

Tipicamente, a fluência de um sólido é calculada pela medição da deformação como função da carga ou tensão aplicada. É aplicada uma carga estática sobre uma amostra em temperaturas elevadas (da ordem de 0,4 a 0,7  $T_{\text{fusão}}$ ), medindo-se a deformação como função do tempo.

A importância técnica do fenômeno de fratura por fluência tornou-se evidente a partir da metade do século passado, sendo reconhecida como um dos maiores problemas da

área industrial, devido ao crescente nível de exigência das condições de operação empregadas em usinas de geração de energia, instalações químicas e em componentes estruturais desenvolvidos junto às indústrias aeroespaciais<sup>[13]</sup>. Desta maneira, os estudos dos materiais usados nestes componentes passaram a exigir cada vez mais sofisticações tecnológicas, aprimoramentos nos ensaios experimentais (destrutivos e não-destrutivos), e uma constante busca de uma vasta base de dados. Tais bases, associadas aos métodos matemáticos e computacionais, podem conduzir a um melhor entendimento de todos os fenômenos estruturais que podem ocorrer nos materiais, quando, por exemplo, submetidos a tensões em regimes de temperaturas elevadas<sup>[1]</sup>.

Em condições reais de serviço, os componentes de uma forma geral operam em regimes complexos de tensão e de temperatura, sendo projetados para tempos de serviço da ordem de 10.000 a 250.000 horas. Entretanto, ao nível laboratorial, os ensaios de fluência são realizados por períodos mais curtos de tempo, surgindo portanto, a necessidade de técnicas de extrapolação dos resultados obtidos para situações reais de trabalho<sup>[2;3]</sup>.

No caso específico dos metais, a complexidade metalúrgica de muitas ligas comerciais exige um conhecimento exato dos micromecanismos que controlam o processo de fluência, tanto para a elaboração de equações constitutivas, quanto para as técnicas de extrapolação atualmente utilizadas<sup>[14]</sup>.

Os métodos mais comuns de avaliação do comportamento de um sólido cristalino em alta temperatura envolvem, geralmente, procedimentos gráficos e analíticos, por meio de análises estatísticas ou pela elaboração de equações empíricas simples que relacionam a deformação ou a taxa de fluência a tensão e a temperatura constantes. Por meio destes procedimentos e pela forma como os dados geralmente são apresentados, é comum a perda de uma gama de informações sobre o fenômeno, resumindo-se aos valores de taxa mínima, tempo de ruptura e deformação correspondente à fratura final. Isto resulta, de forma preponderante, na perda de informações relativas às regiões primária e terciária, que dominam o comportamento em fluência de muitas ligas metálicas em engenharia<sup>[15]</sup>.

Em muitos projetos, a taxa mínima de deformação é encarada como o parâmetro mais representativo do comportamento em fluência. Entretanto, quando determinado percentual de deformação torna-se um fator que limita a vida útil em determinadas condições, a fluência primária, normalmente negligenciada, passa a exercer um papel fundamental. Da mesma forma, no caso de parâmetros como a deformação ou o tempo correspondentes à fratura sejam fortes limitantes da vida útil do material, o estágio terciário, que prevalece em muitas ligas de aplicação em engenharia, deve ser considerado devido a sua relevante importância<sup>[16;17]</sup>.

Os critérios de seleção, especificamente para componentes estruturais aeronáuticos, envolvem a relação custo/benefício e a eficiência estrutural, que requerem estruturas mais leves, geralmente abrangendo um grupo de ligas à base de titânio, alumínio e magnésio<sup>[1]</sup>.

Em aplicações convencionais e condições em que as ligas à base de alumínio e ligas à base de magnésio não sejam satisfatórias, normalmente são empregadas as ligas de titânio, apresentando um desempenho competitivo, por exemplo, com as ligas à base de níquel<sup>[13]</sup>.

Existem exemplos práticos onde diversos materiais são usados para trabalhar sob carregamento por longos períodos de tempo em altas temperaturas. Podem ser consideradas as palhetas da turbina em uma aeronave, representada na Figura 2.1.

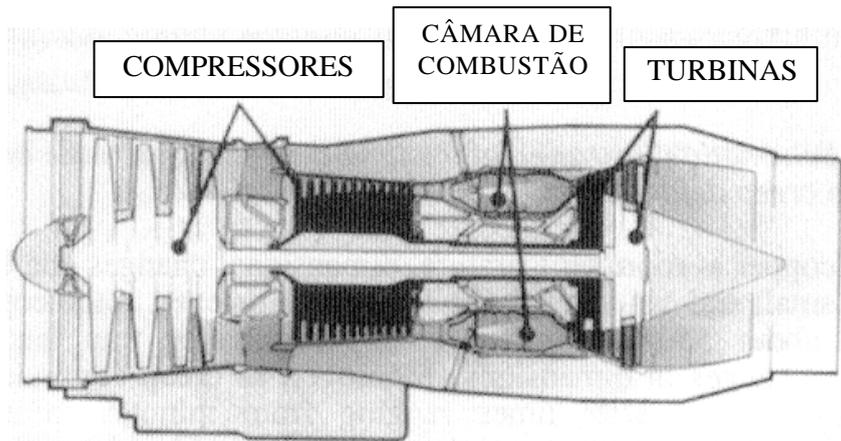


FIGURA 2.1 - Representação esquemática de uma turbina a gás.

FONTE: Adaptada de [18].

Nos modernos motores a jato, os materiais dos quais as palhetas de turbina são feitas devem ser capazes de trabalhar sob tensão em temperaturas de aproximadamente  $1027^{\circ}\text{C}$  no mínimo, por milhares de horas entre as inspeções do motor<sup>[18]</sup>.

O desenvolvimento de ligas para aumentar a resistência a fluência, permitindo o uso de turbinas de altas temperaturas de entrada, tem resultado em geral redução em cromo e aumento no teor de alumínio contido nas superligas de níquel. Isto tem tido um efeito relativamente pequeno no efeito da resistência de oxidação em altas temperaturas, mas tem tido uma grande importância desfavorável no efeito da resistência à oxidação em faixas de temperaturas mais baixas em meios contaminados com sais, já que estes ambientes são utilizados por aeronaves operando entre campos de aviação<sup>[19]</sup>.

A primeira aeronave de turbina a gás foi desenvolvida nos anos 50. Esta possuía uma unidade de potência comum, tanto para aeronaves militares quanto para aeronaves civis. Entretanto, mais recentemente, as turbinas a gás têm se tornado a unidade de potência principal nas mais diversas aplicações, incluindo transportes militares e comerciais e sistemas de propulsão marítima. Nessas aplicações a alta taxa de sal do ar é inevitável, embora sofisticados sistemas de filtração de ar empregados<sup>[20]</sup>.

A combinação de altas temperaturas de operação das turbinas e a presença de sais de sulfato e cloreto, além dos contaminantes do combustível com enxofre e vanádio, pode levar a severos ataques nas palhetas, que normalmente resultam na rejeição prematura de componentes de turbina de alto custo. Este ataque é chamado de corrosão à quente ou sulfetação<sup>[20]</sup>.

A maioria das turbinas a gás em serviço conta com recobrimentos de difusão convencionais de alumineto de níquel para proteção dos componentes de superliga da turbina, tanto da oxidação quanto da corrosão a quente. Entretanto, em ambientes mais extremos, a previsão da vida das palhetas de turbina não pode ser feita. A ruptura do recobrimento de proteção pode resultar em uma perda severa do metal da liga da palheta<sup>[20]</sup>.

O principal papel do recobrimento é proteger a liga do substrato da turbina contra a oxidação e corrosão a quente. Além disso, deve resistir à tensão sofrida pela palheta devido à força centrífuga e também à tensão causada pelas variações térmicas e mecânicas<sup>[20;21]</sup>.

Na seleção dos materiais para uso em altas temperaturas de serviço, muitos fatores devem ser considerados. Incluem-se, neste caso, custo do material, facilidade de manufatura dos componentes, massa específica do material, resistência de ataque do meio ambiente sob condições normais de operação e capacidade de resistir às distorções ou ruptura durante o serviço. Na avaliação da resistência de materiais para a deformação e a ruptura, em tempos longos sob carregamento em altas temperaturas, deve ser dada particular atenção ao fenômeno de fluência<sup>[18]</sup>.

## **2.2 O Fenômeno da Fluência**

A fluência é caracterizada por um escoamento lento do material. Caso um componente mecânico esteja submetido a carga trativa constante, a diminuição da área da seção transversal gera um aumento na tensão. Quando é alcançado o ponto em que o material não pode mais resistir estaticamente a essa carga aplicada, ocorre a sua ruptura<sup>[22]</sup>.

A fluência é definida como sendo a deformação permanente e dependente do tempo de materiais, quando submetidos a uma carga ou tensão constante. Geralmente, a fluência é um fenômeno indesejável e, com frequência, é fator de limitação na vida útil de uma peça. Ela é observada em todos os tipos de materiais e para os metais, ela se torna importante apenas em temperaturas superiores a aproximadamente  $0,4 T_f$  ( $T_f$  é a temperatura absoluta de fusão)<sup>[23]</sup>. Assim, a temperatura ambiente é alta para o chumbo, cuja fusão ocorre a  $327^\circ\text{C}$ , mas baixa para cobre, que funde em  $1083^\circ\text{C}$ . Então, os tubos de chumbo em prédios antigos são geralmente encontrados deformados devido à fluência na temperatura ambiente. No entanto, problemas relacionados à fluência não são encontrados em tubos de cobre, amplamente usados em sistemas de aquecimento centrais domésticos que operam em aproximadamente  $77^\circ\text{C}$ . Embora a fluência atue em todas as temperaturas acima do zero absoluto, em geral os problemas associados com a excessiva distorção de fluência ou eventual ruptura são observados após longos períodos de serviço experimentados apenas em altas temperaturas<sup>[18]</sup>.

O ensaio de fluência pode ser realizado em temperaturas elevadas (e constantes) e com uma tensão aplicada constante. Como a seção do corpo de prova diminui durante o ensaio, dificultando a manutenção de uma tensão constante, é mais comum realizar-se o ensaio com carga constante<sup>[24]</sup>, devido a constituir-se de uma condição real. No ensaio de fluência, mede-se o alongamento do corpo de prova em função do tempo. O regime de temperatura em que a fluência se torna um fenômeno de importância é  $0,5 T_f < T < T_f$ . Esta é a faixa de temperatura em que a difusão se torna um fator significativo. A difusão, sendo um processo termicamente ativado, apresenta uma dependência exponencial com a temperatura. Abaixo de  $0,5 T_f$ , a velocidade de difusão é tão lenta que a influência deste fator pode ser desprezada. A temperatura crítica para que a fluência comece a ser significativa varia de material para material. Por exemplo, enquanto o chumbo apresenta deformação por fluência na temperatura ambiente, no ferro este fenômeno só se torna importante acima de cerca de  $600^\circ\text{C}$ <sup>[22]</sup>.

Apesar da fluência já ser conhecida desde 1834, quando Vicat fez as primeiras experiências constatando o fenômeno, foi somente no século XX que investigações sistemáticas foram realizadas<sup>[22]</sup>. As curvas de fluência podem, em geral, ser classificadas em três estágios: 1) primário ou transiente; 2): secundário, de taxa constante, ou quase-viscoso; 3): terciário. Esta divisão em estágios foi estabelecida por Andrade<sup>[24]</sup>, um dos pioneiros do estudo da fluência. O estágio 2, em que a taxa de deformação é constante, é o mais importante. Essa taxa de fluência é também conhecida como taxa mínima de fluência e corresponde ao ponto (ou região) de inflexão da curva. No estágio III, há uma aceleração da taxa de deformação levando a uma eventual ruptura do corpo de prova. No ensaio de fluência em tensão constante, a carga deve diminuir à medida que a seção transversal diminui, de tal modo que a tensão permaneça constante. Em ensaios de fluência sob carga constante, a tensão aumenta continuamente devido ao decréscimo da área da seção transversal do corpo de prova. Em deformação plástica, o volume do corpo de prova é admitido como constante e um aumento de comprimento resulta em um decréscimo da área da seção transversal<sup>[22]</sup>. A Figura 2.2 apresenta uma curva típica de fluência com a designação dos estágios.

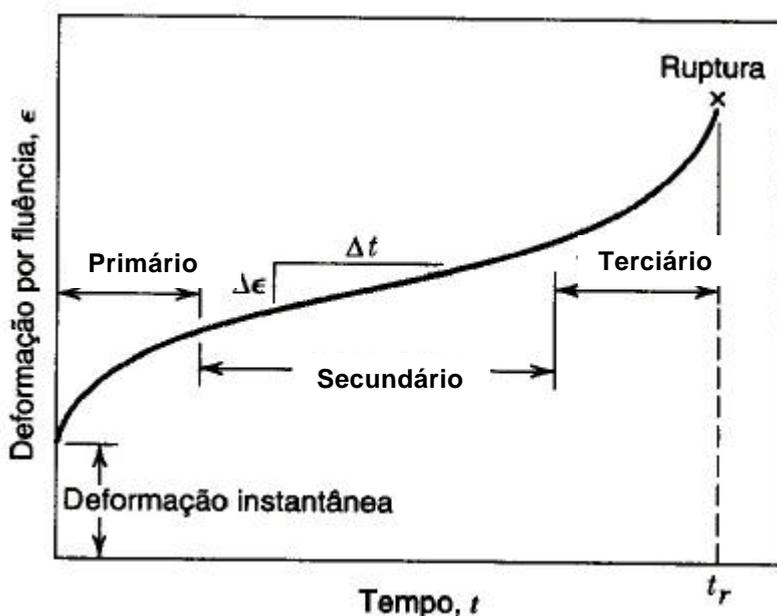


FIGURA 2.2 - Curva típica de fluência com a designação dos estágios.

FONTE: [23].

### 2.2.1 Ensaio de Fluência

Um ensaio típico de fluência (Norma ASTM E139<sup>[25]</sup>) consiste em se submeter um corpo de prova a uma carga ou tensão constante. A deformação é medida e plotada como uma função do tempo decorrido. A maioria dos ensaios é do tipo com carga constante, que fornece informações de uma natureza que pode ser empregada na Engenharia. Por outro lado, os ensaios com tensão constante são empregados para proporcionar uma melhor compreensão dos mecanismos de fluência<sup>[23]</sup>.

A curva de fluência resultante consiste em três regiões, cada uma das quais possuindo a sua própria característica distinta de deformação-tempo. Com a aplicação da carga ocorre uma deformação instantânea no material, que é essencialmente elasto-plástica. As demais regiões da curva de fluência estão associadas à deformação plástica ou permanente. A *fluência primária ou transiente* ocorre em primeiro lugar, caracterizada por uma taxa de fluência continuamente decrescente, isto é, a inclinação da curva diminui ao longo do tempo. Isso sugere que o material está experimentando um aumento na resistência à fluência ou encruamento, ou seja, a deformação torna-se mais difícil à medida que o material é deformado. Para a *fluência secundária*, algumas vezes conhecida como *fluência em regime estacionário*, a taxa de deformação é constante, isto é, o gráfico torna-se linear. Em geral, este estágio de fluência apresenta a duração mais longa em relação aos demais, mais dúctil e retém a sua habilidade em experimentar deformação. Finalmente, no estágio chamado de *fluência terciária*, ocorre uma aceleração da taxa de deformação e, por fim, a fratura. Essa falha do material é conhecida freqüentemente por *ruptura* e resulta de falhas microestruturais, como por exemplo, a separação do contorno de grão, e a formação de trincas, cavidades e vazios internos. Para carregamentos em tração, pode ocorrer a formação de um pescoço em algum ponto no interior da região de deformação. Todos estes efeitos resultam em uma diminuição da área da seção reta efetiva e em um aumento na taxa de deformação. Para os materiais metálicos, a maioria dos ensaios de fluência é realizada sob tração uniaxial, usando um corpo de prova que possui a mesma geometria usada para os ensaios em tração<sup>[23]</sup>, como é apresentado na Figura 2.3.

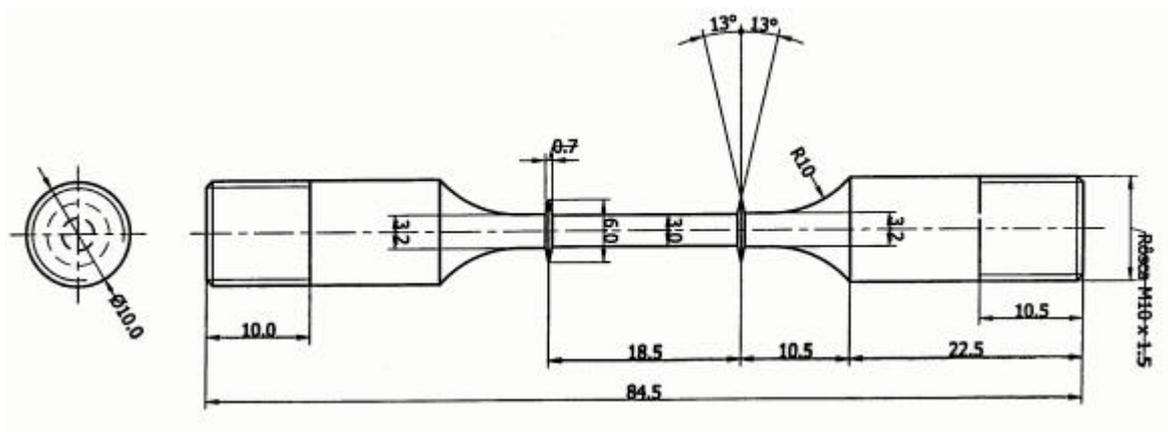


FIGURA 2.3 - Corpo de prova padrão para ensaios de tração com seção reta circular (dimensões em milímetros).

FONTE: [1].

Por outro lado, ensaios de compressão uniaxial são mais apropriados para materiais frágeis; esses proporcionam uma melhor medida das propriedades intrínsecas de fluência no que diz respeito ao fato de, em compressão, não ocorrem amplificações de tensão e propagação de trincas tão significante como ocorre para ensaios em tração. Os corpos de prova para ensaios em compressão são geralmente cilindros retos ou paralelepípedos que possuem razões comprimento/diâmetro que variam entre aproximadamente 2 e 4. Para a maioria dos materiais, as propriedades de fluência são virtualmente independentes da direção do carregamento. Possivelmente, o parâmetro mais importante em um ensaio de fluência é a inclinação da região secundária da curva de fluência. Este é o parâmetro de projeto de Engenharia que é levado em consideração para aplicações de longo prazo, tais como em um componente de uma usina de energia nuclear que esteja programado para operar por diversas décadas, ou quando a fratura ou uma deformação muito grande são fenômenos que não podem sequer ser considerados. Por outro lado, para muitas situações em fluência com vidas relativamente curtas (por exemplo, palhetas de turbinas em aeronaves militares e em motores de foguetes), o tempo de ruptura, ou o tempo de vida até a ruptura  $t_f$ , é a consideração predominante do

projeto. Obviamente, para a sua determinação devem ser realizados ensaios de fluência até o ponto de fratura; esses são denominados *ensaios de ruptura por fluência*. Dessa forma, um conhecimento dessas características de fluência para um material permite ao engenheiro de projetos assegurar a sua adequação para uma aplicação específica<sup>[26, 27]</sup>.

A fluência de metais e ligas é geralmente analisada em termos da fluência secundária ou estacionária, onde dependendo da tensão e temperatura, um número de mecanismos têm avançado para explicar o acúmulo da deformação como uma função do tempo. Entretanto, em aplicações de engenharia, a deformação em fluência tem sido mantida tão baixa, que em muitos sistemas o regime de fluência primária é raramente excedido<sup>[28]</sup>.

### **2.2.2 Efeitos da Tensão e da Temperatura**

Tanto a temperatura quanto a tensão aplicadas influenciam o comportamento do material em fluência (Figura 2.4). Em uma temperatura inferior a  $0,4 T_f$ , e após a deformação inicial, a deformação é virtualmente independente do tempo. Seja pelo aumento da tensão ou da temperatura, são observados os seguintes pontos: (1) a deformação instantânea no momento da aplicação da tensão aumenta, (2) a taxa de fluência em regime estacionário é aumentada e (3) o tempo de vida até a ruptura é diminuído. Os resultados de ensaios de ruptura por fluência são geralmente apresentados na forma do logaritmo da tensão em função do logaritmo do tempo de vida até a ruptura. Um destes gráficos é mostrado na Figura 2.5, para uma liga de níquel, em que pode ser vista uma relação linear para cada temperatura. Para algumas ligas, a não-linearidade dessas curvas é observada ao longo de faixas de tensão relativamente extensas<sup>[23]</sup>.

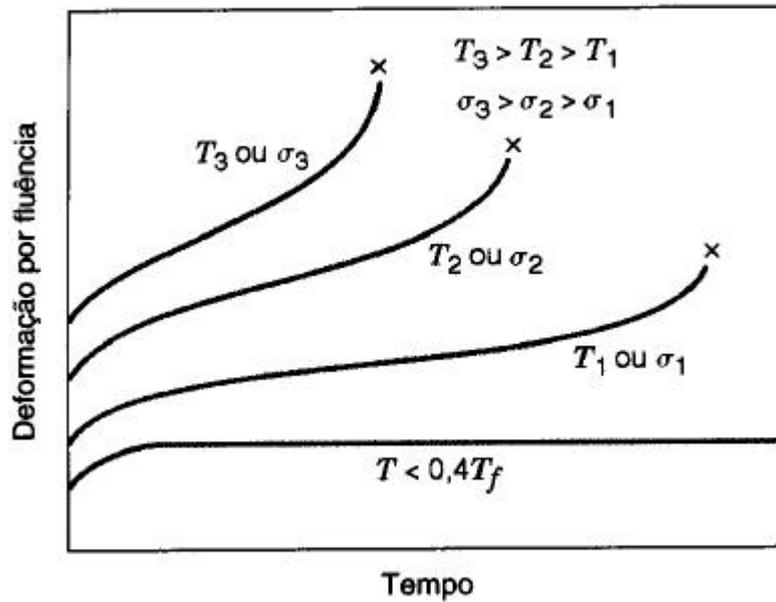


FIGURA 2.4 - Influência da tensão  $\sigma$  e da temperatura  $T$  no comportamento em fluência de materiais.

FONTE: [23].

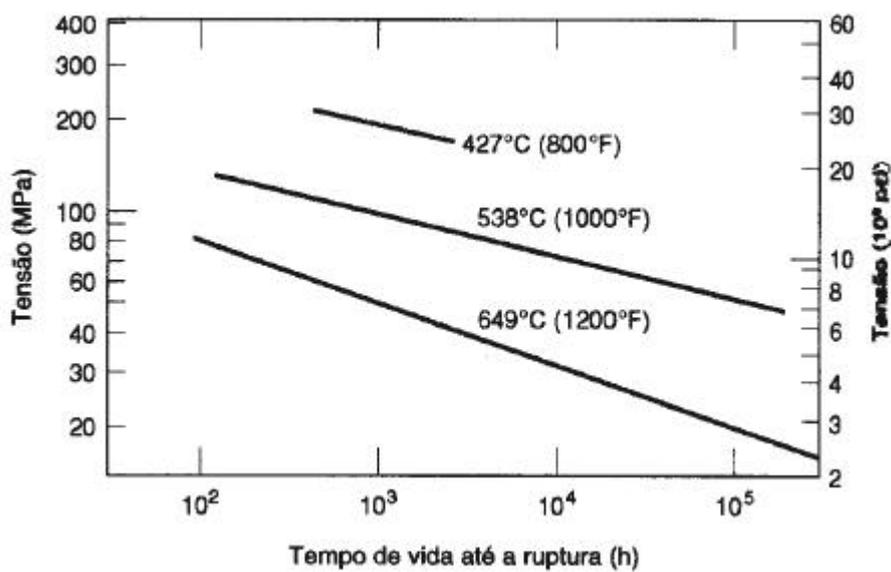


FIGURA 2.5 - Tensão em função do tempo de vida até a ruptura para uma liga Ni-C a três temperaturas diferentes.

FONTE: [23].

### **2.2.3 Estágios de Fluência**

Os estágios de fluência classificam-se em três estágios distintos:

#### **2.2.3.1 Estágio I**

Ocorre um encruamento que diminui a velocidade de fluência no material. O deslizamento das discordâncias (deformação plástica) é impedido por barreiras (florestas ou empilhamento de discordâncias, precipitados, etc.) que surgem no decorrer do tempo. Portanto, quando se aplica uma tensão no metal em uma dada temperatura, as discordâncias são primeiramente impedidas de escorregar por pequenas barreiras. Depois, por ativação térmica, elas conseguem vencer as barreiras, porém encontram novas barreiras maiores que só serão vencidas após tempos mais longos. Além disso, ainda ocorrem processos de recuperação devido à ascensão de discordâncias e alguns deslizamentos com desvio, principalmente quando a temperatura for suficientemente alta. A recuperação, neste estágio, é pequena, uma vez que o fator controlador deste estágio é o mecanismo de interseção das discordâncias com as barreiras<sup>[27;29]</sup>.

#### **2.2.3.2 Estágio II**

O processo de recuperação é suficientemente rápido para contrabalançar o encruamento. A recuperação significa a libertação de discordâncias dos obstáculos ou barreiras (florestas ou empilhamento de discordâncias, precipitados, etc.), por meio de ascensão ou deslizamento com desvio. A ascensão de discordâncias requer uma maior energia de ativação, e é o processo controlador da velocidade de fluência e depende da temperatura; quanto maior for a temperatura, maior será a recuperação e, portanto, mais curto será o estágio II. Em temperaturas muito altas, o estágio II é mais curto, atingindo mais rápido o estágio III. A ascensão de discordâncias é feita por absorção e emissão de lacunas. A energia de ativação para esse processo é, portanto a de difusão de lacunas. Desta forma, quanto maior for a energia de ativação, mais resistente o material será à fluência, pois para haver a ascensão será necessário vencer uma barreira energética

maior. Finalmente, tem-se outra contribuição importante, porém não predominante, para os processos de deformação, que é o deslizamento de contornos de grão. Esse deslizamento também pode criar lacunas que facilitam a ascensão de discordâncias. O deslizamento é um processo de cisalhamento que ocorre na direção dos contornos de grão, sendo que está relacionado com o aumento da temperatura e com tensões baixas. O fenômeno acontece intermitentemente com o tempo, fazendo com que a deformação não seja uniforme ao longo do contorno. A precipitação de partículas duras nos contornos de grão e a acomodação desses contornos em novas posições diminuem a velocidade de deslizamento. Quanto menor for o tamanho do grão de um metal ou liga, maior será a área dos contornos. Portanto, um refino dos grãos pode ser prejudicial à resistência à fluência, ou seja, o inverso observado na resistência à temperatura ambiente<sup>[27;29]</sup>.

### **2.2.3.3 Estágio III**

Este estágio é caracterizado por uma grande movimentação das discordâncias, ocorrendo mais acentuadamente a estricção do corpo de prova ensaiado em tração. Ocorre também a nítida formação contínua de microtrincas no material. Estas microtrincas provêm de fenômenos de deformação localizados nos contornos de grão, ocasionando fratura intergranular. Em situações de altas tensões e temperaturas mais baixas, ocorrem pontos triplos formados onde três contornos de grão se encontram. O deslizamento dos contornos de grão resulta em tensões diversas suficientemente altas, que provocam o início de trincas. No caso de tensões baixas e temperaturas altas, formam-se pequenas microcavidades (orifícios) nos contornos de grão na direção normal à tensão externa aplicada, que crescem e coalescem devido à concentração de lacunas. Quando em altas temperaturas ou se ocorrer a migração de contornos de grãos para alívio de tensões, também pode ocorrer o aparecimento de fraturas transgranular (no interior dos grãos). Em certos casos, também pode ocorrer fratura transgranular em temperaturas relativamente baixas e em velocidades de fluência altas, analogamente às fraturas dúcteis comuns<sup>[27;29]</sup>.

#### **2.2.4 Comportamento dos Materiais em Altas Temperaturas**

A resistência dos metais diminui com o aumento da temperatura. Uma vez que a mobilidade dos átomos cresce rapidamente com a temperatura, deve-se esperar que, neste caso, os processos controlados por difusão exerçam um efeito muito significativo sobre as propriedades mecânicas. Temperaturas altas também resultam numa maior mobilidade das discordâncias devido ao mecanismo de escalagem, que se torna importante devido à maior facilidade de difusão e também devido ao aumento do número de lacunas em equilíbrio com a temperatura. Em temperaturas elevadas podem tornar-se operativos novos mecanismos de deformação. Em alguns metais, com o aumento da temperatura, o sistema de deslizamento muda, ou são introduzidos sistemas de deslizamento adicionais. A deformação nos contornos de grão torna-se uma possibilidade adicional na deformação dos metais em temperaturas elevadas. Um outro fator importante a se considerar é o efeito da exposição prolongada de ligas e metais a temperaturas altas<sup>[18;29]</sup>.

Sabe-se, por exemplo, que os metais trabalhados a frio, durante o processo de fluência, irão se recristalizar e experimentar crescimento de grão. No entanto, as ligas endurecidas por envelhecimento podem sofrer superenvelhecimento e perder a resistência mecânica à medida que as partículas de segunda fase crescem. Uma outra consideração importante é a interação da superfície do metal com o meio ambiente em altas temperaturas, pois devem ser evitadas a oxidação catastrófica e a penetração intergranular de óxido. Vários metais com suas propriedades melhoradas em temperaturas altas foram produzidos pelos programas acelerados de desenvolvimento de ligas, mas a demanda sempre crescente da tecnologia moderna exige materiais com resistência mecânica e resistência à oxidação ainda maiores. Durante um longo tempo, as principais aplicações em temperaturas altas estiveram associadas com a instalação de máquinas a vapor, refinarias de petróleo e indústrias químicas. A temperatura de operação raramente excedia 550°C, em equipamentos tais como caldeiras, turbinas a vapor e unidades de craqueamento. Com a introdução da turbina a gás, foram necessários desenvolvimentos que permitissem a operação de componentes criticamente

tensionados, como as palhetas de turbinas, em temperaturas de cerca de 800°C. Os projetos de máquinas com potências maiores excederam este limite para cerca de 925°C<sup>[18;29]</sup>.

A forte dependência da resistência com o tempo torna-se importante para materiais diferentes em temperaturas também diferentes. Para compensar este fato, a temperatura é muitas vezes expressa como uma temperatura homóloga, isto é, a razão entre a temperatura do ensaio e a temperatura de fusão do metal em questão, ambas em unidade absoluta. De uma maneira geral, o comportamento em fluência atinge significado na engenharia para temperaturas homólogas superiores a 0,5. Os ensaios utilizados para a medição da resistência mecânica em temperaturas altas devem ser selecionados com base na escala de tempo de serviço que o material deve suportar. Então, um ensaio de tração em temperatura alta pode fornecer informações de grande utilidade sobre o desempenho em temperatura alta de um componente, cujo tempo de serviço seja curto, como um foguete ou a ogiva de um projétil. No entanto, será obtida somente uma informação limitada sobre o desempenho de uma tubulação de vapor, que necessita suportar 100000 h de serviço em temperaturas elevadas. Desta forma, serão necessários ensaios especiais para avaliar o desempenho dos materiais em tipos diferentes de serviço em temperaturas altas. O *ensaio de fluência* mede as variações dimensionais que ocorrem devido à exposição a temperaturas elevadas, enquanto que o *ensaio de ruptura por fluência* mede o efeito da temperatura na capacidade do material suportar carregamento por longos tempos. A perfeita distinção entre os três estágios de fluência depende fortemente da tensão aplicada e da temperatura. Ao se construir uma curva de fluência, constitui prática usual manter a carga constante ao longo de todo o ensaio. Assim sendo, à medida que o corpo de prova se alonga e sofre a diminuição de sua seção transversal, a tensão axial aumenta. O valor da tensão de ensaio é na verdade o valor da tensão inicial aplicada ao corpo de prova. No entanto, já foram desenvolvidos métodos para compensar as variações das diminuições do corpo de prova, a fim de se realizar o ensaio em tensão constante. Nos ensaios realizados sob tensão constante não se observa a região de taxa de fluência acelerada (região III) e a curva obtida é similar à curva B da Figura 2.6. No entanto, quando ocorrem mudanças microestruturais no

metal, pode-se observar a fluência acelerada em ensaios sob tensão constante. A curva B da Figura 2.6 pode ser considerada representativa da curva básica de fluência para um metal. A deformação representada por  $\epsilon_0$  ocorre quase que instantaneamente com a aplicação da carga. Mesmo que a tensão aplicada esteja abaixo do limite de escoamento, nem toda a deformação instantânea é elástica. A maior parte desta deformação é recuperada instantaneamente com a retirada de carga (elástica), enquanto uma segunda parte é recuperada com o tempo (anelástica) e o resto não se recupera (plástica). Embora a deformação instantânea não seja realmente fluência, ela é importante porque pode constituir uma fração considerável da deformação total permitida em componentes de máquinas. Algumas vezes a deformação instantânea é subtraída da deformação total do corpo de prova, para que se tenha somente a deformação devido à fluência. Este tipo de curva de fluência parte da origem das coordenadas<sup>[29]</sup>.

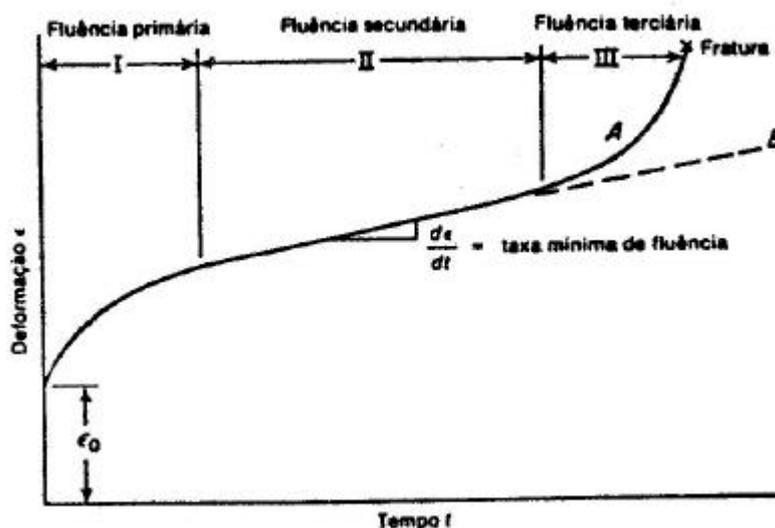


FIGURA 2.6 - Curva típica de fluência mostrando os três estágios do processo. Curva A, ensaio em carga constante; curva B, ensaio em tensão constante.

FONTE: Adaptada de [29].

### **2.2.5 Mecanismos de Fratura**

Nas análises das curvas obtidas para metais e ligas em condições de fluência, as indicações iniciais com relação aos eventuais mecanismos que possam conduzir a um processo de fratura geralmente estão correlacionados à aceleração da taxa de fluência a partir do início do estágio terciário. Atividades relacionadas a instabilidades metalúrgicas na composição de dano por fluência, concentram-se em processos tipicamente relacionados ao crescimento de grão, recristalização dinâmica, dissolução ou coalescimento gradual de precipitados ou partículas finas, e alterações em subestruturas induzidas previamente por deformação plástica<sup>[30]</sup>.

Os possíveis mecanismos responsáveis por fraturas intergranulares em condições de temperatura elevada envolvem esquematicamente os processos de nucleação de cavidades ao longo dos contornos granulares ou partículas de segunda fase. A fratura transgranular pode ser associada a eventos condicionados ao interior dos grãos, propiciando a formação e a coalescência de microcavidades denominadas *dimples* em regiões de intensa deformação localizadas em pontos considerados favoráveis como inclusões, partículas de segunda fase e empilhamentos de discordâncias<sup>[30]</sup>.

### **2.2.6 Mecanismos Responsáveis pela Deformação em Fluência**

Com o desenvolvimento da microscopia eletrônica de transmissão, é possível a realização de estudos diretos da estrutura de discordâncias dos metais deformados. Estas investigações indicam que, para uma gama muito grande de metais, existe uma relação simples entre a densidade de discordâncias e a tensão de deformação plástica de um metal. O encruamento dos metais está diretamente associado à formação de discordâncias no metal. A densidade de discordâncias formadas em uma dada deformação é freqüentemente uma função da temperatura do ensaio. Isso significa que, quando um metal é deformado até um determinado valor, o aumento de sua resistência mecânica pode depender da temperatura de deformação. Na maioria dos casos, quando

o corpo de prova é deformado de um valor determinado, o encruamento resultante decresce com o aumento da temperatura<sup>[31]</sup>.

De uma forma geral, os mecanismos mais aceitos para a explicação do processo de deformação por fluência em metais são os seguintes:

- transporte de átomos por difusão;
- escalagem e deslizamento de discordâncias e
- deslizamento de contornos de grão.

### 2.2.6.1 Fluência por Difusão

Este mecanismo é resultante do movimento de defeitos pontuais orientados pelo campo de tensões sem envolver diretamente o movimento de discordâncias. Trata-se de um processo termicamente ativado, que pode resultar em um fluxo de átomos de uma região comprimida para uma região tracionada, Figura 2.7. Dependendo das condições de tensão e de temperatura, o fluxo de defeitos pode ocorrer principalmente através da rede ou dos contornos de grão, tornando-se importante principalmente em temperaturas muito altas e em baixos níveis de tensão mecânica<sup>[32;33]</sup>.

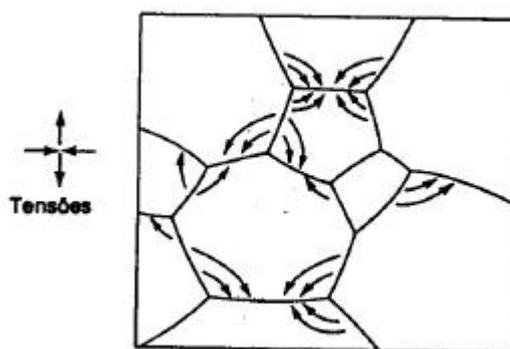


FIGURA 2.7 - Representação esquemática da fluência por difusão em uma microestrutura de grãos.

FONTE: [31].

Quando os materiais estão submetidos a baixas tensões com taxa de deformação extremamente lenta, a deformação plástica se dá pelo processo de difusão termicamente ativado e caracterizado pela migração de vacâncias do contorno de grão que se encontra normal ao eixo da tensão para o contorno de grão paralelo ao eixo da tensão<sup>[30;33]</sup>.

A autodifusão resultará em deformação plástica se a matéria for levada dos contornos sujeitos à tensão de compressão (contornos verticais) até os contornos sob tensão de tração (contornos horizontais)<sup>[31]</sup>.

De acordo com Langdon<sup>[33]</sup>, uma análise apropriada dos principais mecanismos pode ser discutida de forma mais prática pela utilização da Equação 2.1, que relaciona a taxa de deformação  $\dot{\epsilon}_s$ , como uma função da tensão aplicada  $\sigma$ , e da temperatura absoluta T:

$$\dot{\epsilon}_s = A \frac{DGb}{kT} \left( \frac{b}{d} \right)^p \left( \frac{\sigma}{G} \right)^n, \quad (2.1)$$

sendo o coeficiente de difusão D relacionado com a temperatura T pela Equação 2.2:

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{Q_c}{RT}\right), \quad (2.2)$$

em que:

- A: constante adimensional;
- $D_0$ : difusividade;
- G: módulo de elasticidade transversal;
- b: vetor de Burgers;
- k: constante de Boltzman;
- $Q_c$ : energia de ativação para fluência;
- R: constante universal dos gases; e

$d$ : tamanho médio de grão.

As constantes  $p$  e  $n$  contribuem para a distinção entre os mecanismos que dependem de atividades intragranulares ou intergranulares.

Dois mecanismos são considerados importantes nesta região: (a) a deformação que ocorre nos materiais policristalinos através do fluxo de vacâncias sob tensão direcionada pode ocorrer em altas temperaturas ( $T > 0,7T_f$ ), conhecida como fluência de Nabarro-Herring ou em baixas temperaturas ( $0,4 < T < 0,7T_f$ ) conhecida por fluência de Coble<sup>[34-36]</sup>; (b) o mecanismo proposto por *Nabarro e Herring*, que resulta da difusão de vazios entre regiões sobre os contornos condicionados a diferentes estados de tensão, cujo fluxo ocorre através do volume da rede cristalina, pelo interior dos grãos, alongando-os na direção da tensão aplicada<sup>[33-35]</sup>, Figura 2.8.

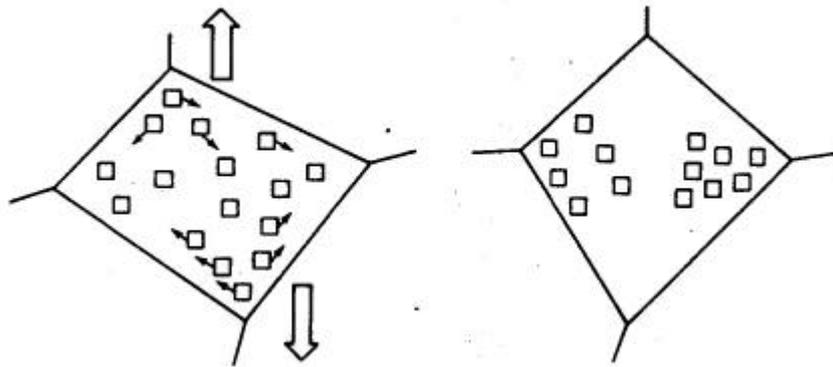


FIGURA 2.8 - Fluxo de vazios resultando em aumento de comprimento de grão.

FONTE: [29].

A taxa de fluência no estado secundário como função da temperatura  $T$  e da tensão aplicada  $\sigma$ , pode ser expressa pela Equação 2.3.

$$\dot{\epsilon}_s = \frac{AD_v Gb}{kT} \left( \frac{b}{d} \right)^2 \left( \frac{\sigma}{G} \right), \quad (2.3)$$

em que:

$D_v$  é o coeficiente de autodifusão. As demais variáveis já foram definidas anteriormente.

Um outro mecanismo é o de *Coble* e envolve a difusão pelos contornos de grão ao invés de pela rede cristalina. Esta difusão resulta no deslizamento dos contornos de grão. Um modo prático de se obter uma liga com elevada resistência à fluência de Nabarro-Herring e Coble é aumentar o tamanho de grão<sup>[22;33;36]</sup>. Esses dois mecanismos são apresentados na Figura 2.9.

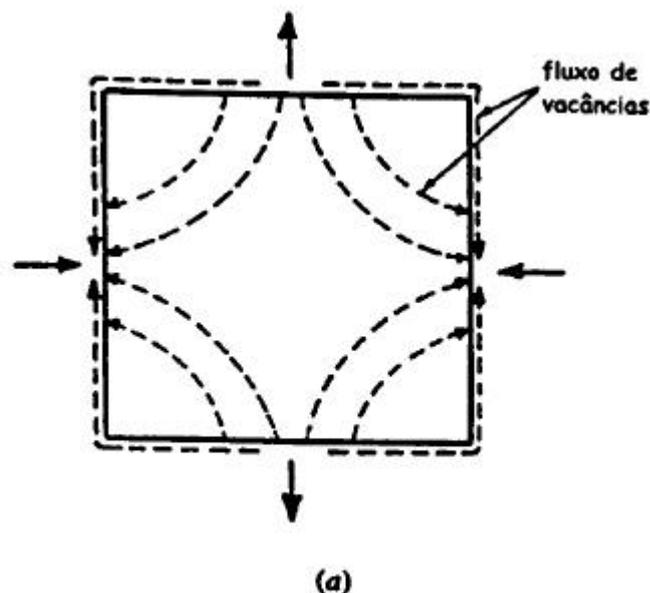


FIGURA 2.9 – Fluxo de vacâncias através do volume do grão (Nabarro-Herring) ou ao longo do contorno de grão (Coble).

FONTE: Adaptada de [30;33].

No mecanismo proposto por Coble, a deformação resulta do processo de difusão, cuja trajetória preferencial situa-se ao longo dos contornos de grão. A taxa de fluência estacionária pode ser representada pela Equação 2.4.

$$\dot{\epsilon}_s = \frac{AD_{cg}Gb}{kT} \left(\frac{b}{d}\right)^3 \left(\frac{s}{G}\right), \quad (2.4)$$

em que:

$D_{cg}$  é o coeficiente de difusão ao longo dos contornos granulares.

O mecanismo proposto por Coble pode atuar simultaneamente com o de Nabarro-Herring, e a taxa de fluência resultante corresponde à soma das contribuições. O mecanismo de Nabarro-Herring predomina em condições de temperaturas elevadas ( $T > 0,7 T_f$ ) e metais com granulação grosseira. O mecanismo de Coble predomina preferencialmente em temperaturas mais baixas ( $0,4 T_f < T < 0,7 T_f$ ) e materiais com estrutura granular fina. Evans e Wilshire<sup>[18]</sup> complementaram as análises esclarecendo que esse comportamento tem sido encontrado para vários metais. Estes autores demonstram que o expoente de tensão  $n$ , próximo do valor 1 não é necessariamente indicativo de que o processo ocorre por fluência difusional, tendo sido observado aumento na densidade de discordâncias e formação de uma estrutura de subgrãos em metais como alumínio puro<sup>[1]</sup>.

A fluência de Harper-Dorn ainda não está completamente clara quando comparada com a fluência de Nabarro-Herring ou a fluência de Coble. Muitas vezes, as observações realizadas mostram-se de acordo com a teoria; em outras, não há evidência do fenômeno. Mesmo assim, a teoria existente apresenta a capacidade de previsão do fenômeno<sup>[30]</sup>.

