

ANÁLISE DE ESTRUTURA, ESTABILIDADE E DE  
PROPRIEDADES FÍSICAS E MECÂNICAS DAS LIGAS Ti-6Al-4V E  
AISI 4130 SUBMETIDAS À RECOZIMENTO E TÊMPERA

**EMANUEL DO COUTO PESSANHA**

UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE DARCY  
RIBEIRO – UENF

CAMPOS DOS GOYTACAZES - RJ  
FEVEREIRO – 2020

ANÁLISE DE ESTRUTURA, ESTABILIDADE E DE  
PROPRIEDADES FÍSICAS E MECÂNICAS DAS LIGAS Ti-6Al-4V E  
AISI 4130 SUBMETIDAS À RECOZIMENTO E TÊMPERA

**EMANUEL DO COUTO PESSANHA**

“Dissertação apresentada ao Centro de  
Ciência e Tecnologia, da Universidade  
Estadual do Norte Fluminense Darcy  
Ribeiro, como parte das exigências para  
a obtenção do título de Mestre em  
Engenharia e Ciência dos Materiais –  
área de concentração: Metalurgia  
Física.”

Orientadora: Prof<sup>a</sup>. Lioudmila Aleksandrovna Matlakhova, PhD.

CAMPOS DOS GOYTACAZES - RJ  
FEVEREIRO – 2020

**FICHA CATALOGRÁFICA**

UENF - Bibliotecas

Elaborada com os dados fornecidos pelo autor.

P475 Pessanha, Emanuel do Couto.

ANÁLISE DE ESTRUTURA, ESTABILIDADE E DE PROPRIEDADES FÍSICAS E MECÂNICAS DAS LIGAS Ti-6Al-4V E AISI 4130 SUBMETIDAS À RECOZIMENTO E TÊMPERA / Emanuel do Couto Pessanha. - Campos dos Goytacazes, RJ, 2020.

157 f. : il.  
Inclui bibliografia.

Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais) - Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Centro de Ciência e Tecnologia, 2020.  
Orientadora: Lioudmila Aleksandrovna Matlakhova.

1. Liga de Titânio. 2. Aço AISI 4130. 3. Técnica de Excitação por Impulso. 4. Módulo de Elasticidade Dinâmico. 5. Estabilidade Estrutural. I. Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. II. Título.

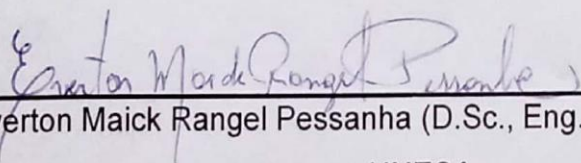
CDD - 620.11

ANÁLISE DE ESTRUTURA, ESTABILIDADE E DE  
PROPRIEDADES FÍSICAS E MECÂNICAS DAS LIGAS Ti-6Al-4V E  
AISI 4130 SUBMETIDAS À RECOZIMENTO E TÊMPERA

“Dissertação apresentada ao Centro de  
Ciência e Tecnologia, da Universidade  
Estadual do Norte Fluminense Darcy  
Ribeiro, como parte das exigências para  
a obtenção do título de Mestre em  
Engenharia e Ciência dos Materiais –  
área de concentração: Metalurgia  
Física.”

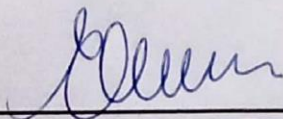
Aprovado em: 12 de Fevereiro de 2020.

Comissão Examinadora:



Prof. Everton Maick Rangel Pessanha (D.Sc., Eng. e Ciência dos Materiais) –

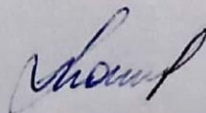
UNESA



Prof. Elaine Cristina Pereira (D.Sc., Eng. e Ciência dos Materiais) – UENF



Prof. Eduardo Atem de Carvalho (Ph.D., Eng. Mecânica) – UENF



Prof. Lioudmila Aleksandrovna Matlakhova (Ph.D., Ciência de Materiais  
Metálicos e Tratamentos Térmicos) – UENF (Orientadora)

## AGRADECIMENTOS

Agradeço à Deus por seu singular cuidado, amor e por nos distinguir dos demais seres vivos com a capacidade intelectual.

Agradeço a minha família, pelo amor e apoio incondicional em todas as circunstâncias, em especial aos meus pais Walfredo e Mônica. Agradeço também às minhas irmãs Maria Carolina e Maria Letícia. E a Maria Fernanda, pelo companheirismo e agradáveis momentos vividos.

À professora Lioudmila agradeço a orientação e confiança, pelo apoio de sempre, as instruções e amplo conhecimento/experiências compartilhadas durante a elaboração deste trabalho e convivência no Laboratório de Materiais Avançados (LAMAV).

Aos membros que compuseram a banca examinadora deste trabalho, agradeço pelas preciosas dicas que auxiliaram na melhora do mesmo.

Aos professores do LAMAV, em especial aqueles com os quais tive maior convivência e troca de experiências, como os professores Lioudmila Matlakhova, Elaine Cristina, Eduardo Atem, Marcia Giardinieri e Luis Augusto Terrones.

Aos professores, alunos e técnicos de outras instituições que auxiliaram em alguma medição, método, análise e/ou discussão de resultados deste trabalho.

Da COPPE, cito o professor Dilson Silva dos Santos, por autorizar a utilização do difratômetro de raios X localizado no laboratório sob sua responsabilidade. O professor Luiz Henrique de Almeida, por permitir a execução dos tratamentos térmicos com atmosfera controlada na liga de titânio; utilizando para tal equipamentos e materiais consumíveis do laboratório sob sua responsabilidade. O aluno de doutorado Leandro Martins de Oliveira, pelo auxílio na execução das medidas de difração de raios X. O técnico Laércio Rosignoli Guzela, pelo auxílio na realização dos tratamentos térmicos na liga de titânio.

Da Universidade Candido Mendes, cito o professor Fabiano Portal Chagas, por autorizar a utilização do forno do laboratório de tratamentos térmicos e ensaios não destrutivos para os tratamentos térmicos realizados no aço. Os técnicos Eric e Maurício pelo auxílio durante a execução dos tratamentos.

Do Instituto Federal Fluminense, cito o professor Alan Monteiro Ramalho e o técnico Caio Fábio, pelo auxílio na usinagem dos corpos de prova do aço.

Agradeço ao Dr Henrique Alves, da ATCP Engenharia Física, pelo auxílio na execução dos ensaios da técnica de excitação por impulso.

Aos técnicos e colegas de laboratório com os quais durante o convívio no ambiente acadêmico pude trocar conhecimento e amadurecer intelectualmente de alguma forma. Em especial cito o técnico Silvio Gonçalves Mendes – pelo auxílio na preparação metalográfica - e o aluno de doutorado Rafael Lugon – pelo auxílio na microscopia confocal.

Agradeço a população e o governo da República Federativa do Brasil, que através dos órgãos e agências de fomento à pesquisa e ciência tornaram possível este trabalho e o meu crescimento pessoal e intelectual. É bem verdade que podemos e necessitamos melhorar muito nesse aspecto se queremos ser uma nação desenvolvida e autônoma, mas não poderia deixar de reconhecer os auxílios por mim recebidos; espero poder retribuí-los.

Por fim, agradeço a todos que colaboraram direta e indiretamente na elaboração deste trabalho e em minha formação. Muito obrigado!

## RESUMO

O presente trabalho discorre sobre um estudo sistemático da influência dos tratamentos térmicos de recozimento e de têmpera na composição fásica, nas propriedades mecânicas de módulo de elasticidade dinâmico, amortecimento e dureza e na propriedade física de dilatação térmica das ligas Ti-6Al-4V e AISI 4130. Através das técnicas de caracterização estrutural de microscopia óptica (MO), microscopia confocal (MC), microscopia eletrônica de varredura (MEV) com microanálise química por espectroscopia de energia dispersiva (EDS) e difração de raios X (DRX), foi possível constatar que, após tratamentos térmicos, foram obtidas fases estáveis – no caso do recozimento – e metaestáveis – no caso da têmpera – tanto para a liga Ti-6Al-4V como para o aço AISI 4130. As propriedades elásticas foram medidas através da técnica de excitação por impulso (TEI) tanto à temperatura ambiente como em função da temperatura, com medição *in situ* durante aquecimento e resfriamento em forno adaptado, com o objetivo de monitorar o comportamento dessas propriedades durante a transformação de fases nas ligas analisadas. À temperatura ambiente observou-se que o tipo de tratamento térmico não exerceu influência significativa no valor das propriedades elásticas. Quanto às medidas em função da temperatura, o amortecimento e a análise dilatométrica evidenciaram os intervalos de estabilidade e de transformações de fases para as ligas, bem como os intervalos de decomposição das fases metaestáveis.

**Palavras-chave:** Liga de Titânio. Aço AISI 4130. Técnica de Excitação por Impulso. Módulo de Elasticidade Dinâmico. Estabilidade Estrutural.

## ABSTRACT

The present work broaches a systematic study on the influence of annealing and quenching treatments on the phase composition, mechanical properties of dynamic elastic modulus, damping and hardness and on the physical property of thermal expansion of Ti-6Al-4V and AISI 4130 alloys. By structural characterization techniques of optical microscopy (OM), confocal microscopy (CM), scanning electron microscopy (SEM) with chemical microanalysis by energy dispersive spectroscopy (EDS) and X-ray diffraction (XRD), it was possible to verify that, after heat treatments, were obtained stable phases – in case of annealing - and metastable phases - in case of quenching - both for Ti-6Al-4V alloy and AISI 4130 steel. The elastic properties were measured by impulse excitation technique (IET) both at room temperature and as a function of temperature, with *in situ* measurement during heating and cooling in an adapted furnace; in order to observe the behavior of these properties during phases transformations in the alloys. At room temperature it was observed that the type of heat treatment didn't have a significant influence on the value of elastic properties. For measurements as a function of temperature, on damping and thermal expansion analysis, it was shown the intervals of phase stability and phase transformations. Also, it was observed the intervals of decomposition of martensitic phases on the Ti-6Al-4V and AISI 4130 alloys.

**Keywords:** Titanium Alloy. AISI 4130 Steel. Impulse Excitation Technique. Dynamic Elastic Modulus. Structural Stability.



## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 - comparação da resistência específica em função da temperatura para ligas de Titânio e outros metais e ligas utilizadas para fins estruturais. ....	29
Figura 2 - comparação da densidade do titânio e outros metais comuns.....	29
Figura 3 - elementos de liga adicionados ao titânio e respectiva influência quanto à estabilização da fase alpha ou beta. ....	33
Figura 4 - Diagrama de fases para a liga Ti-6Al-4V. ....	34
Figura 5 - Diagrama binário para ligas Fe-C. ....	36
Figura 6 – Variação da energia livre de Gibbs em função da temperatura para diferentes fases. ....	43
Figura 7 – Diagrama de fases para o sistema Fe-C com ênfase nas reações que ocorrem nos pontos invariantes. ....	44
Figura 8 – Diagrama do aço eutetóide para transformações fora de equilíbrio. ....	45
Figura 9 – Esquema evidenciando a interface entre fase matriz e fase martensítica. ....	47
Figura 10 – Esquema evidenciando a interface entre fase matriz e fase martensítica. ....	48
Figura 11 - Corpos de prova de liga de titânio encapsulados durante tratamento térmico.....	49
Figura 12 - Diagrama de fases para ligas de titânio alpha + beta que formam sistema isomórfico.....	49
Figura 13- Microestrutura da liga Ti-6Al-4V recozida. ....	51
Figura 14 - Microscopia eletrônica de varredura da microestrutura da liga Ti-6Al-4V recozida. ....	51
Figura 15 - Microscopia eletrônica de varredura da microestrutura da liga Ti-6Al-4V recozida. ....	52
Figura 16 - Microscopia eletrônica de transmissão, com aumento de 12.000x, da microestrutura da liga Ti-6Al-4V recozida revelando a predileção da fase $\beta$ de ocupar os contornos de grãos da fase $\alpha$ . ....	52
Figura 17 - Esquema das microestruturas obtidas para têmpera em água na liga Ti-6Al-4V em função da temperatura de aquecimento. ....	53

Figura 18 - Microestrutura martensítica $\alpha'$ em grãos da fase $\beta$ primária (transformada) obtida por Andrade et al, 2010 ao realizar têmpera na liga Ti-6Al-4V a 1000°C com uma hora de patamar e resfriamento em água. ....	54
Figura 19 - Microestrutura martensítica $\alpha'$ em grãos da fase $\beta$ primária (transformada) obtida por Abbas et al, 2017 ao realizar têmpera na liga Ti-6Al-4V a 1000°C com uma hora de patamar e resfriamento em água. ....	54
Figura 20 - Diagrama TRC de transformação por resfriamento contínuo para o aço AISI 4130. ....	55
Figura 21 - Microestrutura do aço AISI 4130 recozido. ....	57
Figura 22 – Microscopia eletrônica de varredura da microestrutura do aço AISI 4130 recozido. ....	57
Figura 23 - Microestrutura do aço AISI 4130 recozido. ....	57
Figura 24 - Microestrutura do aço AISI 4130 temperado. ....	59
Figura 25 - Microscopia eletrônica de varredura da microestrutura do aço AISI 4130 temperado. ....	59
Figura 26 - Microestrutura do aço AISI 4130 temperado. ....	59
Figura 27 - interpretação do módulo de elasticidade como taxa de variação da força em função da distância interatômica para uma ligação. ....	60
Figura 28- Esquema do significado microscópico do módulo de elasticidade e do efeito macroscópico de uma tensão aplicada ao corpo de prova. ....	61
Figura 29 - Gráfico Amplitude x Tempo para frequências naturais geradas na técnica de excitação por impulso utilizando o software Sonelastic®. ....	63
Figura 30 – Equipamento para ensaio utilizando a TEI. ....	64
Figura 31 – Posição dos instrumentos e da amostra para medição de frequência flexional e torcional. ....	64
Figura 32 - Interface do software Sonelastic®. ....	70
Figura 33 – Padrão de corpo de prova produzido da liga Ti-6Al-4V. ....	71
Figura 34 – Padrão de corpos de prova produzidos da liga AISI 4130. ....	72
Figura 35 - Corpos de prova da liga Ti-6Al-4V encapsulados em tubo de quartzo em atmosfera de argônio. ....	73
Figura 36 – Arranjo experimental para medição de propriedades elásticas à temperatura ambiente através da técnica de excitação por impulso. ....	81

Figura 37 – Arranjo experimental para medição de propriedades elásticas em função da temperatura, a altas temperaturas, através da técnica de excitação por impulso.....	82
Figura 38 – Detalhe do suporte no interior do forno para medição de propriedades elásticas em função da temperatura, a altas temperaturas, através da técnica de excitação por impulso.....	82
Figura 39 - Difratoograma obtido para a liga Ti-6Al-4V no estado recozido. ....	84
Figura 40 - Difratoograma obtido para a liga Ti-6Al-4V no estado recozido com ênfase entre os ângulos 20° a 70°. ....	86
Figura 41 – Difratoograma obtido para a liga Ti-6Al-4V no estado recozido com ênfase entre os ângulos 60° a 100°. ....	86
Figura 42 – Difratoograma obtido para a liga Ti-6Al-4V no estado temperado...	87
Figura 43 - Difratoograma obtido para a liga Ti-6Al-4V no estado temperado com ênfase entre os ângulos 20° a 70°. ....	89
Figura 44 - Difratoograma obtido para a liga Ti-6Al-4V no estado temperado com ênfase entre os ângulos 60° a 100°. ....	89
Figura 45 - Difratoograma obtido para a liga AISI 4130 no estado recozido. ....	90
Figura 46 - Difratoograma obtido para a liga AISI 4130 no estado recozido com ênfase entre os ângulos 20° a 70°. ....	91
Figura 47 - Difratoograma obtido para a liga AISI 4130 no estado recozido com ênfase entre os ângulos 60° a 100°. ....	92
Figura 48 - Difratoograma obtido para a liga AISI 4130 no estado temperado...	93
Figura 49 - Difratoograma obtido para a liga AISI 4130 no estado temperado com ênfase entre os ângulos 20° a 70°. ....	95
Figura 50 - Difratoograma obtido para a liga AISI 4130 no estado temperado com ênfase entre os ângulos 60° a 100°. ....	95
Figura 51 – Micrografias obtidas por microscopia óptica para a liga Ti-6Al-4V no estado recozido sob o regime de observação de campo claro.....	97
Figura 52 – Micrografias obtidas por microscopia confocal para a liga Ti-6Al-4V no estado recozido sob os regimes de observação de campo claro – figuras (A) e (B) – e luz polarizada – figuras (C) e (D). ....	98
Figura 53 – Micrografias obtidas por microscopia óptica para a liga Ti-6Al-4V no estado temperado sob o regime de observação de campo claro. ....	99