O mecanismo básico da fluência de Harper-Dorn consiste na migração de vacâncias da extremidade de discordâncias com vetores de Burgers paralelos ao eixo da tensão para as discordâncias com vetores de Burgers perpendiculares ao eixo de tensão. Isso induz a uma taxa de deformação proporcional à tensão, que é independente do tamanho do grão e proporcional à densidade de discordâncias. O processo ocorre dentro do grão sem haver acumulação ou diminuição de matéria no contorno de grão, diferenciando dos outros processos de fluência por apresentar uma densidade de discordâncias que é independente da tensão aplicada. Este mecanismo predomina em condições de tensões relativamente baixas e temperaturas elevadas ( $T > 0,5T_f$ ), tornando-se mais efetivo em materiais com granulação grosseira<sup>[30]</sup>.

### 2.2.6.2 Fluência por Deslizamento e Escalagem de Discordâncias

Em condições de baixa temperatura ( $T < 0,5 T_f$ ), o controle da deformação por fluência ocorre através do processo de deslizamento de discordâncias em seus planos preferenciais. O mecanismo predominante inclui superação da *barreira de Peierls*, através do qual as vibrações térmicas eventualmente favorecem o movimento de um segmento de discordância por um *vetor de Burgers*, nucleando e propagando, com certa facilidade, uma dobra dupla (par de *kinks*) sob ação da tensão aplicada e conseqüentemente, provocando o cisalhamento do cristal, ao passo que barreiras como precipitados são superadas atermicamente por anéis de discordâncias<sup>[31;37]</sup>, Figura 2.10.

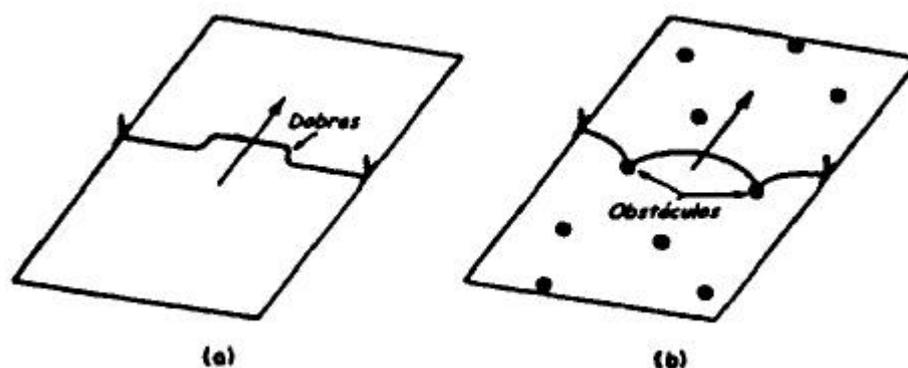


FIGURA 2.10 – Deslizamento de discordâncias em baixas temperaturas. a) Superação da barreira de Peierls; b) Interação entre as partículas de precipitado.

FONTE: Adaptada de [30;33].

A energia térmica ajuda a tensão na formação de uma dobra, que depois se estende sob a ação da tensão. Uma discordância move-se de uma maneira gradativa, em degraus. A força que retém uma discordância na sua posição de menor energia no reticulado é chamada de força de Peierls, e o mecanismo mencionado é um dos propostos para explicar a superação desta força<sup>[33]</sup>, Figura 2.11. A situação em altas temperaturas está representada na Figura 2.11. Neste caso, a difusão é suficientemente rápida, onde as vacâncias alcançam as extremidades das discordâncias promovendo o fenômeno da

escalagem. As discordâncias são emitidas de uma série de fontes, colocadas sobre diferentes planos de deslizamento. Embora as discordâncias em hélice de sinal oposto possam aniquilar-se, o movimento das discordâncias em cunha de duas fontes adjacentes é rapidamente bloqueado devido à existência da interação mútua. Desta maneira, as discordâncias empilham-se sobre o plano de deslizamento no qual as principais se decompõem em grupos de discordâncias com dipolos ou multipolos. A taxa de emissão de discordâncias pelas fontes é controlada pela taxa de remoção do empilhamento conforme elas escalam e aniquilam-se umas com as outras<sup>[30;33]</sup>.

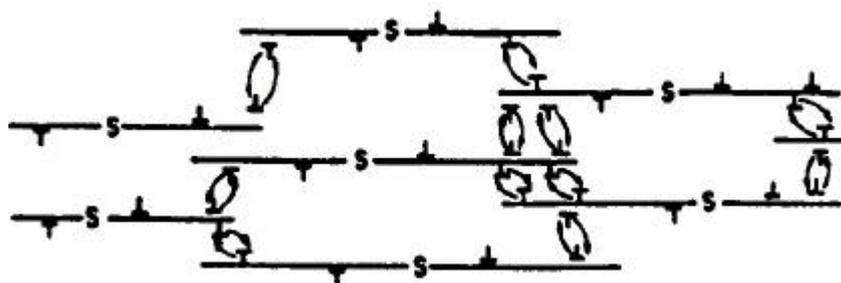


FIGURA 2.11 – Deslizamento e escalagem de discordâncias em altas temperaturas (S é a fonte de discordâncias).

FONTE: [30;33].

Já é bem conhecido o fato de que as discordâncias são criadas num metal durante o processo de deformação plástica. Como é preciso trabalho para formar um anel de discordâncias em qualquer tipo de fonte, é possível que a energia térmica possa ajudar uma tensão aplicada a vencer essa barreira energética. A importância desse efeito ainda não está comprovada, mas atualmente parece que a maioria das discordâncias se nucleia heterogeneamente em partículas de impurezas. Neste caso, o efeito da energia térmica seria difícil de ser avaliado<sup>[29;35]</sup>.

À medida que a deformação plástica aumenta, cresce a complexidade da rede de discordâncias, induzindo à formação de *florestas de discordâncias* e ao fenômeno da interseção, que atuam como obstáculos para a movimentação de outras discordâncias em seus respectivos planos de deslizamento. Todos os cristais reais contêm uma rede de

discordâncias que crescem em complexidade à medida que aumenta a deformação plástica. Essa rede foi denominada como *floresta de discordâncias*. Devido à floresta, qualquer discordância deslizante não caminha muito, pois ela intercepta outras discordâncias que passam por seu plano de deslizamento, em vários ângulos. O processo de interseção de discordâncias é importante, pois o ato de forçar uma discordância a passar pelo campo de tensão de outra discordância envolve um elemento de trabalho e, devido à interseção, as discordâncias podem apresentar cotovelos, cujos movimentos através do reticulado são termicamente ativados <sup>[29]</sup>.

O processo de deformação, quando realizado em condições de temperaturas mais elevadas, envolve o mecanismo de escalagem de discordâncias. Assim, no caso de uma discordância ancorada, bloqueando a atividade de outras nos seus respectivos planos de deslizamento, resulta na formação de empilhamentos, de tal forma que a ascensão da primeira discordância bloqueada permite a continuidade da deformação. Como a fluência ocorre em temperaturas altas, a geração e a movimentação da discordância resultam na deformação de endurecimento, enquanto que processos de recuperação, como a escalagem (Figura 2.12) e deslizamento cruzado, permitem que discordâncias também possam ser aniquiladas ou rearranjadas em configurações de baixa energia <sup>[18]</sup>.

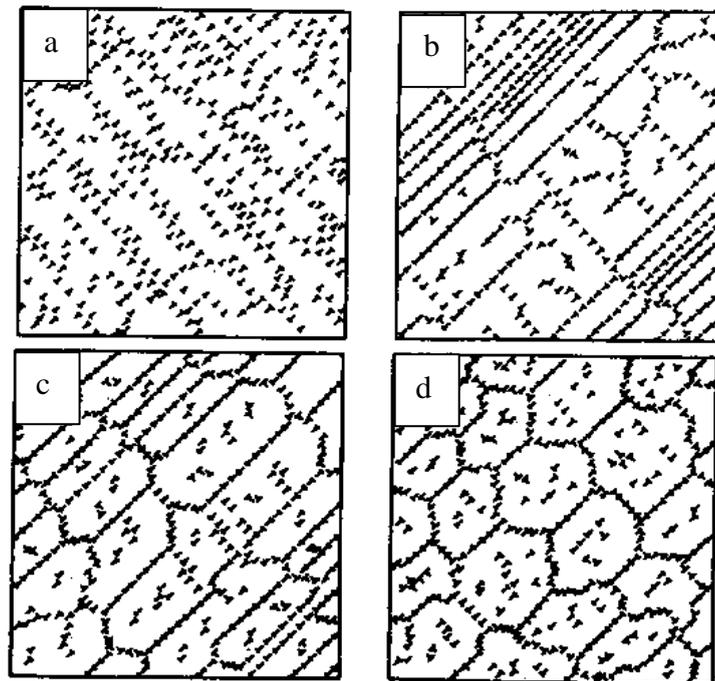


FIGURA 2.12 - Representação esquemática da movimentação das mudanças de discordâncias durante a fluência: a) emaranhado de discordâncias, b) recuperação, c) formação do sub-grão e d) discordâncias mais livres.  
 FONTE: Adaptada de [18].

A capacidade de superação dos obstáculos envolve também o mecanismo de *Orowan*, através do qual a formação progressiva de anéis formados em torno de partículas duras ou precipitados bloqueia a movimentação de discordâncias na rede cristalina. Através do processo de escalagem, as discordâncias em cunha podem movimentar-se sobre uma partícula aniquilando-se. Por outro lado, as discordâncias em hélice por deslizamento, podem conduzir ao colapso do anel, resultando na possível continuidade do fenômeno da fluência através de outras discordâncias móveis. Os mecanismos de interação destacados anteriormente correspondem aos processos de endurecimento e recuperação dinâmica. Quando os dois processos operam de forma simultânea, a Equação 2.5 constitutiva de fluência descreve o processo estacionário é dada por<sup>[38,39]</sup>:

$$\dot{\epsilon}_s = A D_v \frac{Gb}{kT} \left( \frac{\mathbf{s}}{G} \right)^n \quad (2.5)$$

### 2.2.6.3 Fluência por Deslizamento de Contorno de Grão

Neste mecanismo, o processo de deformação ocorre com a movimentação relativa entre grãos de um metal policristalino, através da ação de um componente cisalhante de tensão atuando de forma descontínua e irregular, tornando-se mais efetivo com o aumento da temperatura e redução da taxa de deformação<sup>[1]</sup>. Na deformação plástica em metais policristalinos, a maior distorção ocorre em regiões adjacentes aos contornos devido aos mecanismos comuns de recuperação, de maneira que o deslizamento de contornos é considerado como resultado da ação combinada do movimento de discordâncias e mecanismos de fluência por difusão<sup>[37;40;41]</sup>. O papel mais importante desempenhado pelo deslizamento dos contornos de grão está relacionado com o início da fratura intergranular. Para que ocorra deformação nos contornos de grão sem que haja formação de trincas, deve existir um mecanismo de deformação que permita a continuidade da deformação ao longo do contorno de grão. Uma maneira de acomodar a deformação nos contornos de grão em temperaturas altas é através da formação de dobras no final de um contorno de grão<sup>[28;37]</sup> (Figura 2.13).

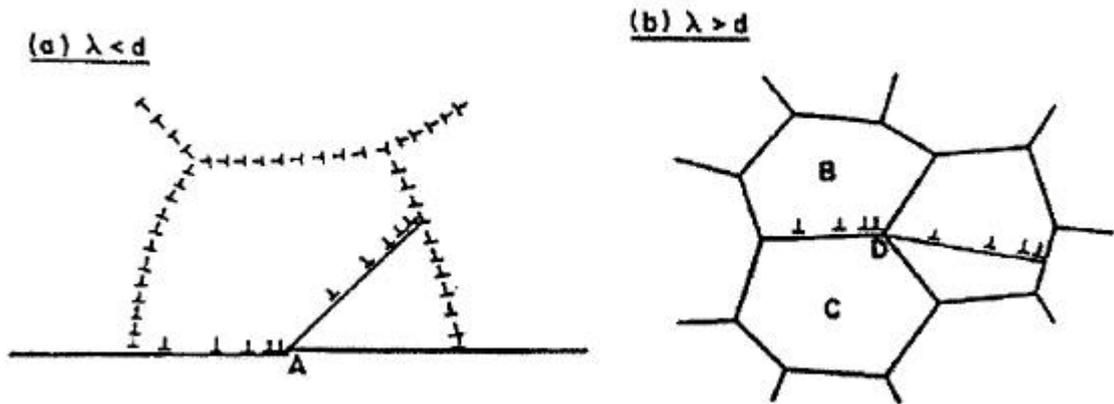


FIGURA 2.13 – Princípio de deslizamento do contorno de grão: a) como na fluência convencional, quando o tamanho de grão,  $d$ , é maior que o tamanho de equilíbrio do subgrão,  $\lambda$ , a acomodação se dá por deslizamento intragranular no contorno de subgrão dentro dos grãos; e b) como na superplasticidade, quando o tamanho de grão,  $d$ , é menor que o tamanho de equilíbrio do subgrão,  $\lambda$ , a acomodação se dá por deslizamento intragranular no contorno de grão oposto.

FONTE: Adaptada de [30;33].

Um processo de acomodação para o alívio de tensões pode ocorrer pela migração de contornos de grãos para fora da região tensionada, através da formação de dobras simples ou duplas, que correspondem a uma alteração da superfície à frente do contorno deslizado<sup>[32]</sup>. A taxa mínima de fluência ao longo dos contornos de grão ( $\dot{\epsilon}_{sg}$ ) pode ser expressa por:

$$\dot{\epsilon}_{sg} = \left( \frac{AD_{cg} Gb}{kT} \right) \left( \frac{b}{d} \right) \left( \frac{\sigma}{G} \right), \quad (2.6)$$

e a taxa de acomodação ( $\dot{\epsilon}_{sa}$ ) é dada por:

$$\dot{\epsilon}_{sa} = \left( \frac{A_0 D_v Gb}{kT} \right) \left( \frac{b}{d} \right) \left( \frac{\sigma}{G} \right)^n, \quad (2.7)$$

em que:

$A_0$  e  $n$  = constantes características do material;

$D_{cg}$  = coeficiente de difusão nos contornos de grãos;

$d$  = diâmetro do grão; e

$k$  = constante de Boltzman.

A taxa resultante ( $\dot{\epsilon}_s$ ) corresponde a uma relação devido a ambos os mecanismos de deslizamento e acomodação de contorno de grão:

$$\dot{\epsilon}_s = \frac{AA_0 D_{cg} D_v \left( \frac{Gb}{kT} \right) \left( \frac{b}{d} \right) \left( \frac{\mathbf{s}}{G} \right)^n}{AD_{cg} + A_0 D_v \left( \frac{\mathbf{s}}{G} \right)^{n-1}} \quad (2.8)$$

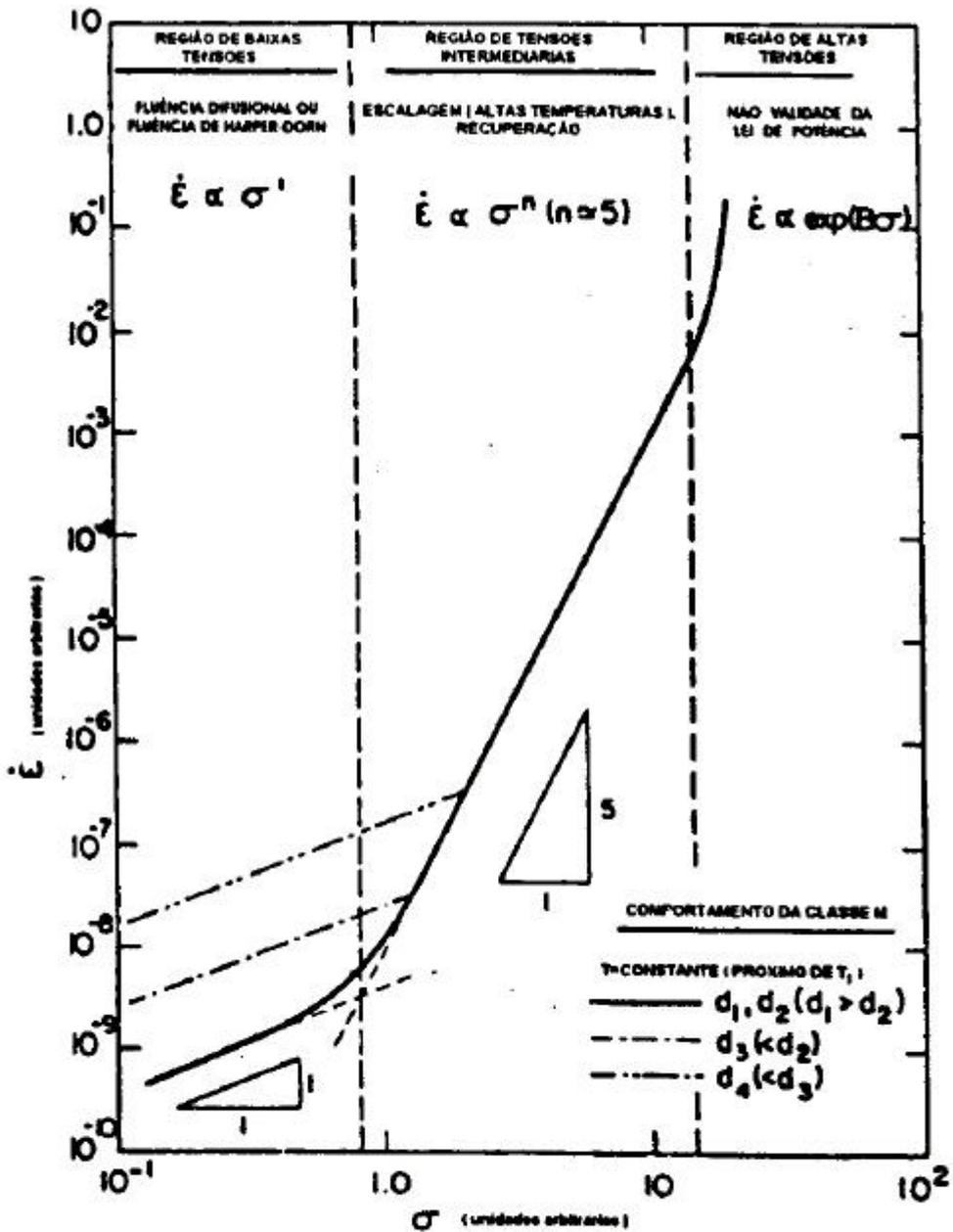
em que:

$A_0$  = área inicial, constante característica do material; e

$D_v$  = coeficiente de autodifusão

Esses mecanismos responsáveis pela deformação em fluência podem ser sintetizados pelo Mapa de Mecanismo de Deformação, que apresentam as faixas de tensão e temperatura sobre as quais cada mecanismo predomina, principalmente nos casos de metais puros<sup>[30]</sup>.

Para determinar a taxa de fluência do estágio secundário, tomam-se medidas de amostras submetidas a ensaios com uma extensa variação de tensão em temperaturas constante, em que os resultados podem ser traçados logaritmicamente como  $\dot{\epsilon}_s$  vs  $\sigma$ <sup>[30]</sup>, Figura 2.14.

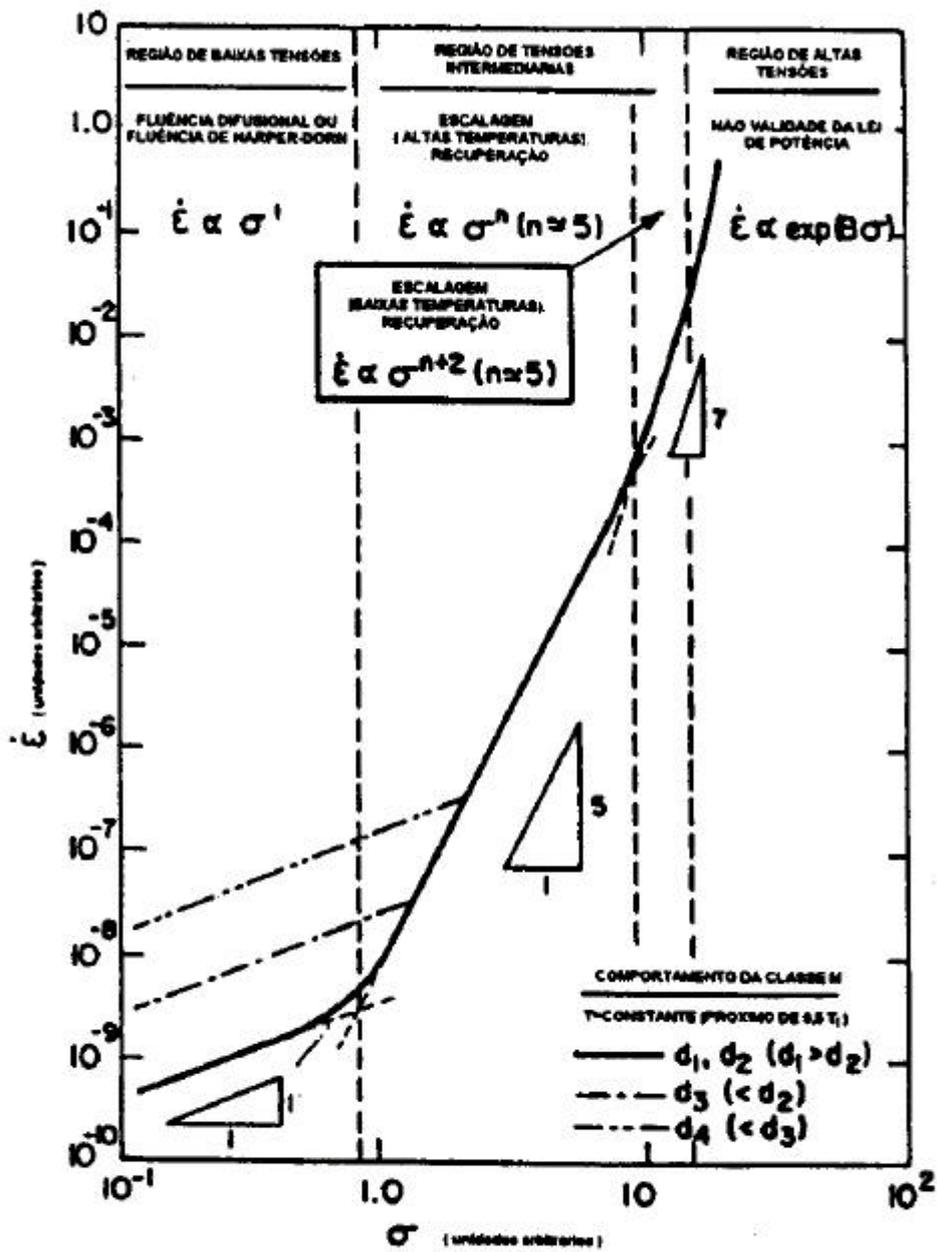


(a)

FIGURA 2.14 – Ilustração esquemática da taxa de deformação como função da tensão para metais puros (escala logarítmica): a) próximo ao ponto de fusão.

FONTE: Adaptada de [30;33].

(continua)



(b)

FIGURA 2.14 – Conclusão.

As propriedades de fluência de materiais cristalinos dependem criticamente do deslizamento e escalagem de discordâncias. As discordâncias exercem um importante papel na deformação plástica de materiais cristalinos em todas as temperaturas. Em baixas temperaturas, a plasticidade é atingida pelo deslocamento de discordâncias; entretanto, em altas temperaturas, sob condições de fluência, tem-se o deslocamento e a escalagem de discordâncias<sup>[33]</sup>.

Embora seja possível atingir a deformação plástica na fluência unicamente pela difusão de vacâncias por tensão direta, assim como na fluência por difusão, onde este processo não é relativamente importante, exceto em tensões muito baixas, onde o tamanho do grão é pequeno. Sob todas as outras condições, a deformação é atingida pelo movimento de discordâncias<sup>[33]</sup>.

Para metais puros, há uma ampla faixa de tensão na qual a taxa de fluência secundária varia com a tensão aumentada para uma potência próxima de 5 e a energia de ativação é igual ao valor da auto-difusão na rede. Este processo, denominado comportamento de classe M, é atribuído ao mecanismo de recuperação como a escalagem em alta temperatura<sup>[33]</sup>.

O comportamento de fluência de solução sólida de ligas é similar a metais puros em muito baixas e muito altas tensões; entretanto, em tensões intermediárias há a possibilidade de transição da classe M para a classe A e de novo para a classe M quando o nível de tensão é aumentado. O comportamento de classe A fornece um expoente de tensão próximo de 3 e uma energia de ativação para a inter-difusão dos átomos do soluto e isto é interpretado em termos da viscosidade, no qual o movimento de discordâncias é retardado devido à presença da atmosfera atômica do soluto<sup>[33]</sup>.

### **2.2.7 A Lei de Potência**

Dentre as várias relações propostas na literatura, a de maior aplicabilidade prática, relaciona a dependência da taxa de fluência estacionária com a tensão para temperaturas

acima de aproximadamente  $0,3 T_f$ , sendo representada pela *lei de potência*, conhecida como *lei de Norton*:

$$\dot{\epsilon}_s = B \sigma^n, \quad (2.9)$$

em que:

B = constante característica do material;

n = expoente de tensão;

$\dot{\epsilon}_s$  = taxa de fluência estacionária.

O coeficiente B e o expoente de tensão n, de acordo com Brathe e Josefson<sup>[42]</sup> dependem da temperatura, composição e microestrutura do material, e do nível de tensão aplicado. Normalmente, estes coeficientes são determinados utilizando um conjunto de curvas à carga ou tensão e temperaturas constantes, com o expoente de tensão representando o gradiente da relação  $\ln \dot{\epsilon}_s$  vs  $\ln \sigma$ . Como a deformação por fluência ocorre por processos termicamente ativados, a *lei de Norton* pode ser modificada para uma dependência com a temperatura, sendo geralmente representada por uma equação do tipo Arrhenius<sup>[42;43]</sup>.

$$\dot{\epsilon}_s = B_0 \sigma^n \exp(-Q_c/RT), \quad (2.10)$$

em que:

$B_0$  = fator dependente da tensão e da estrutura do material; e

$Q_c$  = energia de ativação para fluência.

Os valores de  $B_0$  e  $Q_c$  podem ser obtidos graficamente por meio de um conjunto de ensaios à tensão ou carga constantes pela relação  $\ln \dot{\epsilon}_s$  vs  $(1/RT)$ .

Não há evidências experimentais de que a fluência em materiais metálicos seja controlada por um único processo em cada região. Ao contrário, todos os mecanismos previstos podem apresentar contribuições ao longo dos três estágios, mas não necessariamente na mesma proporção. Assim, o conceito de um mecanismo dominante pode ser caracterizado por diferentes valores de  $n$  ou  $Q_c$ . Com isso, a transição do expoente de tensão de  $n > 3$  para  $n \approx 1$  é geralmente considerada como um indicativo de mudança de um mecanismo de fluência por discordâncias para um processo difusional. Estas considerações indicam que o mecanismo de fluência dominante depende dos diferentes regimes de tensão e de temperatura sendo, portanto, destacada a importância dos *mapas de mecanismos de deformação*, que sintetizam as faixas de tensão e de temperatura nos quais cada mecanismo predomina, principalmente nos casos de metais puros e ligas monofásicas. Esses mapas indicam os regimes (ou áreas) tensão-temperatura ao longo dos quais vários mecanismos operam. Os contornos com taxas de deformação constantes também são incluídos com frequência. Dessa forma, para uma dada situação de fluência, dado o mapa apropriado para o mecanismo da deformação e quaisquer dois dos três parâmetros – temperatura, nível de tensão ou taxa de deformação em fluência – o terceiro parâmetro pode ser determinado<sup>[23]</sup>.

Os metais puros, de acordo com Langdon<sup>[33]</sup>, apresentam um comportamento denominado de Classe M, com  $n \approx 5$ , cujas características envolvem uma deformação instantânea após a aplicação de carga e um estágio primário normal associado ao desenvolvimento inicial de uma subestrutura, mantendo-se razoavelmente constante durante o estágio estacionário. A velocidade de fluência é função da Energia associada aos Defeitos de Empilhamento (EDE), sendo então o processo controlado por escalagem de discordâncias. O estágio terciário está associado com o desenvolvimento de instabilidades, a exemplo da estrição, ou pela formação de cavidades intergranulares. Evans e Wilshire<sup>[18]</sup> resumem de forma apropriada o conjunto de informações relativas aos valores de  $Q_c$  e  $n$  para os metais puros, atribuindo valores entre 4 e 6 para o expoente de tensão. Em temperaturas elevadas, acima de  $0,7 T_f$ , para valores intermediários de tensão, a escalagem ocorre por difusão de vacâncias através da rede, com valores de  $Q_c \approx Q_{sd}$  (energia de ativação para escalagem de discordâncias). No

entanto, para valores de  $Q_c \approx 0,5 Q_{sd}$ , com  $n$  entre 4 e 6 em níveis intermediários de tensão, o mecanismo de difusão passa a ocorrer ao longo das discordâncias. Para valores baixos de tensão e temperaturas acima de  $0,7 T_f$  ou na faixa de  $0,4$  a  $0,7 T_f$ , os valores de  $n$  são próximos de 1 e correspondem aos processos difusionais de Nabarro-Herring com  $Q_c \approx Q_{sd}$  e Coble com  $Q_c \approx 0,5 Q_{sd}$ , respectivamente. Os valores de  $n$  próximos de 3 e  $Q_c$  igual à energia de ativação correspondem à interdifusão de átomos de soluto  $Q_{id}^{[1]}$ .

### 2.2.8 Energia de Ativação para o Estado de Equilíbrio em Fluência

O estado de equilíbrio, ou *fluência secundária*, é predominante nas temperaturas superiores a  $T_f/2$ . Como a fluência depende claramente dos processos termicamente ativados, é importante examinar o papel da temperatura nos mecanismos de fluência. A hipótese mais simples considera a fluência como um único processo ativado, podendo ser expressa por uma equação de taxa de deformação do tipo de Arrhenius<sup>[29]</sup>:

$$\dot{\epsilon} = A \exp(-DH/RT), \quad (2.11)$$

em que:

$\Delta H$  = energia de ativação do processo controlador da taxa;

$A$  = constante pré-exponencial complexa contendo a frequência de vibração da unidade de escoamento, a variação de entropia e um fator que depende da estrutura do material;

$T$  = temperatura absoluta (K);

$R$  = constante universal dos gases (1,987 cal/mol.K).

Uma vez que as discordâncias não são formadas facilmente por ativação térmica, é razoável admitir que a estrutura de discordâncias permaneça constante durante a mudança de temperatura. Como a energia de ativação para autodifusão é a soma das

energias para formação e movimentação de lacunas, isto fornece um forte suporte para o ponto de vista de que a escalagem de discordâncias é o mecanismo controlador da taxa de fluência em temperaturas altas. Um outro fator que dá suporte a esta suposição é a formação de uma estrutura de discordâncias de subgrãos. Seria de se esperar que os metais nos quais as lacunas se movem rapidamente apresentassem resistência baixa à fluência. Um dos papéis mais importantes segundo o qual a escalagem de discordâncias está envolvida na deformação em fluência é ajudar as discordâncias a superar os obstáculos que se interpõem ao deslizamento. Devido à grande variedade de mecanismos de fluência possíveis, dificilmente para um dado conjunto de condições de fluência ocorrerá um único mecanismo. Se estes mecanismos operam independentemente uns dos outros, aquele de taxa de deformação maior (ou com energia de ativação menor) será o mecanismo dominante. No entanto, o mais provável é que vários mecanismos sejam interdependentes e, neste caso, aquele que apresenta a taxa de deformação menor, isto é, aquele que possui maior energia de ativação será o mecanismo controlador<sup>[29]</sup>.

A utilização de medidas de energia de ativação para a identificação do mecanismo predominante de fluência deve levar em consideração que as variações na temperatura, tensão ou estrutura podem produzir variações na importância relativa dos mecanismos competidores. A Figura 2.15 apresenta três energias de ativação diferentes para deformação de monocristais de alumínio. A maior energia de ativação, 35500 cal/mol, está associada com escalagem de discordâncias, e o valor intermediário, 28000 cal/mol, é próximo da energia de ativação para o deslizamento com desvio ativado. Para o valor mais baixo, 3400 cal/mol, não se identificou um mecanismo definido, embora tenham sido sugeridos mecanismos baseados na tensão de Peierls e na interseção de discordâncias<sup>[29]</sup>.

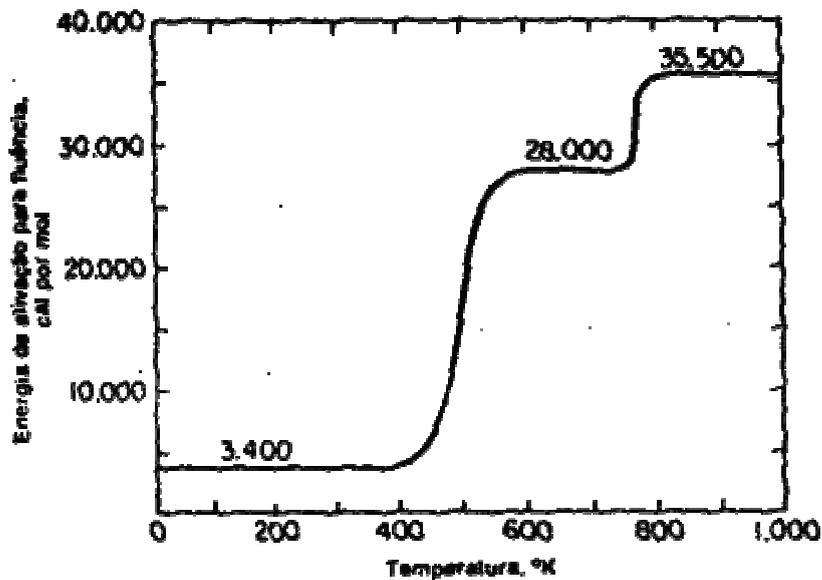


FIGURA 2.15 - Energia de ativação para fluência em monocristais de Al.

FONTE: Adaptada de [29].

### 2.2.9 Teorias de Fluência

A Figura 2.16 apresenta uma subestrutura de uma discordância idealizada desenvolvida em um metal em fluência, com sua distribuição associada de tensões. O metal é formado por algumas áreas com alta densidade de discordâncias, que podem ser consideradas de alta dureza em relação ao movimento de discordâncias. Outras áreas são de baixa dureza (com menor densidade de discordâncias). Para cada uma das regiões (e podem existir mais do que duas), existem obstáculos de resistência mecânica ( $\hat{S}$ ) que se opõem ao movimento das discordâncias contínuas sob a ação de uma tensão corrente local ( $\sigma$ )<sup>[18]</sup>.

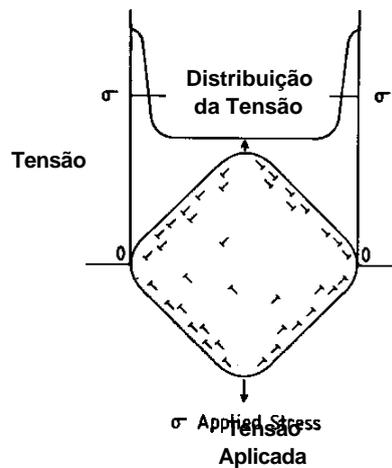


FIGURA 2.16 - Variação da tensão local e a densidade de discordâncias em regiões de alta dureza (paredes da célula) e de baixa dureza (interior da célula) durante a fluência.

FONTE: Adaptada de [18].

A energia total necessária para superar a barreira apresentada na Figura 2.17 é a força da discordância multiplicada pela distância percorrida, representada pela área ABCDE. Os princípios envolvidos nas diferentes teorias de discordâncias em fluência podem ser ilustrados por um esboço da idéia desenvolvida por Weertman<sup>[44]</sup>, que vê a escalagem (ascensão) de discordâncias como um processo de recuperação. O material deformado é considerado contendo um número de fontes de discordâncias. Durante a fluência, estas fontes emitem discordâncias que se movem ao longo de seus planos de deslizamento até que as discordâncias sejam presas em obstáculos, formando um empilhamento<sup>[18]</sup>.

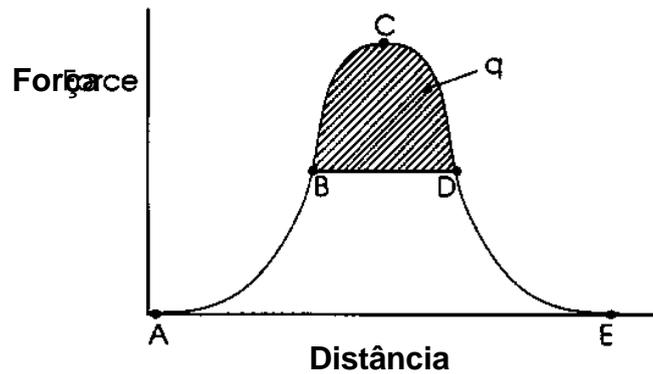


FIGURA 2.17 - Gráfico força  $\times$  distância para uma discordância superar a barreira ABCDE.

FONTE: Adaptada de [18].

Este processo constitui um endurecimento de fase. A discordância líder irá então escalar (saltar) este plano de deslizamento. Esta escalagem de discordância (Figura 2.18) pode ser aniquilada pelo encontro com uma outra discordância com sinal oposto, ou após alguma distância da escalagem pode estar livre para deslizar em um novo plano de deslizamento até o encontro de outro obstáculo. Uma outra discordância pode ser emitida de uma fonte para que o processo de fluência continue. O processo de escalagem representa a recuperação da estrutura do material<sup>[18]</sup>.

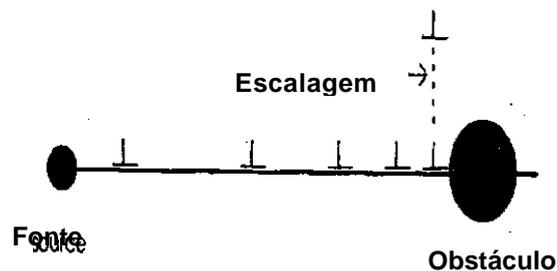


FIGURA 2.18 - Representação esquemática de escalagem de discordância.

FONTE: Adaptada de [18].

## 2.2.10 Apresentação dos Dados Experimentais de Fluência em Engenharia

Na apresentação de dados de resistência em temperaturas altas, é muito comum se falar de *resistência mecânica à fluência* ou *resistência à ruptura por fluência*. A resistência mecânica à fluência é definida como sendo a tensão que produz, em uma dada temperatura, uma taxa de deformação secundária com um valor fixo, normalmente estabelecido como 0,00001 ou 0,001% por hora. A resistência mecânica à fluência pode também ser definida como sendo a tensão necessária para causar uma deformação de 1%, na temperatura considerada. A resistência à ruptura por fluência refere-se à tensão necessária para produzir, em uma dada temperatura, uma vida em serviço de tempo determinado, normalmente 1000, 10000 ou 100000 horas. Para aplicações de curta duração (como em mísseis ou aeronaves de alta velocidade), são necessários dados experimentais relativos às tensões e temperaturas superiores e em tempos mais curtos do que usualmente são determinados nos ensaios de fluência. A partir de um conjunto de curvas de fluência em temperatura constante e tensões variadas, é possível construir curvas de tensão-deformação traçando-se linhas em tempos pré-fixados, como por exemplo,  $t = 0, 1, 10, 100$  horas. Muitas vezes é mais barato e conveniente realizar ensaios de ruptura por fluência do que ensaios convencionais de fluência, e seria de grande utilidade se a resistência mecânica à fluência pudesse ser estimada a partir da resistência à ruptura por fluência com precisão suficiente que permitisse sua aplicação em projetos<sup>[29]</sup>.

### 2.2.10.1 Métodos para Extrapolação de Dados

Com frequência surge a necessidade da obtenção de dados de Engenharia sobre a fluência que são impraticáveis de serem coletados a partir de ensaios normais em laboratório. Isso é especialmente verdadeiro quando se desejam obter resultados para exposições prolongadas do material (da ordem de anos). Uma solução para esse problema envolve a execução de ensaios de fluência e/ou de ruptura por fluência em temperaturas além daquelas exigidas, por períodos de tempo mais curtos, e em um valor

de tensão comparável, para então se realizar uma extrapolação apropriada para as reais condições de serviço. Um procedimento de extrapolação comumente utilizado emprega o parâmetro de Larson-Miller, que é definido como sendo<sup>[23]</sup>:

$$P = T - (C + \log t_f), \quad (2.12)$$

em que:

P = parâmetro de Larson-Miller;

T = temperatura;

C = é uma constante (geralmente da ordem de 20); e

$t_f$  = tempo de vida até a fratura (horas).

O tempo de vida até a fratura para um dado material, medido em algum valor de tensão específico, varia com a temperatura de tal modo que esse parâmetro permanece constante. Os dados podem também ser apresentados como o logaritmo da tensão em função do parâmetro de Larson-Miller<sup>[23]</sup>.

### **2.2.11 Ligas Metálicas Resistentes à Fluência**

Em geral, a resistência mecânica de um metal à deformação por fluência é tanto maior quanto maior é a sua temperatura de fusão, visto que a taxa de autodifusão é menor nos metais cuja  $T_f$  é alta. Uma vez que o deslizamento cruzado é um mecanismo importante para que as discordâncias possam superar os obstáculos, os metais com baixa energia de falha de empilhamento possuem maior resistência mecânica à fluência, porque se torna difícil a recombinação das discordâncias parciais necessárias ao deslizamento cruzado. No entanto, a adição de elementos de liga com valências altas, formadores de solução sólida, constitui a maneira mais efetiva de aumentar a resistência mecânica à fluência destes materiais porque produzem uma grande diminuição da energia da falha de

empilhamento. Para uma alta resistência mecânica à fluência é necessária a presença de precipitados finamente dispersos.

Os materiais empregados em temperaturas altas devem ser, além de resistentes, adequados para suportar o meio ambiente no qual operam. Alguns metais, como o molibdênio, são de grande resistência mecânica, mas apresentam pequena resistência química à oxidação e, por isto devem ser cobertos por uma camada de material com alta resistência à oxidação quando empregados em temperaturas altas. O meio ambiente no qual o corpo de prova é ensaiado pode exercer uma influência importante na resistência em temperaturas altas.

Em ensaios de fluência realizados em monocristais de zinco foi observado que a fluência foi praticamente interrompida quando os corpos de prova recebiam uma camada de cobre por eletrodeposição. Quando esta camada foi retirada, a fluência recomeçava com taxas de deformação aproximadamente iguais às originais. Em ensaios de ruptura por fluência realizados em ligas de níquel e de níquel-cromo, os resultados mostraram uma dependência complexa com a atmosfera. Em temperaturas altas e em baixas taxas de deformação, estes materiais apresentaram-se mais resistentes quando ensaiados ao ar do que em vácuo, enquanto que, em temperaturas baixas e taxas de deformação altas, ocorreu o contrário. Este comportamento é atribuído aos efeitos competitivos de aumento da resistência mecânica resultante da oxidação e do enfraquecimento do material devido à diminuição da energia superficial resultante da absorção de gases.

A natureza da oxidação pode ter uma influência importante sobre as propriedades em temperaturas altas. Uma camada fina de óxido normalmente conduzirá a um aumento na resistência mecânica, mas a penetração intergranular do óxido geralmente implica em um decréscimo no tempo de ruptura por fluência e fratura intergranular. A vida em serviço de um material é bastante reduzida quando este deve operar em atmosfera de combustão de gases quentes ou em meios corrosivos<sup>[29]</sup>.

A influência do tamanho de grão na resistência mecânica à fluência não é muito bem estabelecida. Em muitas situações, o material com tamanhos de grãos grosseiros

apresenta menores valores de taxas de deformação em fluência e valores de tensões de ruptura por fluência superiores às do material com grãos com tamanhos menores. A explicação simplista é de que um material com tamanhos de grãos grandes possui uma menor área total de contornos de grão disponível para o deslizamento, do que um material com granulação fina. Em algumas ligas têm sido observada a existência de um tamanho de grão ótimo para o qual a resistência mecânica à fluência é máxima. Devido ao fato dos contornos de grão serem locais propícios para a nucleação de fratura em temperaturas altas, o seu controle, ou eliminação, irá retardar a fratura e aumentar a vida em serviço do material. O melhor exemplo para esta afirmação é o controle da orientação dos grãos através de solidificação direcional.

Numa palheta de turbina solidificada direcionalmente, os contornos de grão estão dispostos, predominantemente, de forma paralela ao eixo longitudinal da turbina, de maneira que os valores dos esforços em flexão, que atuam sobre eles, sejam baixos. Este material apresenta a mesma curva de fluência que a peça fundida convencionalmente, com orientações aleatórias dos grãos; porém, o terceiro estágio de fluência é consideravelmente retardado e a alongação na fratura é apreciavelmente mais elevada. Melhorias no tempo de ruptura e aumento nos valores de ductilidade são obtidas através da utilização de um monocristal, no qual os contornos de grão foram eliminados<sup>[29]</sup>.

### **2.3 Aspectos Gerais sobre Titânio e Suas Ligas**

O titânio foi descoberto em 1790, quando o geólogo Reverendo William Gregor, identificou o elemento na Inglaterra. Ele sugeriu que a nova substância metálica fosse chamada de “Manacannite”. Depois de cinco anos, um eminente químico alemão, Martin Heinrich Klaproth, reconheceu um dióxido do mesmo metal no minério de rutilo ( $\text{TiO}_2$ ) e chamou-o de “Titânio”, que deriva de “Titans”, nome de um deus da mitologia grega de enorme resistência. Em 1910, um químico americano, M.A. Hunter, finalmente conseguiu extrair o metal titânio do minério e marcou o aparecimento da indústria do titânio<sup>[43]</sup>.