Figura 54 – Micrografias obtidas por microscopia confocal para a liga Ti-6Al-4V no estado temperado sob os regimes de observação de campo claro – figuras (A) e (B) – e luz polarizada – figuras (C) e (D). .....	100
Figura 55 – Micrografias obtidas por microscopia óptica para o aço AISI 4130 no estado recozido sob o regime de observação de campo claro.....	101
Figura 56 – Micrografias obtidas por microscopia confocal para o aço AISI 4130 no estado recozido sob os regimes de observação de campo claro – figuras (A) e (B) – e luz polarizada – figuras (C) e (D). .....	102
Figura 57 – Micrografias obtidas por microscopia óptica para o aço AISI 4130 no estado temperado sob o regime de observação de campo claro. ....	103
Figura 58 – Micrografias obtidas por microscopia confocal para o aço AISI 4130 no estado temperado sob os regimes de observação de campo claro – figuras (A) e (B) – e luz polarizada – figuras (C) e (D). .....	104
Figura 59 – Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura para a liga Ti-6Al-4V no estado recozido.....	105
Figura 60 – Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura para a liga Ti-6Al-4V no estado temperado. ....	106
Figura 61 – Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura para o aço AISI 4130 no estado recozido.....	107
Figura 62 – Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura para o aço AISI 4130 no estado temperado. ....	107
Figura 63 - Indicação dos pontos onde foi realizada microanálise química por EDS na liga Ti-6Al-4V no estado recozido. ....	109
Figura 64 – Espectro de microanálise química por EDS do ponto 1 na liga Ti-6Al-4V no estado recozido.....	109
Figura 65 – Espectro de microanálise química por EDS do ponto 2 na liga Ti-6Al-4V no estado recozido.....	111
Figura 66 - Indicação dos pontos onde foi realizada microanálise química por EDS na liga Ti-6Al-4V no estado temperado.....	112
Figura 67 – Espectro de microanálise química por EDS do ponto 1 na liga Ti-6Al-4V no estado temperado. ....	113
Figura 68 – Espectro de microanálise química por EDS do ponto 2 na liga Ti-6Al-4V no estado temperado. ....	114

Figura 69 - Indicação dos pontos onde foi realizada microanálise química por EDS no aço AISI 4130 no estado recozido. ....	116
Figura 70 – Espectro de microanálise química por EDS do ponto 1 no aço AISI 4130 no estado recozido. ....	117
Figura 71 – Espectro de microanálise química por EDS do ponto 2 no aço AISI 4130 no estado recozido. ....	118
Figura 72 - Indicação dos pontos onde foi realizada microanálise química por EDS no aço AISI 4130 no estado temperado.....	120
Figura 73 – Espectro de microanálise química por EDS do ponto 1 no aço AISI 4130 no estado temperado.....	121
Figura 74 – Espectro de microanálise química por EDS do ponto 2 no aço AISI 4130 no estado temperado.....	122
Figura 75 – Espectro de microanálise química por EDS do ponto 3 no aço AISI 4130 no estado temperado.....	123
Figura 76 - Curva de dilatação relativa em função da temperatura obtida para a liga Ti-6Al-4V no estado recozido.....	124
Figura 77 - Curva de dilatação relativa em função da temperatura obtida para a liga Ti-6Al-4V no estado temperado. ....	125
Figura 78 - Curva de dilatação relativa em função da temperatura obtida para a liga AISI 4130 no estado recozido.....	127
Figura 79 - Curva de dilatação relativa em função da temperatura obtida para a liga AISI 4130 no estado temperado. ....	128
Figura 80 - Variação do módulo de elasticidade em função da temperatura para a liga Ti-6Al-4V no estado recozido.....	133
Figura 81 - Variação do amortecimento em função da temperatura para a liga Ti-6Al-4V no estado recozido. ....	134
Figura 82 - Variação do módulo de elasticidade e do amortecimento em função da temperatura para a liga Ti-6Al-4V no estado recozido. ....	135
Figura 83 - Variação do módulo de elasticidade em função da temperatura para a liga Ti-6Al-4V no estado temperado. ....	136
Figura 84 - Variação do amortecimento em função da temperatura para a liga Ti-6Al-4V no estado temperado.....	137

Figura 85 - Variação do módulo de elasticidade e do amortecimento em função da temperatura para a liga Ti-6Al-4V no estado temperado.....	138
Figura 86 - Variação do módulo de elasticidade em função da temperatura para o aço AISI 4130 no estado recozido.....	139
Figura 87 - Variação do amortecimento em função da temperatura para o aço AISI 4130 no estado recozido. ....	140
Figura 88 - Variação do módulo de elasticidade e do amortecimento em função da temperatura para o aço AISI 4130 no estado recozido. ....	141
Figura 89 - Variação do módulo de elasticidade em função da temperatura para o aço AISI 4130 no estado temperado. ....	142
Figura 90 - Variação do amortecimento em função da temperatura para o aço AISI 4130 no estado temperado.....	143
Figura 91 - Variação do módulo de elasticidade e do amortecimento em função da temperatura para o aço AISI 4130 no estado temperado.....	144

## ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1 – Propriedades Físicas, Químicas e Mecânicas do Titânio. ....	30
Tabela 2 – Elementos de liga adicionados ao titânio e sua influência quanto à estabilização de fases e comportamento mecânico. ....	32
Tabela 3 – Composição química em percentual de peso dos elementos presentes na liga Ti-6Al-4V. ....	35
Tabela 4 – Composição química em percentual de peso dos elementos de liga presentes no aço AISI 4130. ....	37
Tabela 5 - Parâmetros de Recozimento para a liga Ti-6Al-4V. ....	50
Tabela 6 - Parâmetros de Têmpera para a liga Ti-6Al-4V. ....	53
Tabela 7 - Parâmetros de recozimento para o aço AISI 4130. ....	56
Tabela 8 - Parâmetros de Têmpera para o aço AISI 4130. ....	58
Tabela 9 - Parâmetros de tratamento de recozimento aplicados às amostras da liga Ti-6Al-4V. ....	73
Tabela 10 - Parâmetros de tratamento de têmpera aplicados às amostras da liga Ti-6Al-4V. ....	74
Tabela 11 - Parâmetros de tratamento de recozimento aplicados às amostras de aço AISI 4130. ....	74
Tabela 12 - Parâmetros de tratamento de têmpera aplicados às amostras de aço AISI 4130. ....	75
Tabela 13 – Parâmetros utilizados para a difração de raios X. ....	76
Tabela 14 - Temperaturas utilizadas nas análises térmicas por dilatométrica. ...	79
Tabela 15 - Fases identificadas na liga Ti-6Al-4V recozida e respectivos dados cristalográficos. ....	85
Tabela 16 – Fases identificadas na liga Ti-6Al-4V temperada e respectivos dados cristalográficos. ....	88
Tabela 17 - Fases identificadas na liga AISI 4130 recozida e respectivos dados cristalográficos. ....	91
Tabela 18 - Fases identificadas na liga AISI 4130 temperada e respectivos dados cristalográficos. ....	94
Tabela 19 - Identificação dos picos obtidos por EDS no ponto 1 para a liga Ti-6Al-4V no estado recozido. ....	110

Tabela 20 – Análise química semiquantitativa obtida por EDS no ponto 1 para a liga Ti-6Al-4V no estado recozido.....	110
Tabela 21 - Identificação dos picos obtidos por EDS no ponto 2 para a liga Ti-6Al-4V no estado recozido. ....	111
Tabela 22 - Análise química semiquantitativa obtida por EDS no ponto 2 para a liga Ti-6Al-4V no estado recozido.....	112
Tabela 23 - Identificação dos picos obtidos por EDS no ponto 1 para a liga Ti-6Al-4V no estado temperado.....	113
Tabela 24 - Análise química semiquantitativa obtida por EDS no ponto 1 para a liga Ti-6Al-4V no estado temperado. ....	114
Tabela 25 - Identificação dos picos obtidos por EDS no ponto 2 para a liga Ti-6Al-4V no estado temperado.....	115
Tabela 26 - Análise química semiquantitativa obtida por EDS no ponto 2 para a liga Ti-6Al-4V no estado temperado. ....	115
Tabela 27 - Identificação dos picos obtidos por EDS no ponto 1 para o aço AISI 4130 no estado recozido. ....	117
Tabela 28 - Análise química semiquantitativa obtida por EDS no ponto 1 para o aço AISI 4130 no estado recozido.....	118
Tabela 29 - Identificação dos picos obtidos por EDS no ponto 2 para o aço AISI 4130 no estado recozido. ....	119
Tabela 30 - Análise química semiquantitativa obtida por EDS no ponto 2 para o aço AISI 4130 no estado recozido.....	119
Tabela 31 - Identificação dos picos obtidos por EDS no ponto 1 para o aço AISI 4130 no estado temperado.....	121
Tabela 32 - Análise química semiquantitativa obtida por EDS no ponto 1 para o aço AISI 4130 no estado temperado. ....	122
Tabela 33 - Identificação dos picos obtidos por EDS no ponto 2 para o aço AISI 4130 no estado temperado.....	122
Tabela 34 - Análise química semiquantitativa obtida por EDS no ponto 2 para o aço AISI 4130 no estado temperado. ....	122
Tabela 35 - Identificação dos picos obtidos por EDS no ponto 3 para o aço AISI 4130 no estado temperado.....	123