O titânio é o quarto metal estrutural mais abundante na crosta terrestre e é o nono metal industrial. É um metal leve e altamente resistente à oxidação; é bio-compatível, devido a ser não alergênico. Apresenta-se muito resistente ao calor, com temperatura de fusão superior a 1668°C. O titânio é um metal estrutural com uma combinação atraente de propriedades, visualmente semelhante ao alumínio e ao aço inoxidável. Em temperatura ambiente o titânio apresenta-se com estrutura HC (fase  $\alpha$ ), que se transforma em CCC (fase  $\beta$ ) a 883°C. A adição de elementos de liga visa basicamente a estabilização de uma ou outra fase. A manipulação microestrutural das ligas de titânio através de tratamentos térmicos baseia-se na nucleação e crescimento da fase  $\alpha$  a partir de  $\beta$ , ao se resfriar o material. A transformação martensítica também é possível quando a fase  $\beta$  é resfriada rapidamente. Dois tipos de martensita podem ser formados:  $\alpha'$  (HC) e  $\alpha''$  (ortorrômbica)<sup>[43]</sup>.

Acima de 750°C os elementos oxigênio, nitrogênio e hidrogênio se difundem rapidamente em suas ligas. O oxigênio em particular é um problema visto que é um forte estabilizador da fase alfa e até mesmo em pequenas exposições pode liderar a formação de sua superfície do caso quase puro alfa que é caracterizada pela alta resistência e baixa ductilidade. Um estudo tem mostrado que a exposição da liga Ti-6Al-4V ao ar em 900°C por 30 minutos reduz o estágio de fluência secundária por um fator de 4, comparado com as amostras tratadas a vácuo, enquanto que a longa exposição causa novamente o aumento da taxa de fluência<sup>[46]</sup>.

A sensibilidade das ligas de titânio quando expostas em alta temperatura é um fenômeno bem conhecido. Quando ligas de titânio são aquecidas a temperaturas acima de 800°C, oxigênio, hidrogênio e nitrogênio penetram nelas. A penetração destes elementos não é desejável, pois aumentam a dureza e a fragilidade enquanto diminuem a resistência da liga. Existem no mínimo dois diferentes mecanismos pelos quais o oxigênio pode afetar a microestrutura de uma liga de titânio  $\alpha + \beta$ <sup>[47]</sup>:

- Por redução da quantidade relativa da fase  $\beta$  (oxigênio é um estabilizador  $\alpha$ ). A camada superficial frágil que se forma devido à penetração do oxigênio é chamada caso- $\alpha$ .

- Pela formação de uma solução sólida intersticial de oxigênio no titânio  $\alpha$ .

Esta penetração de oxigênio é um fato bem conhecido que endurece as camadas superficiais e soluções sólidas intersticiais aumentando a resistência a fluência de certas ligas. O fato é que uma camada fina de nitreto, ou a penetração de oxigênio no titânio durante o teste de tensão-ruptura, aumenta o tempo de ruptura<sup>[47]</sup>.

É possível que a penetração controlada de oxigênio na liga Ti-6Al-4V possa aumentar a sua resistência à fluência sem alterar consideravelmente sua ductilidade. A exposição em altas temperaturas ao ar causa a penetração de oxigênio na liga e a formação de uma camada superficial frágil, caso- $\alpha$ . As taxas de fluência secundária/estacionária de amostras expostas são menores que aquelas amostras tratadas ao vácuo com a mesma faixa de tensão e temperatura<sup>[47]</sup>.

Embora sua condutividade térmica seja similar à do aço inoxidável, seu peso é quase a metade<sup>[8]</sup>. A alta resistência e a baixa massa específica do titânio e suas ligas têm dado uma garantia positiva para aplicações do metal em motores e estruturas aeronáuticas. Ligas de titânio capazes de operar em temperaturas que variam de 0 a 600°C são usadas em motores para discos, palhetas, e outras partes de turbinas até o último estágio do compressor. Ligas com resistência superior a 1200 MPa são empregadas em uma grande variedade de aplicações estruturais. Atualmente o titânio compõe próximo de 10% do peso de uma aeronave, como o Boeing 777<sup>[45]</sup>.

O titânio e suas ligas oferecem disponibilidade em todas as formas; custos comparáveis com outros materiais de alto desempenho; pronta soldabilidade e usinabilidade; economia no peso (resistência similar à do aço, mas com a metade do peso); propriedades criogênicas favoráveis; biocompatibilidade e não toxicidade. O titânio e suas ligas comprovam ser tecnicamente superiores e com boa relação custo/benefício para uma grande variedade de aplicações aeroespaciais, industriais, marítimas e comerciais. Sua superior relação resistência/peso e resistência à corrosão originaram uma variedade de aplicações que fazem do titânio um dos materiais mais adequados ao emprego estrutural, especialmente em situações em que a redução de peso de um componente é

um fator crítico. Essa resistência superior à corrosão do titânio se dá através do fenômeno da passivação. Este fenômeno é caracterizado por uma perda de reatividade do metal ou liga, devido à formação de filmes superficiais sobre suas superfícies, geralmente óxidos. Os filmes de óxidos são protetores, estáveis, contínuos e muito aderentes, têm espessura de alguns nanômetros ( $10^{-9}$  m) e se formam sobre metais como Fe, Ni, Cr, Ti, Nb, Ta e suas ligas<sup>[48]</sup>.

Pelo fato do titânio por si só ser muito reativo e possuir uma grande afinidade pelo oxigênio, o filme de óxido formado na sua superfície ocorre de maneira rápida e espontânea quando exposto ao ar e/ou umidade. A natureza, composição e espessura dos óxidos formados nas ligas de titânio vão depender das condições do meio. Em meio aquoso, o óxido é composto de  $TiO_2$ , mas pode ser composto de misturas com outros óxidos de titânio, como  $Ti_2O_3$  e  $TiO$ . O filme de óxido natural formado tem uma espessura menor que 10 nm, e possui boa resistência química. Este óxido também constitui uma barreira efetiva contra íons  $H^+$ <sup>[49]</sup>.

A reatividade química do titânio é dependente da temperatura. A ação do metal com outras substâncias ocorre mais prontamente em temperaturas elevadas. Esta propriedade é especificamente exemplificada pela extrema reatividade do metal pelos gases da atmosfera em altas temperaturas. Isto necessita do uso de atmosferas inertes para trabalhos à quente e proteção superficial para aplicações em altas temperaturas. A rápida combinação do titânio com gases reativos de uma atmosfera acima de  $510^\circ C$  produz uma escala superficial. Com grandes intervalos de tempo e aumento na temperatura, os gases difundem-se na rede. O metal combina com o oxigênio para formar uma longa série de óxidos de  $TiO$  a  $Ti_7O_{12}$ , e cada qual exibe uma cor diferente para tempos de exposição curtos, é produzido um filme superficial colorido como o arco-íris é produzido. Embora esta oxidação superficial se proceda a  $510^\circ C$ , não ocorre nenhuma apreciável difusão na rede abaixo de  $704^\circ C$ <sup>[50]</sup>.

A reatividade do titânio com nitrogênio é similar a sua ação com oxigênio, onde uma escala do amarelo ao marrom é formada na superfície como o nitreto. O nitrogênio difundir-se-á na rede com uma restrita profundidade de penetração. Todas essas reações

de gás-titânio são aceleradas pela diminuição da pressão de vapor e é requerida uma completa proteção da atmosfera<sup>[50]</sup>.

O titânio encontra a sua maior aplicação na indústria aeronáutica. Na maior parte dos casos é utilizado na forma de ligas com outros metais como o alumínio, ferro, cromo, molibdênio e vanádio. Estas aplicações consomem 90% da produção total de titânio. O restante destina-se à construção de equipamentos para a indústria química (bombas, permutadores de calor, etc.). Outra propriedade notável do titânio é a sua biocompatibilidade. Implantes dentários (substituindo a raiz do dente) hoje são possíveis graças ao titânio<sup>[45]</sup>.

Materiais com comportamento adequado em temperaturas elevadas e ambientes agressivos tornaram-se uma necessidade científica, tecnológica e economicamente viável nos dias de hoje. Estudos têm sido realizados independente de objetivos comerciais para o aprimoramento na obtenção de novas ligas e, principalmente, para a reavaliação de ligas comerciais já existentes, por meio da aquisição de dados em condições de maior severidade. Uma parcela substancial dessas atividades está direcionada para as ligas convencionais de titânio, cujos critérios de seleção, especificamente para componentes aeronáuticos, envolvem, além da relação custo/benefício e a eficiência estrutural, materiais leves e com grande capacidade de se adaptarem aos meios básicos de fabricação<sup>[51]</sup>.

As ligas à base de titânio para aplicações estruturais são geralmente compostas pela combinação das fases  $\alpha$  (HC) e  $\beta$  (CCC), por apresentarem melhor adaptação e conduzirem a uma condição de maior efetividade no controle dos processos de conformação. Estas características estão intimamente relacionadas às propriedades mecânicas, por serem muito sensíveis à microestrutura e fortemente dependentes da textura cristalográfica da fase hexagonal e das rotas de processamento utilizadas na produção de elementos estruturais<sup>[51]</sup>.

Na relação entre os processos de fabricação e as ligas de titânio, observa-se que, na grande maioria dos casos, esta interação envolve altas temperaturas e elevadas taxas de deformação, permitindo que fenômenos como a superplasticidade e principalmente a

constituição de diferentes mecanismos de deformação possam conduzir a eventuais falhas durante o processamento. Desta maneira, estudos com o objetivo de aumentar a eficiência de turbinas a gás procuram otimizar as técnicas de forjamento e tratamentos térmicos, utilizando-se principalmente das ligas Ti-6Al-4V e Ti-10V-2Fe-3Al na produção de componentes. Estas necessidades de otimização e a redução dos custos envolvidos na produção e utilização de componentes aeronáuticos podem, eventualmente, serem obtidas com base em um conjunto de testes que envolvam diferentes condições microestruturais sob carregamentos estáticos e dinâmicos. Nesse contexto, os ensaios de fluência são considerados como um dos mais efetivos indicadores do desempenho de materiais submetidos a condições de serviço prolongados em temperaturas elevadas, contribuindo com uma completa descrição do comportamento macroscópico e das possíveis alterações microestruturais. Esta relação de dependência do fenômeno, com os aspectos metalúrgicos e as condições de carregamento, constituem um quadro de caráter fundamental no aprimoramento de técnicas consistentes de produção e para o desenvolvimento de equações constitutivas utilizadas na previsão de vida<sup>[51]</sup>.

As taxas de fluência das ligas de titânio são grandemente reduzidas em uma atmosfera a vácuo em comparação ao ar. Um recobrimento de Pt aumenta a resistência à fluência das ligas de titânio notavelmente sob as ligas não-recobertas testadas ao ar, mas menos do que em vácuo. Nenhuma melhora na resistência à fluência foi observada se havia uma perda na continuidade do recobrimento<sup>[52]</sup>.

A integridade da Pt, sua estabilidade térmica e sua inércia ao oxigênio promovem uma barreira efetiva contra o oxigênio para o substrato de titânio e assemelhando-se para uma certa extensão uma atmosfera de vácuo. No material não-recoberto testado ao ar, a atmosfera de oxigênio difunde-se ao longo das fronteiras  $\alpha/\beta$ . Sendo um elemento estabilizador de  $\alpha$ , o oxigênio aumenta a transformação da fase  $\beta$  residual em fase  $\alpha$ . As tensões localizadas da transformação aumentam a mobilidade da densidade de discordâncias e reduz ainda mais a resistência à fluência do material. Devido à alta reatividade e solubilidade do oxigênio no titânio e à formação de óxidos de titânio instáveis na superfície, o comportamento de fluência sob vácuo representa as

propriedades de fluência intrínseca das ligas de titânio. A efetividade de um recobrimento em termos de resistência à fluência pode ser aumentada em termos de sua capacidade de menores taxas de fluência tão próximas quanto possível das taxas medidas em vácuo<sup>[52]</sup>.

### 2.3.1 Classificação das Ligas de Titânio

De acordo com a adição de elementos de liga, as ligas de titânio podem ser separadas em cinco categorias:

- a) somente  $\alpha$  (HC);
- b) quase  $\alpha$ ;
- c) somente  $\beta$ ;
- d) quase  $\beta$ ;
- e)  $\alpha + \beta$

Elementos de liga chamados de estabilizadores denominam-se elementos alfa-gênicos, isto é, os elementos que favorecem a fase  $\alpha$  (metais do grupo IIIA e IVA, elementos intersticiais ou não metais). Já os elementos que favorecem a fase  $\beta$  são os metais de transição do grupo IV<sup>[53]</sup>.

As ligas Ti- $\beta$  são aquelas cujo teor de estabilizadores  $\beta$  faz com que a temperatura de início da martensita seja inferior à temperatura ambiente, ou seja, o material retém 100% da fase  $\beta$  após a têmpera. Se este ainda estiver no campo  $\alpha + \beta$ , a fase  $\beta$  será metaestável, precipitando uma segunda fase (usualmente  $\alpha'$ ) com o envelhecimento e aumentando a resistência mecânica<sup>[43,45]</sup>. Estas ligas constituem um dos grupos mais promissores de ligas de titânio em termos de processamento, propriedades e aplicações potenciais, apresentando os mais altos níveis de resistência mecânica, resistência à fadiga e aos ambientes agressivos<sup>[50,55]</sup>. Apesar de suas vantagens, as ligas Ti- $\beta$  ainda

são de uso restrito, devido em parte aos custos mais altos (quando comparadas às ligas  $\alpha + \beta$ ) e rotas de processamento complexas.

As ligas  $\alpha$  e quase  $\alpha$  são resistentes à corrosão. As ligas  $\beta$ , quase  $\beta$  e  $\alpha + \beta$  são estruturais. A Figura 2.19 mostra um pseudo-diagrama de fases binário do titânio e estabilizante  $\beta$ .

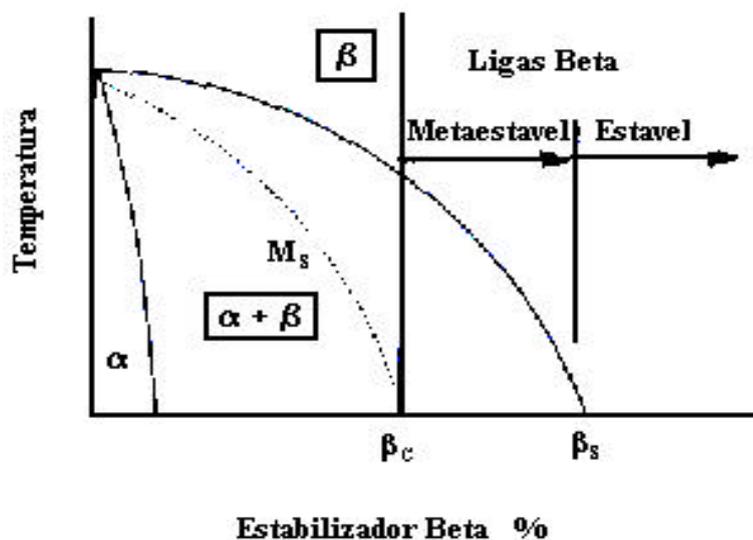


FIGURA 2.19. Pseudo-diagrama de fases binário do titânio.

FONTE: Adaptada de [53].

A combinação de propriedades mecânicas e físicas das ligas de titânio a torna atraente ao emprego principalmente nas indústrias aeronáutica, aeroespacial, naval e na emergente aplicação em implantes ortopédicos. Os tratamentos térmicos também vão causar variações na microestrutura dessas ligas e, conseqüentemente, alterar significativamente suas propriedades, melhorando as condições de fadiga, fluência, tenacidade à fratura e resistência do metal à propagação de trincas.

Um dos principais problemas associados à produção de ligas de titânio forjadas está relacionado com a estreita faixa de temperaturas em que é viável o forjamento. No caso

das ligas  $\alpha$ , essa temperatura é alta no campo  $\alpha + \beta$ , ao contrário do que ocorre no campo  $\beta$ , para prevenir a produção de um tamanho de grão excessivo. Isto normalmente resulta em propriedades de tração mais uniformes, tornando assim essa liga mais resistente. Já no caso das ligas  $\beta$ , uma temperatura de forjamento superior é limitada pelo desempenho ao tratamento térmico subsequente<sup>[56]</sup>.

### **2.3.2 A Liga Ti-6Al-4V**

Titânio e suas ligas são excelentes para aplicações como componentes estruturais submetidos a altas temperaturas devido sua alta resistência, baixa massa específica, boa resistência à corrosão e estabilidade metalúrgica. A liga Ti-6Al-4V é a mais utilizada na indústria do titânio e é amplamente usada em motores e estruturas aeronáuticas. A sua alta resistência à fluência é de grande importância para acentuar a atuação em motores<sup>[57-60]</sup>. Entretanto, a afinidade com o oxigênio é um dos principais fatores que limitam sua aplicação como um material estrutural em altas temperaturas. A elevada solubilidade sólida do oxigênio no titânio resulta na perda de material e na formação de uma camada dura e frágil, durante a exposição ao ar em temperaturas elevadas. A reatividade do titânio e suas ligas com o nitrogênio é similar a sua ação com o oxigênio, onde uma camada de óxido é formada na superfície como um nitreto<sup>[50]</sup>. Têm sido observados avanços no desenvolvimento de ligas de titânio com o objetivo de aumentar as propriedades de fluência, embora a oxidação superficial limite o uso destas ligas a temperaturas superiores a 600°C<sup>[3]</sup> Uma parte substancial da pesquisa em fluência tem sido dedicada à liga Ti-6Al-4V devido a sua importância industrial e tecnológica.

## **2.4 Recobrimentos Resistentes à Oxidação**

A literatura disponível em revestimentos resistentes à oxidação de titânio e suas ligas é muito escassa. A cementação tem sido uma das técnicas mais utilizadas para depositar finas camadas de aluminetos<sup>[61;62]</sup> e silicetos<sup>[63]</sup>, que apresentam como desvantagem uma

grande fragilidade. Recobrimentos à base de alumina<sup>[64]</sup> e de carbeto de silício<sup>[65]</sup> têm sido aplicados por aspersão térmica por plasma (*Plasma-Spraying*), mas dados de oxidação em alta temperatura não têm sido reportados. Siliceto de titânio tem sido depositado por deposição de vapor químico<sup>[66]</sup> com pequena melhoria na resistência à oxidação a 700-1000°C, sobre o titânio puro como substrato. Resultados encorajadores têm também sido documentados para finas camadas de metais nobres depositados por implantação de íons, mas a delaminação dos referidos recobrimentos foi observada após apenas 100 horas de aquecimento ao ar a 870°C<sup>[67,68]</sup>.

Para fornecer proteção contra oxidação, um recobrimento deve formar um filme de proteção de um óxido, através do qual a permeabilidade do oxigênio seja baixa. Os constituintes do recobrimento não devem se dissolver, difundir, ou reagir com a liga do substrato durante a exposição à oxidação. Além disso, devem se manter aderentes e livres de fratura sob condições de ciclo térmico, o que requer que o coeficiente de expansão térmica do recobrimento seja preferencialmente similar ao da liga do substrato. Deste modo, recobrimentos de aluminetos, embora resistentes à oxidação, tendem a romper imediatamente sob ciclo térmico, na liga titânio alfa, devido a um coeficiente de expansão inadequado (a 227°C, para TiAl  $\alpha=14,4 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ ; para Ti-6Al-4V  $\alpha=10,3 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ <sup>[69]</sup>). Recobrimentos do tipo MCr e MCrAlY (M=Ni, Co e/ou Fe, Cr, Al, Y e elementos ativos como Si, Ti e Re) promovem, respectivamente, uma proteção à oxidação pela formação de filmes de Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e são amplamente utilizados em ligas refratárias<sup>[70]</sup>.

#### **2.4.1 Recobrimentos por Aspersão Térmica**

Há algumas décadas a aspersão térmica é uma técnica estabelecida para produzir recobrimentos de proteção contra calor, corrosão e desgaste. A aspersão térmica é versátil, pois praticamente todos os materiais podem ser fundidos sem decomposição e podem ser depositados como recobrimentos em substratos resistentes ao calor. Além disso, grandes áreas de geometria complexa podem ser recobertas. A principal

desvantagem da aspersão térmica é a resistência mecânica dos recobrimentos depositados em comparação com materiais correspondentes monolíticos. A razão é que recobrimentos por aspersão térmica normalmente contêm altas quantidades de imperfeições como poros, trincas e vários tipos de inclusões<sup>[71;72]</sup>.

Durante a aspersão térmica de recobrimentos cerâmicos um pó precursor é alimentado na descarga de plasma, onde as partículas se fundem e formam pequenas gotas que são aceleradas contra o substrato. O impacto das gotas na superfície do substrato espalha-as e solidifica-as formando uma estrutura lamelar, geralmente referenciadas como respingos. O tamanho dos respingos está normalmente entre 10-100  $\mu\text{m}$  de diâmetro e de 1-3  $\mu\text{m}$  de espessura. A microestrutura dos recobrimentos de aspersão térmica e suas propriedades mecânicas estão diretamente relacionados aos parâmetros de deposição, incluindo mistura de gases, condições da tocha de plasma e qualidade do pó precursor<sup>[71-77]</sup>.

A alta temperatura (por volta de 10.000K) atingida em plasmas térmicos permite a fusão de um material em um curto intervalo de tempo. A aspersão térmica consiste basicamente da injeção de pós em uma corrente direta de jato de plasma, onde são fundidos, acelerados e direcionados a um substrato, formando-se uma camada de recobrimento<sup>[78;79]</sup>.

A aspersão térmica é um processo simples e prático. Deste modo, recobrimentos cerâmicos obtidos por este método têm se tornado bem estabelecidos como processos comerciais<sup>[80]</sup>.

A microestrutura de um recobrimento por aspersão térmica é caracterizada por uma alta densidade de defeitos, tais como inclusões e poros, resultantes da rápida taxa de resfriamento dos respingos espalhados sobre o substrato. Microtrincas são induzidas termicamente, principalmente em recobrimentos cerâmicos mais frágeis. A porosidade total de recobrimentos cerâmicos por aspersão térmica pode variar, atingindo porcentagem de até 20% vol., dependendo das condições de deposição<sup>[72-78]</sup>.

A rápida solidificação e os inúmeros defeitos produzem tensão no recobrimento, prejudicando sua adesão no substrato podendo levar ao descolamento<sup>[81]</sup>.

#### **2.4.2 Recobrimentos de Barreira Térmica (TBCs)**

Recobrimentos de barreira térmica (*Thermal Barrier Coatings - TBCs*) são normalmente utilizados em turbinas de alta pressão para aumento do tempo de vida das palhetas e para aumento da eficiência de turbinas a gás<sup>[82]</sup>. Eles tipicamente correspondem a um recobrimento cerâmico que reduz a temperatura do metal base e ameniza os picos de temperatura durante o estágio transiente de operação da turbina. As vantagens das cerâmicas e metais são combinadas, quando se utilizam os TBCs. Sua condutividade térmica extremamente baixa e boa estabilidade de fase fazem com que o óxido de zircônio estabilizado com óxido de ítrio seja o revestimento de maior sucesso quando combinado com uma camada metálica intermediária. Esta camada intermediária age como um revestimento de ligação e proteção contra oxidação e corrosão. A liga da camada intermediária normalmente é constituída de M=Ni, Co e/ou Fe, Cr, Al, Y e elementos ativos como Si, Ti e Re. Ambas as camadas podem ser aplicadas por aspersão térmica por plasma e/ou por deposição física de vapores por feixe de elétrons (EB-PVD)<sup>[82]</sup>.

A aplicação de TBCs em turbinas a gás permite aumentar sua vida útil, assim como a temperatura de trabalho, o que representa um aumento da eficiência e redução de poluição ambiental<sup>[83]</sup>. A aplicação de tais revestimentos em turbinas representa uma economia de combustível da ordem de 1 a 2%, o que para algumas companhias que utilizam tais equipamentos representa uma economia de US\$ 10 milhões por ano<sup>[83;86]</sup>.

Os recobrimentos de barreira térmica têm sido amplamente estudados nos últimos 20 anos porque aumentam a durabilidade e eficiência das turbinas a gás das aeronaves pelo aumento da temperatura de entrada na turbina e pela redução da quantidade de ar de refrigeração requerido pelos componentes da seção quente. Têm sido reportado que aplicações desses recobrimentos na câmara de combustão e nos primeiros estágios da

turbina economizariam aproximadamente 1-2% do gasto de combustível, traduzindo na economia de 10 milhões de dólares por ano para algumas companhias<sup>[84]</sup>.

Os sistemas de recobrimento de barreira térmica (TBC) consistem de uma camada de zircônia parcialmente estabilizada com ítria (YSZ), uma camada de óxido termicamente crescida (TGO) e uma camada metálica de ligação. São encontradas aplicações de proteção térmica nas partes da seção quente das turbinas a gás de aeronaves. A característica de isolamento térmico do recobrimento cerâmico (YSZ) e a resistência a oxidação e corrosão do recobrimento da camada metálica de ligação promove uma melhoria no desempenho e eficiência dessas aeronaves<sup>[83]</sup>.

Embora a zircônia estabilizada seja um material frágil, seu desempenho em um sistema de barreira térmica não é normalmente limitado por suas propriedades mecânicas. A maioria das fraturas dos sistemas de TBC, tanto em testes de ciclos térmicos em laboratórios quanto em testes de aeronaves, tem sido atribuída à oxidação da camada de ligação de MCrAlY e subsequente ruptura da camada de zircônia devido à oxidação na interface de  $ZrO_2 / MCrAlY$ <sup>[84]</sup>.

Recobrimentos de zircônia parcialmente estabilizada por ítria (YSZ) obtidos por aspersão térmica são usados como isolantes térmicos e camadas resistentes à corrosão em aplicações em altas temperaturas, como turbinas a gás e motores a diesel, possibilitando o trabalho em altas temperaturas. Recobrimentos YSZ obtidos por aspersão térmica, geralmente referenciados como recobrimentos de barreira térmica (TBCs), com microestrutura porosa e natureza cerâmica, promovem bom isolamento térmico para o componente do metal principal. Uma camada de ligação de MCrAlY (M=Ni, Co e/ou Fe, Cr, Al, Y e elementos ativos como Si, Ti e Re) é aplicada para promover uma maior resistência e adesão entre o componente metálico e o recobrimento cerâmico. Além disso, esta camada de ligação promove resistência à oxidação para o componente do metal principal em altas temperaturas<sup>[81]</sup>.

Recobrimentos de zircônia são propositalmente produzidos com alguma porosidade, o que faz com que eles sejam melhores isolantes térmicos, resultando em baixos valores

de microdureza. Com isso estes recobrimentos podem ser submetidos a ciclos térmicos em altas temperaturas<sup>[82]</sup>.

## CAPÍTULO 3

### MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1 A Liga Ti-6Al-4V

Para a realização deste trabalho, foi utilizada a liga Ti-6Al-4V na forma de barras cilíndricas com 1 m de comprimento e 12,7 mm de diâmetro, adquiridas junto à Empresa Multialloy Eng. Mat. Ltda, na condição forjada e recozida a 190°C durante 6 horas e resfriada ao ar. A configuração microestrutural resultante dos tratamentos térmicos e mecânicos corresponde à condição de maior aplicação na indústria aeronáutica, empregada geralmente onde se fazem necessárias boa resistência e estabilidade em altas temperaturas, acompanhadas de boa conformabilidade e usinabilidade<sup>[3,4]</sup>. A caracterização quanto à composição química dos principais elementos (percentual em peso), atende aos requisitos da norma ASTM B265-89<sup>[85]</sup>. Os resultados obtidos (% peso) na análise via espectroscopia de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado, em um equipamento ARL modelo 3410 do Departamento de Engenharia de Materiais da Faculdade de Engenharia Química de Lorena foram:

Ti = 89,16 %,

Al = 6,61%, e

V = 4,23%.

A Figura 3.1 apresenta a forma e as dimensões dos corpos de prova que foram utilizados nos testes de fluência. Os corpos de prova foram confeccionados pela Fautec Ferramentaria Automação e Usinagem Ltda, de acordo com as especificações, sistemas de garras e extensômetros disponíveis.

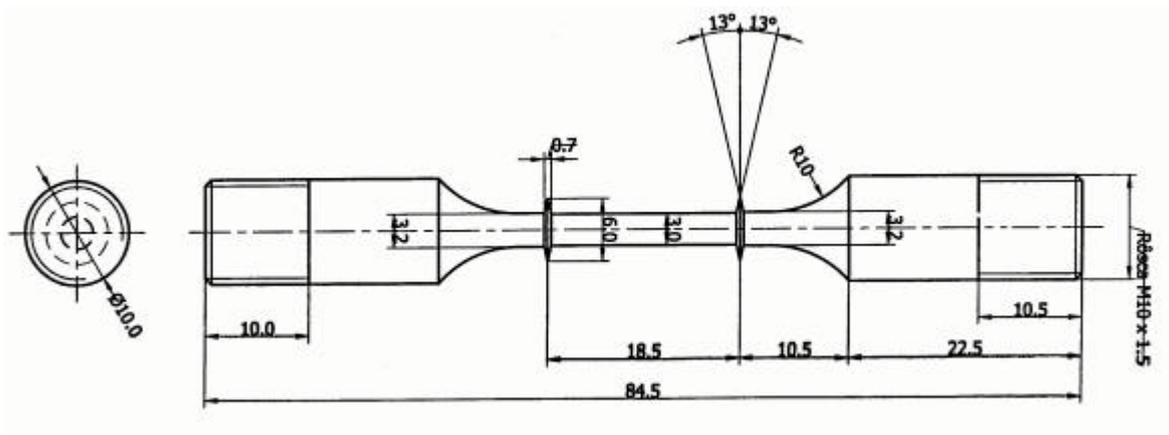


FIGURA 3.1 – Configuração do corpo de prova (dimensões em mm).

### 3.2 Ensaio de Tração a Quente

As propriedades mecânicas da liga, em condições de tração uniaxial, correspondentes às temperaturas de 500, 600 e 700°C foram obtidas junto ao Laboratório de Mecânica de Fratura e Integridade Estrutural do Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo - IPT, segundo a norma ASTM E21<sup>[86]</sup>, por meio dos seguintes equipamentos:

- Máquina universal de ensaio eletro-mecânica MTS–Sintech 30- capacidade 15t.
- Forno elétrico resistivo MTS modelo 652.01D de controle por zonas.
- Controlador de forno computadorizado MTS modelo 409.81, controle de três zonas.
- Software Testworks versão 3.02 para aquisição de dados.

Os ensaios foram conduzidos com velocidade de deslocamento do travessão fixadas em 0,1 mm/min até 1% de deformação e, posteriormente, ajustada para 1mm/min.

### **3.3 Ensaios de Fluência**

A fase inicial anterior aos ensaios de fluência refere-se à adaptação de forno ao ar existente para realização de ensaios de fluência em atmosfera de nitrogênio, confecção de peças, montagem e testes (controle da atmosfera e da temperatura de operação).

#### **3.3.1 Adaptação de Forno de Fluência para Atmosfera de Nitrogênio**

Para a utilização do forno de fluência para ensaios em atmosfera de nitrogênio foram feitas adaptações como tampa refratária, fole de vedação, que serão descritas a seguir.

##### **3.3.1.1 Forno de Fluência**

Um forno de fluência cilíndrico G28 3181-16 que aloja três zonas de aquecimento pertencente ao Laboratório de Ensaios da AMR/IAE/CTA, adquirido junto à EMEC-The Electronic and Mechanical Engineering Co. Ltd, utilizado para ensaios de fluência ao ar, foi adaptado para a realização de ensaios de fluência em atmosfera de nitrogênio. Foram realizadas avaliações térmica, mecânica e elétrica do equipamento utilizado. A Figura 3.2 apresenta a representação esquemática do forno, sem as adaptações para os ensaios em atmosfera de nitrogênio. A Figura 3.3 apresenta um forno de fluência em operação durante um ensaio ao ar.

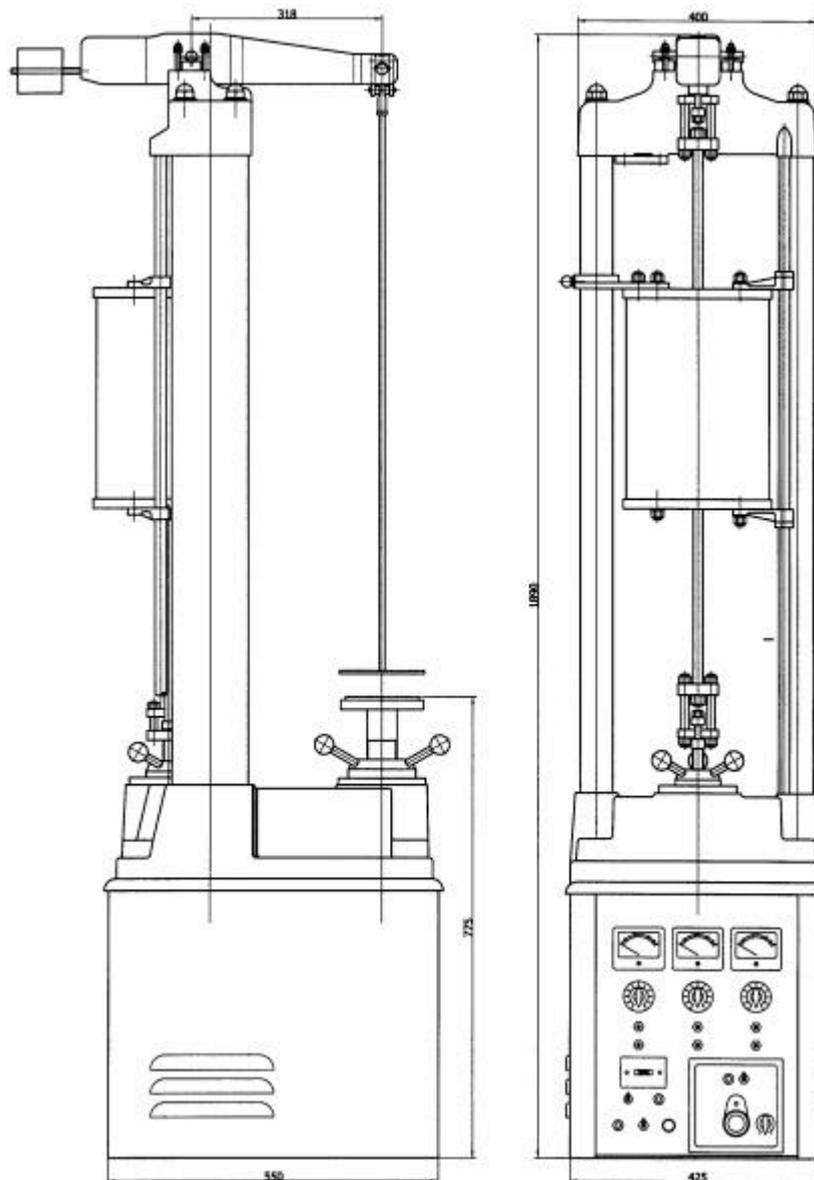


FIGURA 3.2 – Representação esquemática do forno de fluência sem as adaptações para os ensaios em atmosfera de nitrogênio.



FIGURA 3.3 - Forno de fluência realizando um ensaio ao ar.

Foi adaptado um novo sistema elétrico e um controlador, desenvolvido pela BSW Tecnologia, Industrial e Comércio Ltda, com o objetivo de manter a temperatura de trabalho na faixa de  $500 \pm 2^\circ\text{C}$ ,  $600 \pm 2^\circ\text{C}$  e  $700 \pm 2^\circ\text{C}$ , segundo as exigências da norma ASTM E139/83<sup>[87]</sup>.

Foi utilizado o Software Antares desenvolvido em conjunto com a BSW Tecnologia, Indústria e Comércio Ltda e com trabalhos anteriores<sup>[1]</sup>, visando a coleta de dados relativos ao alongamento dos corpos de prova e as medidas de temperatura em períodos de tempo pré-determinados.

### 3.3.1.2 Tampa Refratária

Inicialmente projetou-se em uma tampa refratária a ser colocada nas extremidades superior e inferior do forno para atuar como um isolante térmico, e um elemento de vedação que evitasse a fuga de gás. Foram adaptados nesta tampa refratária um bico para a mangueira de entrada de gás (extremidade inferior) e saída de gás (extremidade superior), orifícios para a passagem das garras de fixação dos corpos de prova, termopar e garras de fixação da tampa refratária no forno de fluência. A Figura 3.4 apresenta o desenho do forno com a tampa refratária.

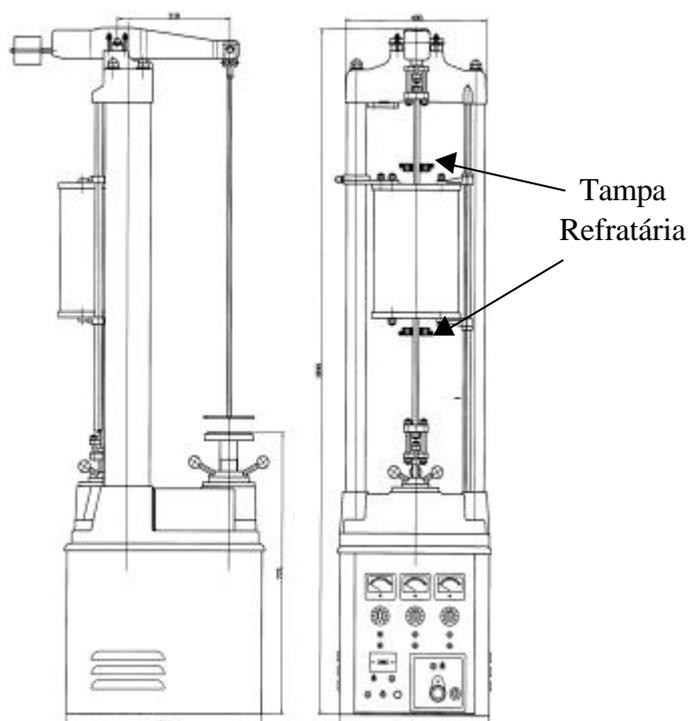


FIGURA 3.4 - Desenho do forno de fluência com a tampa refratária.

No primeiro teste com a tampa refratária no forno, adaptou-se um sistema de borbulhador para avaliar a vedação do forno. O sistema porém não se mostrou hermético, não ocorrendo o borbulhamento de gás. Verificou-se então que este sistema não se mostrava aplicável para a realização dos ensaios de fluência em forno com

atmosfera de nitrogênio. Um sistema mais elaborado deveria ser projetado para garantir uma vedação satisfatória.

### **3.3.1.3 Fole de Vedação**

Foi elaborado um sistema que permitisse uma vedação mais satisfatória do forno de fluência foi elaborado, consistindo de um tubo de aço-inox que revestia toda a parte interna do forno, limitando uma região para a passagem do fluxo de gás, uma tampa de grafite colocada na parte superior e inferior do tubo de aço-inox para isolar o calor do forno, e um fole de vedação colocado nas tampas de grafite superior e inferior, objeto de patente a ser submetida. Este fole de vedação deveria ser de um material flexível (para garantir o movimento durante o ensaio) e que suportasse até uma temperatura máxima de 220°C (medida nesta região durante ensaio). Foram feitas flanges de aço-inox para serem adaptadas no fole superior e inferior e nos locais onde um tubo passaria para a entrada (parte inferior) e saída de gás (parte superior). O fole de vedação foi confeccionado pela empresa Seven Seals Vedações Técnicas, de acordo com especificação ASTM D2000 (7GE707A19B37E16 E36F19G11L14), feito a partir do elastômero básico de silicone, podendo suportar a temperatura de trabalho contínuo de – 55 a 230°C. As demais peças utilizadas e descritas acima foram usinadas pela Divisão de Suporte Técnico (SUTEC) do Instituto de Estudos Avançados (IEAv) do Centro Técnico Aeroespacial (CTA). A Figura 3.5 apresenta o desenho esquemático do forno de fluência com fole de vedação para ensaios em atmosfera de nitrogênio.

No primeiro teste com o fole de vedação no forno de fluência, foi também colocado um sistema de borbulhador para avaliar a vedação do forno. O sistema mostrou-se hermético ocorrendo um borbulhamento efetivo de gás, podendo-se trabalhar com uma vazão de 1 cm<sup>3</sup>/min de nitrogênio. Aqueceu-se o forno a uma temperatura de 600°C (temperatura máxima em que serão realizados os ensaios) e observou-se a resistência do fole a esta temperatura, não sendo observada nenhuma degradação do material. Adaptou-se um termômetro no fole para monitorar a temperatura, que chegou a um valor máximo de 200°C, não sendo observada nenhuma deformação do fole. Como

medida de segurança, foram adaptadas ao sistema duas ventoinhas (uma no fole superior e outra no fole inferior) para proporcionar uma maior refrigeração. Com isso pode-se observar uma redução da temperatura dos foles para 150°C, garantindo uma maior faixa de segurança de trabalho. O uso das ventoinhas para a refrigeração dos foles de vedação não alterou a temperatura de ensaio do forno de fluência. Como a saída de gás quente é na parte superior do forno, adaptou-se nesta região uma chapa de aço-inox para favorecer a refrigeração em todos os lados do fole. Para otimizar a troca de cilindros de gás sem interrupção do ensaio, utilizou-se um Y fixado a dois cilindros de nitrogênio. O gás após o borbulhamento é direcionado para fora do laboratório (ambiente ao ar livre) para evitar a contaminação da atmosfera com nitrogênio.

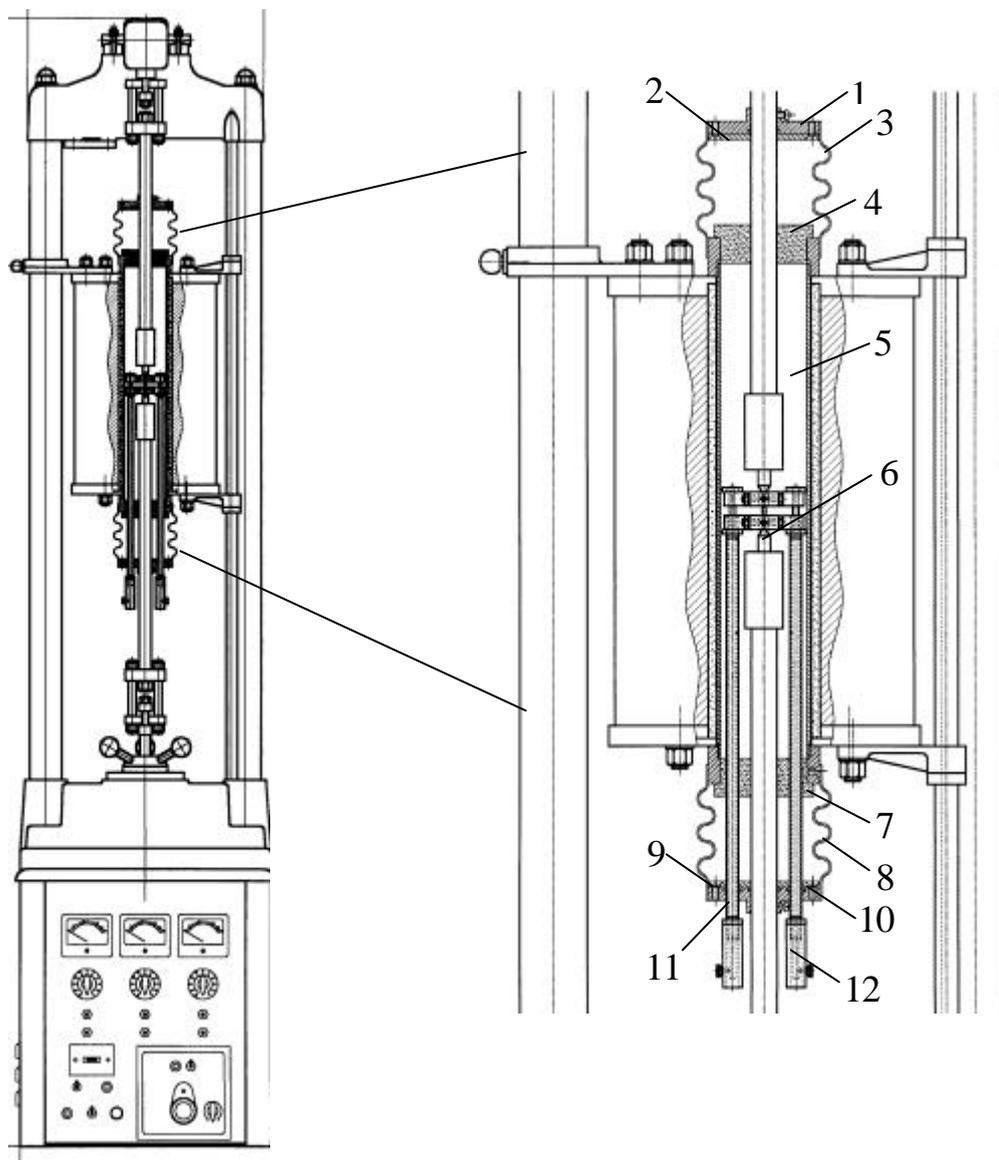


FIGURA 3.5 – a) Desenho esquemático do forno de fluência com fole de vedação para ensaios em atmosfera de nitrogênio. b) Ampliação do sistema de vedação do forno de fluência: 1-Flange do Fole Superior; 2-Tampa dos O-Rings Superiores; 3-Fole Superior; 4-Isolador de Calor Superior; 5-Tubo da Câmara do Forno; 6-Corpo de prova; 7-Isolador de Calor Inferior; 8-Fole Inferior; 9- Tampa dos O-Rings Inferiores; 10- Flange do Fole Inferior; 11-Haste do Extensômetro; 12-Fixador do LVDT.

A Figura 3.6 apresenta um forno de fluência com fole de vedação para ensaio com atmosfera de nitrogênio. A Figura 3.7 apresenta as ventoinhas utilizadas para a refrigeração dos foles de vedação (a), chapa de aço-inox para efetivar a refrigeração na parte superior do forno (b), sistema de Y para a troca de cilindro de gás sem interrupção do ensaio (c) e borbulhador com mangueiras de saída de gás para fora do laboratório (d).



FIGURA 3.6 - Forno de fluência com fole de vedação para ensaio com atmosfera de nitrogênio.

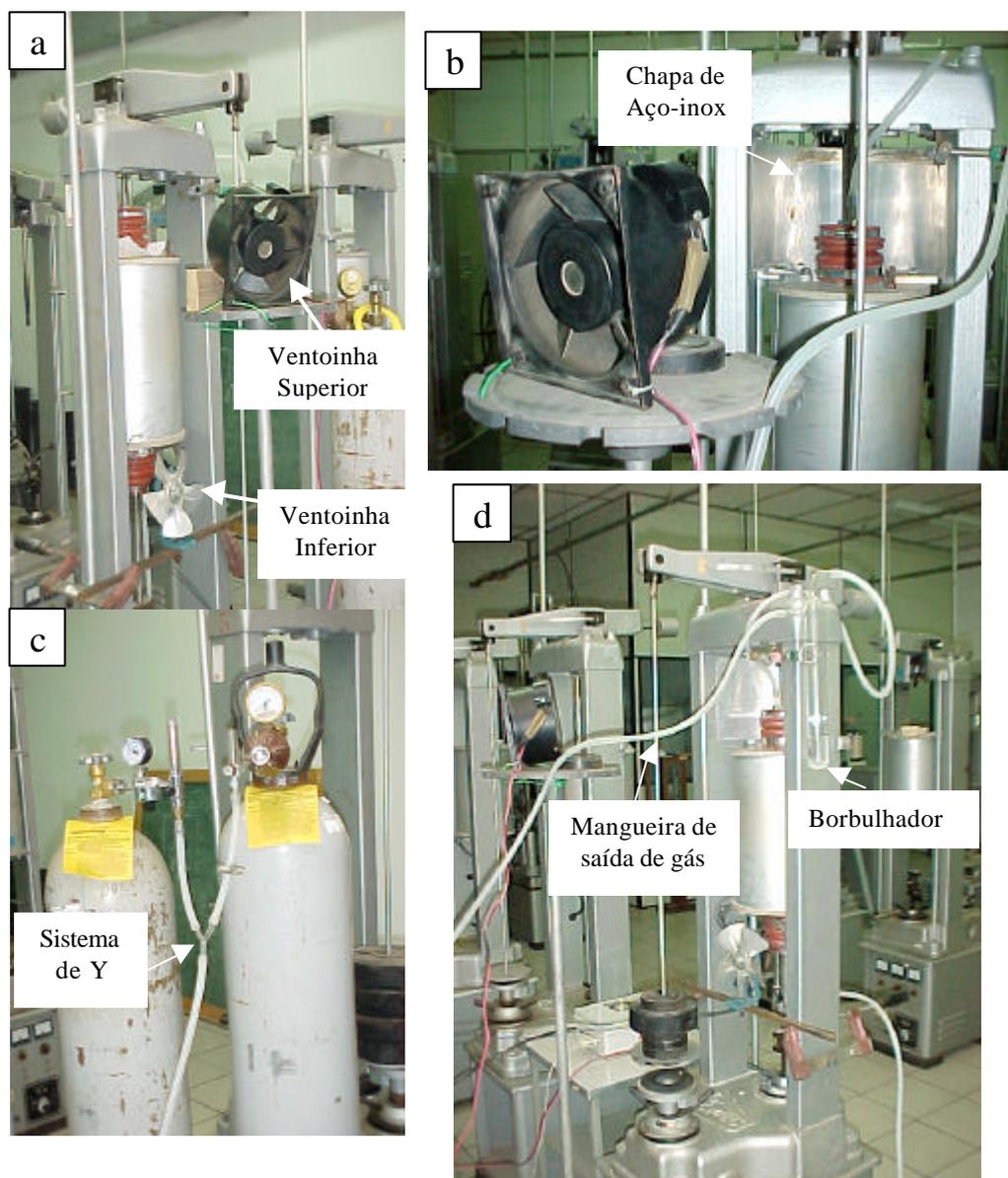


FIGURA 3.7 – a) Ventoinhas utilizadas para a refrigeração dos foles de vedação, b) chapa de aço-inox para efetivar a refrigeração na parte superior do forno, c) sistema de Y para a troca de gás sem interrupção e d) borbulhador com mangueira de saída de gás para fora do laboratório.

Para a coleta dos dados relativos ao alongamento dos corpos de prova e para as medidas de temperatura em períodos de tempo pré-determinados, foi utilizado o Software

Antares, desenvolvido pela BSW Tecnologia, Indústria e Comércio Ltda. Para a obtenção das medidas de alongamento foi utilizado um transdutor do tipo LVDT Schlumberger D 6,50 com tensão de saída de 53,18 m V/V/mm. Para o controle de temperatura foi utilizado um termopar tipo Cromel-Alumel AWG24, apresentado na Figura 3.8.

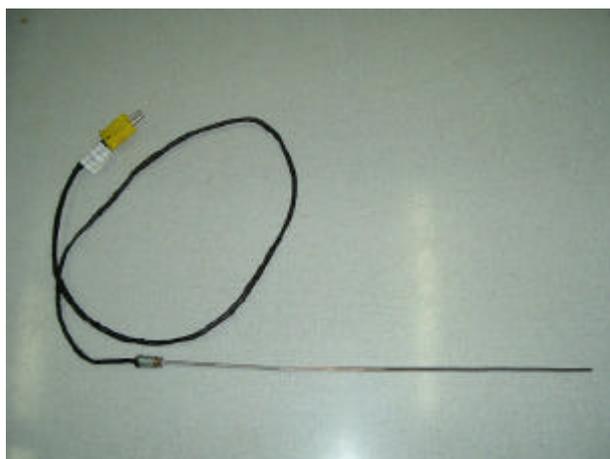


FIGURA 3.8 – Termopar tipo Cromel-Alumel utilizado nos ensaios.

O forno foi instalado em uma posição adequada, de forma que o corpo de prova se mantivesse localizado na parte central de aquecimento. Acoplado ao controlador e a um indicador digital de temperatura instalado próximo à máquina de ensaio, foi utilizado um termopar numa posição próxima ao corpo de prova. O sinal do termopar era coletado através de uma unidade de processamento pelo Software Antares, com os dados de temperatura e alongamento armazenados simultaneamente durante o ensaio de fluência. A Figura 3.9 mostra o sistema utilizado nas medidas de alongamento (a) e controle de temperatura (b).

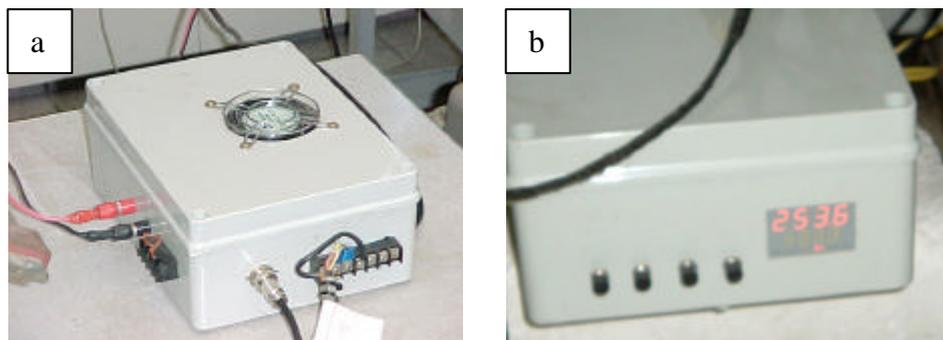


FIGURA 3.9 – a) Sistema utilizado nas medidas de alongamento e b) controle da temperatura.

Com a adaptação do sistema de vedação no forno de fluência, o extensômetro utilizado para a obtenção das medidas de alongamento, que consistia de um conjunto de varetas que se deslocam paralelamente à medida que a amostra se alonga, tornou-se curto ao novo sistema, sendo necessária a confecção de novas varetas de comprimento maior, para garantir a sua fixação ao transdutor do tipo LVDT, acoplado à parte inferior do extensômetro, fora da zona de aquecimento, em um ambiente cuja temperatura se mantém em torno de 35°C. A utilização deste tipo de extensimetria é garantida pela norma ASTM E139/83<sup>[87]</sup> para corpos de prova em que o diâmetro da seção reduzida seja inferior a 6,25 mm. A Figura 3.10 apresenta o extensômetro com varetas mais longas, comparado com o extensômetro anteriormente utilizado.



FIGURA 3.10 - Extensômetro com varetas mais longas, comparado com o extensômetro anteriormente utilizado.

O sinal de saída do LVDT é enviado a uma unidade de processamento desenvolvida pela BSW Tecnologia, Indústria e Comércio Ltda, que converte os sinais em medidas de alongamento por períodos de tempo pré-definidos pelo operador e alimenta o Software Antares. A Figura 3.11 apresenta a forma através da qual os dados podem ser observados no computador durante o ensaio.

Para a alimentação do software, foi utilizada a curva de calibração representada na Figura 3.12, que foi obtida por um calibrador de extensômetros de alta resolução, Instron modelo 2602-004, para um transdutor do tipo LVDT Schlumberger D 6,50 com especificação de 53,18 mV/V/mm, à temperatura de aproximadamente 35°C.

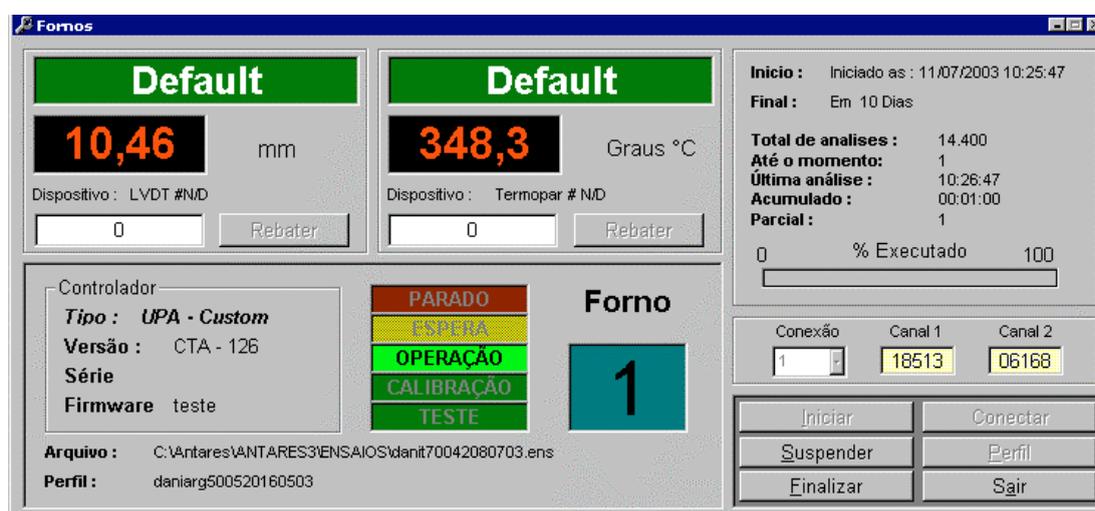


FIGURA 3.11 – Monitor de vídeo no momento da execução de um teste de fluência.

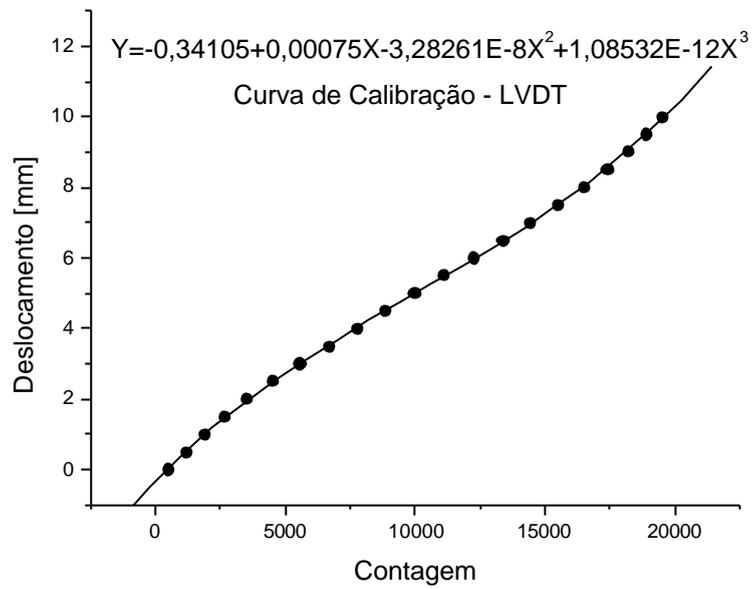


FIGURA 3.12 – Curva de calibração para o LVDT.

A Figura 3.13 apresenta o dispositivo empregado para a calibração do LVDT utilizado nos ensaios.

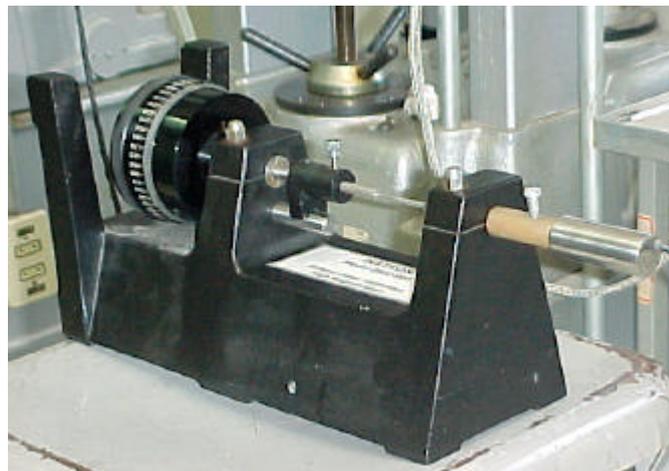


FIGURA 3.13 – Equipamento utilizado para a calibração do LVDT.

### **3.3.2 Ensaio de Fluência ao Ar com Corpos de Prova Recobertos**

Para a utilização do forno de fluência para ensaios ao ar não foram necessárias adaptações no forno de fluência utilizado, como descrito a seguir.

#### **3.3.2.1 Forno de Fluência**

Foi utilizado um forno de fluência cilíndrico G28 3181-16, para a realização dos ensaios ao ar, dos corpos de prova recobertos, sem as adaptações para os ensaios de fluência em atmosfera de nitrogênio.

Este forno apresenta três zonas de aquecimento, e pertence ao Laboratório de Ensaios da AMR/IAE/CTA, e adquirido junto à EMEC-The Electronic and Mechanical Engineering Co. Ltd. Foi utilizado o mesmo software, visando a coleta de dados relativos ao alongamento dos corpos de prova e às medidas de temperatura em períodos de tempo pré-determinados.

### **3.4 Deposição por Aspersão Térmica**

O recobrimento dos CDP por aspersão térmica foi realizado na empresa Rolls-Royce do Brasil, em São Bernardo do Campo – SP.

Os corpos de prova de Ti-6Al-4V confeccionados para o ensaio de fluência foram preparados para metalização seguindo-se os procedimentos Rolls-Royce para recobrimento de palhetas de turbinas. Primeiramente, o desengraxamento foi efetuado utilizando-se acetona. O mascaramento das partes a não serem recobertas foi feito utilizando-se fita de alta temperatura, própria ao processo de metalização. O jateamento da superfície foi feito com óxido de alumínio grana 60. A aplicação da camada metálica de CoNiCrAlY (Bond Coat Amdry 995C, com faixa de tamanho de partícula de  $-75$  a  $+45$   $\mu\text{m}$ ) foi efetuada em equipamento de aspersão térmica Sulzer Metco Type 9 MB,

utilizando os parâmetros Rolls-Royce, com camada média de 0,005” (0,127 mm) sob substrato de Ti-6Al-4V. A aplicação da camada cerâmica de zircônia estabilizada com 8% p Y (top Coat Metco 204B NS, com faixa de tamanho de partícula de -45 a +75  $\mu\text{m}$ ) sob a camada metálica de CoNiCrAlY foi feita utilizando-se os parâmetros Rolls-Royce, com camada média de 0,025” (0,635 mm) em equipamento de aspersão térmica Sulzer Metco Type 9 MB. A composição química dos pós utilizados é apresentada na Tabela 3.1.

TABELA 3.1 – Composição química dos pós utilizados (Sulzer Metco).

Pó utilizado	Constituintes	Composição química (% peso)
CoNiCrAlY	Co	balanço
	Ni	32,0
	Cr	21,0
	Al	8,0
	Y	0,5
ZrO <sub>2</sub>	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	8,0
	SiO <sub>2</sub>	1,0
	TiO <sub>2</sub>	0,20
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,20
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,20
	ZrO <sub>2</sub>	balanço

Foram recobertas chapas de Ti-6Al-4V (8 cm de comprimento e 2,5 cm de largura) e pastilhas de Ti-6Al-4V (1,8 cm de diâmetro) seguindo os mesmos padrões utilizados para o recobrimento dos CDP de fluência, para a verificação da adesão do recobrimento. Não foi efetuado nenhum tratamento ou acabamento superficial após a conclusão das metalizações, realizando-se os ensaios de fluência ao ar diretamente nos CDPs recobertos. A Figura 3.14 apresenta as etapas para o recobrimento dos CDP para ensaio de fluência.

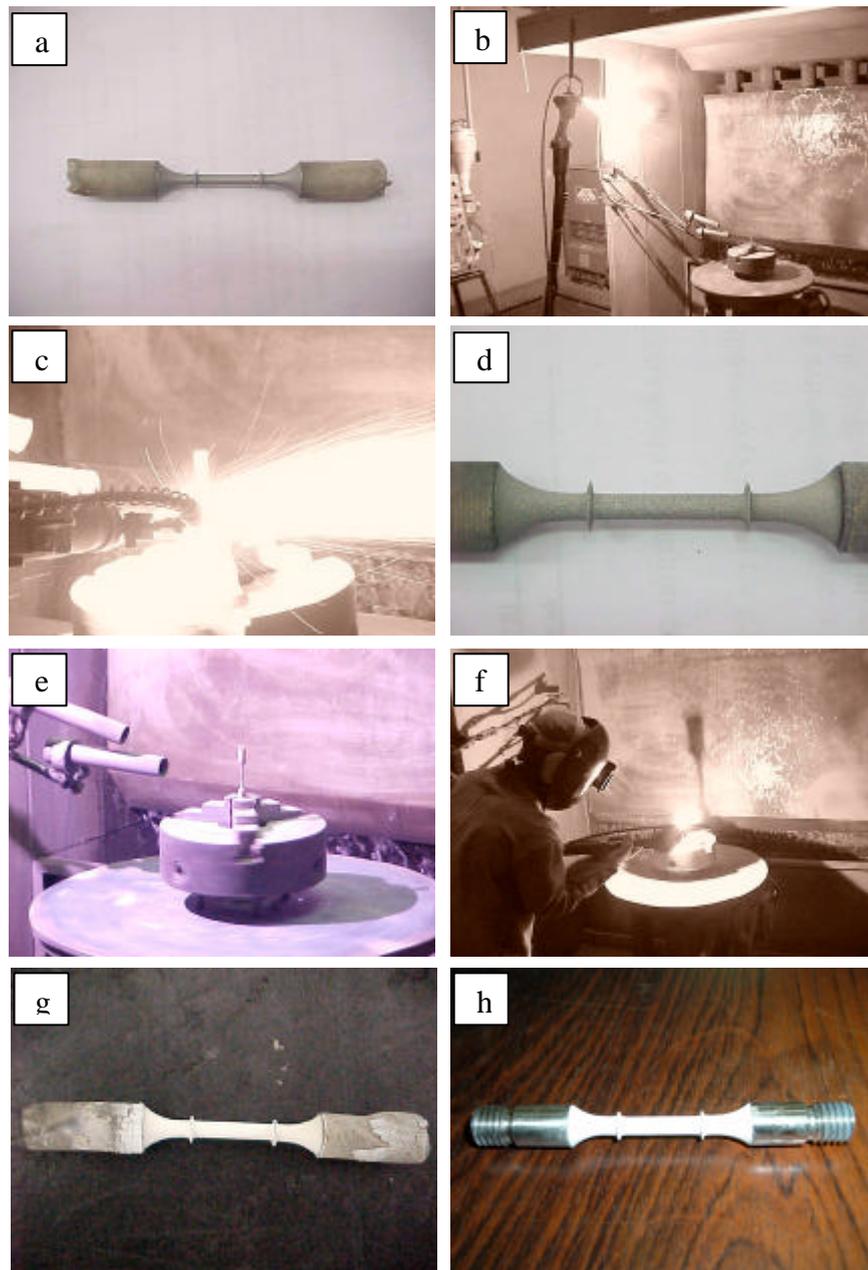


FIGURA 3.14 - Etapas para o recobrimento dos CDPs para ensaio de fluência. a) corpo de prova jateado; b) preparação do equipamento; c) metalização da camada metálica; d) CDP com camada metálica; e) CDP pronto para metalização; f) aplicação da camada cerâmica; g) CDP com camada cerâmica; h) CDP recoberto para ensaio de fluência.

### **3.5 Caracterização do Recobrimento**

Para a caracterização do recobrimento foram realizadas análises de rugosidade, dobramento, microdureza, difratometria de raios X, microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de raios X por energia dispersiva (EDS). As análises foram realizadas em chapas de Ti-6Al-4V (8 cm de comprimento e 2,5 cm de largura) e em pastilhas de Ti-6Al-4V (1,8 cm de diâmetro) recobertas.

#### **3.5.1 Análise de Rugosidade**

A análise de rugosidade do recobrimento foi realizada em rugosímetro Perthen Mahr modelo S8P com apalpador mecânico FRW 750 e ponteira mecânica com 10  $\mu\text{m}$  de raio de curvatura, do Laboratório de Medição de Superfície Óptica do Instituto de Estudos Avançados (IEAv), do Centro Técnico Aeroespacial (CTA).

#### **3.5.2 Ensaio de Dobramento**

O ensaio de dobramento foi conduzido em um equipamento Instron modelo 4301 com célula de carga de 5 kN da AMR/IAE/CTA em chapas de Ti-6Al-4V recobertas. As chapas foram dobradas até 90° com velocidade de 5 mm/min utilizando-se roletes com 7,98 mm de diâmetro, vão de 40 mm e carga de fratura de 233 N, seguindo os requisitos dos procedimentos Rolls-Royce (TSD), onde a análise do descolamento do recobrimento é feita visualmente.

### **3.5.3 Ensaio de Microdureza**

A microdureza foi realizada em um microdurômetro da marca Futuretech modelo FM com carga de 100 gF da AMR/IAE/CTA. As medidas foram realizadas em pastilhas de Ti-6Al-4V recobertas.

### **3.5.4 Difração de Raios X**

Para as análises de difração de raios X foi utilizado um difratômetro Philips modelo PW 3710 da AMR/IAE/CTA.

### **3.5.5 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Raios X por Energia Dispersiva (EDS)**

Para a Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Raios X por Energia Dispersiva (EDS), utilizou-se um microscópio eletrônico de varredura LEO ZEISS, modelo 1450 VP do Departamento de Engenharia de Materiais (DEMAR) da Faculdade de Engenharia Química de Lorena (FAENQUIL). Para os experimentos de microanálise eletrônica via EDS foi usado o programa INCA ENERGY, da OXFORD, com o método quantitativo ZAF (2 interações).

## **3.6 Execução dos Ensaios de Fluência**

Os ensaios de fluência foram realizados na modalidade carga constante, abrangendo as seguintes condições:

- Quatro ensaios na faixa de 312 a 520 MPa a 500°C ( $T \cong 0,30T_f$ ) em atmosfera de nitrogênio (CDP sem recobrimento).
- Quatro ensaios na faixa de 125 a 319 MPa a 600°C ( $T \cong 0,36T_f$ ) em atmosfera de nitrogênio (CDP sem recobrimento).
- Três ensaios na faixa de 14 a 56 MPa a 700°C ( $T \cong 0,42T_f$ ) em atmosfera de nitrogênio(CDP sem recobrimento).
- Dois ensaios na faixa de 465 a 520 MPa a 500°C ( $T \cong 0,30T_f$ ) ao ar (CDP com recobrimento cerâmico).
- Dois ensaios na faixa de 250 a 319 MPa a 600°C ( $T \cong 0,36T_f$ ) ao ar (CDP com recobrimento cerâmico).
- Dois ensaios na faixa de 42 a 56 MPa a 700°C ( $T \cong 0,42T_f$ ) ao ar (CDP com recobrimento cerâmico).
- Um ensaio na tensão de 520 MPa a 500°C ( $T \cong 0,30T_f$ ) ao ar (CDP com recobrimento metálico).
- Um ensaio na tensão de 319 MPa a 600°C ( $T \cong 0,36T_f$ ) ao ar (CDP com recobrimento metálico).
- Um ensaio na tensão de 56 MPa a 700°C ( $T \cong 0,42T_f$ ) ao ar (CDP com recobrimento metálico).

O ensaio de fluência consistiu no posicionamento do CDP na parte central do forno, ajuste da temperatura e tensão (carga) que o corpo de prova seria submetido durante o ensaio, aplicação de uma pré-carga correspondente a 10% da carga total por 1 hora para o ajuste do sistema e início do ensaio propriamente dito com aplicação da carga total, mantendo-se a temperatura e carga constantes durante todo o ensaio, até a ruptura do corpo de prova (maioria dos casos).

### **3.7 Caracterização Microestrutural dos CDPs Após Ensaio de Fluência**

A caracterização microestrutural pelas técnicas de microscopia óptica e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), foi ferramenta valiosa para a compreensão dos mecanismos de fluência. As caracterizações microestruturais foram realizadas nos CDP recobertos e não-recobertos após ensaio de fluência.

A análise microestrutural consiste em avaliar as possíveis variações das microestruturas e características das superfícies de fratura. Para as análises fractográficas e microestruturais, foram utilizadas amostras representativas dos testes de fluência, a 500°C, 600°C e 700°C ao ar (amostras recobertas) e em atmosfera de nitrogênio (amostras não recobertas).

A preparação das amostras para análise via microscopia óptica e MEV seguiu os padrões usuais de metalografia, ou seja, embutimento a quente (150°C) sob pressão de 21 MPa, seguido do lixamento manual com lixas à base de SiC, na seqüência de 120, 240, 320 400, 600 e 1200. O polimento foi feito com uma solução de sílica coloidal (OP-S). As imagens no MEV foram obtidas no modo elétrons retro-espalhados, cujo principal mecanismo de contraste está relacionado às diferenças de número atômico médio entre as fases presentes. Pela análise via MEV podem ser estudadas as principais características das superfícies de fratura. Foi utilizado microscópio óptico Leica modelo DMRXP, estereoscópio ZEISS modelo Stemi SV11 e microscópio eletrônico de varredura da marca LEO modelo 435 VPI pertencente à AMR/IAE/CTA. Também foi utilizado microscópio eletrônico de varredura da marca JEOL modelo JFM-5310, pertencente ao LAS/INPE.

## CAPÍTULO 4

### RESULTADOS E DISCUSSÕES

#### 4.1 Ensaios de Tração a Quente

A Tabela 4.1 apresenta os valores relativos ao limite de escoamento ( $\sigma_e$ ), limite de resistência ( $\sigma_{m\acute{a}x}$ ), alongamento percentual ( $A_p$ ), redução percentual em área ( $\phi$ ) e módulo de elasticidade (E).

TABELA 4.1 – Resultados dos testes de tração a quente.

Temperatura (°C)	$\sigma_e$ (MPa)	$\sigma_{m\acute{a}x}$ (MPa)	$A_p$ (%)	$\phi$ (%)
500	521	638	30	73,6
600	377	407	46	85,7
700	73	193	58,3	88,2

#### 4.2 Ensaios Preliminares de Fluência em Atmosfera de Nitrogênio

O primeiro ensaio no forno de fluência com o fole de vedação foi realizado com o extensômetro de hastes curtas. Com isso, mesmo com um reposicionamento não foi possível alojar o corpo de prova no centro do forno, pois precisava-se garantir a plena fixação do LVDT na haste do extensômetro para a medição do alongamento. Dessa forma, pode ter ocorrido uma não homogeneidade de temperatura ao longo do corpo de prova. Como nesta etapa inicial o interesse maior estava em verificar a vedação do forno, realizou-se o ensaio assim mesmo. Ele foi realizado em atmosfera de nitrogênio com vazão de gás de  $1\text{cm}^3/\text{min}$  a uma temperatura de  $600^\circ\text{C}$  e tensão inicial de  $250\text{MPa}$ . Aplicou-se uma pré-carga correspondente a 10% da carga total por 1 hora para o ajuste do sistema. Ocorreu uma rápida ruptura em uma região fora da área útil do corpo de prova, que possivelmente foi submetido a uma maior temperatura de ensaio. A

coloração do corpo de prova pode ilustrar o efeito da temperatura no material. Durante todo o ensaio observou-se uma satisfatória vedação do forno, que pode ser acompanhada pelo borbulhador, garantindo desta forma o fluxo de gás de nitrogênio em todo o sistema. A Figura 4.1 mostra o corpo de prova após ruptura.

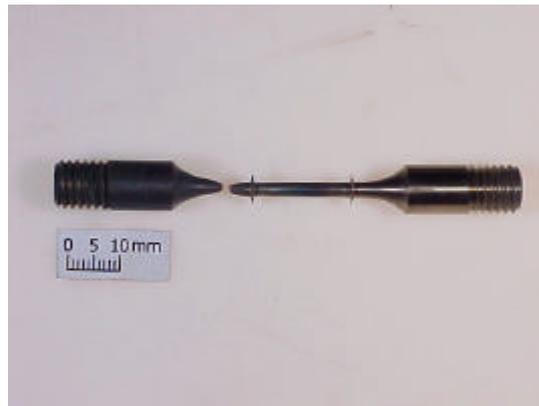


FIGURA 4.1 – Corpo de prova após ruptura em ensaio a 600°C e 250MPa.

A Figura 4.2 apresenta a curva correspondente à deformação verdadeira  $\epsilon$ , como função do tempo  $t$ , obtida a 600°C e 250MPa.

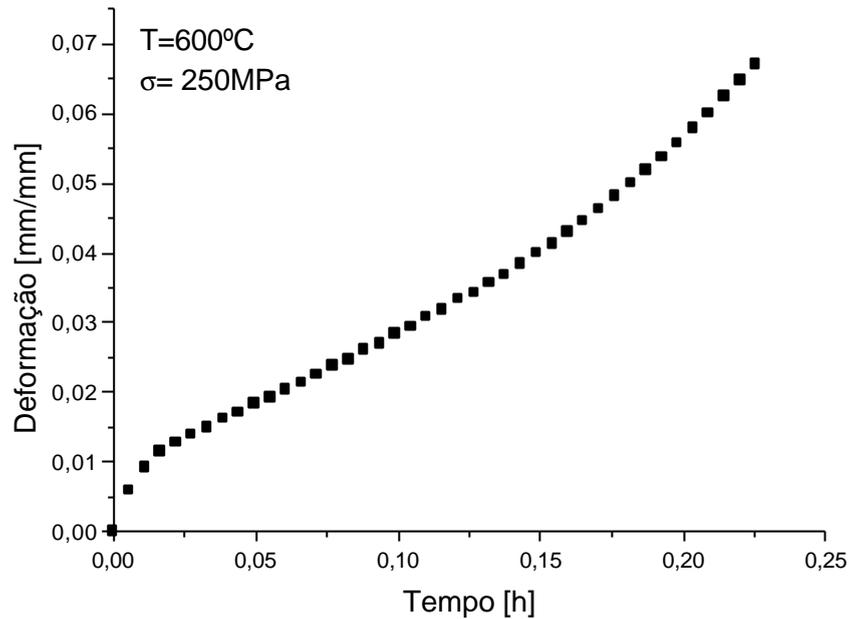


FIGURA 4.2 – Curva deformação verdadeira x tempo a 600°C e 250 MPa.

O segundo ensaio já foi realizado com o extensômetro com varetas de comprimento maior; com isso, o corpo de prova pôde ser alojado na parte central do forno, garantindo-se homogeneidade de temperatura em todo o corpo de prova. Repetiram-se as mesmas condições do primeiro ensaio, ou seja, atmosfera de nitrogênio com vazão de gás de 1cm<sup>3</sup>/min a uma temperatura de 600°C e tensão inicial de 250MPa. Aplicou-se uma pré-carga correspondente a 10% da carga total por 1 hora para ajuste do sistema; em seguida, deu-se início ao ensaio. Mais uma vez conseguiu-se uma satisfatória vedação do sistema. Neste ensaio obteve-se um tempo maior de ensaio e o corpo de prova rompeu dentro da região de área útil. A Figura 4.3 mostra o corpo de prova após ruptura.



FIGURA 4.3 – Corpo de prova após ruptura em ensaio a 600°C e 250MPa.

A Figura 4.4 apresenta a curva correspondente à deformação verdadeira  $\epsilon$ , como função do tempo  $t$ , obtida a 600°C e 250MPa.

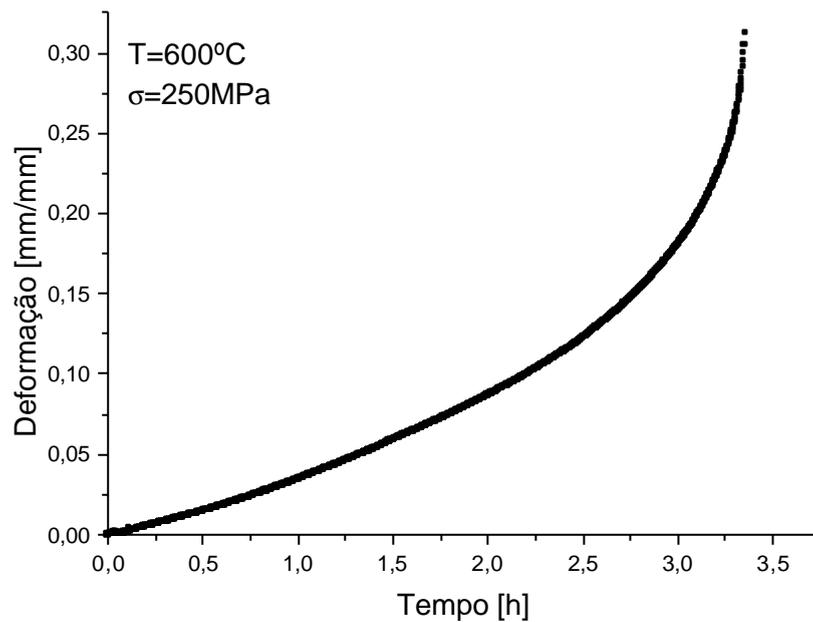


FIGURA 4.4 – Curva deformação verdadeira x tempo a 600°C e 250 MPa.

O terceiro ensaio foi realizado em atmosfera de nitrogênio com vazão de gás de 1cm<sup>3</sup>/min a uma temperatura de 600°C e tensão inicial de 319MPa. Aplicou-se uma pré-carga correspondente a 10% da carga total por 1 hora para o ajuste do sistema. Mais

uma vez conseguiu-se uma satisfatória vedação do sistema. Neste ensaio, o corpo de prova também rompeu dentro da região de área útil.

A Figura 4.5 apresenta a curva correspondente à deformação verdadeira  $\epsilon$ , como função do tempo  $t$ , obtida a 600°C e 319MPa.

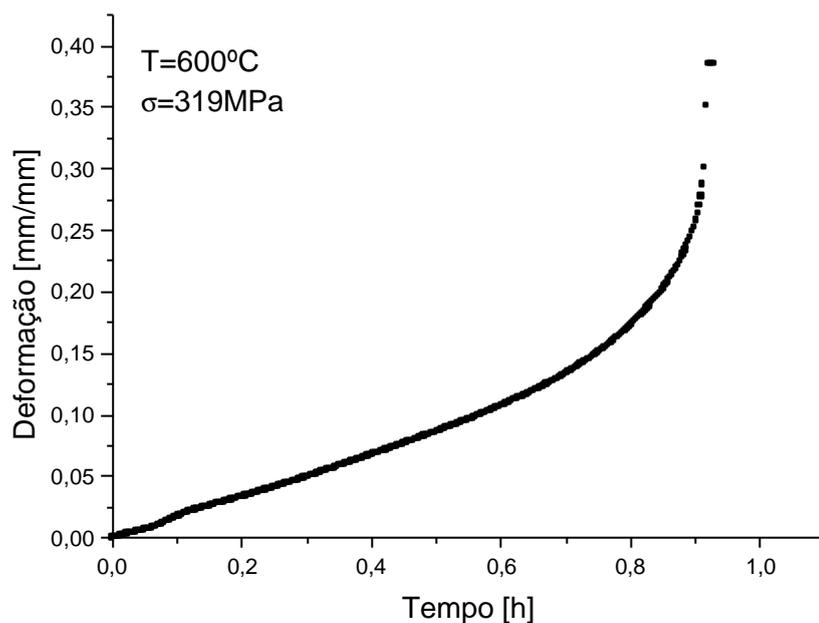


FIGURA 4.5 – Curva deformação verdadeira x tempo a 600°C e 319 MPa.

### 4.3 Caracterização do Recobrimento

Para a caracterização do recobrimento foram utilizadas as análises de rugosidade, dobramento, difração de Raios X e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Raios X por Energia Dispersiva (EDS), como descrito a seguir.

### 4.3.1 Análise de Rugosidade

O parâmetro mais utilizado para quantificar a rugosidade de uma superfície superficial é a rugosidade média ( $R_a$ ), dada pela norma ISO4287/1<sup>[86]</sup>, que corresponde a média entre as alturas dos picos e vales, dada pela Equação 4.1.

$$Ra = \frac{1}{la} \int_0^l |y(x)| dx \quad (4.1)$$

em que,

$y(x)$  = valores do perfil de rugosidade; e

$la$  = comprimento de amostragem.

A Tabela 4.2 apresenta os valores de rugosidade média ( $R_a$ ) obtidos para as superfícies de depósitos.

TABELA 4.2 - Valores de rugosidade média ( $R_a$ ) obtidos para as superfícies de depósitos.

<b>Superfícies de depósitos</b>	<b>Rugosidade Média – (mm)</b>
Substrato de Ti-6Al-4V	0,09
Jateamento com alumina	2,44
Camada metálica CoNiCrAlY	8,46
Camada cerâmica	9,49

Segundo a literatura<sup>[75]</sup>, para amostras recobertas com o mesmo recobrimento cerâmico por aspersão térmica, obtiveram-se valores de  $R_a$  da ordem de 10  $\mu\text{m}$ . Estes valores de  $R_a$  obtidos para a camada cerâmica encontram-se dentro da faixa esperada.

A Figura 4.6 apresenta a linha de perfil de rugosidade das superfícies analisadas.

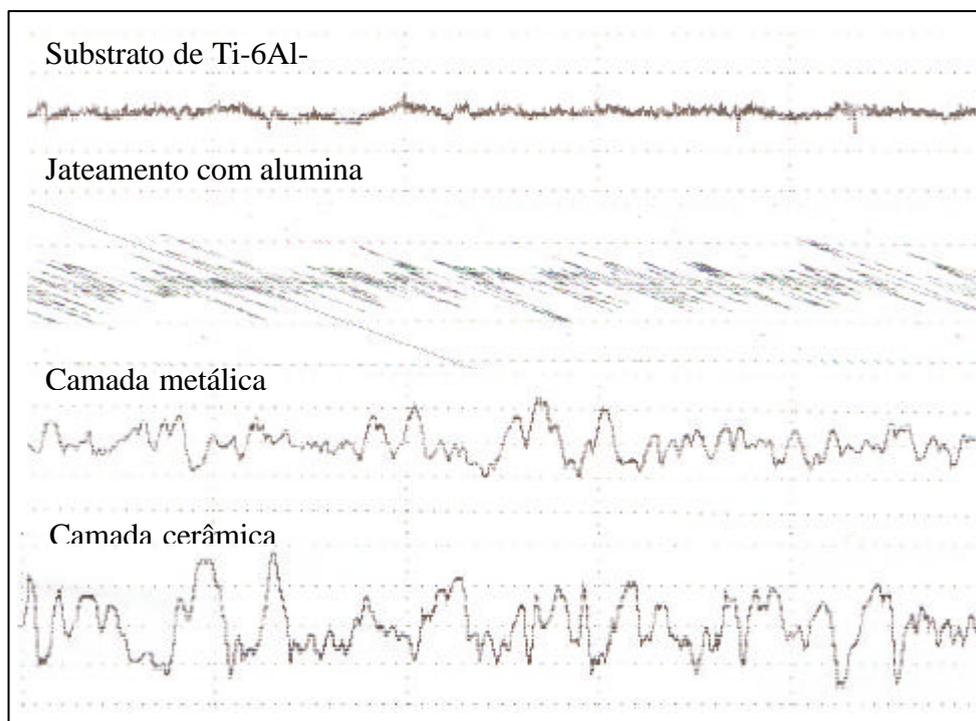


FIGURA 4.6 - Linha de perfil de rugosidade das superfícies analisadas.

### 4.3.2 Ensaio de Dobramento

A Figura 4.7 apresenta as etapas do ensaio de dobramento nas chapas de Ti-6Al-4V recobertas.

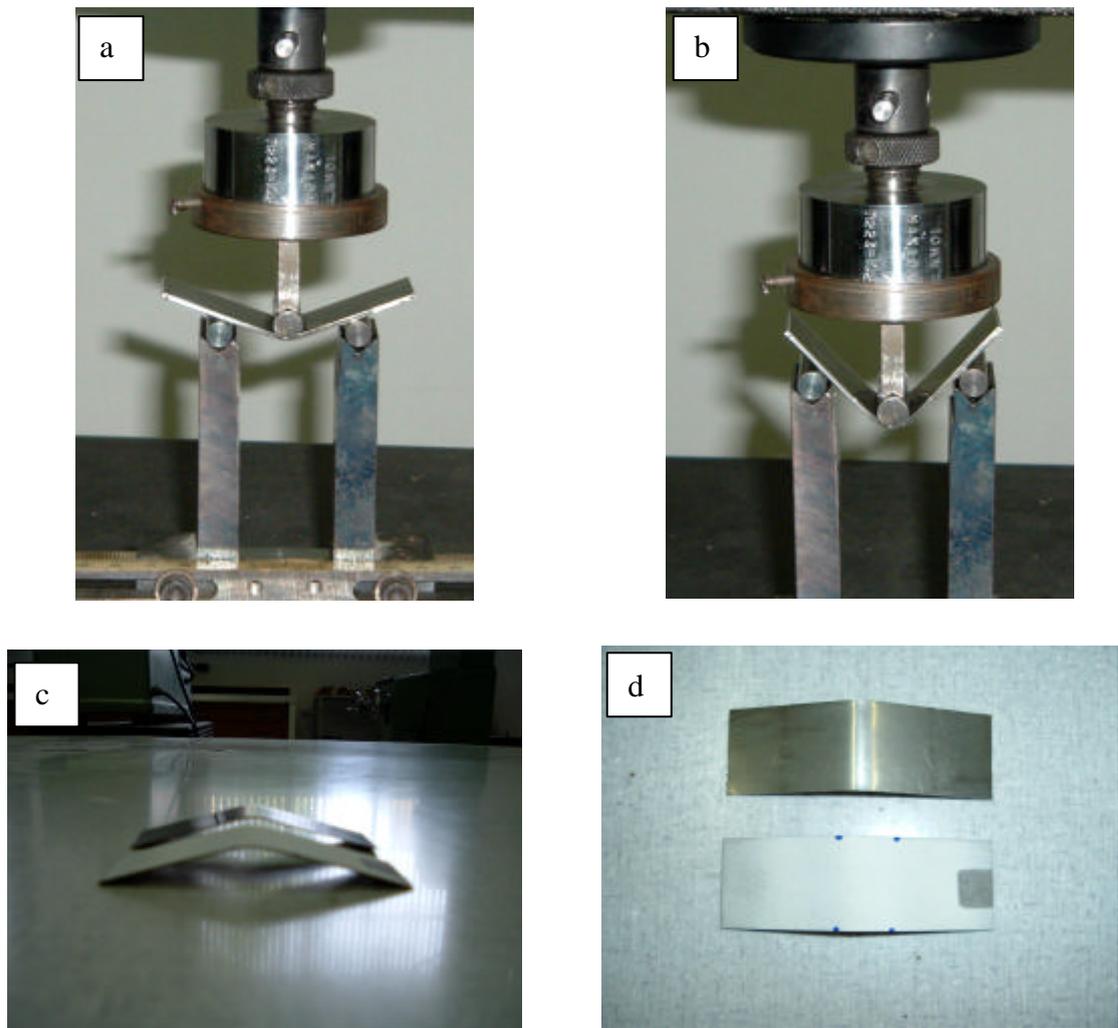


FIGURA 4.7 - Etapas do ensaio de dobramento nas chapas de Ti-6Al-4V recobertas: a) início do dobramento, b) dobramento até 90°, c) chapa recoberta e não recoberta após ensaio (visão lateral) e d) chapa recoberta e não recoberta após ensaio (visão frontal).

Segundo os critérios de análise utilizados pela Rolls-Royce do Brasil (análise visual), o recobrimento apresentou aderência satisfatória.