Tabela 36 - Análise química semiquantitativa obtida por EDS no ponto 3 para o aço AISI 4130 no estado temperado. ....	123
Tabela 37 - Valores de dureza obtidos para a liga Ti-6Al-4V. ....	129
Tabela 38 - Valores de dureza obtidos para a liga AISI 4130. ....	130
Tabela 39 - Valores dos módulos de elasticidade para a liga Ti-6Al-4V obtidos à temperatura ambiente através da técnica de excitação por impulso. ....	131
Tabela 40 - Valores dos módulos de elasticidade, de cisalhamento e do coeficiente de Poisson para o aço AISI 4130 obtidos à temperatura ambiente através da técnica de excitação por impulso. ....	132
Tabela 41 - Identificação das fases presentes na amostra da liga Ti-6Al-4V no estado recozido. ....	153
Tabela 42 - Identificação das fases presentes na amostra da liga Ti-6Al-4V no estado temperado. ....	155
Tabela 43 - Identificação das fases presentes na amostra da liga AISI 4130 no estado recozido. ....	157
Tabela 44 - Identificação das fases presentes na amostra da liga AISI 4130 no estado temperado. ....	158

## SUMÁRIO

RESUMO.....	VI
ABSTRACT .....	VII
ÍNDICE DE FIGURAS .....	VIII
ÍNDICE DE TABELAS .....	XIV
CAPÍTULO 1: INTRODUÇÃO .....	23
1.1 – OBJETIVO GERAL .....	26
1.2 – OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....	26
1.3 – JUSTIFICATIVA.....	27
CAPÍTULO 2: REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....	28
2.1 – TITÂNIO E SUAS LIGAS .....	28
2.1.1 – Liga Ti-6Al-4V .....	33
2.2 – AÇO.....	35
2.2.1 – Aço AISI 4130 .....	37
2.3 – TRATAMENTOS TÉRMICOS DOS METAIS E SUAS LIGAS .....	38
2.3.1 – Recozimento .....	41
2.3.2 – Têmpera.....	41
2.4 – TRANSFORMAÇÃO DE FASES EM METAIS.....	42
2.4.1 – Transformação de fase em condições de equilíbrio termodinâmico .....	43
2.4.2 – Transformação de fase fora das condições de equilíbrio termodinâmico.....	44
2.5 – TRATAMENTOS TÉRMICOS APLICADOS À LIGA Ti-6Al-4V E ESTRUTURAS ESPERADAS.....	48
2.5.1 – Recozimento .....	50
2.5.2 – Têmpera.....	52

2.6 – TRATAMENTOS TÉRMICOS APLICADOS AO AÇO AISI 4130 E ESTRUTURAS ESPERADAS.....	55
2.6.1 – Recozimento .....	56
2.6.2 – Têmpera.....	58
2.7 – MÓDULO DE ELASTICIDADE .....	60
2.8 – AMORTECIMENTO INTERNO.....	61
2.9 – TÉCNICA DE EXCITAÇÃO POR IMPULSO (TEI).....	63
CAPÍTULO 3: MATERIAIS E MÉTODOS.....	71
3.1 – MATERIAIS .....	71
3.1.1 – Corpos de prova da liga Ti-6Al-4V .....	71
3.1.2 – Corpos de prova do Aço AISI 4130 .....	71
3.2 – TRATAMENTOS TÉRMICOS NAS LIGAS ANALISADAS.....	72
3.2.1 – Liga Ti-6Al-4V.....	72
3.2.1.1 – Recozimento.....	73
3.2.1.2 – Têmpera .....	74
3.2.2 – Aço AISI 4130 .....	74
3.2.2.1 – Recozimento.....	74
3.2.2.2 – Têmpera .....	75
3.3 – DIFRAÇÃO DE RAIOS X.....	75
3.4 – PREPARAÇÃO METALOGRAFICA .....	76
3.5 – MICROSCOPIAS ÓPTICA E CONFOCAL .....	78
3.6 – MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA .....	78
3.7 – MEDIÇÃO DE DUREZA .....	78
3.8 – ANÁLISE TÉRMICA POR DILATOMETRIA.....	79
3.9 – TÉCNICA DE EXCITAÇÃO POR IMPULSO.....	80
3.9.1 – Determinação dos módulos elásticos dinâmicos à temperatura ambiente .....	80

3.9.2 – Determinação da variação dos módulos elásticos dinâmicos em função da temperatura .....	81
CAPÍTULO 4: RESULTADOS E DISCUSSÕES .....	83
4.1 – DIFRAÇÃO DE RAIOS X (DRX) .....	83
4.1.1 – Liga Ti-6Al-4V.....	83
4.1.1.1 – Recozido.....	83
4.1.1.2 – Temperado .....	87
4.1.2 – Aço AISI 4130 .....	90
4.1.2.1 – Recozido.....	90
4.1.2.2 – Temperado .....	92
4.2 – MICROSCOPIAS ÓPTICA E CONFOCAL .....	96
4.2.1 – Liga Ti-6Al-4V.....	96
4.2.1.1 – Recozido.....	96
4.2.1.2 – Temperado .....	98
4.2.2 – Aço AISI 4130 .....	100
4.2.2.1 – Recozido.....	101
4.2.2.2 – Temperado .....	102
4.3 – MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) .....	104
4.3.1 – Ti-6Al-4V .....	105
4.3.1.1 – Recozido.....	105
4.3.1.2 - Temperado .....	105
4.3.2 – Aço AISI 4130 .....	106
4.3.2.1 – Recozido.....	106
4.3.2.2 – Temperado .....	107
4.4 – MICROANÁLISE QUÍMICA POR ESPECTROSCOPIA DE ENERGIA DISPERSIVA (EDS).....	108
4.4.1 – Liga Ti-6Al-4V.....	108

4.4.1.1 – Re cozido.....	108
4.4.1.2 – Temperado .....	112
4.4.2 – Aço AISI 4130 .....	116
4.4.2.1 – Re cozido.....	116
4.4.2.2 – Temperado .....	119
4.5 – ANÁLISE TÉRMICA POR DILATOMETRIA.....	124
4.5.1 – Ti-6Al-4V .....	124
4.5.1.1 – Re cozido.....	124
4.5.1.2 – Temperado .....	125
4.5.2 – Aço AISI 4130 .....	126
4.5.2.1 – Re cozido.....	126
4.5.2.2 – Temperado .....	127
4.6 – DUREZA.....	129
4.6.1 – Liga Ti-6Al-4V.....	129
4.6.2 – Aço AISI 4130 .....	130
4.7 – MÓDULOS ELÁSTICOS DINÂMICOS À TEMPERATURA AMBIENTE .....	131
4.7.1 – Liga Ti-6Al-4V.....	131
4.7.2 – Aço AISI 4130 .....	132
4.8 – MÓDULO DE ELÁSTICIDADE DINÂMICO E AMORTECIMENTO EM FUNÇÃO DA TEMPERATURA.....	133
4.8.1 – Liga Ti-6Al-4V.....	133
4.8.1.1 – Re cozido.....	133
4.8.1.2 – Temperado .....	135
4.8.2 – Aço AISI 4130 .....	138
4.8.2.1 – Re cozido.....	138
4.8.2.2 – Temperado .....	141

CAPÍTULO 5: CONCLUSÕES .....	145
CAPÍTULO 6: SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS .....	147
REFERÊNCIAS.....	148
APÊNDICE A: TABELA DE IDENTIFICAÇÃO DE PICOS RESULTANTES DA DIFRAÇÃO DE RAIOS X NA LIGA Ti-6Al-4V NO ESTADO RECOZIDO.....	153
APÊNDICE B: TABELA DE IDENTIFICAÇÃO DE PICOS RESULTANTES DA DIFRAÇÃO DE RAIOS X NA LIGA Ti-6Al-4V NO ESTADO TEMPERADO...	155
APÊNDICE C: TABELA DE IDENTIFICAÇÃO DE PICOS RESULTANTES DA DIFRAÇÃO DE RAIOS X NA LIGA AISI 4130 NO ESTADO RECOZIDO.....	157
APÊNDICE D: TABELA DE IDENTIFICAÇÃO DE PICOS RESULTANTES DA DIFRAÇÃO DE RAIOS X NA LIGA AISI 4130 NO ESTADO TEMPERADO ..	158

## CAPÍTULO 1: INTRODUÇÃO

Os progressos da civilização humana, nos mais variados domínios, comumente estão associados a algum tipo de avanço correlato na área de ciência e engenharia de materiais. Isso se deve ao inquestionável fato de os mesmos estarem amplamente difundidos em todas as atividades humanas. A importância do papel desenvolvido por eles é tal, que alguns períodos da história são denominados em função do material de maior protagonismo à época (Smith e Hashemi, 2012).