Para uma melhor observação da aderência do recobrimento no substrato de Ti-6Al-4V realizou-se análise por Microscopia Eletrônica de Varredura nas chapas ensaiadas. A

Figura 4.8 apresenta as imagens via MEV das chapas ensaiadas. Pode-se observar que as chapas com recobrimento metálico e com recobrimento cerâmico apresentam trincas após o ensaio de dobramento. Tais trincas são características do processo de deposição por aspersão térmica e tornaram-se mais evidentes após o ensaio de dobramento.

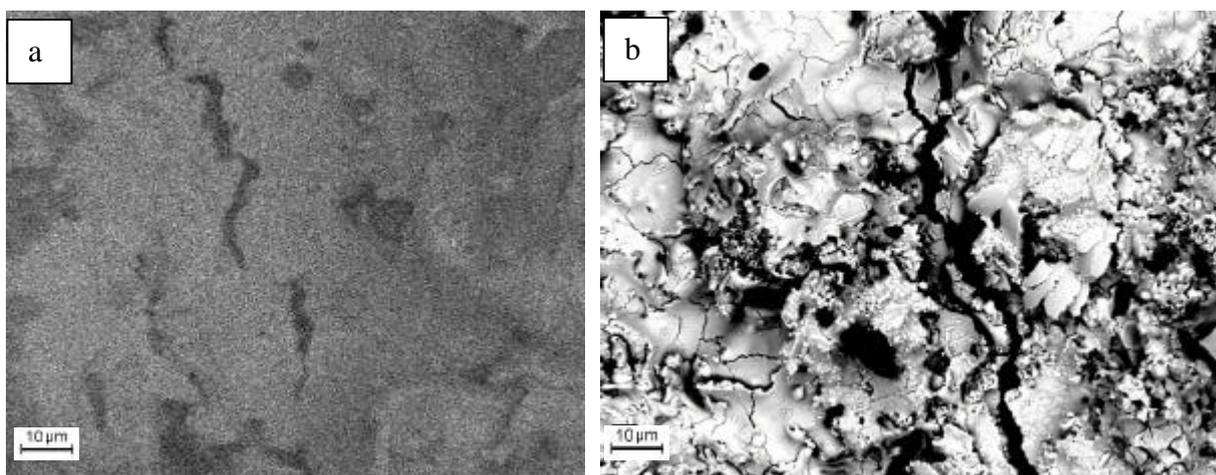


FIGURA 4.8 - Imagens via MEV das chapas ensaiadas: a) chapa com recobrimento metálico e b) chapa com recobrimento cerâmico.

### 4.3.3 Ensaio de Microdureza

A Tabela 4.3 apresenta os valores médios (10 medições) de microdureza para as pastilhas de Ti-6Al-4V recobertas analisadas. Como o recobrimento cerâmico por aspersão térmica apresentou-se muito poroso, não foi possível a medição da microdureza.

TABELA 4.3 - Valores médios de microdureza para pastilhas de Ti-6Al-4V recobertas analisadas.

Superfície analisada	Microdureza Vickers (HV)
Substrato	291
Recobrimento metálico	178
Recobrimento cerâmico	-

#### 4.3.4 Difração de Raios X

A Figura 4.9 apresenta os difratogramas de raios X das pastilhas recobertas: a) recobrimento cerâmico e b) recobrimento metálico. As fases encontradas são correspondentes às composições dos recobrimentos.

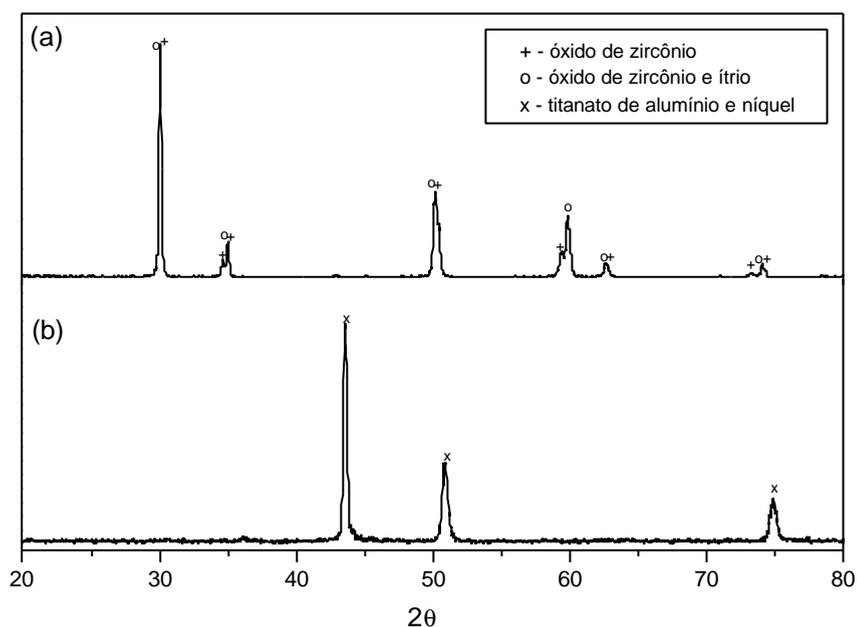


FIGURA 4.9 - Difratogramas de raios X das pastilhas recobertas: a) recobrimento cerâmico e b) recobrimento metálico.

### 4.3.5 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Raios X por Energia Dispersiva (EDS)

A Figura 4.10 apresenta as micrografias obtidas via MEV do recobrimento utilizado no substrato de Ti-6Al-4V. Confirma-se a espessura das camadas recobertas, encontrando-se os valores de 0,122 mm para a camada metálica e 0,806 mm para a camada cerâmica. Por meio da análise semi-quantitativa por EDS pode-se obter os valores composicionais de cada superfície analisada, como é apresentado na Tabela 4.4, confirmando a composição dos elementos constituintes do recobrimento.

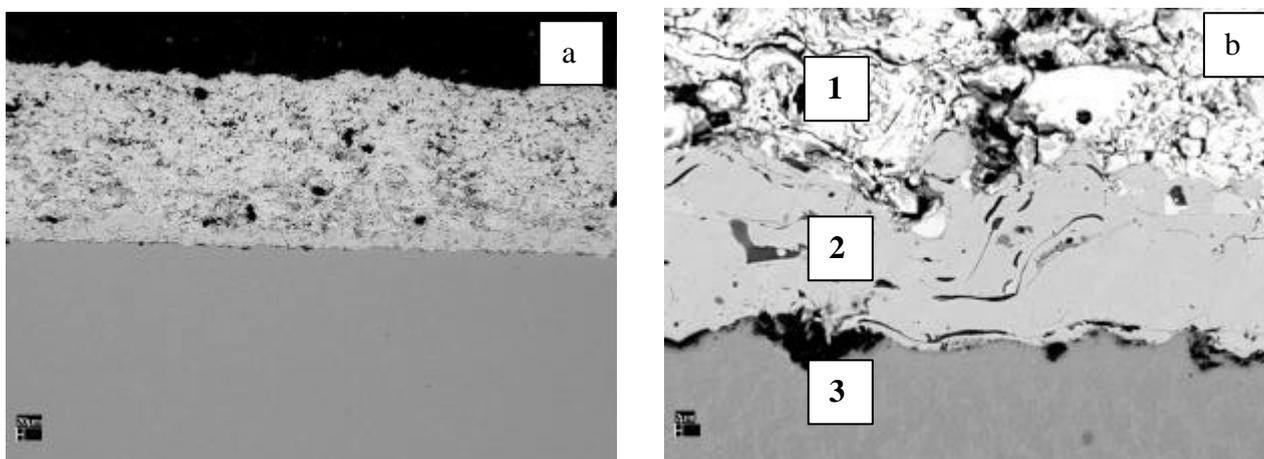


FIGURA 4.10 - Micrografias obtidas via MEV do recobrimento utilizado no substrato de Ti-6Al-4V. a) Camadas depositadas sob substrato de titânio, b) Visão ampliada das camadas depositadas sob substrato de titânio: 1) camada cerâmica, 2) camada metálica e 3) substrato de Ti-6Al-4V.

TABELA 4.4 - Análise semi-quantitativa de EDS das superfícies analisadas.

Elemento	Superfície Analisada		
	Camada Cerâmica (% peso)	Camada Metálica (% peso)	Substrato (% peso)
O	16,06	1,40	2,08
Al	0,17	6,61	5,04
Ti	6,89	6,30	83,67
V	0,32	0,24	4,74
Cr	0,71	19,34	0,49
Co	1,37	32,86	1,08
Ni	1,27	29,07	0,91
Y	5,34	0,65	0,06
Zr	67,87	3,55	1,94

#### 4.4 Microscopia Óptica

A Figura 4.11 apresenta uma micrografia da liga Ti-6Al-4V como recebida. Observam-se grãos  $\alpha$  (HC) e regiões escuras que definem a presença da fase  $\beta$  (CCC) ao longo dos contornos de grão.

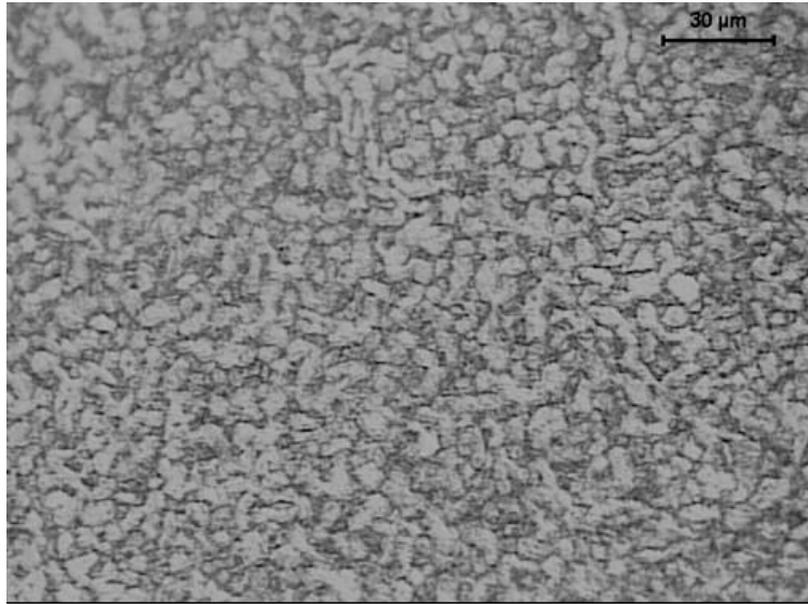


FIGURA 4.11 - Micrografia da liga Ti-6Al-4V como recebida.

#### **4.4.1 Análise das Seções Transversal e Longitudinal dos CDP após Ensaio de Fluência**

As Figuras 4.12 a 4.14 representam as seções transversal e longitudinal das amostras testadas sob condições de fluência a 600 e 700°C, em atmosfera de nitrogênio e ao ar, com recobrimento cerâmico e metálico. Para o ataque das amostras utilizou-se o reagente Kroll.

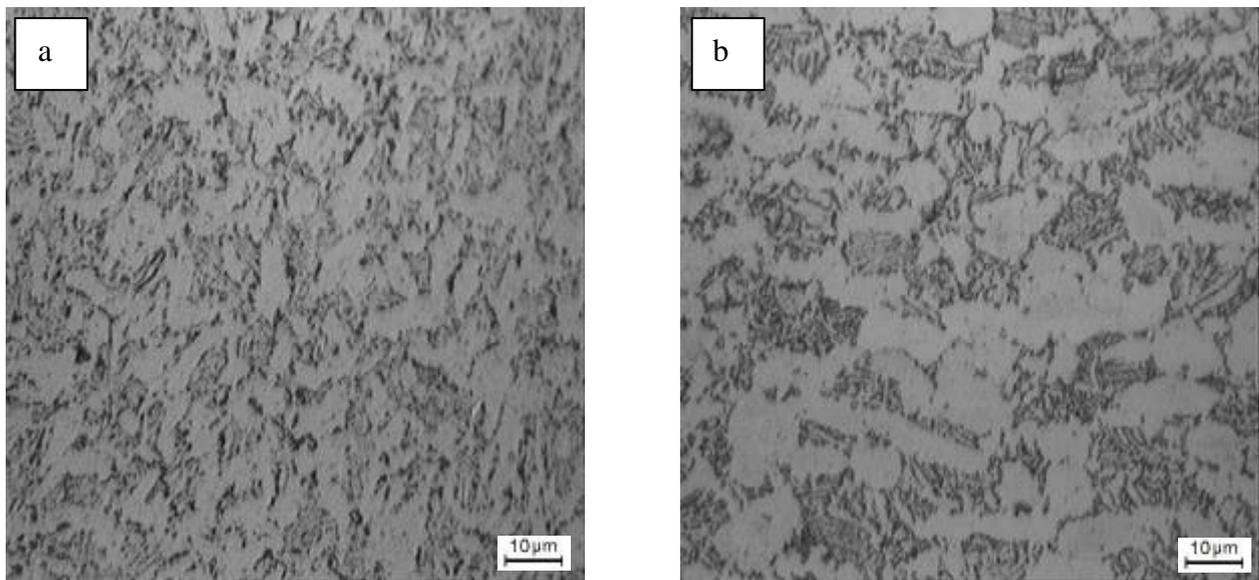


FIGURA 4.12 – Seções transversal (a) e longitudinal (b) de uma amostra testada sob condições de fluência a 600°C, 250 MPa, em atmosfera de nitrogênio.

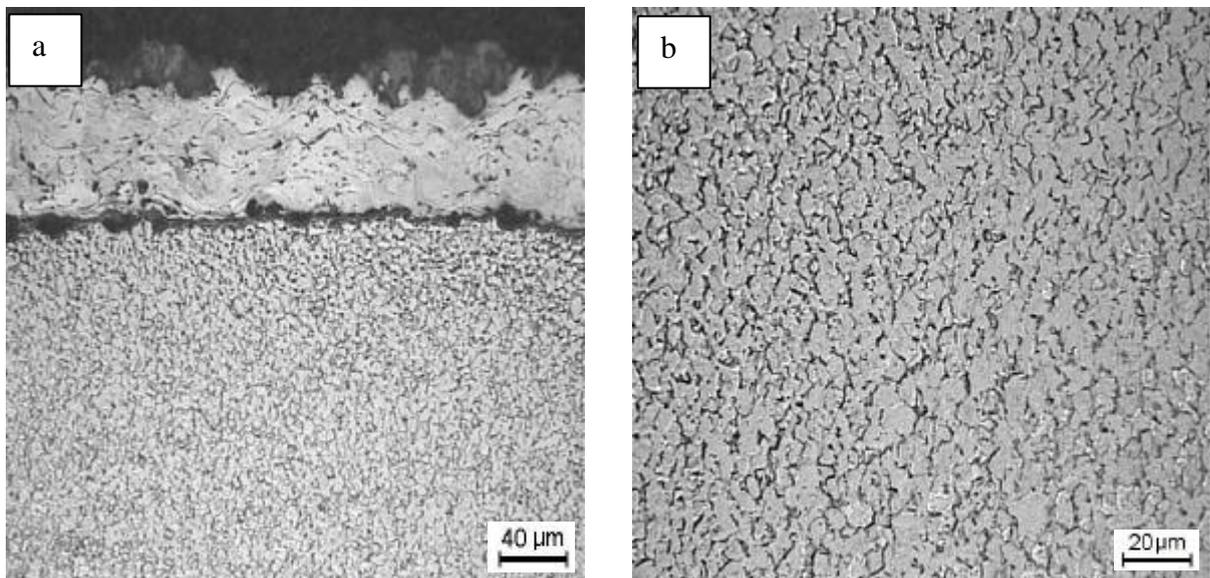


FIGURA 4.13 – Seções longitudinal de uma amostra testada sob condições de fluência a 700°C, 42 MPa, com recobrimento cerâmico ao ar.

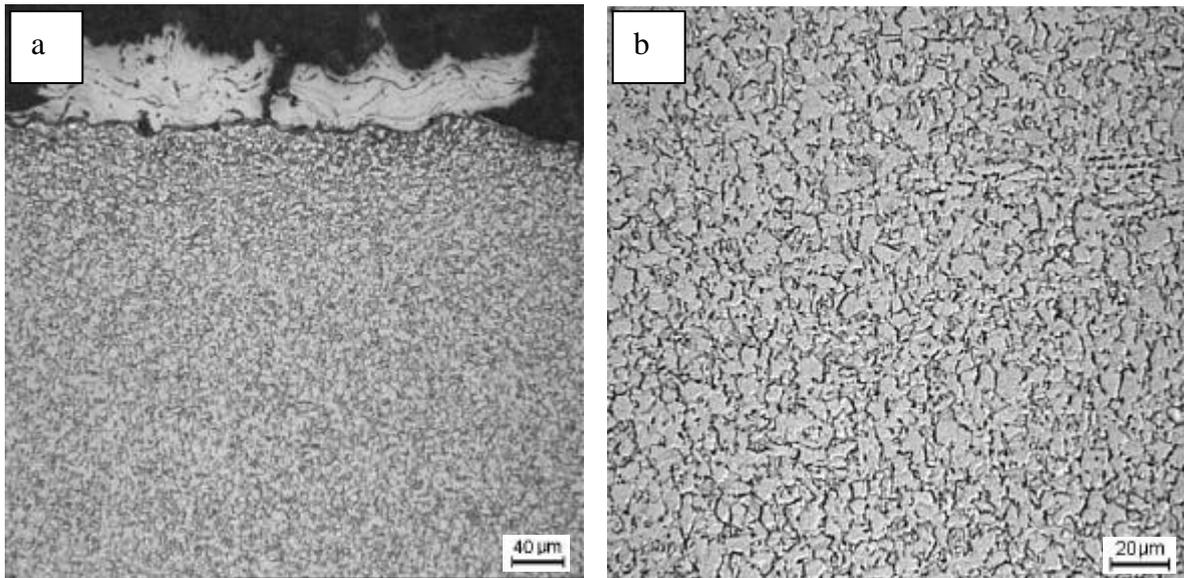


FIGURA 4.14 – Seção longitudinal de uma amostra testada sob condições de fluência a 700°C, 56 MPa, com recobrimento metálico ao ar.

As micrografias (Figura 4.12 a 4.14) apresentam crescimento de grão da fase alfa e dissolução da fase beta que, com base na microestrutura inicial antes do ensaio era contínua ao longo de contornos de grão (Figura 4.11). Isto pode ser considerado um mecanismo de degradação microestrutural juntamente com o crescimento de grão, formação de camadas de oxidação e trincas superficiais, além de rupturas da camada de recobrimento.

#### 4.5 Ensaio de Fluência

A seguir serão descritos os resultados de fluência em atmosfera de nitrogênio e com recobrimento cerâmico e metálico.

#### 4.5.1 Ensaios de Fluência em Atmosfera de Nitrogênio

As Figuras 4.15 a 4.18 apresentam as curvas de fluência em atmosfera de nitrogênio correspondentes à deformação verdadeira  $\epsilon$ , como função do tempo  $t$ , obtidas a 500°C.

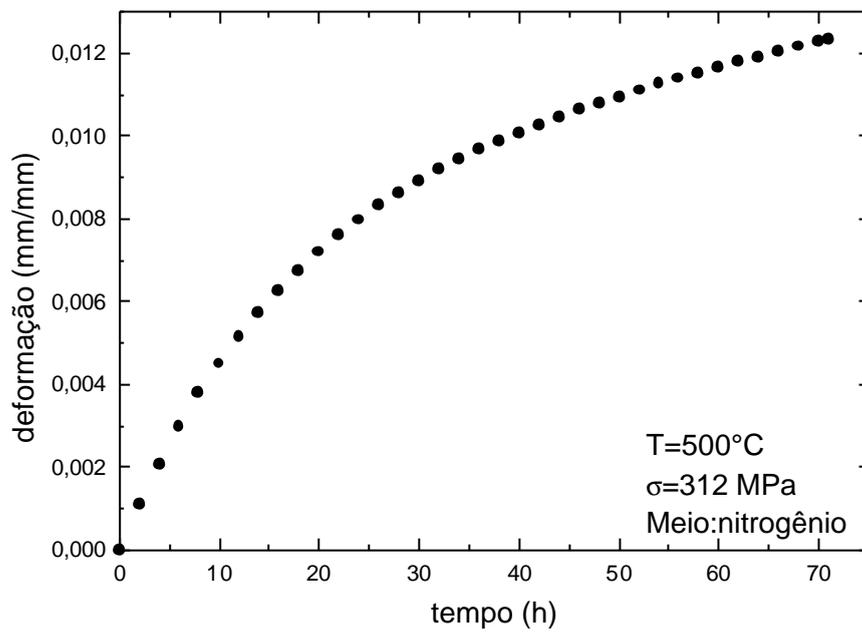


FIGURA 4.15 – Curva deformação verdadeira x tempo a 500°C e 312 MPa, em atmosfera de nitrogênio (teste interrompido).

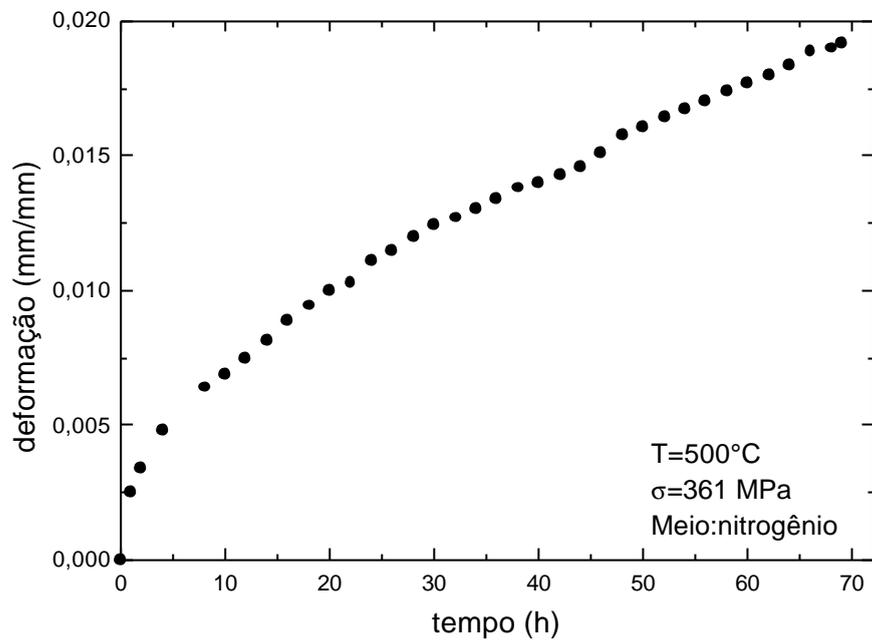


FIGURA 4.16 – Curva deformação verdadeira x tempo a 500°C e 361 MPa, em atmosfera de nitrogênio (teste interrompido).

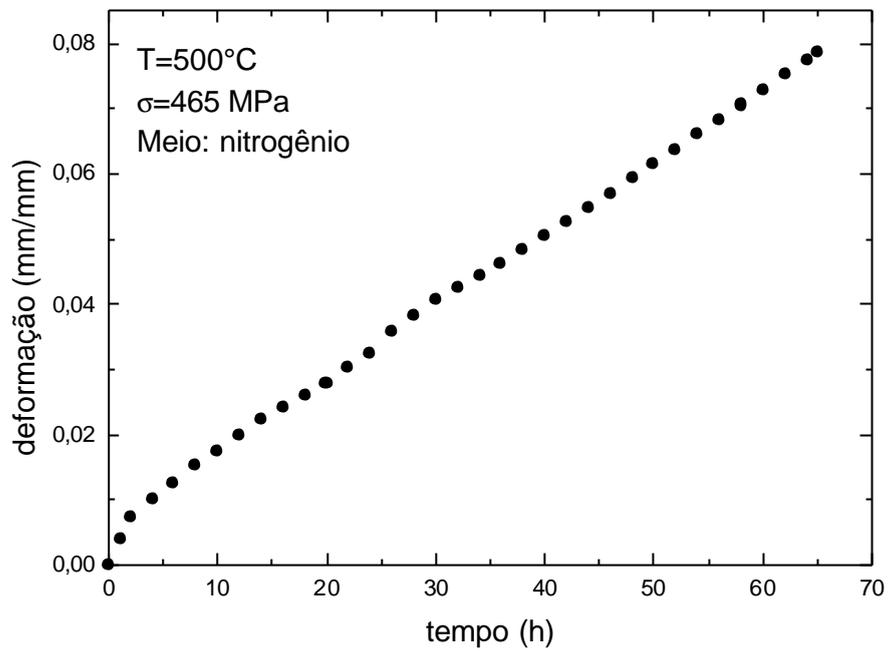


FIGURA 4.17 – Curva deformação verdadeira x tempo a 500°C e 465 MPa, em atmosfera de nitrogênio (teste interrompido).

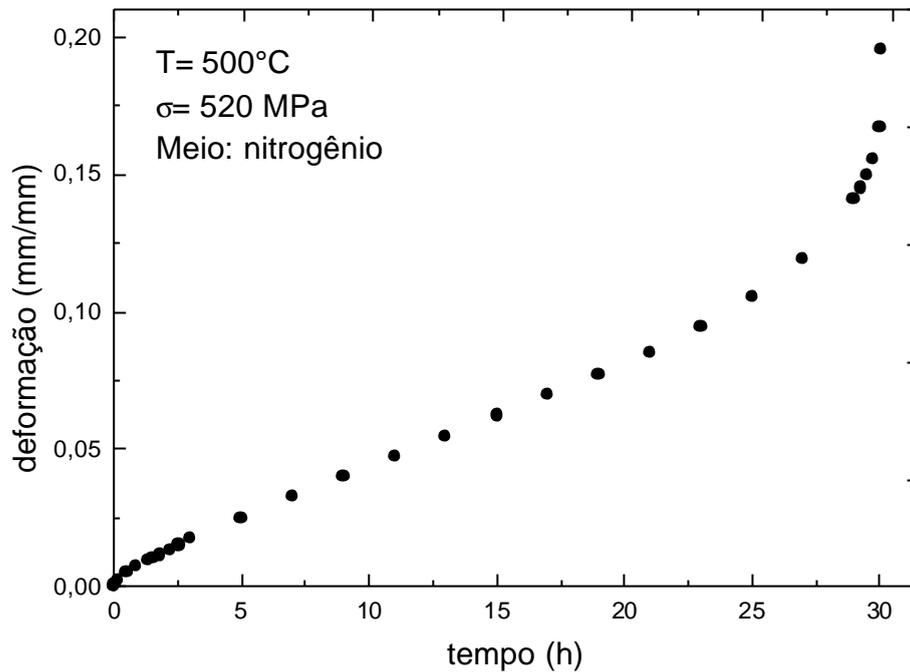


FIGURA 4.18 – Curva deformação verdadeira x tempo a  $500^{\circ}\text{C}$  e  $520 \text{ MPa}$ , em atmosfera de nitrogênio.

A Tabela 4.5 apresenta a relação dos principais parâmetros experimentais obtidos a  $500^{\circ}\text{C}$ , a partir das curvas experimentais, em que  $\sigma$  é a tensão aplicada,  $\dot{\epsilon}_s$  corresponde a taxa de fluência estacionária, obtida a partir da inclinação da região linear na curva de fluência (estágio secundário). O valor de  $t_p$  corresponde ao constante tempo relativo a tempo primário, é obtido no final do estágio primário e/ou início do estágio secundário. O valor  $t_f$  é o tempo final de fratura,  $\epsilon_f$  corresponde à deformação de fratura e RA, à redução percentual em área, na fratura.

TABELA 4.5 – Parâmetros experimentais a 500°C em atmosfera de nitrogênio.

$s$ (MPa)	$t_p$ (h)	$\dot{\epsilon}_s$ (1/h)	$t_f$ (h)	$\epsilon_f$ (mm/mm)	RA (%)
312	58,0	$6,7 \times 10^{-5}$	-	-	-
361	26,0	$1,8 \times 10^{-4}$	-	-	-
465	4,00	$1,1 \times 10^{-3}$	-	-	-
520	1,801	$3,8 \times 10^{-3}$	30,033	0,1957	54,66

Nem todos os ensaios foram levados à ruptura, pois muitos deles levariam muito tempo para alcançar o terceiro estágio. Desta forma, estabeleceu-se um tempo necessário para se ter bem definido o segundo estágio (60 – 70 horas), e ser então possível fazer a comparação com os ensaios realizados ao ar de trabalhos anteriores<sup>[1]</sup>.

O conjunto de curvas experimentais obtidas a 600°C de fluência em atmosfera de nitrogênio está representado pelas Figuras 4.19, 4.20, 4.21 e 4.22.

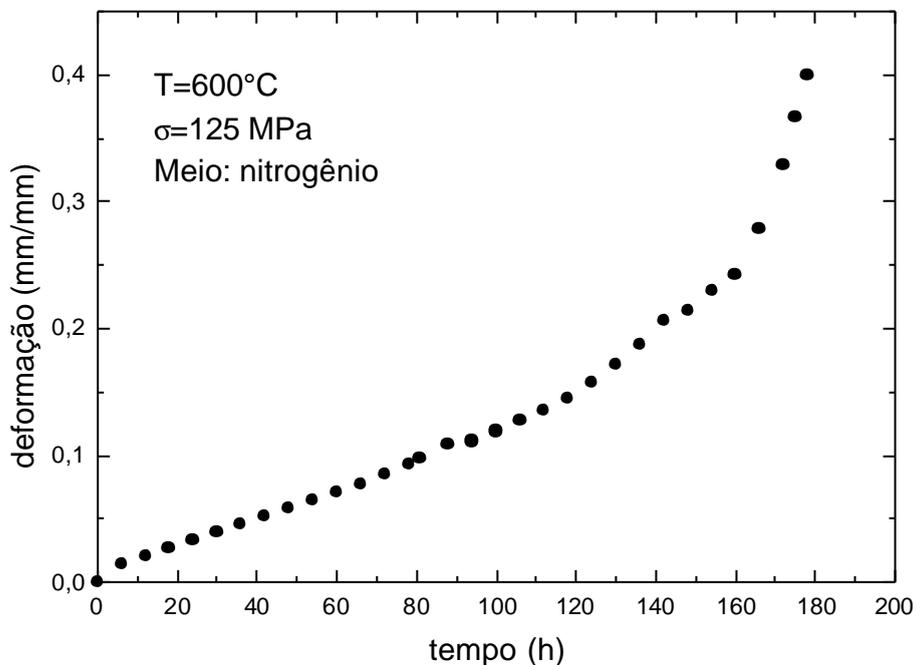


FIGURA 4.19 – Curva deformação verdadeira x tempo a 600°C e 125 MPa, em atmosfera de nitrogênio.

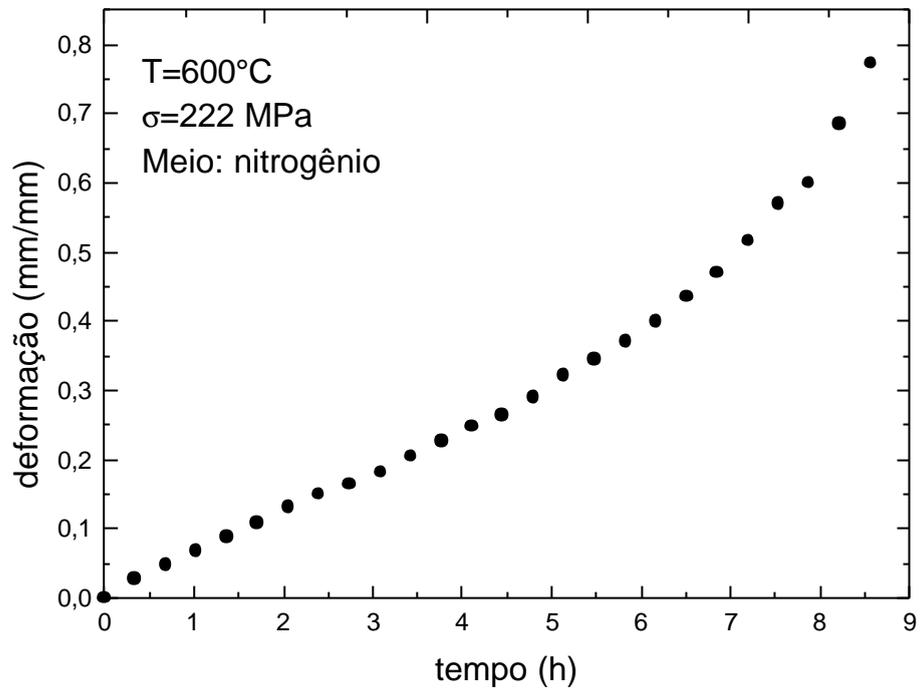


FIGURA 4.20 – Curva deformação verdadeira x tempo a 600°C e 222 MPa, em atmosfera de nitrogênio.

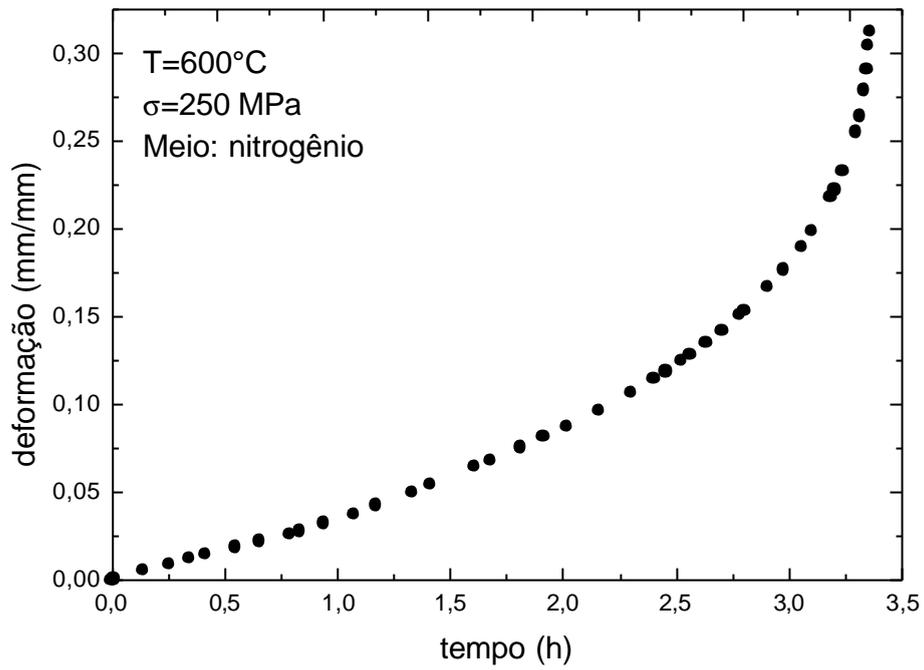


FIGURA 4.21 – Curva deformação verdadeira x tempo a 600°C e 250 MPa, em atmosfera de nitrogênio.

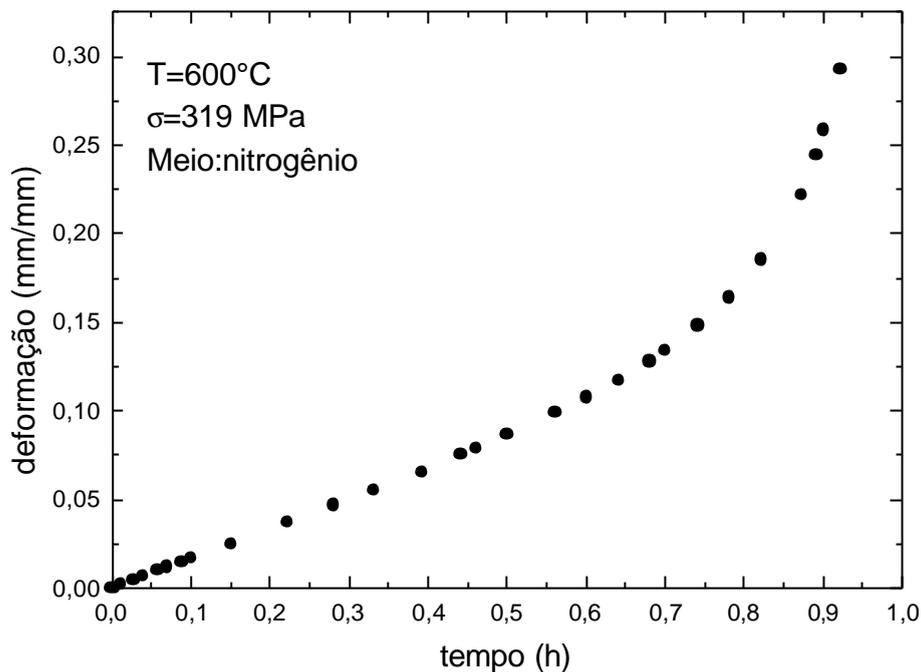


FIGURA 4.22 – Curva deformação verdadeira x tempo a 600°C e 319 MPa, em atmosfera de nitrogênio.

Os principais parâmetros experimentais relativos às curvas  $\epsilon_v$  x  $t$ , a 600°C estão relacionados na Tabela 4.6.

TABELA 4.6 – Parâmetros experimentais a 600°C em atmosfera de nitrogênio.

$s$ (MPa)	$t_p$ (h)	$\dot{\epsilon}_s$ (1/h)	$t_f$ (h)	$\epsilon_f$ (mm/mm)	RA (%)
125	24,0	$1,0 \times 10^{-3}$	178	0,399	82,64
222	1,713	$2,0 \times 10^{-2}$	8,57	0,363	74,67
250	0,353	$3,1 \times 10^{-2}$	3,68	0,341	65,97
319	0,089	$1,6 \times 10^{-1}$	0,92	0,293	56,44

O conjunto de curvas experimentais obtidas a 700°C em atmosfera de nitrogênio está representado pelas Figuras 4.45, 4.46 e 4.47.

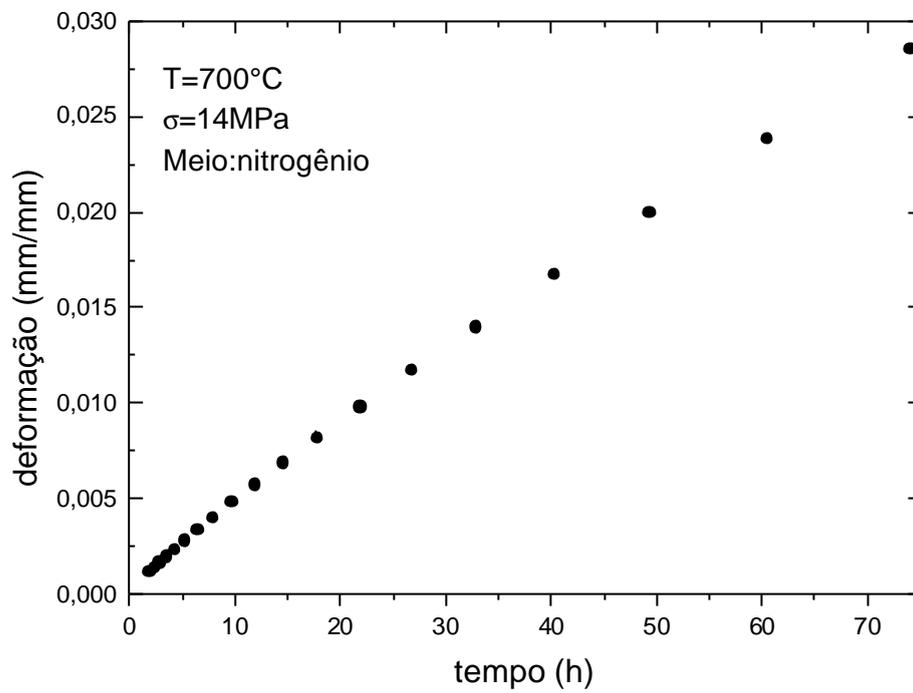


FIGURA 4.23 – Curva deformação verdadeira x tempo a 700°C e 14 MPa, em atmosfera de nitrogênio (teste interrompido).

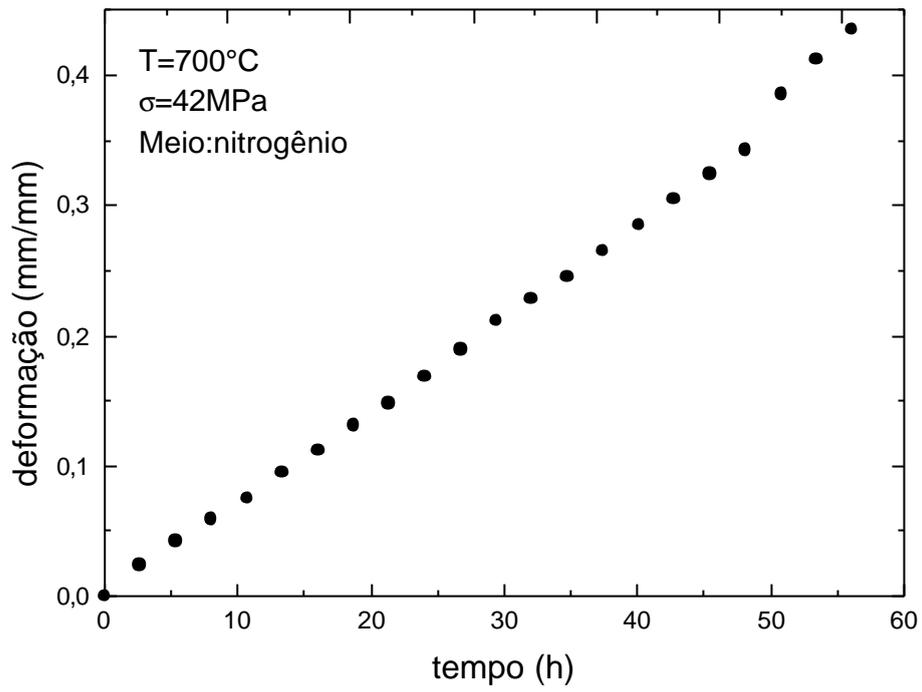


FIGURA 4.24 – Curva deformação verdadeira x tempo a 700°C e 42 MPa, em atmosfera de nitrogênio (teste interrompido).

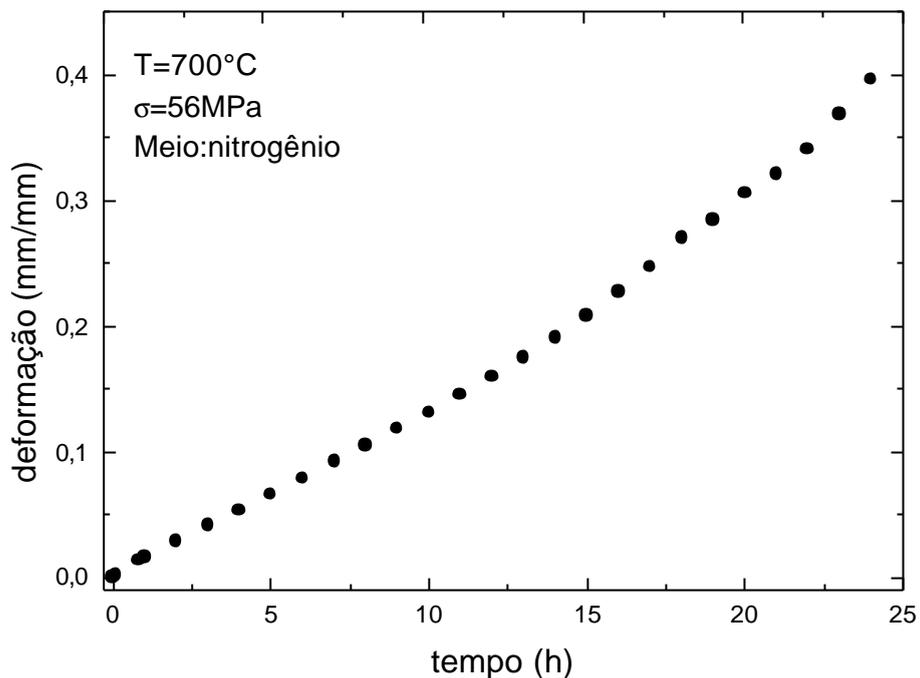


FIGURA 4.25 – Curva deformação verdadeira x tempo a 700°C e 56 MPa, em atmosfera de nitrogênio (teste interrompido).

Os principais parâmetros experimentais relativos às curvas  $\epsilon$  x  $t$ , a 700°C estão relacionados na Tabela 4.7.

TABELA 4.7 – Parâmetros experimentais a 700°C, em atmosfera de nitrogênio.

$s$ (MPa)	$t_p$ (h)	$\dot{\epsilon}_s$ (1/h)	$t_f$ (h)	$\epsilon_f$ (mm/mm)	RA (%)
14	49,36	$3,4 \times 10^{-4}$	-	-	-
42	5,35	$6,7 \times 10^{-3}$	-	-	-
56	2,00	$1,3 \times 10^{-2}$	24	0,3961	88,89

#### 4.5.2 Comparação dos Resultados de Fluência em Atmosfera de Nitrogênio e ao Ar<sup>[1]</sup>

Para uma maior compreensão do efeito da atmosfera de nitrogênio na fluência da liga Ti-6Al-4V, foi feita uma comparação com os resultados de fluência obtidos ao ar da liga Ti-6Al-4V em trabalhos anteriores<sup>[1]</sup>.

Curvas representativas de fluência da liga Ti-6Al-4V ao ar<sup>[1]</sup> e em atmosfera de nitrogênio são apresentadas na Figura 4.26.

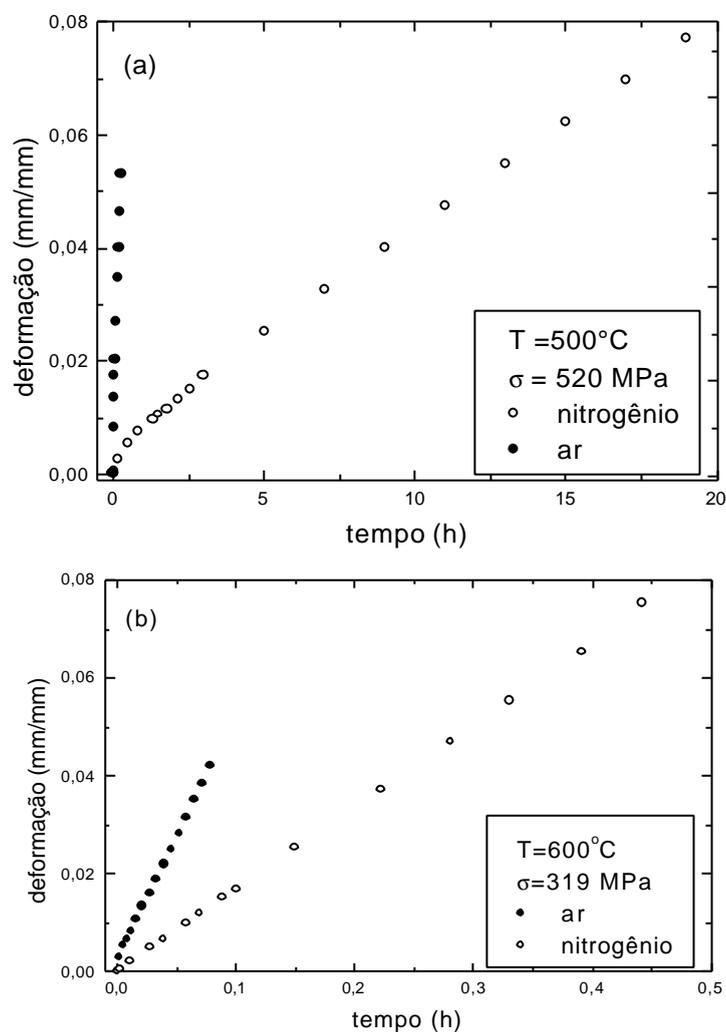


FIGURA 4.26 – Curvas típicas de fluência da liga Ti-6Al-4V: a) 500°C / 520 MPa e b) 600°C / 319 MPa e c) 700°C / 14MPa.

(continua)

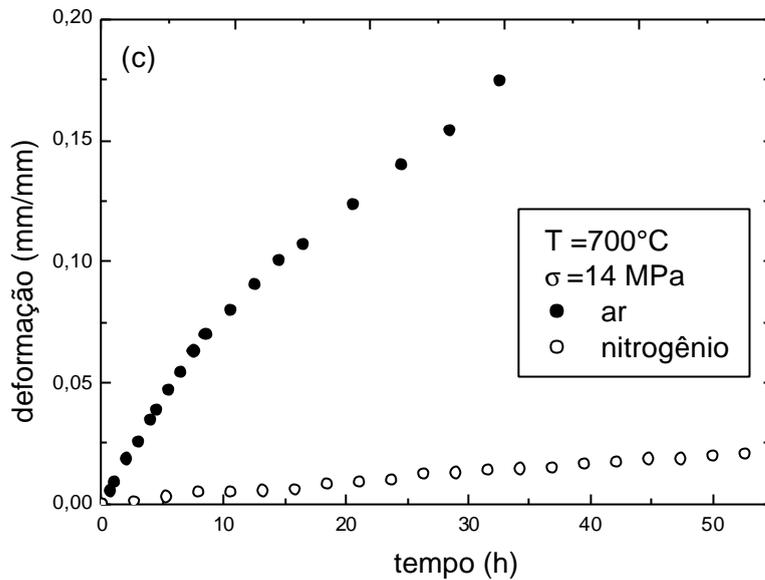


FIGURA 4.26 – Conclusão.

A liga Ti-6Al-4V apresenta uma curva normal de fluência consistindo dos estágios primário e secundário bem definidos. Nas curvas apresentadas não se levou o ensaio até a ruptura. Há um período inicial relativamente curto de diminuição da taxa de fluência primária que está associado com o endurecimento devido à acumulação de discordâncias. Entretanto, a maior vida em fluência é dominada pela taxa de fluência constante que está associada com a configuração constante de discordâncias, devido ao processo de recuperação e encruamento<sup>[1,89]</sup>.

Os resultados dos testes de fluência a 500°C, 600°C e 700°C, tanto nos ensaios em amostras não recobertas ao ar<sup>[1]</sup> como em atmosfera de nitrogênio, estão resumidos na Tabela 4.8, que apresenta os valores de tempo de fluência primária ( $t_p$ ), definido como o final da fluência primária, e a taxa de fluência estacionária ( $\dot{\epsilon}_s$ ).

Os resultados apresentados na Tabela 4.8 sugerem que o endurecimento por deformação durante a fluência primária é dependente da temperatura e da atmosfera de ensaio. Os valores mais altos de  $t_p$  e a redução da taxa de fluência estacionária demonstram a maior resistência à fluência da liga Ti-6Al-4V em atmosfera de nitrogênio. Este está

relacionado ao endurecimento e à fina camada de oxidação formada durante os ensaios de fluência<sup>[90]</sup> e à proteção contra a oxidação oferecida pela atmosfera de nitrogênio, Figura 4.11. As Figuras 4.27 e 4.28 apresentam a dependência da tensão com o tempo de fluência primária e com a taxa de fluência estacionária para as duas condições testadas (ar e nitrogênio).

Por meio de técnicas de regressão linear, os resultados podem ser descritos em termos das equações da lei de potência em fluência:

$$t_p = A\mathbf{S}^{-m} \quad (4.2)$$

$$\dot{\mathbf{e}}_s = B\mathbf{S}^n \quad (4.3)$$

Os parâmetros A, B, m e n do material são normalmente determinados por meio de um número de ensaios de fluência com carga constante. Os parâmetros dependem da temperatura, composição e microestrutura do material e também se estendem ao nível de tensão aplicada.

TABELA 4.8 – Dados de fluência a 500, 600 e 700°C.

Temperatura (°C)	Atmosfera	s (MPa)	t <sub>p</sub> (h)	$\dot{\epsilon}_s$ (1/h)
500	ar <sup>[1]</sup>	312	20,0000	$1,2 \times 10^{-3}$
		361	5,3300	$3,5 \times 10^{-3}$
		465	0,3000	$4,3 \times 10^{-2}$
		520	0,0462	$1,6 \times 10^{-1}$
	nitrogênio	312	58,0000	$6,2 \times 10^{-5}$
		361	26,0000	$1,8 \times 10^{-4}$
		465	4,0000	$1,1 \times 10^{-3}$
		520	1,8010	$3,8 \times 10^{-3}$
600	ar <sup>[1]</sup>	125	0,8333	$9,0 \times 10^{-3}$
		222	0,0958	$9,1 \times 10^{-2}$
		250	0,03055	$1,6 \times 10^{-1}$
		319	0,01167	$5,0 \times 10^{-1}$
	nitrogênio	125	24,0000	$1,0 \times 10^{-3}$
		222	1,7130	$2,0 \times 10^{-2}$
		250	0,353	$3,1 \times 10^{-2}$
		319	0,0890	$1,6 \times 10^{-1}$
700	ar <sup>[1]</sup>	14	12,5000	$3,9 \times 10^{-1}$
		42	0,3250	$6,4 \times 10^{-2}$
		56	0,1410	$1,5 \times 10^{-1}$
	nitrogênio	14	49,3600	$3,4 \times 10^{-4}$
		42	5,3500	$6,7 \times 10^{-3}$
		56	2,0000	$1,3 \times 10^{-2}$

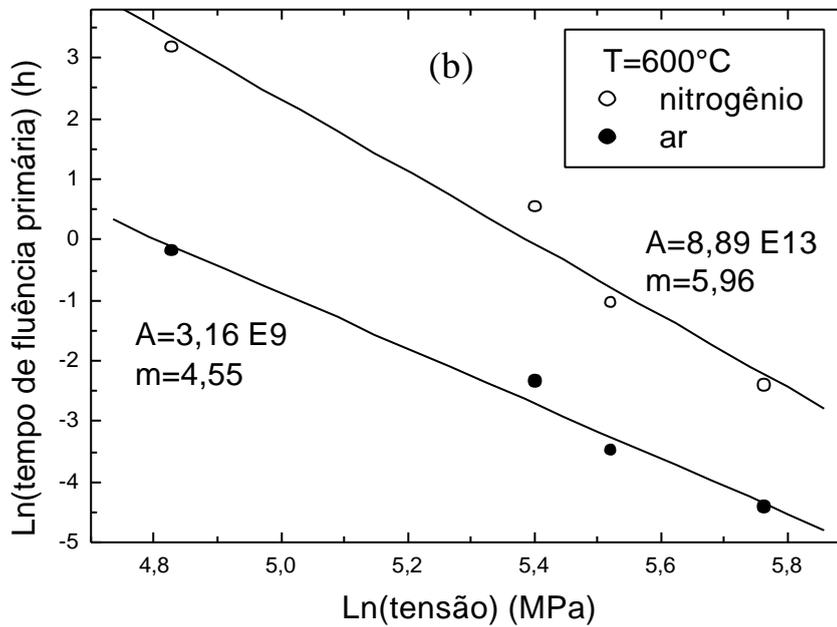
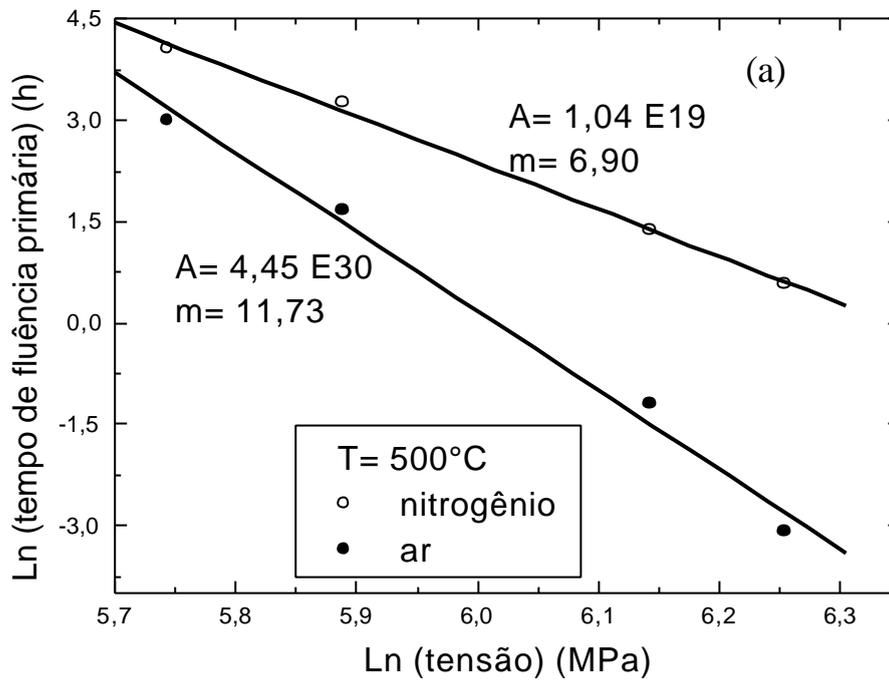


FIGURA 4.27 – Dependência do tempo de fluência primária com a tensão aplicada ao ar<sup>[1]</sup> e em atmosfera de nitrogênio: (a) 500°C, (b) 600°C e (c) 700°C.

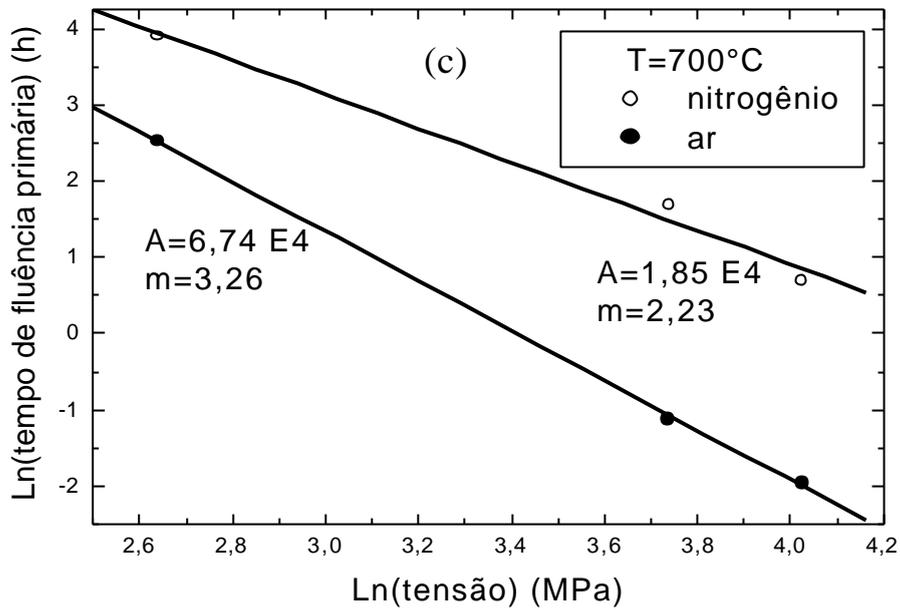


FIGURA 4.27 – Conclusão.

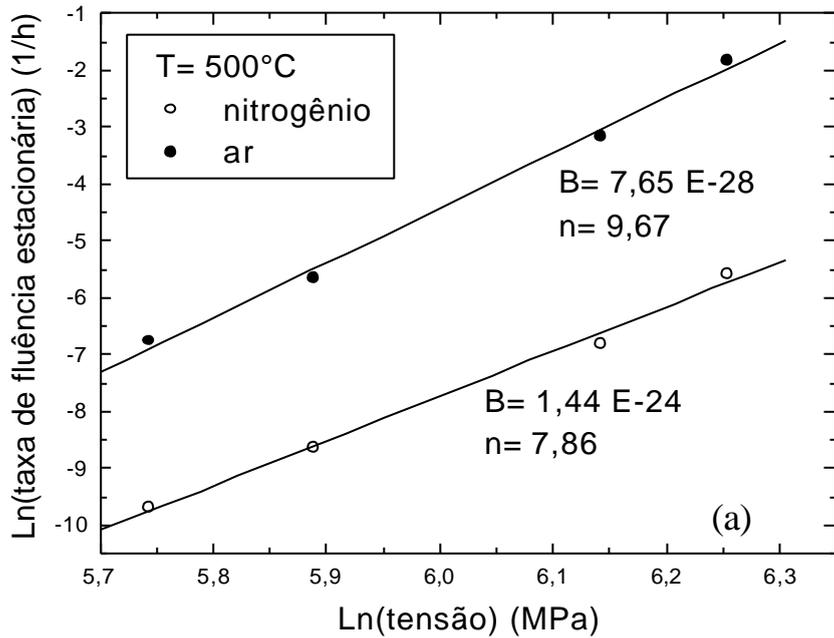


FIGURA 4.28 – Dependência da taxa de fluência estacionária com a tensão aplicada ao ar<sup>[1]</sup> e em atmosfera de nitrogênio: (a) 500°C, (b) 600°C e (c) at 700°C.

(continua)

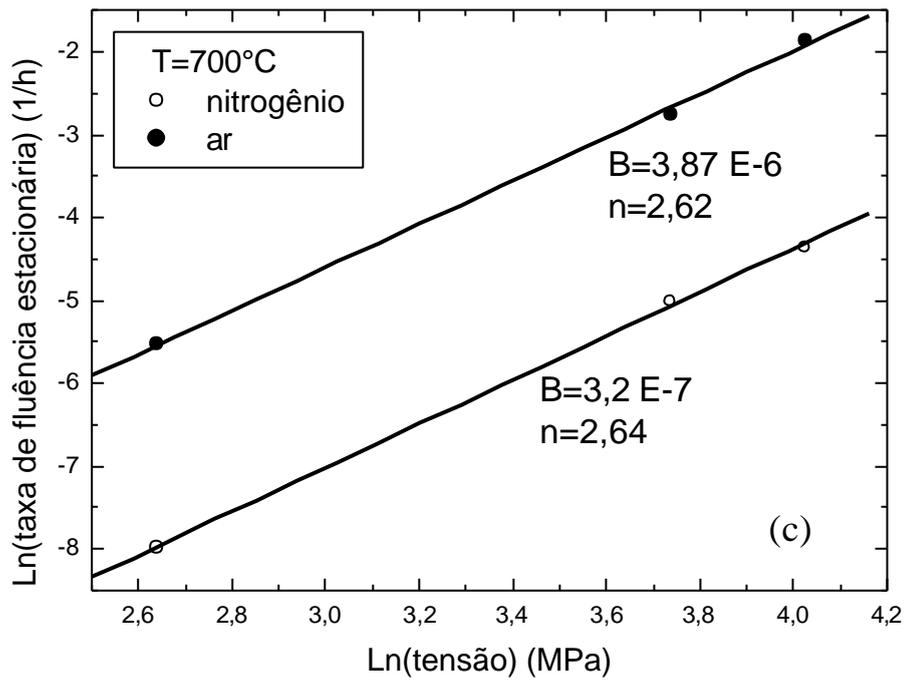
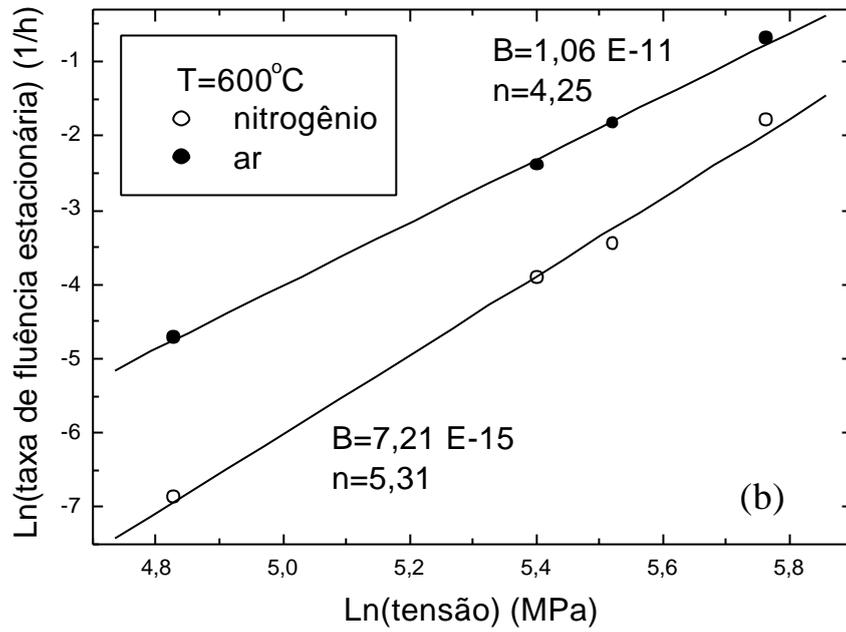


FIGURA 4.28 – Conclusão.

De acordo com as Figuras 4.27 e 4.28 verifica-se que os expoentes de tensão obtidos variam na faixa de 2,23 a 11,73. Resultados previamente reportados sobre energias de

ativação aparente de fluência ao ar indicam que  $Q_p = 309$  kJ/mol e  $Q_s = 319$  kJ/mol, para fluências primária e secundária, respectivamente<sup>[91,92]</sup>. Valores estimados a 319 MPa para atmosfera de nitrogênio são de  $Q_p = 361$  kJ/mol e  $Q_s = 437$  kJ/mol. Os expoentes de tensão de fluência medidos a 500°C, ao ar<sup>[11]</sup> e em atmosfera de nitrogênio, são 11,73 e 6,90 para fluência primária, e 9,67 e 7,86, para fluência secundária, respectivamente. Entretanto a 600°C, ao ar<sup>[11]</sup> e em atmosfera de nitrogênio, são de 4,55 e 5,96 para fluência primária e 4,25 e 5,31 para fluência secundária, respectivamente. A 700°C, são de 3,26 e 2,23, para fluência primária e 2,62 e 2,64, para fluência secundária, ao ar<sup>[11]</sup> e em atmosfera de nitrogênio, respectivamente. Ensaios de fluência com carga constante foram conduzidos por Harrigan Jr. para a liga Ti-6Al-4V, a 315°C e 650°C<sup>[93]</sup>. Os resultados indicam que a taxa de fluência estacionária  $\dot{\epsilon}_s$  pode ser descrita pela equação (4.1). Neste caso, o autor considera que o valor encontrado,  $n = 3,8$ , é baixo para um sistema bifásico, mas está em concordância com a dependência da tensão encontrada é igual a 5, que é razoável para um metal puro.

Entretanto, Evans e Harrison<sup>[94]</sup> apresentam para a liga Ti-6Al-4V, a 400 e 500°C, expoentes de tensão na faixa de 8 a 16. Um estudo detalhado foi conduzido ao ar por Warren, Hsiung e Wadley<sup>[95]</sup>, para fluência em alta temperatura e da evolução microestrutural acompanhando a deformação em fluência da liga nanocristalina Ti-6Al-4V, para a faixa de 600 a 900°C. Na temperatura de 600°C, a fluência envolvida é predominantemente do caso  $\alpha$ , enquanto que, acima de 680°C, a microestrutura exhibe comportamento superplástico de uma estrutura bifásica ( $\alpha + \beta$ ). A 600°C o valor médio da energia de ativação para todas as tensões é de 240 kJ/mol. Este valor foi idêntico à energia de ativação determinada por Harrigan Jr.<sup>[93]</sup>. O valor de expoente de tensão de fluência  $n = 3,4$ , de uma liga nanocristalina é similar a  $n = 3,8$  obtido para a liga fundida Ti-6Al-4V, testada com granulação grosseira a 650°C. Neste caso, modelos de fluência micro-mecânicos baseados em deslizamento e escalagem de discordâncias predizem expoentes de fluência iguais a 3. A 760°C e baixas tensões aplicadas, quando simultaneamente o crescimento do grão é introduzido, o modelo dos mecanismos prediz um expoente de tensão de fluência igual a  $n = 2,6$ .

Neste contexto, para diferentes ligas de titânio, os valores de energia de ativação determinados por Tang et al<sup>[96]</sup> são de 327 a 416 kJ/mol e corresponde também à fluência controlada por escalagem de discordâncias. A energia de ativação aparente de auto-difusão, normalmente reportada para Ti-  $\alpha$  está na faixa de 242 a 293 kJ/mol<sup>[97]</sup>. Em um recente trabalho, Köppers et al<sup>[98]</sup> revisaram os valores reportados. Eles verificam que a quantidade e natureza das impurezas, particularmente as impurezas de mais rápida difusão como Fe, Ni e Co tinham muitos efeitos na auto-difusão do Ti. Em Ti- $\alpha$  de alta pureza, são encontrados valores de energias de ativação de 303 e 329 kJ/mol, respectivamente para auto-difusão do Ti e difusão do soluto Al.

Baseado nas informações mencionadas, as energias de ativação para fluência primária e estacionária no presente trabalho incluem-se na faixa de valores determinados por Köppers et al<sup>[98]</sup>. Assim, a correlação entre  $Q_p$  e  $Q_s$  e os expoentes de tensão pode indicar que o mecanismo de fluência é controlado por escalagem de discordâncias.

Apesar das diferenças nas condições dos ensaios (ar e em atmosfera de nitrogênio), os dados de tempo de ruptura de fluência obtidos a 600°C seguem a relação de Monkman-Grant<sup>[99]</sup>, como apresentado na Figura 4.29, e pode ser descrita como:

$$t_r (\dot{\epsilon}_s)^M = C \quad (4.4)$$

Por técnicas de regressão linear, a proporcionalidade entre  $\dot{\epsilon}_s$  e  $t_r$  é obtida para  $M = 1,102$  e  $C = 0,092$  em atmosfera de nitrogênio e ao ar.

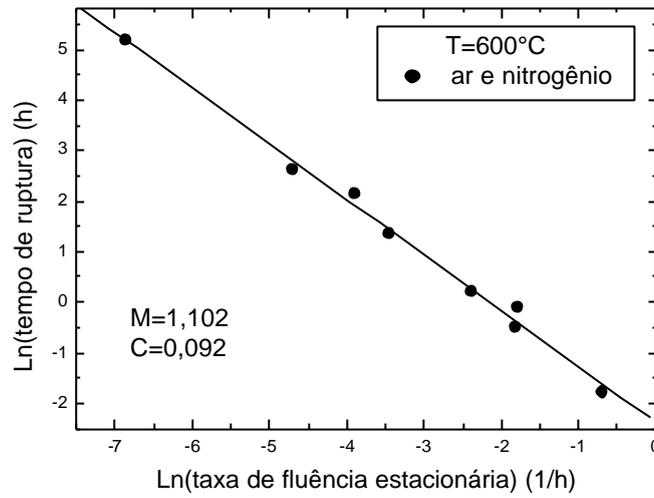


FIGURA 4.29 – Dependência da taxa de fluência estacionária com o tempo de ruptura.

Os valores de  $\epsilon_f$  são apresentados como uma função da tensão aplicada na Figura 4.30. No caso da liga Ti-6Al-4V, a diminuição da ductilidade após a fluência ao ar<sup>[1]</sup> é maior que sob atmosfera de nitrogênio.

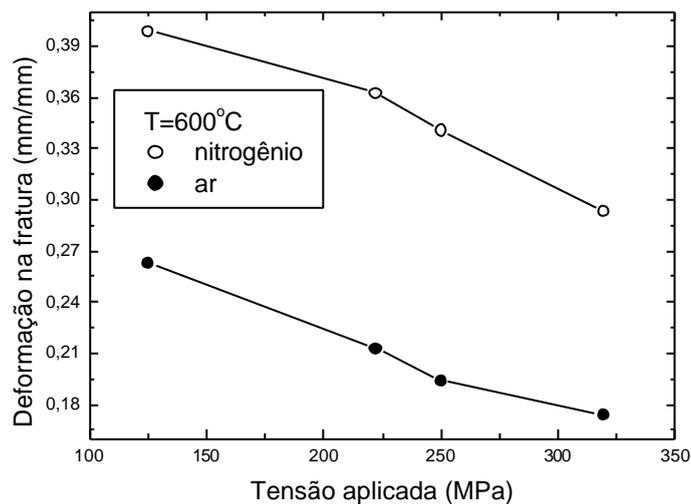


FIGURA 4.30 – Deformação na fratura como uma função da tensão aplicada.

As maiores tensões aplicadas produziram, para uma mesma temperatura, deformação mais elevada na fratura.

A diferença nos valores de deformação na fratura entre as amostras ensaiadas em nitrogênio e ao ar pode ser correlacionada com a intensa oxidação promovida pelo ar. Deve-se considerar que o efeito da superfície oxidada nas propriedades de fluência da liga é dependente da geometria do corpo de prova, assim como a reatividade química do titânio é dependente da temperatura. O metal combina-se com oxigênio para formar uma longa série de óxidos, de  $TiO$  a  $Ti_7O_{12}$  [28,45,100]. Entretanto, a variação da ductilidade com a tensão aplicada pode ser correlacionada com efeitos de oxidação e ruptura da superfície devido à exposição ao ar em temperaturas elevadas.

Kellerer e Wingert<sup>[101]</sup> mostram que as mudanças causadas pela oxidação do ar na liga Ti-6Al-4V levam a muitos mecanismos que poderiam influir na deformação. O aumento do parâmetro de rede “c” com o aumento da quantidade de oxigênio justifica a expansão em volume, devido ao oxigênio estabilizar a fase  $\alpha$ . As camadas superficiais contêm uma alta concentração que equilibra a fase  $\alpha$ . A alta expansão térmica de  $\alpha$  e seu grande volume por célula unitária causam uma deformação adicional. Estes mecanismos, aparentemente, podem introduzir tensões superficiais que resultam em danos importantes na superfície ensaiada.

Deste modo, a redução da taxa de fluência estacionária em função da menor oxidação das amostras ensaiadas sob nitrogênio demonstra a ação da atmosfera de ensaio nestes casos.

#### **4.5.3 Ensaios de Fluência ao Ar com Recobrimento Cerâmico**

As Figuras 4.31 e 4.32 apresentam as curvas de fluência ao ar em amostras com recobrimento cerâmico correspondentes à deformação verdadeira  $\epsilon_v$ , como função do tempo  $t$ , obtidas a 500°C, nas duas cargas mais elevadas (465 e 520 MPa).

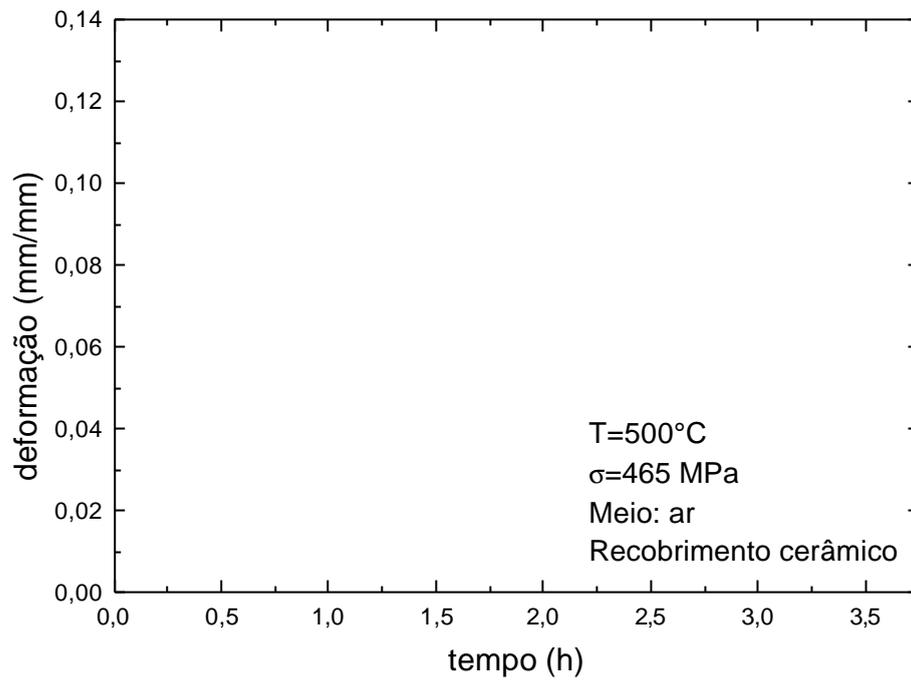


FIGURA 4.31 – Curva deformação verdadeira x tempo a 500°C e 465 MPa, ao ar em amostras com revestimento cerâmico.

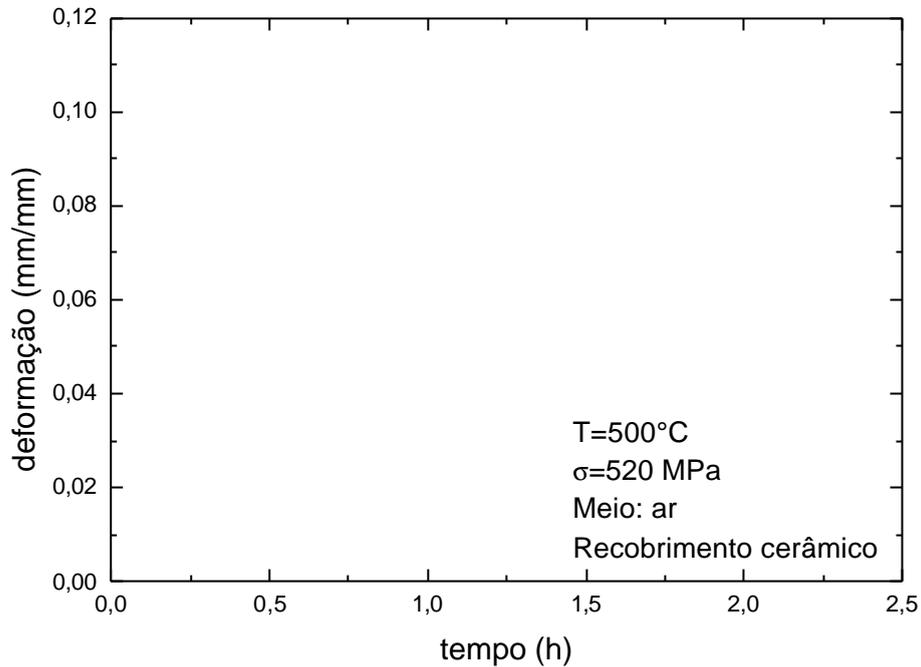


FIGURA 4.32 – Curva deformação verdadeira x tempo a 500°C e 520 MPa, ao ar em amostras com recobrimento cerâmico.

A Tabela 4.9 apresenta a relação dos principais parâmetros experimentais obtidos a 500°C, a partir das curvas experimentais.

TABELA 4.9 – Parâmetros experimentais a 500°C, ao ar em amostras com recobrimento cerâmico.

$s$ (MPa)	$t_p$ (h)	$\dot{\epsilon}_s$ (1/h)	$t_f$ (h)	$\epsilon_f$ (mm/mm)	RA (%)
465	0,533	$2,1 \times 10^{-2}$	3,45	0,1271	49,12
520	0,24	$3,4 \times 10^{-2}$	2,24	0,1056	45,73

O conjunto de curvas experimentais obtidas a 600°C de fluência ao ar com recobrimento cerâmico em 250 e 319 MPa, está representado pelas Figuras 4.33 e 4.34.

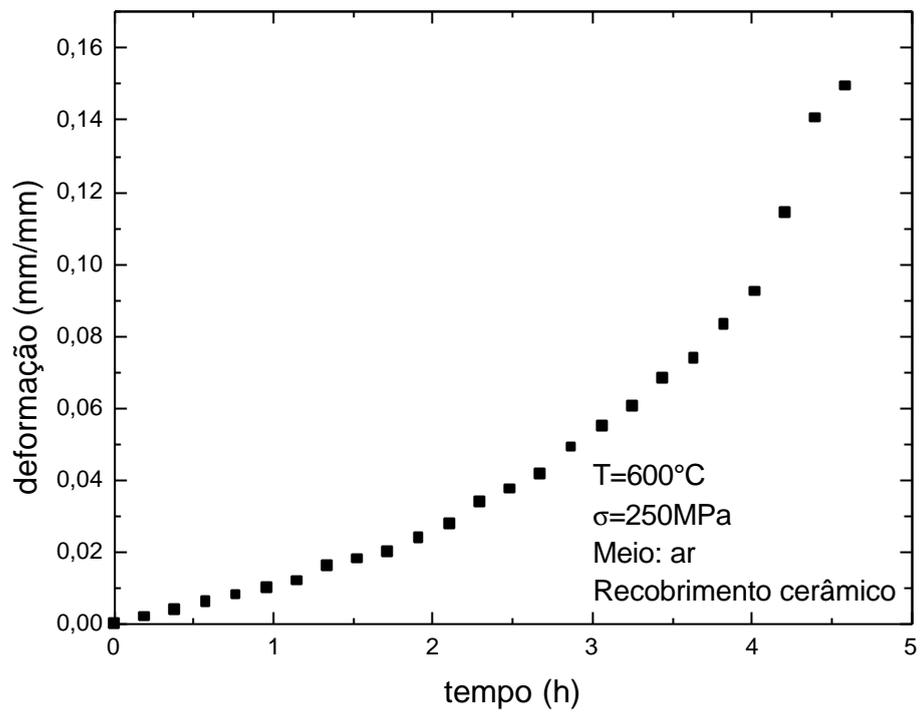


FIGURA 4.33 – Curva deformação verdadeira x tempo a 600°C e 250 MPa, ao ar em amostras com recobrimento cerâmico.

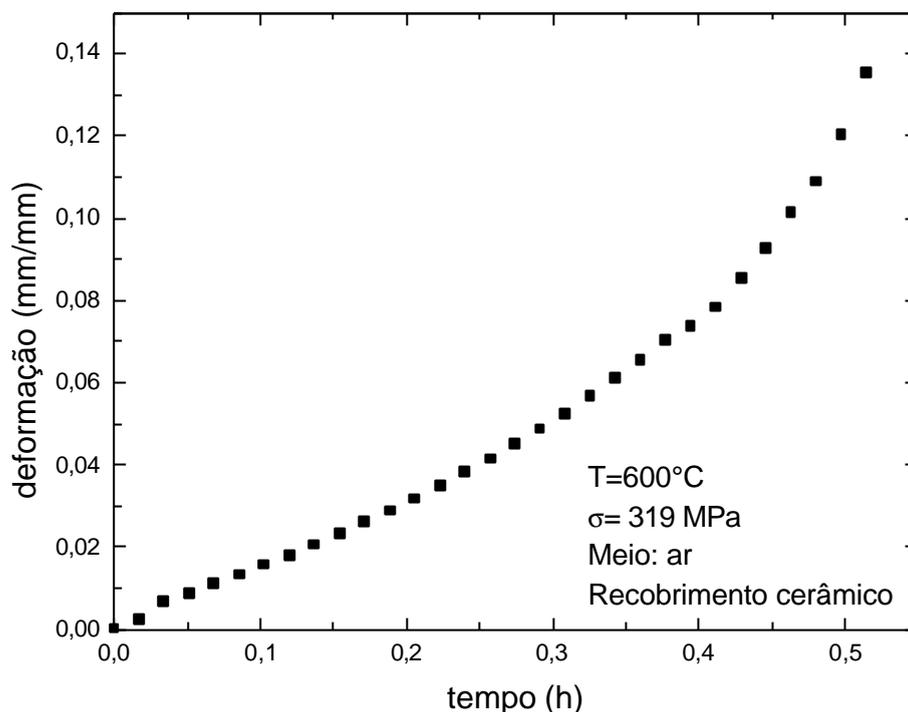


FIGURA 4.34 – Curva deformação verdadeira x tempo a 600°C e 319 MPa, ao ar em amostras com recobrimento cerâmico.

Os principais parâmetros experimentais relativos às curvas  $\epsilon_v$  x t, a 600°C, estão relacionados na Tabela 4.10.

TABELA 4.10 – Parâmetros experimentais a 600°C, ao ar em amostras com recobrimento cerâmico.

$s$ (MPa)	$t_p$ (h)	$\dot{\epsilon}_s$ (1/h)	$t_f$ (h)	$\epsilon_f$ (mm/mm)	RA (%)
250	0,3827	$1,0 \times 10^{-2}$	4,592	0,149	71,91
319	0,0543	$1,4 \times 10^{-1}$	0,515	0,135	69,75

O conjunto de curvas experimentais obtidas a 700°C ao ar com recobrimento cerâmico está representado pelas Figuras 4.35 e 4.38.

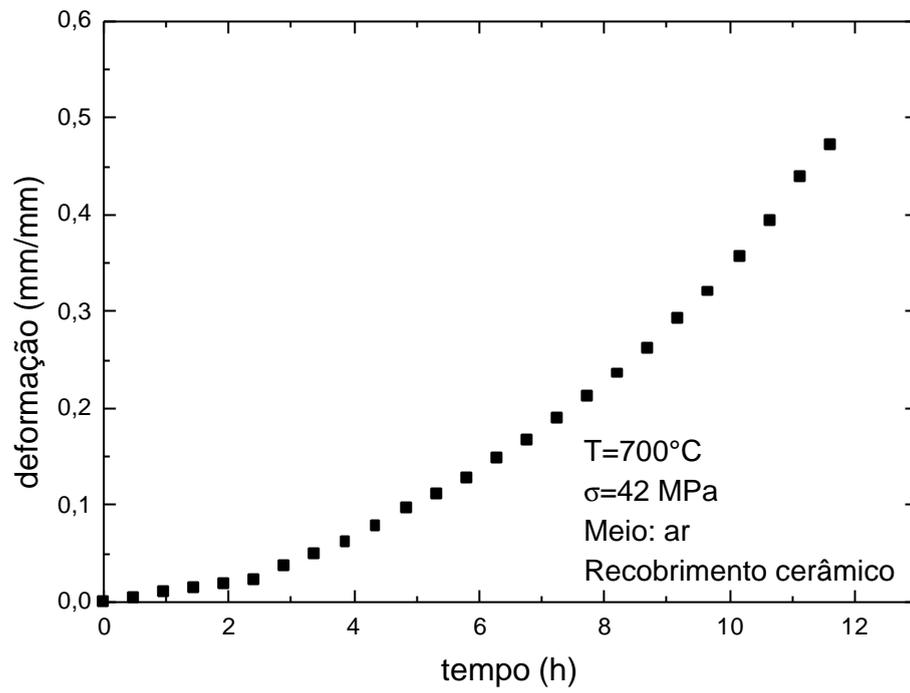


FIGURA 4.35 – Curva deformação verdadeira x tempo a 700°C e 42 MPa, ao ar em amostras com recobrimento cerâmico.

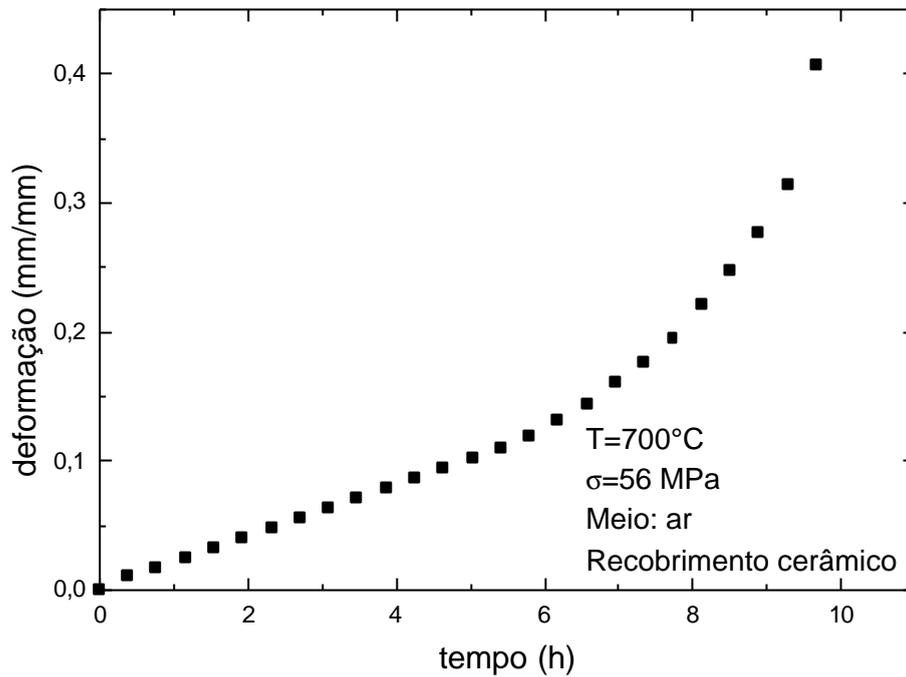


FIGURA 4.36 – Curva deformação verdadeira x tempo a 700°C e 56 MPa, ao ar em amostras com recobrimento cerâmico.

Os principais parâmetros experimentais relativos às curvas  $\epsilon_v$  x t, a 700°C, estão relacionados na Tabela 4.11.

TABELA 4.11 – Parâmetros experimentais a 700°C, ao ar em amostras com recobrimento cerâmico.

$s$ (MPa)	$t_p$ (h)	$\dot{\epsilon}_s$ (1/h)	$t_f$ (h)	$\epsilon_f$ (mm/mm)	RA (%)
42	0,967	$9,1 \times 10^{-3}$	11,608	0,4719	89,33
56	0,389	$2,0 \times 10^{-2}$	9,658	0,4064	85,05

#### 4.5.4 Ensaios de Fluência ao Ar com Recobrimento Metálico

A Figura 4.37 apresenta a curva de fluência ao ar para amostras com recobrimento metálico, correspondente à deformação verdadeira  $\epsilon_v$ , como função do tempo  $t$ , obtida a 500°C.

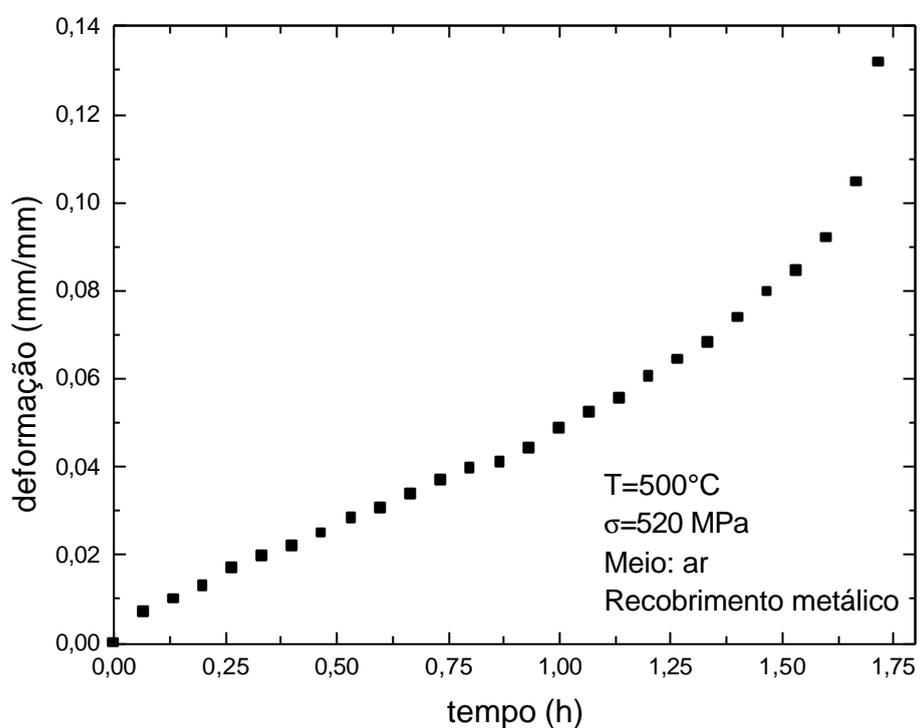


FIGURA 4.37 – Curva deformação verdadeira x tempo a 500°C e 520 MPa, ao ar com recobrimento metálico.