Dentre as classes de materiais existentes, está a dos materiais metálicos; que tem como principal recurso para modificação de suas propriedades os tratamentos térmicos, aplicados aos materiais que sofrem transformações de fase (transformações alotrópicas) e/ou em sistemas que possuem solubilidade dos elementos de liga variável em função da temperatura. Essa possibilidade de alteração ocorre pois, através da aplicação de ciclos de aquecimento e resfriamento controlados, os tratamentos térmicos alteram a estrutura do material e, conseqüentemente, suas propriedades e comportamento a diferentes solicitações. Ademais, os metais e suas ligas são divididos, no contexto da metalurgia, em duas grandes categorias: a dos metais não ferrosos e a dos metais ferrosos (Abbaschian e Reed-Hill, 2009).

Entre as ligas não ferrosas, a possibilidade de enquadramento em conjunturas e aplicações de alta especificidade é grande. Isso ocorre em virtude da ampla variedade de diferentes elementos metálicos não ferrosos e suas propriedades intrínsecas tão divergentes entre si. Em relação ao titânio, as propriedades mais marcantes e desejáveis se referem a sua relação resistência/peso, sua excepcional resistência à corrosão em diversos meios - altamente agressivos a outros metais e ligas metálicas - e excelente biocompatibilidade (Barbosa, 2014).

As ligas de titânio também possuem forte interesse tecnológico, visto que apresentam efeitos não elásticos tais como *efeito de memória de forma* e *superelasticidade* que tornam possível seu uso como “material inteligente”. Em função das propriedades citadas, as ligas de titânio são largamente aplicadas nas indústrias aeronáutica, aeroespacial e em implantes ortopédicos e odontológicos (Otsuka e Wayman, 1998).

A liga de titânio analisada nesta obra será a Ti-6Al-4V, que é a mais empregada onde há demanda pelas propriedades citadas. Classificada como liga de titânio  $\alpha+\beta$ , possui adicionada em sua composição os elementos alumínio e vanádio. O alumínio favorece a estabilização da fase  $\alpha$ , enquanto o vanádio contribui para a estabilização da fase  $\beta$ . Tal composição resulta na grande sensibilidade da liga à tratamentos térmicos, por meio dos quais será possível grande versatilidade de propriedades na liga estudada (Leyens e Peters, 2003).

No caso das ligas ferrosas, o aço consiste – nos seus mais diversos tipos e aplicações – na liga mais importante, produzida e empregada em todo o mundo. Isso ocorre devido à ampla versatilidade de propriedades que podem ser obtidas a partir da adição de elementos de liga, que conferem propriedades previamente inexistentes ou melhoram propriedades que, embora existentes, sejam insuficientes para sua aplicação. Outro fator relevante é seu baixo custo relativo de produção e processamento quando comparado a outras ligas metálicas de engenharia (Chiaverini, 2012).

O aço AISI 4130 é um dos mais utilizados em aplicações estruturais e na indústria petroquímica. Este possui em sua composição química – além dos elementos ferro e carbono – cromo, molibdênio, silício e manganês. Tais elementos de liga melhoram propriedades tais como: resistência a corrosão, endurecibilidade, resistência mecânica à altas temperaturas, resistência à abrasão/desgaste, aumento da resistência mecânica, dentre outras (Chiaverini, 2012).

Os tratamentos de recozimento e de têmpera são dois dos mais empregados para o fim de modificação microestrutural, os quais têm como diferença mais marcante entre si a velocidade de resfriamento; que é a etapa realizada posteriormente a exposição à temperatura de aquecimento – temperatura de aquecimento esta que geralmente se localiza na faixa de estabilidade da fase de alta temperatura (Cottrell, 1993).

No recozimento tem-se resfriamento lento, que em geral é realizado no interior do forno de tratamento. Dessa forma, transformações de fases ocorrem pelo mecanismo difusivo (normal ou civil) e há aproximação do estado de equilíbrio termodinâmico previsto pelo diagrama de fases do sistema que compõem o material em tratamento (Porter et al., 2009).



---

---

Já durante a têmpera, no entanto, o resfriamento é realizado de forma rápida o suficiente para inibir os processos difusivos. Sendo assim, as transformações de fases se processam através de outros mecanismos. No caso das duas ligas analisadas no presente trabalho, a têmpera é acompanhada de transformação para fases metaestáveis. E, ainda para as duas ligas, há formação de fase martensítica; que se processa através do mecanismo cooperativo de cisalhamento da rede da fase matriz (martensita) (Novikov, 1994).

Diante do exposto, o presente trabalho teve por objetivo correlacionar a estrutura, propriedades mecânicas e físicas e o comportamento mecânico à temperatura ambiente e durante o aquecimento das ligas não ferrosa Ti-6Al-4V e ferrosa AISI 4130 comparando os estados estável e metaestável, obtidos através da aplicação – respectivamente – dos tratamentos de recozimento e têmpera.

## 1.1 – OBJETIVO GERAL

Investigar a influência dos tratamentos térmicos de recozimento e têmpera na estrutura e propriedades físicas e mecânicas de duas ligas que sofrem transformações polimórficas, a liga não ferrosa Ti-6Al-4V e a ferrosa AISI 4130; com ênfase no comportamento do módulo de elasticidade e no amortecimento interno à temperatura ambiente e em função da temperatura. Ainda, correlacionar alterações nestas propriedades com possíveis transformações de fase durante os ciclos térmicos aplicados.

## 1.2 – OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Realizar tratamentos térmicos de recozimento e têmpera em diferentes amostras das ligas estudadas;
- Caracterizar a estrutura das amostras após os tratamentos térmicos de recozimento e têmpera utilizando as técnicas de microscopia óptica, microscopia confocal, microscopia eletrônica de varredura e difração de raios X;
- Determinar as propriedades mecânicas de módulo de elasticidade dinâmico (E) e de dureza após os processamentos térmicos nas duas ligas analisadas;
- Investigar, através da técnica de dilatométrica, os intervalos de temperatura críticos para transformações de fases nas ligas analisadas;
- Estabelecer os valores das propriedades elásticas em função da temperatura – durante aquecimento - através da técnica de excitação por impulso com medição *in situ*.

### 1.3 – JUSTIFICATIVA

O avanço tecnológico demanda dos materiais propriedades cada vez mais versáteis, elevadas, estáveis e com rendimento ótimo em condições progressivamente hostis. Portanto, o estudo e a caracterização dos materiais se tornam imperativos; dado a íntima relação existente entre estrutura, microestrutura e o comportamento do material quando solicitado. A caracterização quanto às propriedades físicas e mecânicas do material também é de elevada importância, pois permite ao cientista ou engenheiro de materiais determinar as condições e limites quanto a aplicação do material (Smith e Hashemi, 2012).

Optou-se neste estudo por analisar duas ligas que sofrem transformações polimórficas: uma liga não ferrosa – neste caso, à base de titânio – e uma liga ferrosa, a base de ferro. Isto posto, foram selecionadas duas ligas de grande importância no contexto de aplicação em que se demandam ligas de titânio ou aço. No trabalho foi realizada caracterização estrutural e avaliação de propriedades mecânicas e físicas; com ênfase no módulo de elasticidade dinâmico, amortecimento interno e comportamento dilatométrico dessas ligas.

Alguns estudos já foram realizados analisando o comportamento do módulo de elasticidade dinâmico durante aquecimento, porém em ligas com composição diversa das que foram abordadas nesta obra, fato que justifica a originalidade deste trabalho.