A Tabela 4.12 apresenta a relação dos principais parâmetros experimentais obtidos a 500°C, a partir das curvas experimentais.

TABELA 4.12 – Parâmetros experimentais a 500°C, ao ar com recobrimento metálico.

$s$ (MPa)	$t_p$ (h)	$\dot{\epsilon}_s$ (1/h)	$t_f$ (h)	$\epsilon_f$ (mm/mm)	RA (%)
520	0,0667	$4,4 \times 10^{-2}$	1,7167	0,1318	57,32

A curva experimental obtida a 600°C de fluência ao ar com recobrimento metálico está representada pela Figura 4.38.

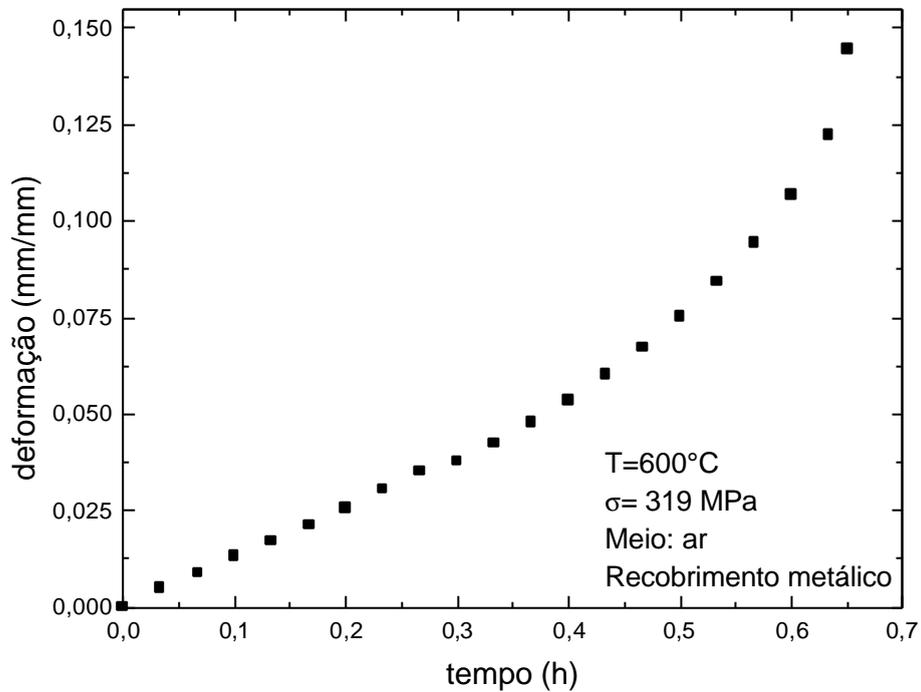


FIGURA 4.38 – Curva deformação verdadeira x tempo a 600°C e 319 MPa, ao ar com recobrimento metálico.

Os principais parâmetros experimentais relativos a curva  $\epsilon_v$  x  $t$ , a 600°C, estão relacionados na Tabela 4.13.

TABELA 4.13 – Parâmetros experimentais a 600°C, ao ar com recobrimento metálico.

$s$ (MPa)	$t_p$ (h)	$\dot{\epsilon}_s$ (1/h)	$t_f$ (h)	$\epsilon_f$ (mm/mm)	RA (%)
319	0,0333	$1,3 \times 10^{-1}$	0,65	0,1446	83,73

A curva experimental obtida a 700°C ao ar com recobrimento metálico está representada pela Figura 4.39.

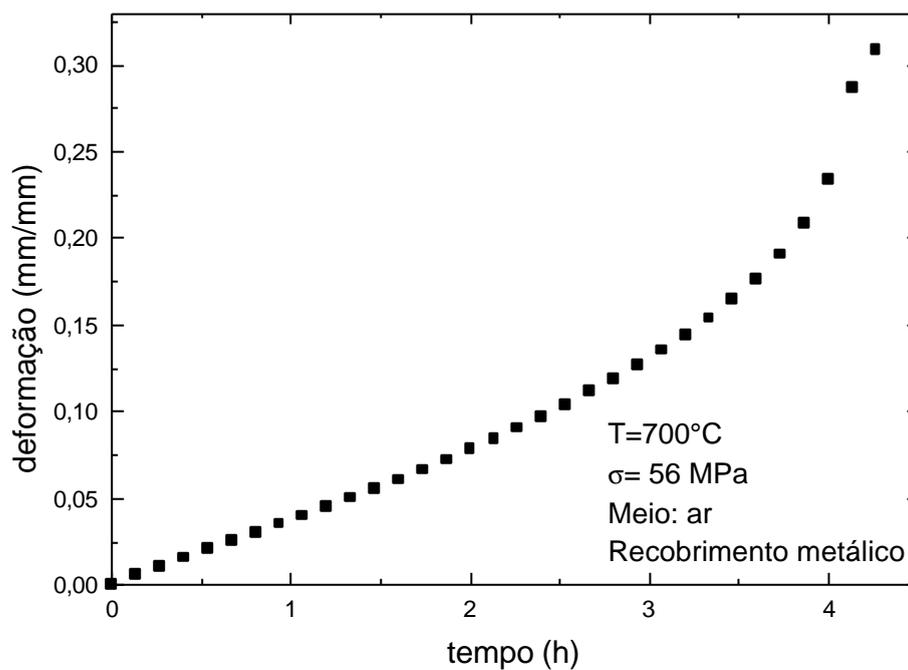


FIGURA 4.39 – Curva deformação verdadeira x tempo a 700°C e 56 MPa, ao ar com recobrimento metálico.

Os principais parâmetros experimentais relativos à curva  $\epsilon_v$  x  $t$ , a 700°C, estão relacionados na Tabela 4.14.

TABELA 4.14 – Parâmetros experimentais a 700°C, ao ar com recobrimento metálico.

$s$ (MPa)	$t_p$ (h)	$\dot{\epsilon}_s$ (1/h)	$t_f$ (h)	$\epsilon_f$ (mm/mm)	RA (%)
56	0,4	$4,0 \times 10^{-2}$	4,2667	0,3086	91,59

#### 4.5.5 Comparação dos Resultados de Fluência em Atmosfera de Nitrogênio, ao Ar com Recobrimentos Cerâmico e Metálico e ao Ar<sup>[1]</sup> sem Recobrimento

Curvas representativas de fluência da liga Ti-6Al-4V, para as maiores cargas de ensaio em cada temperatura, em atmosfera de nitrogênio e ao ar para amostras recobertas e não recobertas são apresentadas na Figura 4.40.

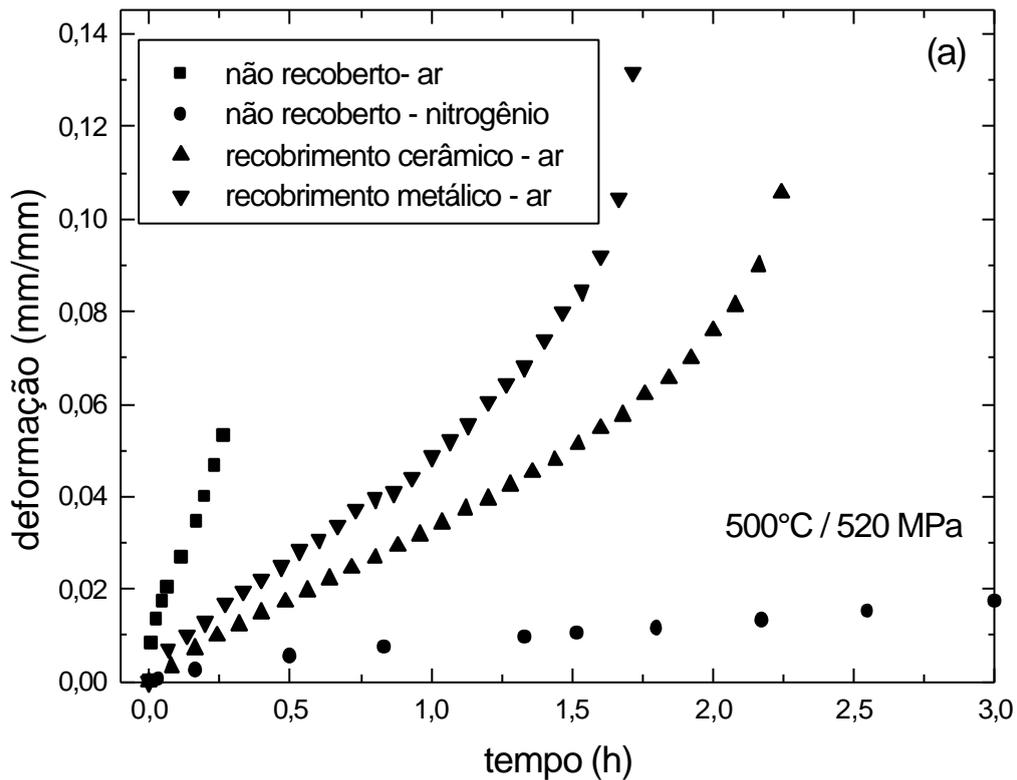


FIGURA 4.40 – Curvas típicas de fluência da liga Ti-6Al-4V: a) 500°C/520 MPa, b) 600°C / 319 MPa e c) 700°C / 56 MPa.

(continua)

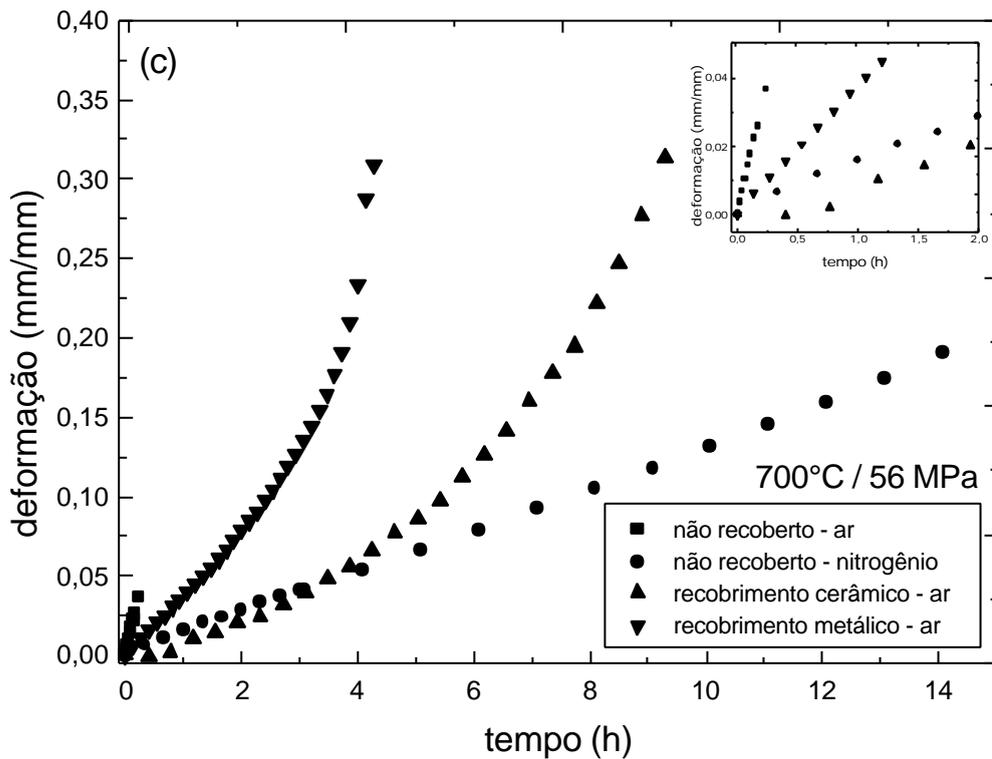
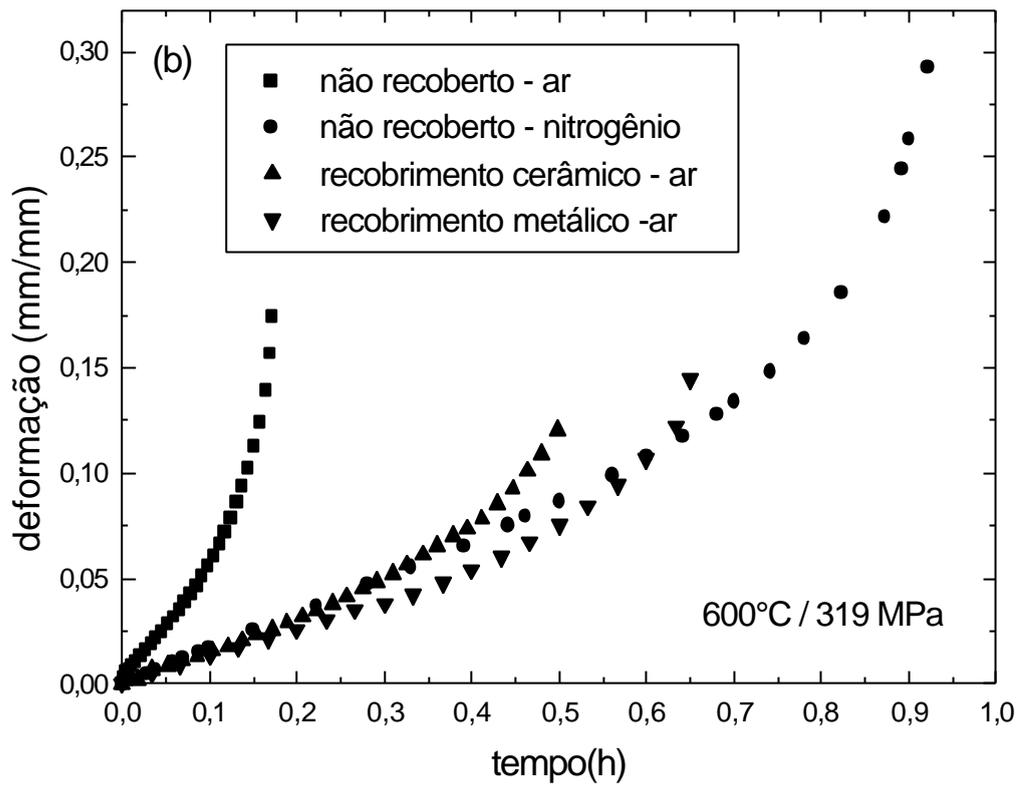


FIGURA 4.40 – Conclusão.

Resultados dos ensaios de fluência a 500, 600 e 700°C são apresentados nas Tabelas 4.15, 4.16 e 4.17, respectivamente.

TABELA 4.15 – Dados de fluência a 500°C.

Atmosfera	Recobrimento	S (MPa)	t <sub>p</sub> (h)	$\dot{\epsilon}_s$ (1/h)	t <sub>f</sub> (h)	e <sub>f</sub> (mm/mm)	RA (%)
nitrogênio	não	312	58,0	$6,1 \times 10^{-5}$	-	-	-
		361	26,0	$1,8 \times 10^{-4}$	-	-	-
		465	4,00	$1,1 \times 10^{-3}$	-	-	-
		520	1,801	$3,7 \times 10^{-3}$	30,033	0,1957	54,66
ar <sup>[1]</sup>	não	312	20,0	$1,1 \times 10^{-3}$	70,010	0,15919	54,44
		361	5,33	$3,5 \times 10^{-3}$	28,190	0,15808	75,00
		465	0,30	$4,3 \times 10^{-2}$	1,9167	0,1361	71,56
		520	0,0462	$1,6 \times 10^{-1}$	0,360	0,13005	71,56
ar	sim (cerâmico)	465	0,5333	$2,1 \times 10^{-2}$	3,45	0,1271	49,12
		520	0,24	$3,4 \times 10^{-2}$	2,24	0,1056	45,73
	sim( metálico)	520	0,0667	$4,4 \times 10^{-2}$	1,7167	0,1318	57,32

As taxas de fluência em atmosfera de nitrogênio são sempre menores. Na avaliação comparativa, sob carga de 465 MPa, a taxa de fluência apresenta menor valor sob nitrogênio, seguindo-se respectivamente as amostras com recobrimento cerâmico, com recobrimento metálico e as sem recobrimento ensaiadas ao ar<sup>[1]</sup>. A diferença nas taxas de fluência entre as amostras recobertas e a sob nitrogênio é, nesta temperatura e para as cargas utilizadas, de uma ordem de grandeza. Em termos comparativos, os recobrimentos cerâmicos e metálicos se revelam eficazes sob estas condições de ensaio, apresentando um maior tempo de fratura para as amostras com recobrimento cerâmico.

TABELA 4.16 – Dados de fluência a 600°C.

Atmosfera	Recobrimento	s (MPa)	t <sub>p</sub> (h)	$\dot{\epsilon}_s$ (1/h)	t <sub>f</sub> (h)	e <sub>f</sub> (mm/mm)	RA (%)
nitrogênio	não	125	24,0	$1,0 \times 10^{-3}$	178	0,399	82,64
		222	1,713	$2,0 \times 10^{-2}$	8,57	0,363	74,67
		250	0,353	$3,1 \times 10^{-2}$	3,68	0,341	65,97
		319	0,089	$1,6 \times 10^{-2}$	0,92	0,293	56,44
ar <sup>[1]</sup>	não	125	0,8333	$9,0 \times 10^{-3}$	14,0	0,263	75,83
		222	0,0958	$9,1 \times 10^{-2}$	1,23	0,213	76,64
		250	0,03055	$1,6 \times 10^{-1}$	0,62	0,194	75,83
		319	0,01167	$5,0 \times 10^{-1}$	0,17	0,174	62,99
ar	sim	250	0,3827	$1,0 \times 10^{-2}$	4,592	0,149	71,91
	(cerâmico)	319	0,0543	$1,4 \times 10^{-1}$	0,515	0,135	69,75
	sim (metálico)	319	0,0333	$1,4 \times 10^{-1}$	0,65	0,1446	83,73

Para a temperatura de ensaio de 600°C, já se observa que para cargas menores que as usadas a 500°C, ou seja 250 MPa, os valores de taxa de fluência entre as amostras ensaiadas sob nitrogênio e as recobertas com material cerâmico situam-se na mesma ordem de grandeza (aproximadamente  $10^{-2}$ ). Os tempos de fratura também são similares. Deduz-se que para este nível de tensão o recobrimento cerâmico já se revela vantajoso, atuando como proteção térmica e reduzindo a temperatura efetiva na superfície do corpo de prova. A taxa de fluência dos materiais não recobertos, tanto ao ar quanto sob nitrogênio, a 250 MPa e 600°C, aumenta consideravelmente em relação à obtida a 465 MPa e 500°C.

Já com o incremento da tensão a 600°C, de 250 para 319 MPa, observa-se um aumento considerável na taxa de fluência, nas amostras recobertas, tanto com cerâmica quanto com metal. Ocorreu neste caso, uma ruptura precoce dos recobrimentos causada pelo aumento da carga, possibilitando acesso do oxigênio e a conseqüente redução na

resistência à fluência. A diferença nas taxas de fluência atinge aqui uma ordem de grandeza, na análise comparativa entre as amostras ensaiadas sob nitrogênio e as recobertas com cerâmica ou metal. Para esta carga ocorreu, provavelmente, a ruptura antecipada dos recobrimentos, permitindo novamente a ação do oxigênio.

TABELA 4.17 – Dados de fluência a 700°C.

Atmosfera	Recobrimento	S (MPa)	t <sub>p</sub> (h)	$\dot{\epsilon}_s$ (1/h)	t <sub>f</sub> (h)	e <sub>f</sub> (mm/mm)	RA (%)
nitrogênio	não	14	49,36	$3,4 \times 10^{-4}$	-	-	-
		42	5,35	$6,7 \times 10^{-3}$	-	-	-
		56	2,00	$1,3 \times 10^{-2}$	24	0,3961	88,89
ar <sup>[1]</sup>	não	14	12,5	$3,9 \times 10^{-3}$	-	-	-
		42	0,325	$6,4 \times 10^{-2}$	-	-	-
		56	0,141	$1,5 \times 10^{-1}$	-	-	-
ar	sim	42	0,967	$9,1 \times 10^{-3}$	11,608	0,4719	89,33
	(cerâmico)	56	0,389	$2,0 \times 10^{-2}$	9,658	0,4064	85,05
	sim (metálico)	56	0,4	$4,0 \times 10^{-2}$	4,2667	0,3086	91,59

Já a 700°C, as taxas de fluência das amostras sob nitrogênio e as recobertas com cerâmica, são muito próximas, situando-se na mesma ordem de grandeza. As cargas utilizadas para avaliação comparativa foram as mais elevadas para esta temperatura (42 e 56 MPa). A amostra com recobrimento metálico também apresentou comportamento similar a 56 MPa, com valores de taxa similares ao nitrogênio. Nestas condições de ensaio, não ocorreu, portanto, o rompimento precoce da camada protetora de recobrimento. Conseqüentemente, sob as cargas de 42 e 56 MPa e temperatura de 700°C o comportamento sob fluência das amostras ensaiadas em atmosfera de nitrogênio é similar ao das recobertas.

Já as amostras sem recobrimento ensaiadas ao ar<sup>[1]</sup> apresentam, sob as mesmas condições de ensaio, taxas maiores de fluência, em consequência da oxidação sofrida. A deformação na fratura já apresenta valores próximos para as amostras ensaiadas sob nitrogênio e recobertas, demonstrando, para esta temperatura e nível de tensão, a possível ação de mecanismos de difusão, possibilitando a atuação dos processos de recuperação nas amostras recobertas.

Os parâmetros calculados para as amostras recobertas ao ar representam uma estimativa preliminar. Eles foram obtidos por ensaios de curta duração com poucos pontos para uma definição mais precisa.

No caso da liga Ti-6Al-4V a diminuição da ductilidade após fluência ao ar<sup>[1]</sup> é maior do que a fluência sob atmosfera de nitrogênio. Os recobrimentos de aspensão térmica aumentaram o tempo de fratura, mas a deformação na fratura foi menor que nas amostras não recobertas ensaiadas ao ar<sup>[1]</sup>. O recobrimento diminuiu a deformação que a liga poderia sofrer, atuando como uma barreira na sua movimentação. Quando a deformação sofrida pelo substrato de Ti-6Al-4V venceu a barreira do recobrimento, ele começou a romper, devido à formação de trincas com a aplicação da tensão.

#### **4.6 Análise Fractográfica**

A complementação da parte experimental compreende o estudo das principais características das superfícies de fratura. Amostras representativas dos testes de fluência a 500, 600 e 700°C foram utilizadas para as análises fractográficas.

As Figuras 4.41 a 4.46 representam as amostras testadas sob condições de fluência a 500, 600 e 700°C em atmosfera de nitrogênio.

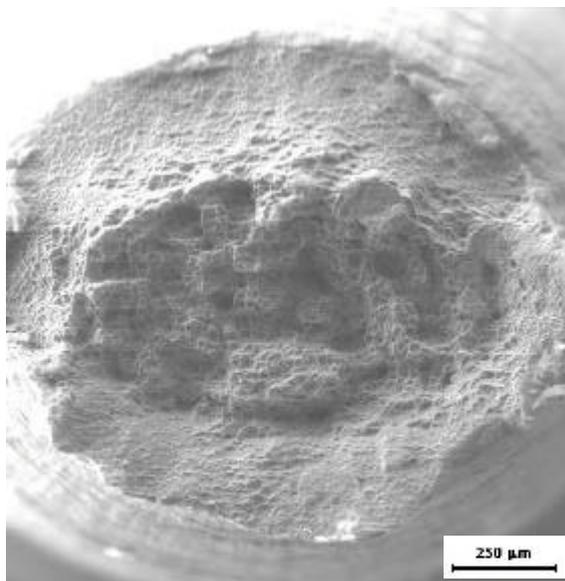


FIGURA 4.41 – Aspecto geral da superfície de fratura a 500°C, 520 MPa, em atmosfera de nitrogênio.

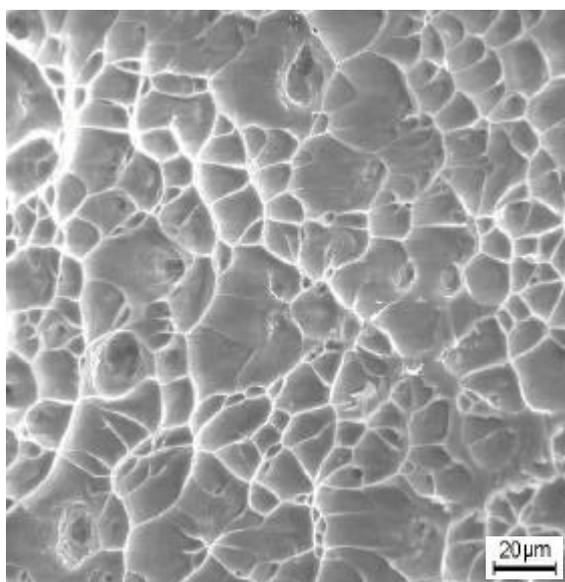


FIGURA 4.42 – Região central da superfície de fratura a 500°C, 520 MPa, em atmosfera de nitrogênio.

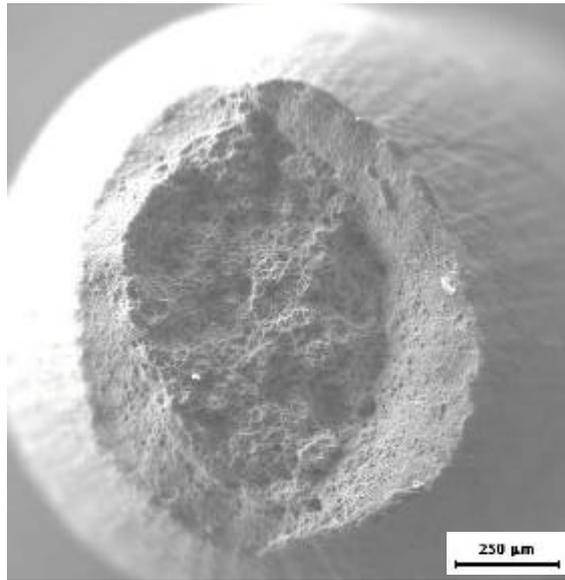


FIGURA 4.43 – Aspecto geral da superfície de fratura a 600°C, 319 MPa, em atmosfera de nitrogênio.

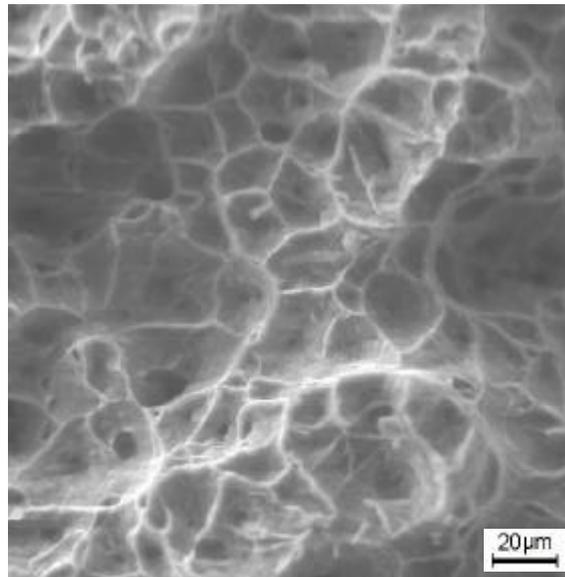


FIGURA 4.44 – Região central da superfície de fratura a 600°C, 319 MPa, em atmosfera de nitrogênio.

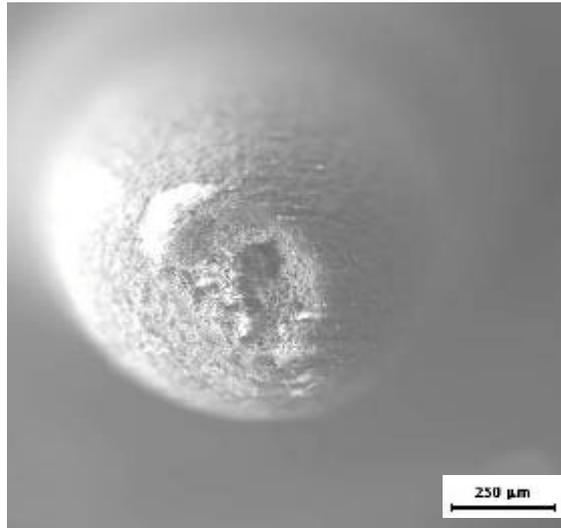


FIGURA 4.45 – Aspecto geral da superfície de fratura a 700°C, 56 MPa, em atmosfera de nitrogênio.

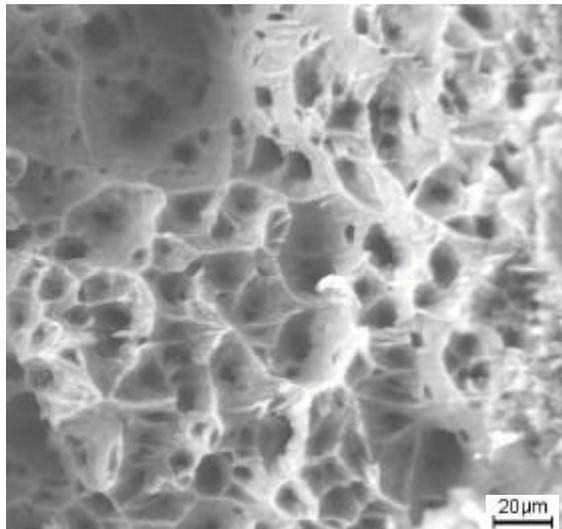


FIGURA 4.46 – Região central da superfície de fratura a 700°C, 56 MPa, em atmosfera de nitrogênio.

Em todas as condições são evidenciados os fenômenos de estrição e o desenvolvimento de microcavidades. A região central da superfície de fratura a 500°C (Figura 4.41) apresenta uma estrutura uniforme com *dimples* de formato equiaxial e pouca

profundidade. A região central da superfície de fratura a 600°C (Figura 4.44) apresenta vazios e membranas alveolares. A região central da superfície de fratura a 700°C (Figura 4.46) apresenta alterações mais profundas na superfície, como produto da temperatura mais elevada. Apresenta microtrincas onduladas, provavelmente devido à ação combinada da temperatura de ensaio, mecanismos de oxidação e da redução externa de área pelo fenômeno da estricção. Prevalecem em todos os casos os mecanismos de fratura dúctil.

As Figuras 4.47 a 4.52 representam as amostras com recobrimento cerâmico testadas sob condições de fluência a 500, 600 e 700°C ao ar.

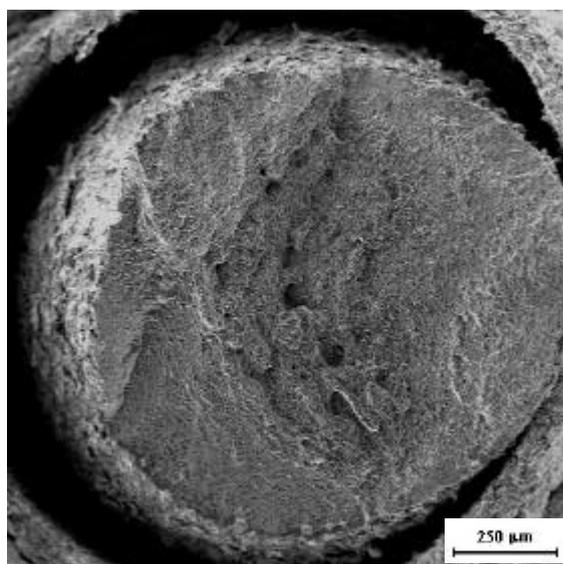


FIGURA 4.47 – Aspecto geral da superfície de fratura a 500°C, 520 MPa, com recobrimento cerâmico ao ar.

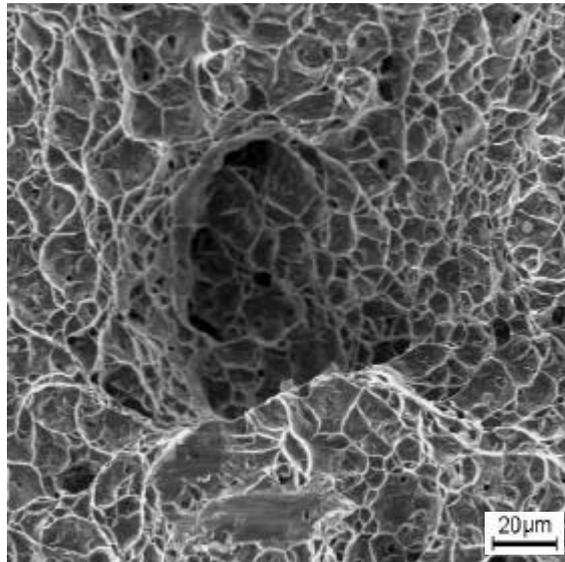


FIGURA 4.48 – Região central da superfície de fratura a 500°C, 520 MPa, com recobrimento cerâmico ao ar.

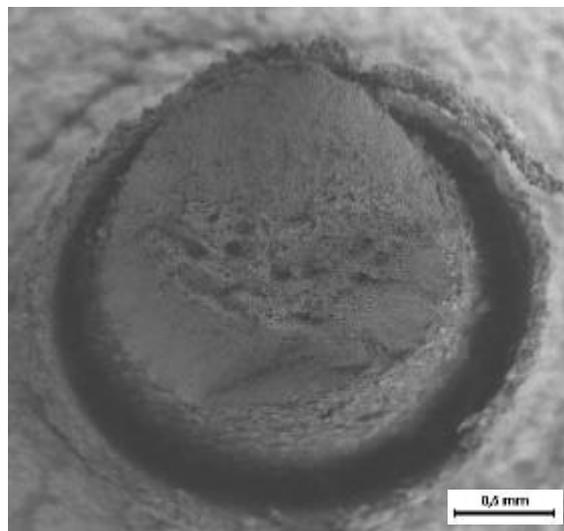


FIGURA 4.49 – Aspecto geral da superfície de fratura a 600°C, 319 MPa, com recobrimento cerâmico ao ar.

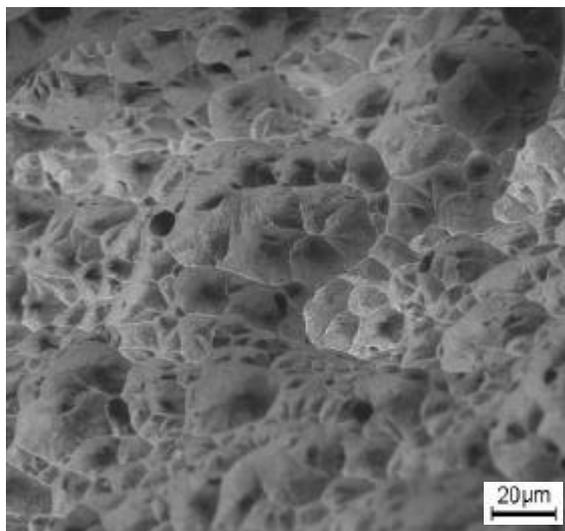


FIGURA 4.50 – Região central da superfície de fratura a 600°C, 319 MPa, com recobrimento cerâmico ao ar.

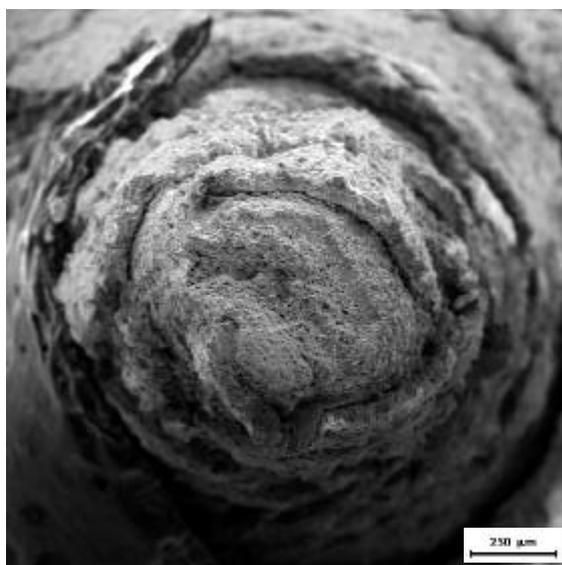


FIGURA 4.51 – Aspecto geral da superfície de fratura a 700°C, 56 MPa, com recobrimento cerâmico ao ar.

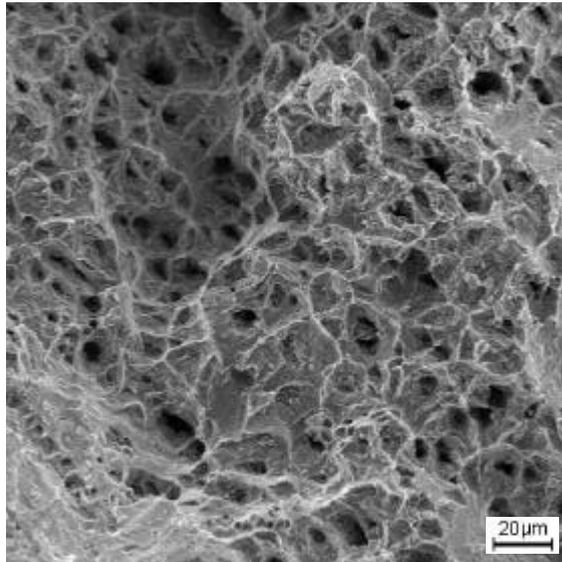


FIGURA 4.52 – Região central da superfície de fratura a 700°C, 56 MPa, com recobrimento cerâmico ao ar.

Para as amostras com recobrimento cerâmico ensaiadas ao ar também se observam os fenômenos de estrição e o desenvolvimento de microcavidades. Em condições de fluência sob o efeito prolongado da temperatura, as superfícies apresentam topografia acidentada, como mostra a Figura 4.47. Observa-se o descolamento do recobrimento cerâmico do substrato de Ti-6Al-4V para as três temperaturas de ensaio. A 500°C a superfície de fratura (Figura 4.47) apresenta uma estrutura uniforme, com *dimples* de formato equiaxial e pouca profundidade. A 600°C a superfície de fratura (Figura 4.50) apresenta intensa redução em área e estrutura típica de *dimples* de pouca profundidade, tamanhos variados e formatos parabólicos, correspondentes à zona de cisalhamento, característicos da fratura transgranular. A 700°C (Figura 4.52) destacam-se as profundas cavidades localizadas na região fibrosa apresentando marcas típicas de deformação junto as paredes laterais, resultantes de deslizamento planar.

As Figuras 4.53 a 4.58 representam as amostras com recobrimento metálico testadas sob condições de fluência a 500, 600 e 700°C ao ar.

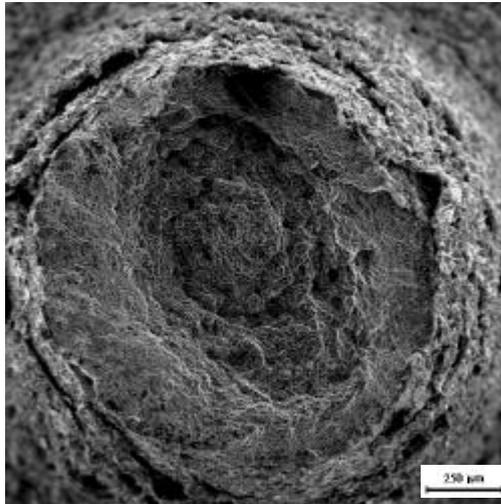


FIGURA 4.53 – Aspecto geral da superfície de fratura a 500°C, 520 MPa, com recobrimento metálico ao ar.

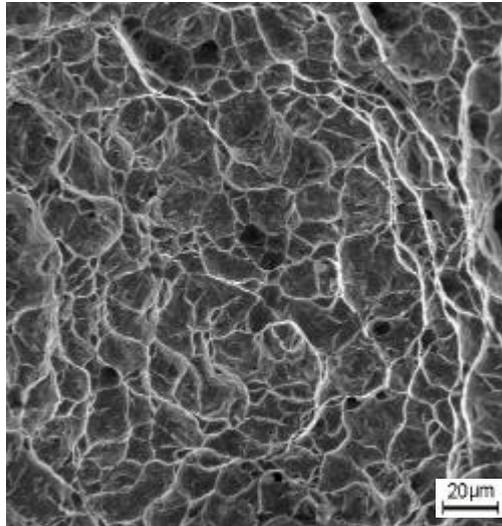


FIGURA 4.54 – Região central da superfície de fratura a 500°C, 520 MPa, com recobrimento metálico ao ar.

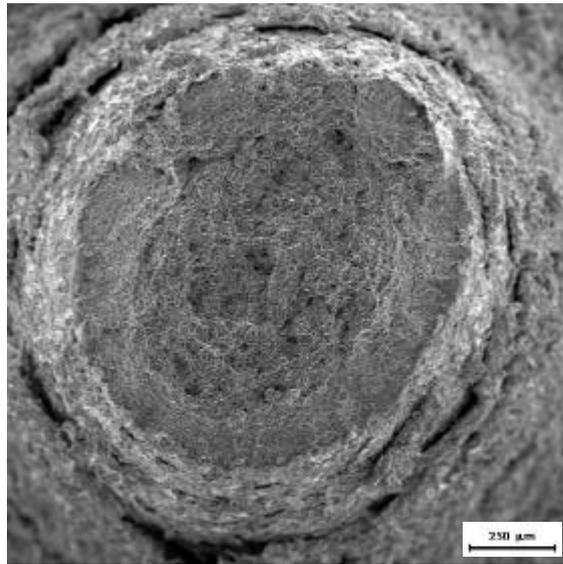


FIGURA 4.55 – Aspecto geral da superfície de fratura a 600°C, 319 MPa, com recobrimento metálico ao ar.

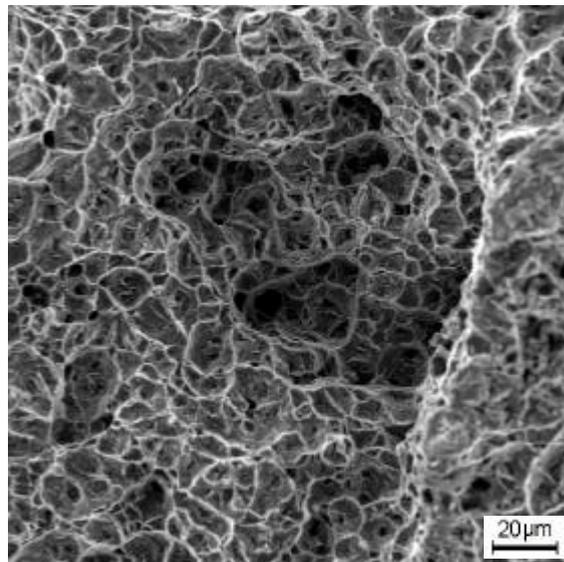


FIGURA 4.56 – Região central da superfície de fratura a 600°C, 319 MPa, com recobrimento metálico ao ar.

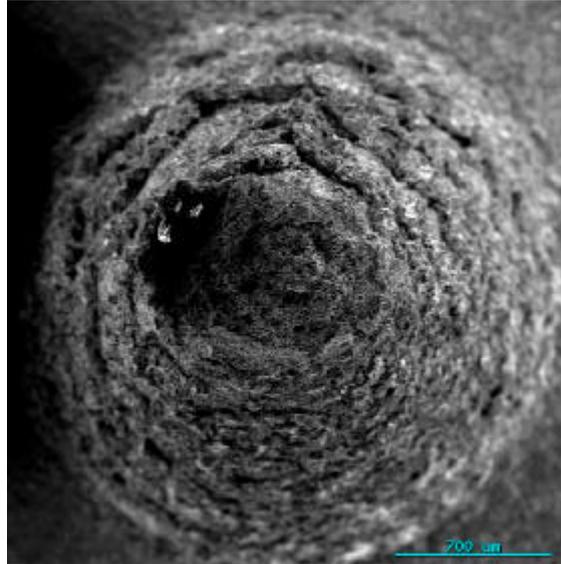


FIGURA 4.57 – Aspecto geral da superfície de fratura a 700°C, 56 MPa, com recobrimento metálico ao ar.

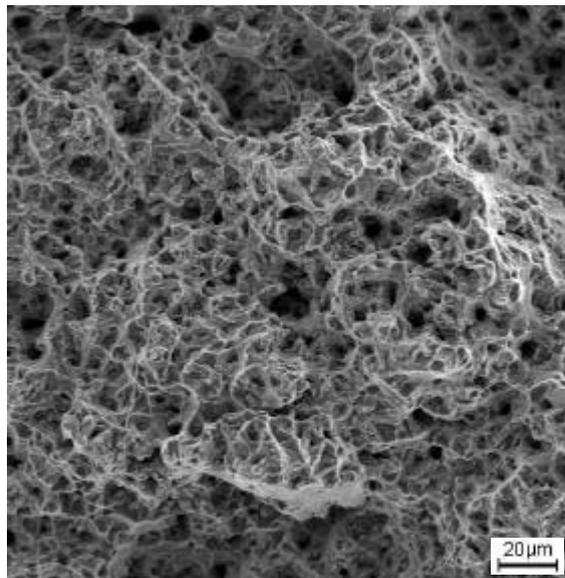


FIGURA 4.58 – Região central da superfície de fratura a 700°C, 56 MPa, com recobrimento metálico ao ar.

As amostras com recobrimento metálico ensaiadas ao ar apresentaram também os fenômenos de estrição e o desenvolvimento de microcavidades. A 500°C a superfície

de fratura (Figura 4.54) apresenta uma estrutura uniforme e de pouca profundidade. A 600°C e 700°C (Figuras 4.56 e 4.58) observam-se alterações mais profundas na superfície, com microtrincas onduladas.