Também foram consultadas referências onde se investigou os mesmos sistemas em análise no presente trabalho, porém sob outros enfoques e utilizando técnicas diversas das que foram aqui aplicadas. Assim sendo, devido à relevância das ligas analisadas, esse trabalho se torna significativo ao propor avaliar as propriedades e características citadas nos objetivos específicos.

Neste trabalho as propriedades das ligas foram comparadas para o estado estável – obtido por recozimento - e o estado metaestável – obtido por têmpera.

---

---

## CAPÍTULO 2: REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 – TITÂNIO E SUAS LIGAS

O Titânio é um metal de transição que foi inicialmente descoberto na forma de dois dos seus principais óxidos, a *Ilmenita* ( $\text{FeTiO}_3$ ) e o *Rutilo* ( $\text{TiO}_2$ ). A ilmenita foi descoberta pelo mineralogista inglês Willian Justin Gregor em 1791 e o rutilo pelo químico e farmacêutico alemão Martin Heinrich Klaproth no ano de 1795. Porém, devido à alta reatividade apresentada – o que dificulta a sua obtenção na forma elementar –, o titânio só foi obtido na forma metálica com elevado teor de pureza em 1925; a partir da decomposição térmica do tetraiodeto de titânio ( $\text{TiI}_4$ ). Os responsáveis por tal feito foram os cientistas Anton Eduard Van Arkel e Jan Hendrik de Boer. Apesar desta grande realização, a produção em escala industrial do titânio ocorreu apenas a partir de 1946, quando foi desenvolvido o *processo Kroll*. Este processo consiste na redução do tetracloreto de titânio ( $\text{TiCl}_4$ ) pelo magnésio (Barbosa, 2014).

Apesar de ser um metal relativamente novo, o titânio foi rapidamente difundido em múltiplos setores industriais em virtude das excelentes e peculiares propriedades apresentadas; seja na forma comercialmente puro ou na forma de ligas. Dentre as propriedades do titânio e suas ligas, destaca-se a baixa densidade relativa, excelente resistência a corrosão – proporcionada pela formação de uma camada passivada altamente aderente de  $\text{TiO}_2$ , que inviabiliza a continuidade do processo corrosivo -, excepcional relação peso/resistência, biocompatibilidade e elevado ponto de fusão (Donachie, 2000).

Pela análise da Figura 1, constatamos que – dentre as ligas metálicas – as ligas de titânio são as que possuem maior valor de resistência específica à temperatura ambiente.

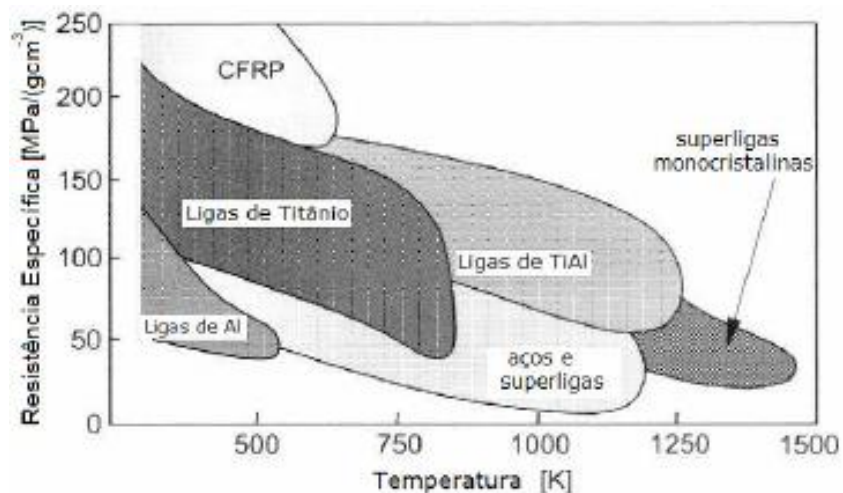


Figura 1 - comparação da resistência específica em função da temperatura para ligas de Titânio e outros metais e ligas utilizadas para fins estruturais (Fonte: Leyens e Peters, 2003 - adaptada).

Já a Figura 2 apresenta a comparação da densidade do titânio elementar com a de outros metais de uso frequente. Considerando apenas densidade, o titânio possui valores intermediários quando comparados com esses metais comuns.

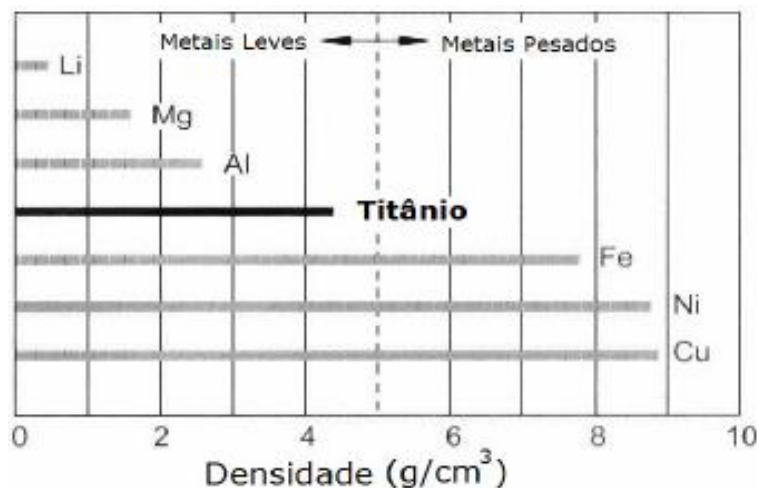


Figura 2 - comparação da densidade do titânio e outros metais comuns (Fonte: Leyens e Peters, 2003 - adaptada).

A tabela 1 apresenta de forma mais abrangente as propriedades do titânio elementar.

**Tabela 1 – Propriedades Físicas, Químicas e Mecânicas do Titânio (Fontes: Donachie, 2000; Moiseyev, 2006).**

Símbolo	Ti
Número atômico	22
Massa atômica	47,9
Densidade	4,51 g/cm <sup>3</sup>
Raio atômico	146 pm
Raio covalente	132 pm
Ponto de fusão	1668 ±10 °C
Ponto de ebulição	3260 °C
Calor específico (25 °C)	0,5223 kJ/kg.K
Condutividade térmica	11,4 W/m.K
Condutividade elétrica	3% IACS
	(obs.: onde cobre = 100% IACS)
Resistividade elétrica (20 °C)	420 nΩ.m
Configuração eletrônica	[Ar] 3d <sup>2</sup> 4s <sup>2</sup>
Eletronegatividade (Pauling)	1,5
Potencial de ionização	6,8282 V
Calor latente de fusão	440 kJ/kg
Calor latente de ebulição	9,83 MJ/kg
Estrutura cristalina (T ≤ 882,5 °C)	Rede hexagonal compacta ( $\alpha$ - Ti) a = 0,2951 nm ; c = 0,4692 nm
Estrutura cristalina (T ≥ 882,5 °C)	Rede cúbica de corpo centrado ( $\beta$ - Ti) a = 0,3306 nm
Dureza (20 °C)	70-74 HRB
Limite de resistência a tração (20 °C)	250-270 MPa
Módulo de elasticidade (20 °C)	98,5-109 GPa
Alongamento relativo (20 °C)	20-24 %

Conforme exposto na tabela 1, o titânio se apresenta em duas formas alotrópicas: as fases alfa ( $\alpha$ ) e beta ( $\beta$ ), que possuem – respectivamente – estrutura cristalina hexagonal compacta e cúbica de corpo centrado. Essa transformação ocorre em temperatura definida para o titânio puro – de 882,5 °C (Barbosa, 2014).

A presença de elementos de impureza ou a adição de elementos de liga pode alterar sensivelmente a temperatura de transformação alotrópica, ampliando o campo de estabilidade de uma das fases no diagrama de fases da liga. Ou seja, os elementos heterogêneos adicionados podem atuar como estabilizadores da fase alfa ( $\alpha$ ) - os chamados  $\alpha$ -estabilizadores - ou da fase beta ( $\beta$ ) - os  $\beta$ -estabilizadores. Existem ainda ligas onde há presença de elementos estabilizadores de ambas as fases (Donachie, 2000).

Uma das classificações das ligas de titânio se baseia nesse conceito; separando as mesmas em ligas de titânio  $\alpha$ ,  $\alpha + \beta$  ou  $\beta$  em função da tendência dos elementos adicionados em estabilizar uma das duas fases e, conseqüentemente, possibilitar que essas fases estejam presentes na microestrutura à temperatura ambiente. A tabela 2 ilustra alguns elementos  $\alpha$ -estabilizadores e  $\beta$ -estabilizadores e define a influência que cada tipo de elemento de liga exerce – de maneira genérica – no comportamento e propriedade das ligas (Moiseyev, 2006).

**Tabela 2 – Elementos de liga adicionados ao titânio e sua influência quanto à estabilização de fases e comportamento mecânico (Fonte: Donachie, 2000).**

<b>Elementos <math>\alpha</math>-estabilizadores</b>	<b>Elementos <math>\beta</math>-estabilizadores Isomórficos</b>	<b>Elementos <math>\beta</math>-estabilizadores Eutetóides</b>
Alumínio, Carbono, Oxigênio e Nitrogênio	Vanádio, Nióbio, Molibdênio, Tântalo,	Rênio, Cromo, Manganês, Ferro, Cobalto, Níquel, Cobre, Paládio, Prata, Platina e Ouro.
Efeitos acarretados – em geral – no comportamento mecânico das ligas: maior resistência a fluência e aumento na tenacidade e soldabilidade.	Efeitos acarretados – em geral – no comportamento mecânico das ligas: aumento na densidade, na resposta aos tratamentos térmicos, melhora da usinabilidade e diminuição da tenacidade.	

No caso dos elementos  $\alpha$ -estabilizadores, o único com relevância para aplicação efetiva é o alumínio, posto que os elementos oxigênio e nitrogênio têm efeito nocivo às propriedades mecânicas, sendo assim considerados elementos de impureza – devendo ser evitados (Leyens e Peters, 2003).

Os elementos adicionados com o objetivo de estabilização da fase  $\beta$  podem formar com o titânio sistemas isomórficos – vanádio, nióbio, molibdênio, tântalo e rênio – ou eutetóides – cromo, manganês, ferro, cobalto, níquel, cobre, paládio, prata, platina e ouro (Donachie, 2000).

Há ainda elementos que, quando adicionados ao titânio, não exercem influência significativa no que tange à estabilização de uma das fases do titânio; como por exemplo: estanho, zircônio, háfnio, tório (Moiseyev, 2006).



A Figura 3 ilustra esquematicamente o diagrama de fases composto por titânio e elementos de liga  $\alpha$ -estabilizadores,  $\beta$ -estabilizadores isomórficos,  $\beta$ -estabilizadores eutetóides e elementos neutros – respectivamente. Estes elementos atuam aumentando o campo de estabilidade das fases, respectivamente, das fases  $\alpha$  e  $\beta$ . Os elementos neutros não exercem influência significativa na temperatura de transformação  $\alpha \rightarrow \beta$ .

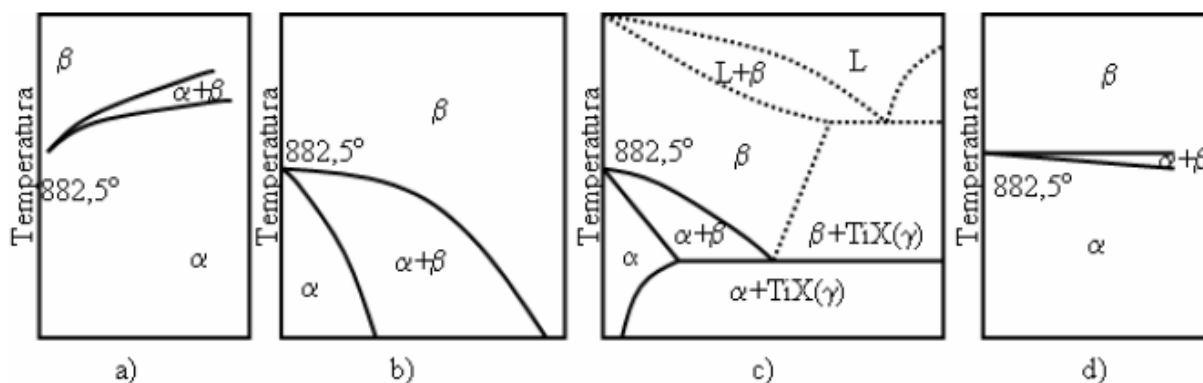


Figura 3 - elementos de liga adicionados ao titânio e respectiva influência quanto à estabilização da fase alpha ou beta (Fonte: Matlakhova, 2010).

### 2.1.1 – Liga Ti-6Al-4V

A liga não-ferrosa que será analisada na presente obra – Ti-6Al-4V – consiste na liga de titânio mais amplamente utilizada em setores como indústrias aeroespacial, aeronáutica, médica e odontológica. Contém, adicionados ao titânio, os elementos de liga alumínio e vanádio nos teores de 6%p e 4%p, respectivamente (Leyens e Peters, 2003).

A liga Ti-6Al-4V é classificada como  $\alpha + \beta$ , pois a ela são adicionados os elementos alumínio, que é  $\alpha$ -estabilizador, e vanádio, que é  $\beta$ -estabilizador. Neste caso, o alumínio favorece a resistência à fluência e melhora as propriedades de resistência à corrosão. O vanádio, por ser estabilizador da fase beta, possibilita o forte endurecimento da liga através de tratamento térmico (Moiseyev, 2006).

A adição de elemento  $\beta$ -estabilizador torna possível a presença da fase  $\beta$  abaixo da temperatura de transformação  $\beta \rightarrow \alpha$  - dependendo da concentração - até a temperatura ambiente, resultando uma microestrutura de duas fases. Dessa forma, as ligas de titânio  $\alpha + \beta$  podem ter suas propriedades mecânicas significativamente elevadas por ciclos de tratamento térmico de solubilização, têmpera e precipitação; que compõem o chamado *envelhecimento*, que será tratado no item desta obra 2.3.5 (Donachie, 2000).

A Figura 4 apresenta o diagrama de equilíbrio para a liga Ti-6Al-4V. Através da análise do mesmo, é possível constatar uma ampla região de estabilidade bifásica ( $\alpha + \beta$ ) desde a temperatura ambiente até temperaturas próximas a 1050 °C. Temperatura essa a partir da qual o sistema entra no campo monofásico de estabilidade da fase de altas temperaturas (fase  $\beta$ ).

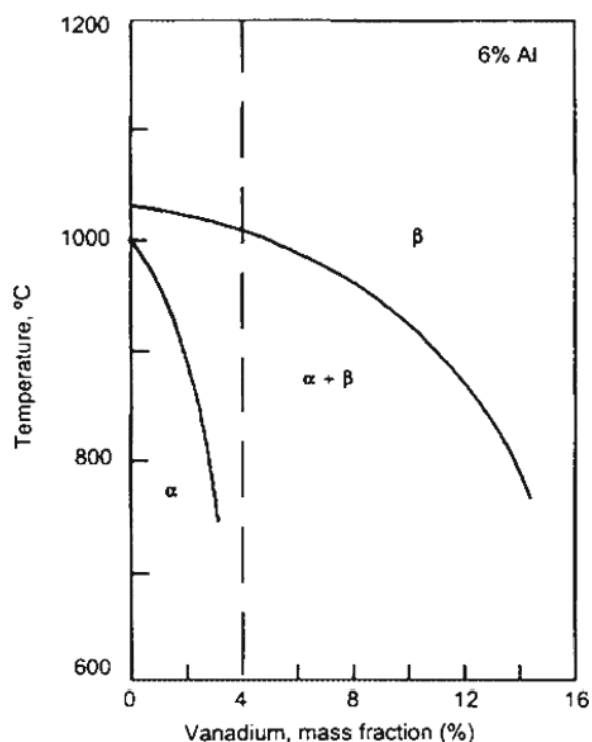


Figura 4 - Diagrama de fases para a liga Ti-6Al-4V (Fonte: Boivineau et al, 2005).

A tabela 3 apresenta a composição nominal dos elementos adicionados ao titânio na liga Ti-6Al-4V e a composição máxima tolerada para os elementos de impureza.

**Tabela 3 – Composição química em percentual de peso dos elementos presentes na liga Ti-6Al-4V (Fonte: Donachie, 2000).**

C	O	H	N	Al	V	Fe
0,05	0,15	0,008	0,02	5,5 - 6,75	3,5 – 4,5	0,25

## 2.2 – AÇO

A grande diversidade de condições de aplicação e de ligas classificadas como aço torna difícil a elaboração de uma definição concisa do aço. Do ponto de vista teórico, a definição mais abrangente é de que se refere à liga de ferro-carbono (Fe-C) com teores aproximados entre os limites de 0,008% e 2,11% em peso de carbono além de outros elementos adicionados propositalmente – elementos de liga – e elementos de impurezas, inerentes ao processo de produção do aço (Callister e Rethwisch, 2014).