As análises fractográficas revelam que o mecanismo predominante nas condições de ensaio apresentadas é caracterizado pela formação e coalescência de microcavidades com forma e tamanhos variados. As cavidades são onduladas em regiões de descontinuidades, como inclusões e possivelmente em pontos envolvendo empilhamento de discordâncias, cujas tensões localizadas induzem a formação de vazios como forma de aliviar a tensão local. O tamanho e a forma dos *dimples* são governados pelo número e distribuição de microcavidades nucleadas e pelo nível de tensões internas presentes no material<sup>[89]</sup>.

#### **4.7 Estereoscópio**

As Figuras 4.59 a 4.61 representam as amostras testadas sob condições de fluência a 500 e 700°C ao ar com recobrimentos cerâmico e metálico, observadas em estereoscópio para uma melhor visualização do efeito da oxidação e degradação do recobrimento sofridos pelo material após ensaio de fluência.

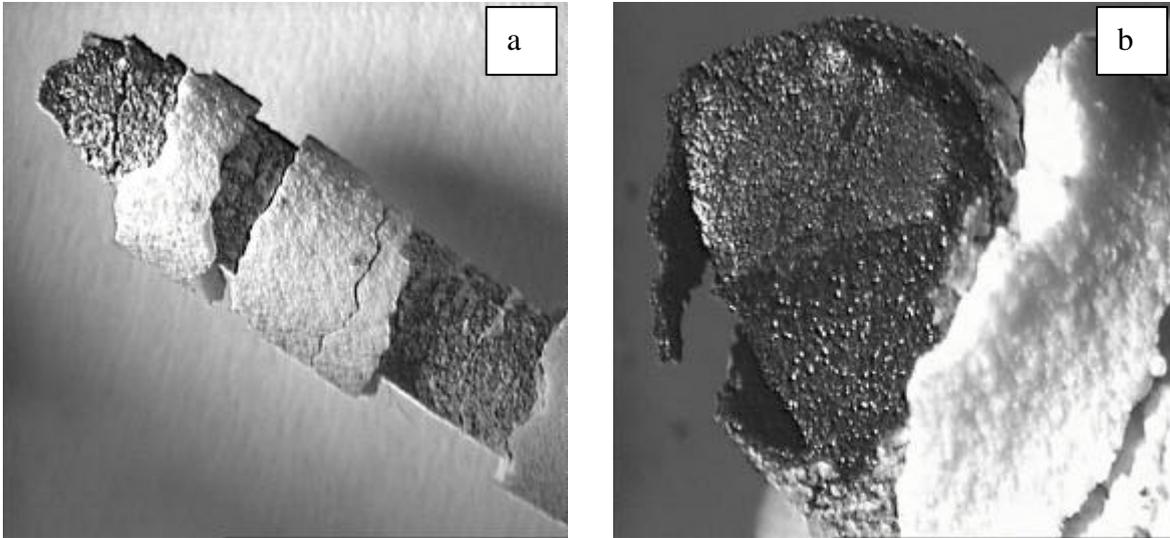


FIGURA 4.59 – Amostra testada sob condições de fluência a 500°C, 520 MPa, com recobrimento cerâmico ao ar. Aumentos: 6x (a) e 20x (b).

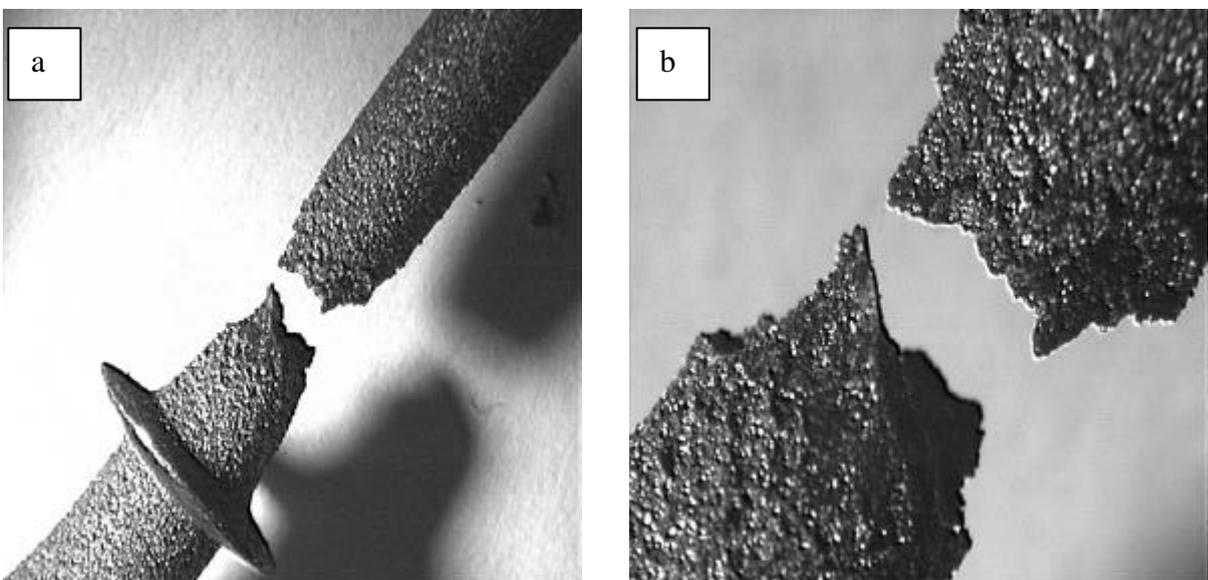


FIGURA 4.60 – Amostra testada sob condições de fluência a 500°C, 520 MPa, com recobrimento metálico ao ar. Aumentos: 6x (a) e 20x (b).

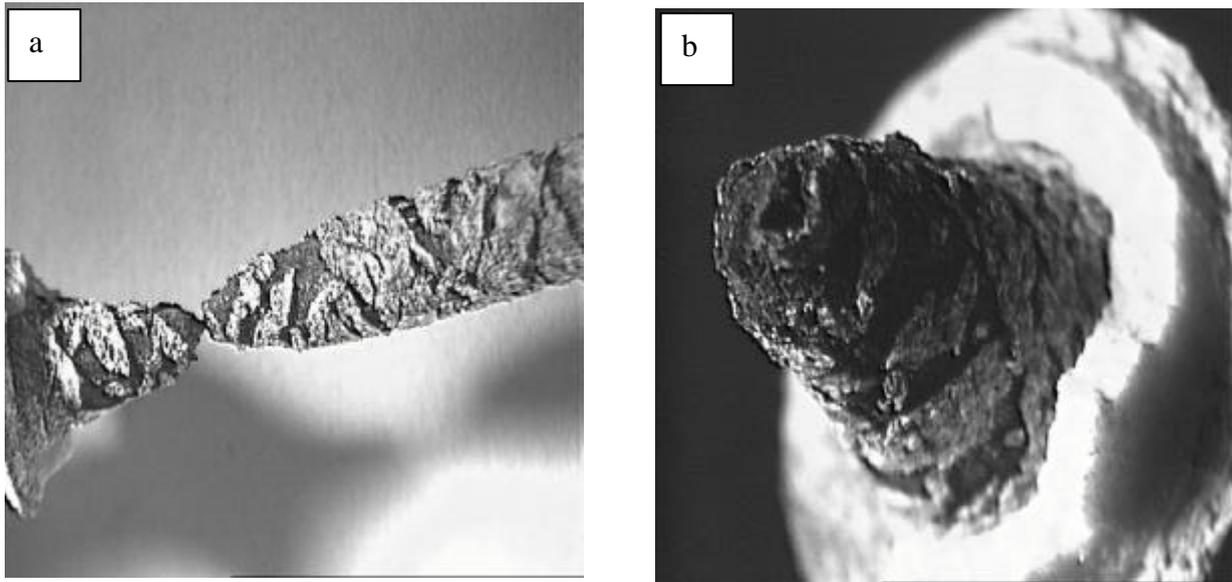


FIGURA 4.61 – Amostra testada sob condições de fluência a 700°C, 56 MPa, com recobrimento cerâmico ao ar. Aumentos: 6x (a) e 16x (b).

Pode-se observar a intensa degradação sofrida pelo recobrimento cerâmico e metálico aplicado sobre o substrato como efeito da temperatura e tensão aplicadas. O material sofreu uma fratura dúctil com ruptura bem irregular. A Figura 4.62 apresenta uma amostra de Ti-6Al-4V após ensaio de fluência em atmosfera de nitrogênio a 600°C e 319 MPa. Pode-se observar uma menor oxidação sofrida pela amostra de Ti-6Al-4V, quando submetida a uma atmosfera menos oxidante.

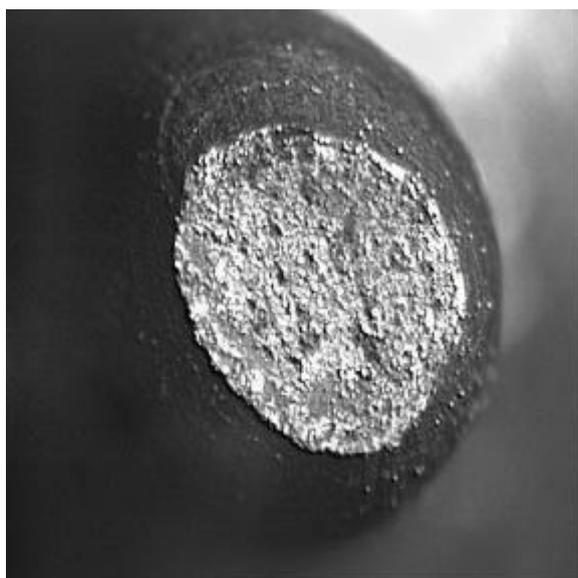


FIGURA 4.62 – Amostra testada sob condições de fluência a 600°C, 319 MPa, em atmosfera de nitrogênio. Aumento: 32x.

## CAPÍTULO 5

### CONCLUSÕES

As propriedades de fluência da liga Ti-6Al-4V em ar com e sem recobrimento<sup>[1]</sup> e em atmosfera de nitrogênio sem recobrimento, são investigadas a 500°C, 600°C e 700°C. Os resultados referidos de fluência da liga Ti-6Al-4V ao ar sem recobrimento são os obtidos e publicados por Barboza<sup>[1]</sup>. As principais conclusões do presente trabalho podem ser resumidas a seguir:

- 1) As análises fractográficas revelam que o mecanismo predominante nas condições de ensaio apresentadas é caracterizado pela formação e coalescência de microcavidades com forma e tamanhos variados. As cavidades são onduladas em regiões de descontinuidades, como inclusões e possivelmente em pontos envolvendo empilhamento de discordâncias, cujas tensões localizadas induzem a formação de vazios como forma de aliviar a tensão local. O tamanho e a forma dos *dimples* são governados pelo número e distribuição de microcavidades nucleadas e pelo nível de tensões internas presentes no material<sup>[88]</sup>.
- 2) Amostras da liga de Ti-6Al-4V, ensaiadas sem recobrimento em atmosfera de nitrogênio e com recobrimento ao ar, apresentam maior resistência à fluência que amostras da mesma liga, não recobertas, ensaiadas ao ar<sup>[1]</sup>. Os ensaios foram realizados a 500°C sob cargas de 312 a 520 MPa; a 600°C, de 125 a 319 MPa e a 700°C, de 14 a 56 MPa. Estes resultados estão relacionados à proteção contra a oxidação oferecida à liga Ti-6Al-4V pela atmosfera de nitrogênio e pelos recobrimentos de aspersão térmica.
- 3) Para as condições de teste, a taxa de fluência estacionária e o tempo de fluência primária podem ser descritos pelas equações da lei de potência.

- 4) Nas amostras ensaiadas sob nitrogênio e nas recobertas ensaiadas ao ar, ressaltam-se os altos valores de  $t_p$  e as menores taxas de fluência secundária, em relação a amostras não recobertas ensaiadas ao ar<sup>[1]</sup>.
- 5) Os expoentes de tensão obtidos variam na faixa de 2,23 a 11,73. Baseado nos resultados obtidos, as energias de ativação para fluência estacionária no presente trabalho incluem-se na faixa de valores determinados por Köppers et. al<sup>[98]</sup>. Assim, os valores de  $Q_s$  e os expoentes de tensão indicam que o mecanismo de fluência é controlado por escalagem de discordâncias.
- 6) Nos ensaios a 500°C, as taxas de fluência entre as amostras ensaiadas sob nitrogênio são sempre menores que nas recobertas, com diferença de uma ordem de grandeza. A proteção térmica proporcionada pelos recobrimentos é vantajosa, para estas condições de temperatura e carga. Em termos comparativos, os recobrimentos cerâmico e metálico se revelam eficazes sob estas condições de ensaio.
- 7) Para as amostras ensaiadas a 600°C, a taxa de fluência para carga até 250 MPa situava-se na mesma ordem de grandeza, tanto para as amostras ensaiadas sob nitrogênio como para as recobertas com material cerâmico. Deduz-se que para este nível de tensão o recobrimento cerâmico já se revela vantajoso, atuando como proteção térmica e reduzindo a temperatura efetiva na superfície do corpo de prova. As amostras recobertas com cerâmica, para esta carga e temperatura, não apresentam, na análise comparativa com os dados a 500°C, um aumento tão significativo na taxa de fluência, como as amostras ensaiadas sob nitrogênio. Todavia, nesta mesma temperatura de 600°C, quando se aumenta a carga aplicada para 319 MPa, observa-se um aumento considerável na taxa de fluência, de uma ordem de grandeza, nas amostras recobertas, tanto com cerâmica quanto com metal. Este aumento é atribuído, neste caso, a uma ruptura precoce dos recobrimentos causada pelo

aumento da carga, possibilitando acesso do oxigênio e a conseqüente redução na resistência à fluência.

- 8) Nos ensaios efetuados a  $700^{\circ}\text{C}$ , para todas as cargas utilizadas, as taxas de fluência das amostras sob nitrogênio e as recobertas com cerâmica, são muito próximas, situando-se na mesma ordem de grandeza. Deduz-se que para esta temperatura e para estes níveis de tensão a ruptura dos recobrimentos nos ensaios ocorreu mais tarde, permitindo proteção mais efetiva (tempo maior) das amostras recobertas, contra os danos da oxidação. Em conseqüência, para as amostras recobertas, as taxas de fluência mantiveram-se estáveis, apesar do aumento da temperatura de ensaio.



## **CAPÍTULO 6**

### **SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS**

Como sugestões para trabalhos futuros podem-se destacar:

- Ensaio na modalidade tensão constante para investigações relativas ao estágio terciário, contribuindo na verificação da aplicabilidade das equações constitutivas.
- Estudo da estrutura de defeitos pela análise por Microscopia de Transmissão.
- Estudo do processo de oxidação no comportamento em fluência, utilizando-se de ensaios ao ar e em condições de vácuo.
- Avaliação dos diferentes níveis de resistência da liga Ti-6Al-4V pela realização de ensaios em diferentes condições de temperatura e tensão para um conjunto de diferentes microestruturas obtidas por tratamentos térmicos.
- Utilização de uma outra técnica de deposição de revestimento (ex. EB-PVD) para uma maior aderência do revestimento no substrato.
- Continuação do estudo fractográfico, para avaliação dos mecanismos que conduzem o fenômeno de fluência.



## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Barboza, M.J.R. **Estudo e modelagem sob condições de fluência da liga Ti-6Al-4V**. 2001. 196p. Tese (Doutorado em Engenharia Aeronáutica e Mecânica) – Instituto Tecnológico da Aeronáutica, São José dos Campos, 2001.
- [2] McQueen, H.J. Initiating nucleation of dynamic recrystallization, primarily in polycrystals. **Materials Science and Engineering A**, v.101, p.149-160, 1988.
- [3] Sakai, T.; Ohashi, M.; Chiba, K; Jonas, J.J. Recovery and recrystallization of Polycrystalline nickel after hot working. **Acta Metallurgica**, v.36, p.1781-1790, 1988.
- [4] Barraclough, D.R.; Sellars, C.M., Spherical harmonic analyses of the geomagnetic field. for eight epochs between 1600 and 1910. **Institute of Physics Conference Service**, v.21, p.166-174, 1974.
- [5] Reis, D.A.P.; Silva, C.R.M.; Nono, M.C.A.; Barboza, M.J.R.B.; Piorino, F.; Perez, E.A.C.; Santos, D.R. The influence of high temperature exposure in creep of the Ti-6Al-4V alloy. In: Congresso Nacional de Engenharia Mecânica, 3. 2004, Belém, Pará. **Anais...** Belém: 2004. 1 CD-ROM.
- [6] Reis, D.A.P.; Silva, C.R.M.; Nono, M.C.A.; Barboza, M.J.R.B.; Piorino, F.; Perez, E.A.C. Effect of environment on the creep behavior of the Ti-6Al-4V Alloy. **Materials Science and Engineering A**, v.399, p.276-280, 2005.
- [7] Gurrappa, I.; Gogia, A.K. High performance coatings for titanium alloys to protect against oxidation. **Surface and Coatings Technology**, v.139, p. 216-217, 2001.
- [8] Lee, W.S.; Lin, C.F., High –temperature deformation behavior of Ti-6Al-4V alloy evaluated by strain-rate compression tests. **Journal of Materials Processing Technology**, v.75, p.127-136, 1998.
- [9] Welsch G.; Kahveci, A.I. Oxidation of high- temperature intermetallics In: Grobstein, T.; Doychak, J. (eds.). **Oxidation behavior of titanium aluminide alloys**. Warrendale: PA, 1988. cap.3, p.167-174.

- [10] Kearns, M.W.; Restall, J.E. In: World Conference on Titanium, 6., 1988. Cannes. **Proceedings...**Cannes: Les Editions de Physique, 1998. p. 396.
- [11] Lapierre, K.; Herman, H.; Tobin, A.G. The microstructure and properties of plasma-sprayed ceramic composites. **Ceramic Engineering Science and Processes**, v. 12, n. 7-8, p. 1201-1221, 1991.
- [12] Brotzen, Franz R. Evaluation of mechanical properties of thin films. **Surface Engineering**, Philadelphia, v.5, p.642-646, 1996.
- [13] Barsoum, M. **Fundamentals of ceramics**. UK: The Institute of Physics, 2003. 551p.
- [14] Eylon, D.; Fujishiro, S.; Postans, P.J.; Froes, F.H. High-temperature titanium alloys- a review. **Journal of Metals**, v.36, p. 55-62, 1984.
- [15] Gardner, A. Tight times for titanium. **Metal Bulletin Monthly**, v. 286, p. 34-35, 1994.
- [16] Siegel, M. Tendências em ligas para temperaturas elevadas. **Metalurgia & Materiais ABM**, v. 52, p. 208-211, 1996.
- [17] Norris, G. Feeling the heat. **Metal Bulletin Monthly**, v. 386, p. 36-39, 1994.
- [18] Evans, R.W.; Wilshire, B. **Introduction to creep**. London: The Institute of Materials, 1993. 115p.
- [19] Meetham, G.W. Use of protective coatings in aerogas turbine engines. **Materials Science and Technology**, v.2, p. 290-291, 1986.
- [20] Wing, R.G.; McGill, I.R. The Protection of Gas Turbine Blades – A platinum aluminate diffusion coating. **Metallurgical Transactions**, v.12, p.94-105, 1983.
- [21] Colin, C.; Boussuge, M.; Valentin, D.; Desplanches, G. Mechanical testing of plasma-sprayed coatings of ceramics. **Journal of Materials Science**, v. 23, p.2121-2128, 1988.
- [22] Meyers, M.A.; Chawla, K.K. **Princípios de metalurgia mecânica**. São Paulo: Edgard Blücher, 1982. cap.14, p. 406-420.

- [23] Callister, W. D. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. Rio de Janeiro: LTC, 2002. cap.8, p. 157-161.
- [24] Andrade, E.N.C. On the viscous flow in metals, and allied phenomena. **The Royal Society of London Series A - Mathematical and Physical Character**, v.84, n.567, p. 1-12, 1910.
- [25] American Society For Testing And Materials (ASTM). **E139-83**. Standard practice for conducting creep, creep-rupture and stress-rupture tests of metallic materials. Philadelphia, 1995.
- [26] Padilha, A.F. **Materiais de engenharia: microestrutura e propriedades**. São Paulo: Hemus, 1997. 246p.
- [27] Souza, S.A. **Ensaio mecânicos de materiais: fundamentos teóricos e práticos**. São Paulo: Edgard Blücher, 1993. cap.9, p. 201-219.
- [28] Es-Souni, M. Creep behavior and creep microstructures of high temperature titanium alloy Ti-5.8Al-4.0Sn-3.5Zr-0.7Nb-0.35Si-0.06C (Timetal 834) Part I. Primary and steady-state creep. **Materials Characterization**, v.46, p.365-379, 2001.
- [29] Dieter, G.E. **Mechanical metallurgy**. London: McGraw Hill, 1988. 653p.
- [30] Perez, E.A.C. **Influência da microestrutura no comportamento em fluência da liga Ti-6Al-4V**. 2004. 122p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Faculdade de Engenharia Química de Lorena, Lorena, 2004.
- [31] Reed-Hill, R.E. **Princípios de metalurgia física**. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 1982. cap.20, p. 703-753.
- [32] Hondros, E.H.; Henderson, P.J. Role of grain boundary segregation in diffusional creep. **Metallurgical Transactions A**, v. 14, p. 521-530, Apr. 1983.
- [33] Langdon, T.G. Dislocations and creep. In: Conference to Celebrate the Fiftieth Anniversary of the Concept of Dislocation in Crystals, 11-12. Dec.1984. London. **Proceedings...** London: The Institute of Metals. 1985. p.221-237.

- [34] Nabarro, F.R.N. Creep at very low rates. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v.33, p.213-218, Feb. 2002.
- [35] Herring, C. Diffusional viscosity of a polycrystalline solid. **Journal of Applied Physics**, v.21, p.437-445, May 1950.
- [36] Coble, R.L. A model for boundary diffusion controlled creep in polycrystalline materials. **Journal of Applied Physics**, v.34, p.1679-1682, June 1963.
- [37] Friedel, J. **Dislocations**. London: Pergamon Press, 1967. 491p.
- [38] Hirth, J.P. The influence of grain boundaries on mechanical properties. **Metallurgical Transactions**, v. 3, p. 3047-3067, Dec.1972.
- [39] Humphreys, F.J. Dislocation-particle interactions. In: Conference to celebrate the Anniversary of the Concept of Dislocation in Crystals, 11-12, Dec.1984. London. **Proceedings...** London: Bristol, 1985. p. 175-204.
- [40] Amelinckx, S.; Dekeyser, W. The structure and properties of grain boundaries. **Solid State Physics**, v. 8, p. 325-499, 1960.
- [41] Brown, A.M.; Ashby, M.F. On the power-law creep equation. **Scripta Metallurgica**, v. 14, p. 1297-1302, 1980.
- [42] Bratke, L.; Josefson, L. Estimation of Norton Bailey Parameters from Creep Rupture Data. **Metal & Science**, v. 13, p. 660-664, 1979.
- [43] Frost, H.J.; Ashby, M.F. **Deformation-mechanism maps**. London: Pergamon Press, 1984. 141p.
- [44] Weertman J. Theory of steady-state creep based on dislocation climb. **Journal of Applied Physics**, v.26, p.1213-1217, Oct. 1955.
- [45] International Titanium Association. **Titanium – Facts**. International Titanium Association, USA, 1999. Disponível em: <[www.titanium.org](http://www.titanium.org)> Acesso em: 19 jul. 2005.
- [46] Hall, I.W. The effect of oxygen on the creep properties and dislocation configurations in Ti-6Al-4V. **Scandinavian Journal of Metallurgy**, v.6, p.45-47, 1977.

- [47] Gentil, V. **Corrosão**. 4.ed. Rio de Janeiro: LCT, 2003. 341p.
- [48] Donachie Jr., M. J. **Titanium: a technical guide**. Ohio: ASM International, Metals Park, 1982. 392p.
- [49] Paula, J.R. et al. Avaliação dos estágios primário e secundário da liga Ti-6Al-4V sob condições de fluência. In: Congresso Anual da ABM, 2002. São Paulo. **Anais...** São Paulo, 2002. p.1-10.
- [50] Abkowitz, S.; Burke, J.J.; Hiltz Jr., R.H. **Technology of Structural Titanium**. New York: D. Van Nostrand Company, 1995. cap.8, p.31-32.
- [51] Collings, E.W. **The physical metallurgy of titanium alloys**. USA: American Society for Metals, 1984. 261p.
- [52] Fujishiro, S.; Eylon, D. Effect of environment and coating on the creep behavior of commercial Ti alloys. **Scripta Metallurgica**, v.11, p.1011-1016, 1977.
- [53] Eylon, D.; Vassel, A.; Combres, Y.; Boyer, R.R.; Bania, P.J.; Schutz, R.W. Issues in the development of beta titanium alloys. **Journal of Metals**, v.46, n.7, p.14-15, 1997.
- [54] Bania, P. J. Beta titanium alloys and their role in the titanium industry. **Journal of Metals**, v.46, n.7, p.16-19, 1994.
- [55] Boyer, R.R. An overview in the use of titanium in the aerospace industry. **Materials Science and Engineering A**, v. 213, p. 103-104, 1996.
- [56] Seco, F.J.; Irissari, A. M. Creep failure mechanisms of a Ti-6Al-4V thick plate. **Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures**, v. 24, p.741-742, 2001.
- [57] Subrahmanyam, J.; Annapurna, J. High temperature cyclic oxidation of aluminide layers on titanium. **Oxidation of Metals**, v.26, p.275-277, 1986.
- [58] Mabuchi, H.; Asai, T.; Hakayama Y. Aluminide coatings on TiAl compound. **Scripta Metallurgica**, v.23, p.685-687, 1989.
- [59] Guille, J.; Matini, L.; Clauss, A., In: Fifth International Conference on Titanium, 50. 1984. Munich. **Proceedings...** Munich: Gesellschaft für Metallkunde, Oberursel, 1985. p.2973.

- [60] Matsumoto, H. et al. In: World Confence on Titanium, 1988. Cannes. **Proceedings...**Cannes: Les Editions de Physique, Les Ulis, 1988. paper SU15, p.403
- [61] Kartz, M.; Itzhak, D.; Grill, A.;Avni, R. Deposition of silicon carbide coatings on titanium alloy with a low pressure R.F. plasma. **Thin Solid Films**, v.72, p.497-502, 1980.
- [62] Abba, A.; Galerie, A.; Caillet, M. High-temperature oxidation of titanium silicide coatings on titanium. **Oxidation of Metals**, v.17, p.43-54, 1982.
- [63] Fujishiro, S.; Elyon D. Improved high temperature mechanical properties of titanium alloys by platinum ion plating. **Thin Solid Films**, v.54, p.309-315, 1978.
- [64] Fujishiro, S.; Elyon, D. Improviment of Ti alloy fatigue properties by Pt ion plating. **Metallurgical Transactions A**, v.11, p.1259-1263, 1980.
- [65] Elyon, D. High-temperature titanium alloys. **Temperatures Materials and Processes**, v.5, p.82-86, 1984.
- [66] Touloukian, Y.S. et al. Thermal expansion coefficients of the elements. In: Touloukian, Y. S. (ed.). **Thermophysical properties of matter**. New York: Plenum, 1975. v.12, p.659-1272.
- [67] Mckee, D.W.; Luthra, L.K. Plasma-sprayed coatings for titanium alloy oxidation protetion. **Surface and Coatings Technology**, v.56, p.109-117, 1993.
- [68] Westergard, R.; Axén, N.; Wiiklund, U.; Hogmark, S. An evaluation of plasma sprayed ceramic coatings by erosion, abrasion and bend testing. **Wear**, v. 246, p.12-19, 2000.
- [69] Bloyce, A.; Morton, P.H.; Bell, T. ASM Handbook. Surface Engineering. In: \_\_\_\_\_. **Surface engineering of titanium and titanium alloys**. USA: ASM International, 1994. v.5, p.835-851.
- [70] Lutz, E.H. Plasma Ceramics. **Thermal Spraying**, v.25, n.3, p.131-137, 1993.
- [71] Longo, F.N. Plasma Spray System, one-step composite coating win awards. **Advanced Materials & Processes**, v.12, p.22-23, 1995.
- [72] Kucuk, A.; Berndt, C. C.; Senturk, U.; Lima, R. S. **Materials Science and Engineering A**, v. 284, p.41-50, 2000.

- [73] La Pierre, K.; Herman, H.; Tobin, A.G. The microstructure and properties of plasma-sprayed ceramic composites. **Ceramic Engineering and Science Proceedings**, v.12, n.7-8, p.1201-1221, 1991.
- [74] Kim, H.J.; Kweon, Y.G. Temperature-variant hardness behavior of plasma sprayed ceramic coatings. **Thin Solid Films**, v.289, p.207-212, 1996.
- [75] Fedtke, P.; Wienecke, M.; Bunescu, M.C.; Barfels, T.; Deistung, K.; Pietrzak, M. Yttria-stabilized zirconia films deposited by plasma spraying and sputtering. **Journal of Solid State Electrochemistry**, v.8, p.626-632, 2004.
- [76] Teixeira, V.; Andritschky, M.; Fischer, W.; Buchkremer, H.P.; Stöver, D. Effects of deposition temperature and thermal cycling on residual stress state in zirconia-based thermal barrier coatings. **Surface and Coatings Technology**, v.120-121, p.103-111, 1999.
- [77] Nicholls, J.R.; Deakin, M.J.; Rickerby, D.S. A comparison between the erosion behaviour of thermal spray and electron beam physical vapour deposition thermal barrier coatings. **Wear**, v.233-235, p.352-361, 1999.
- [78] Schulz, U.; Fritscher, K.; Leyens, C. Two-source jumping beam evaporation for advanced EB-PVD TBC systems. **Surface and Coatings Technology**, v.133-134, p.40-48, 2000.
- [79] Lugscheider, E.; Barimani, C.; Döpfer, G. Ceramic thermal barrier coatings deposited with electron beam – physical vapour deposition technique. **Surface and Coatings Technology**, v.98, p.1221-1227, 1998.
- [80] Xu, H.; Goug, S.; Deng, L. Preparation of thermal barrier coating for gas turbine blades by EB-PVD. **Thin Solid Films**, v.334, p.98-102, 1998.
- [81] Sohn, Y. H.; Lee, E. Y.; Nagaraj, B. A.; Biederman, R. R.; Sisson Jr., R. D. **Surface and Coatings Technology**, v.146-147, p.132-139, 2001.
- [82] Siemers, P.A.; Mehan, R.L. Mechanical and Physical properties of Plasma-Sprayed Stabilized Zirconia. **NASA Technical Reports**, n.NA53-21727, p.828-840, 1982.
- [83] Kucuk, A.; Berndt, C.C.; Senturk, U.; Lima, R.S.; Lima, C.R.C. Influence of plasma spray parameters on mechanical properties of yttria stabilized zirconia coatings I: Four point bend test. **Materials Science and Engineering A**, v.284, p.29-40, 2000.

- [84] Pawlowski, L. **The science and engineering of thermal spray coatings**. England: John Wiley & Sons, 1995. 222p.
- [85] American Society for Testing and Materials (ASTM). **B265-89** Standard specification for titanium and titanium alloy strip, sheet and plate. Philadelphia, 1990.
- [86] American Society for Testing and Materials (ASTM). **E21-92**. Standard test methods for elevated temperature tension tests of metallic materials. Philadelphia, 1995.
- [87] International Organization for Standardization (ISO). **ISO 4287/1**. Surface Roughness – Terminology –Part 1: Surface and its Parameters. USA, 1984.
- [88] Brooks, C.R.; Choudhury, A. Metallurgical failure analysis. In:\_\_\_\_\_. **Fracture mechanisms and microfractographic features**. New York: McGraw-Hill, 1993. cap.3, p.119-211.
- [89] Dyson, B.F.; Mc Lean, M. Creep deformation of engineering alloys: developments from physical modeling. **ISIJ International**, v. 30, p.802, 1990.
- [90] Rosen, A.; Rottem, A. The effect of high temperature exposure on the creep resistance of Ti-6Al-4V alloy. **Materials Science and Engineering** v. 22, p.23-27, 1976.
- [91] Barboza, M.J.R.; Moura Neto, C.; Silva, C.R.M. Creep mechanisms and physical modeling and physical modeling for Ti-6Al-4V. **Materials Science and Engineering A**, v.369, p. 201-209, 2004.
- [92] Es-Souni, M. Creep deformation behavior of three high temperature near  $\alpha$ -Ti alloys: IMI 829, IMI 829, and IMI 685. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v.32, p. 285-293, 2001.
- [93] Harrigan Jr., W.C. Creep fracture characteristics of weld-repaired cast Ti-6Al-4V. **Metallurgical Transactions**, v. 5, p.565-572, Mar.1974.
- [94] Evans, W.J.; Harrison, G.F. Validity of friction stress of measurements for high-temperature creep. **Metal Science**, v. 13, p.346-350, June.1979.

- [95] Warren, J.; Hsiung, L.M.; Wadley, H.N.G. High temperature deformation behavior of physical vapor deposited Ti-6Al-4V. **Acta Metallurgical et Materialia**, v. 43, p. 2773-2787, 1995.
- [96] Tang, F.; Nakazawa, S.; Hagiwara; Transient creep of Ti-Al-Nb alloys. **Materials Science and Engineering A**, v. 325, p.194-201, 2002.
- [97] Palchan, I.; Rosen, A. History dependent creep of Ti-6Al-4V alloy. **Metal Science**, v.12, p.163-165, Mar. 1978.
- [98] Köppers, M.; Herzig, C.H.R.; Friesel, M.; Mishin, Y. Diffusion intrinsic self-diffusion and substitutional Al in  $\alpha$ -Ti. **Acta Materialia**, v.45, p.4181-4191, 1997.
- [99] Monkman, F.C.; Grant, N. J. An empirical relationship between rupture life and minimum creep rate in creep-rupture tests. **ASTM Proceedings**, v.56, p.593-620, 1956.
- [100] Quesne, C.; Duong, C.; Charpentier, F.; Friès, J. F.; Lacombe, P. A comparative study of creep resistance and thermal stability of titanium alloys 685 and 6242 in air and in vacuum. **Journal of the Less-Common Metals**, v.68, p.133, 1979.
- [101] Kellerer, H.; Wingert, L. Deformation of titanium by surface oxidation. **Metallurgical Transactions**, v.2, p.113-115, 1971.

## APÊNDICE A

### ARTIGOS APRESENTADOS EM CONGRESSOS

### E SUBMETIDOS À PUBLICAÇÃO

Trabalhos Apresentados em Congressos:

- 1) “Microstructural investigation of PSZ sintered in low oxygen partial pressure”.  
Autores: Danieli Aparecida Pereira Reis, Daniel Soares de Almeida, Cosme Roberto Moreira da Silva, Maria do Carmo de Andrade Nono, Carlos Alberto Alves Cairo.  
Proceedings do Fourth International Latin-American Conference on Powder Technology, Guarujá, 19 a 21 de novembro de 2003, p.139.
- 2) “Study of the Oxidation Effect in the Ti-6Al-4V Alloy Surface in High Temperature”.  
Autores: Danieli Aparecida Pereira Reis, Cosme Roberto Moreira da Silva, Maria do Carmo de Andrade Nono, Miguel Justino Ribeiro Barboza, Francisco Piorino Neto, Rogério de Almeida Vieira.  
Proceedings do International Symposium on Metastable, Mechanically Alloyed and Nanocrystalline Materials, Foz do Iguaçu, 24 a 28 de agosto de 2003, p.99.
- 3) “Effect of the atmosphere in Creep of Ti-6Al-4V alloy”.  
Autores: Danieli Aparecida Pereira Reis, Cosme Roberto Moreira da Silva, Maria do Carmo de Andrade Nono, Miguel Justino Ribeiro

Barboza, Francisco Piorino Neto, Éder Alexandre de Camargo Perez, Elisa Bueno Taddei.

Proceedings do II Encontro da sociedade Brasileira de Pesquisa em Materiais, Rio de Janeiro, 26 a 29 de outubro de 2003, p.151.

- 4) “Influence of the Oxidation in Creep of Ti-6Al-4V alloy”.  
Autores: Danieli Aparecida Pereira Reis, Cosme Roberto Moreira da Silva, Maria do Carmo de Andrade Nono, Miguel Justino Ribeiro Barboza, Francisco Piorino Neto.  
Proceedings do XIX Congress of the Brazilian Society of Microscopy and Microanalysis, 21 a 24 de setembro de 2003, M0410-002.
- 5) “Evaluation of the Primary and Secondary Creep Stages of the Ti-6Al-4V Alloy with Atmosphere Controlling”.  
Autores: Danieli Aparecida Pereira Reis, Cosme Roberto Moreira da Silva, Maria do Carmo de Andrade Nono, Miguel Justino Ribeiro Barboza, Francisco Piorino Neto, Éder Alexandre de Camargo Perez.  
Proceedings do 59º Congresso Anual - Internacional da Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, São Paulo, 19 a 22 de julho de 2004, p.2083-2090.
- 6) “Sinterização a vácuo e ao ar de zircônias PSZ”.  
Autores: Danieli Aparecida Pereira Reis, Cosme Roberto Moreira da Silva, Maria do Carmo de Andrade Nono, Daniel Soares de Almeida, Francisco Piorino Neto.  
Proceedings do XXV Congresso CBRAVIC – Rio de Janeiro – 26-28 de julho de 2004, p.19.
- 7) “Creep behavior of the Ti-6Al-4V alloy at 500°C with atmosphere controlling”.

Autores: Danieli Aparecida Pereira Reis, Cosme Roberto Moreira da Silva, Maria do Carmo de Andrade Nono, Miguel Justino Ribeiro Barboza, Francisco Piorino Neto.

Proceedings do III Encontro da Sociedade Brasileira de Pesquisa em Materiais, Foz do Iguaçu, 10 a 13 de outubro de 2004, p.316.

- 8) “The Influence of High Temperature Exposure in Creep of the Ti-6Al-4V Alloy”.

Autores: Danieli Aparecida Pereira Reis, Cosme Roberto Moreira da Silva, Maria do Carmo de Andrade Nono, Miguel Justino Ribeiro Barboza, Francisco Piorino Neto, Éder Alexandre de Camargo Perez, Dalcy Roberto dos Santos.

Proceedings do III Congresso Nacional de Engenharia Mecânica, Belém, 10-13 de agosto de 2004.

- 9) “Study of the environment on the creep behaviour of the Ti-6Al-4V Alloy”.

Autores: Danieli Aparecida Pereira Reis, Cosme Roberto Moreira da Silva, Maria do Carmo de Andrade Nono, Miguel Justino Ribeiro Barboza, Francisco Piorino Neto, Éder Alexandre de Camargo Perez.

Proceedings do Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais (CBECIMAT) Porto Alegre – Rio Grande do Sul – dezembro de 2004.

- 10) “Plasma-Sprayed Coatings for Oxidation Protection on Creep of the Ti-6Al-4V Alloy”.

Autores: Danieli Aparecida Pereira Reis, Cosme Roberto Moreira da Silva, Maria do Carmo de Andrade Nono, Miguel Justino Ribeiro Barboza, Francisco Piorino Neto, Éder Alexandre de Camargo Perez.

Apresentado no 6<sup>th</sup> Microscopy of Oxidation, Reino Unido, Birmingham, 04 a 06 de abril de 2005.

- 11) “Study of the Creep of the Ti-6Al-4V Alloy with Atmosphere Controlling at 700°C”.

Autores: Danieli Aparecida Pereira Reis, Cosme Roberto Moreira da Silva, Maria do Carmo de Andrade Nono, Daniel Soares de Almeida, Francisco Piorino Neto.

Apresentado no 3º Congresso Brasileiro de Engenharia de Fabricação (COBEF), Joinville, 12 a 15 de abril de 2005.

- 12) “Determination of the Experimental Parameters Related to the Primary and Secondary Creep Stages of the Ti-6Al-4V Alloy with Atmosphere Controlling”.

Autores: Danieli Aparecida Pereira Reis, Cosme Roberto Moreira da Silva, Maria do Carmo de Andrade Nono, Miguel Justino Ribeiro Barboza, Francisco Piorino Neto, Elisa Bueno Taddei.

A ser apresentado no 18º International Congress of Mechanical Engineering (COBEM), Ouro Preto, 06 a 11 de novembro de 2005.

- 13) “Influence of Zirconia Plasma-Sprayed Coating on Creep of the Ti-6Al-4V”.

Autores: Danieli Aparecida Pereira Reis, Cosme Roberto Moreira da Silva, Maria do Carmo de Andrade Nono, Miguel Justino Ribeiro Barboza, Francisco Piorino Neto, Rogério de Almeida Vieira.

A ser apresentado no Fifth International Latin American Conference on Powder Technology (PETCH), Salvador, 26 a 29 de outubro de 2005.

- 14) “Study of Coating and Atmosphere on the Creep Behavior of the Ti-6Al-4V”.

Autores: Danieli Aparecida Pereira Reis, Cosme Roberto Moreira da Silva, Maria do Carmo de Andrade Nono, Miguel Justino Ribeiro Barboza, Francisco Piorino Neto, Rogério de Almeida Vieira.

Apresentado no Congresso da Sociedade Brasileira de Microscopia e Microanálise (CSBMM), Águas de Lindóia, 28 a 31 de setembro de 2005, pg.367 e 368.

- 15) “Effect of coating on the creep behavior of the Ti-6Al-4V Alloy”.

Autores: Danieli Aparecida Pereira Reis, Cosme Roberto Moreira da Silva, Maria do Carmo de Andrade Nono, Miguel Justino Ribeiro Barboza, Francisco Piorino Neto, Elisa Bueno Taddei.

A ser apresentado no Congresso da Sociedade Brasileira de Pesquisa em Materiais (SBPMat), Recife, 16 a 19 de outubro de 2005.

- 16) “Effect of Atmosphere on Oxidation of Ti-6Al-4V”.

Autores: Danieli Aparecida Pereira Reis, Cosme Roberto Moreira da Silva, Maria do Carmo de Andrade Nono, Miguel Justino Ribeiro Barboza, Francisco Piorino Neto.

A ser apresentado no Congresso Latino-Americano de Corrosão (Latincorr), Fortaleza, 21 a 26 de maio de 2006.

#### Artigos em Periódicos:

- 1) “Influence of the Oxidation in Creep of Ti-6Al-4V Alloy”.

Autores: Danieli Aparecida Pereira Reis, Cosme Roberto Moreira da Silva, Maria do Carmo de Andrade Nono, Miguel Justino Ribeiro Barboza, Francisco Piorino Neto.

Acta Microscopica, v.12, 2003, <http://sbmm.org.br/acta>.

- 2) “Effect of Environment on the Creep Behavior of the Ti-6Al-4V Alloy”.  
Autores: Danieli Aparecida Pereira Reis, Cosme Roberto Moreira da Silva, Maria do Carmo de Andrade Nono, Miguel Justino Ribeiro Barboza, Francisco Piorino Neto, Éder Alexandre de Camargo Perez.  
Materials Science and Engineering A, v.399, p.276-280, 2005.
  
- 3) “Study of PSZ Sintered in Low Oxygen Partial Pressure”.  
Autores: Danieli Aparecida Pereira Reis, Cosme Roberto Moreira da Silva, Maria do Carmo de Andrade Nono, Francisco Piorino Neto, Daniel Soares de Almeida.  
Materials Science Forum, v.498-499, 2005, <http://www.scientific.net>.
  
- 4) “Study of Coating and Atmosphere on the Creep Behavior of the Ti-6Al-4V”.  
Autores: Danieli Aparecida Pereira Reis, Cosme Roberto Moreira da Silva, Maria do Carmo de Andrade Nono, Miguel Justino Ribeiro Barboza, Francisco Piorino Neto, Rogério de Almeida Vieira.  
Brazilian Journal of Morphological Sciences, p.367-368, Supplement - 2005.

## **PUBLICAÇÕES TÉCNICO-CIENTÍFICAS EDITADAS PELO INPE**

### **Teses e Dissertações (TDI)**

Teses e Dissertações apresentadas nos Cursos de Pós-Graduação do INPE.

### **Manuais Técnicos (MAN)**

São publicações de caráter técnico que incluem normas, procedimentos, instruções e orientações.

### **Notas Técnico-Científicas (NTC)**

Incluem resultados preliminares de pesquisa, descrição de equipamentos, descrição e ou documentação de programa de computador, descrição de sistemas e experimentos, apresentação de testes, dados, atlas, e documentação de projetos de engenharia.

### **Relatórios de Pesquisa (RPQ)**

Reportam resultados ou progressos de pesquisas tanto de natureza técnica quanto científica, cujo nível seja compatível com o de uma publicação em periódico nacional ou internacional.

### **Propostas e Relatórios de Projetos (PRP)**

São propostas de projetos técnico-científicos e relatórios de acompanhamento de projetos, atividades e convênios.

### **Publicações Didáticas (PUD)**

Incluem apostilas, notas de aula e manuais didáticos.

### **Publicações Seriadas**

São os seriados técnico-científicos: boletins, periódicos, anuários e anais de eventos (simpósios e congressos). Constam destas publicações o Internacional Standard Serial Number (ISSN), que é um código único e definitivo para identificação de títulos de seriados.

### **Programas de Computador (PDC)**

São a seqüência de instruções ou códigos, expressos em uma linguagem de programação compilada ou interpretada, a ser executada por um computador para alcançar um determinado objetivo. São aceitos tanto programas fonte quanto executáveis.

### **Pré-publicações (PRE)**

Todos os artigos publicados em periódicos, anais e como capítulos de livros.