A Figura 5 apresenta o diagrama de fases Fe-C no intervalo relativo às composições possíveis para ligas classificadas como aços – 0,008 a 2,14 de %p C – e para ligas classificadas como Ferro Fundido – 2.14 a 6.7 de %p C. Na prática comercial de uso do aço e do ferro fundido, porém, o teor em peso de carbono raramente ultrapassa 1%p C para o aço e 4,5%p C para o ferro fundido (Callister e Rethwisch, 2014; Chiaverini, 2012).

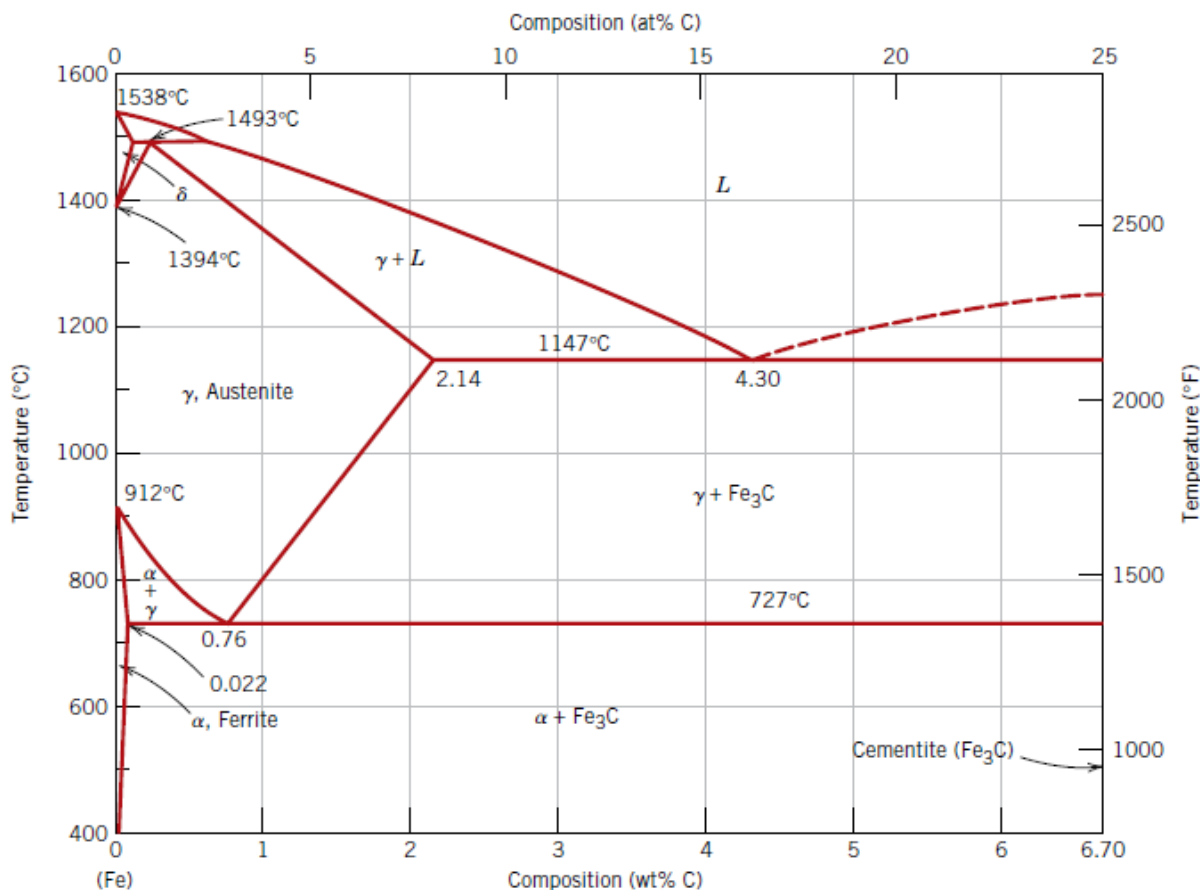


Figura 5 - Diagrama binário para ligas Fe-C (Fonte: Callister e Rethwisch, 2014).

Para as ligas de aço existem diferentes critérios de classificação, dois dos quais dizem respeito ao percentual de carbono e ao percentual de elementos de liga.

O primeiro critério se baseia numa importante reação invariante que ocorre na concentração de 0,76%p C à aproximadamente 727°C – a reação *eutetóide*. Aços com teor de carbono menor que 0,76%p de C são classificados como *hipoeutetóides*, com teor igual a 0,76%p C são chamados aço *eutetóide* e os com teor maior que 0,76%pC de *hipereutetóide* (Hosford, 2012).

A segunda classificação é concernente à presença dos elementos de liga – além do ferro, do carbono e das impurezas. O chamado *aço carbono* é a liga que contém apenas ferro e carbono – nos limites que configuram o aço –, além de elementos de impureza. Aços que contenham outros elementos além do ferro e do carbono são chamados de *aço liga*; sendo classificados como *aço de baixo teor de liga* os que têm até 8% em peso desses outros elementos e como *aço de alto teor de liga* os que possuem teor acima de 8% de elementos de liga (Chiaverini, 2012).

### 2.2.1 – Aço AISI 4130

O aço AISI 4130 consiste numa liga de grande aplicação na indústria de construção civil, automobilística e petroquímica. É classificado com aço hipoeutetóide de baixa liga, com a composição química segundo a tabela 3. Os elementos de liga, adicionados para lhe conferir propriedades específicas, são Manganês, Silício, Cromo e Molibdênio. O propósito buscado com a adição de cada um desses elementos é listado a seguir (Chiaverini, 2012):

- Manganês: aumenta as propriedades de resistência mecânica, auxilia na desoxidação e dessulfuração durante a produção do aço, reduz os malefícios do enxofre se ligando ao mesmo e formando sulfetos e aumenta a temperabilidade;
- Silício: melhora da resistência a oxidação em alta temperatura, aumenta a resistência mecânica e também é desoxidante;
- Cromo: melhora de forma relevante a resistência à oxidação, aumenta a resistência mecânica e melhora a resistência ao desgaste/abrasão – devido à formação de carbonetos duros;
- Molibdênio: melhora as propriedades mecânicas a alta temperatura.

**Tabela 4 – Composição química em percentual de peso dos elementos de liga presentes no aço AISI 4130 (Fonte: Nunes et al., 1991).**

<b>Carbono</b>	<b>Manganês</b>	<b>Silício</b>	<b>Cromo</b>	<b>Molibdênio</b>
<b>0,28 – 0,33</b>	<b>0,40 – 0,60</b>	<b>0,20 – 0,35</b>	<b>0,80 – 1,10</b>	<b>0,15 - 0,25</b>

Os elementos de liga são adicionados para melhorar ou incorporar propriedades que são insuficientes ou inexistentes no aço carbono, mas que são

---

---

demandadas nas aplicações cada vez mais exigentes e tecnológicas dos diferentes setores da indústria (Hosford, 2012).

### 2.3 – TRATAMENTOS TÉRMICOS DOS METAIS E SUAS LIGAS

De forma abrangente, pode-se entender por tratamento térmico o conjunto de operações controladas de aquecimento, manutenção à determinada temperatura e resfriamento, aplicadas ao material. Todas as operações são realizadas com o espécime em tratamento no estado sólido e sem alterações significativas em sua geometria. O objetivo principal destas operações é, através da modificação da estrutura e propriedades do material em tratamento, torná-lo adequado às aplicações a que se destina (Dosset e Boyer, 2006).

Em termos de aplicação, processos de tratamento térmico são amplamente difundidos na indústria ao ponto de ser considerado - em algumas circunstâncias - parte integrante do processo de fabricação. Os ciclos térmicos controlados também podem ser aplicados - para além da incorporação de propriedades desejáveis - com o objetivo de remover características incorporadas a um material durante outras etapas da fabricação; como, por exemplo, o tratamento de recozimento para alívio de tensões em peças submetidas a severo processo de trabalho a frio (Callister e Rethwisch, 2014).

Além dos casos onde se aplica somente ciclos térmicos ao objeto em tratamento, existem outras subclasses, tais como a de processos que envolvem a ação térmica aliada à deformação plástica – tratamento *termomecânico* - e a de processos onde há, concomitante à ação térmica, a ação química visando enriquecer uma camada da estrutura com um elemento desejável à aplicação posterior – tratamento *termoquímico* (Novikov, 1994).

As possibilidades proporcionadas pelos tratamentos térmicos, tanto em termos estruturais como de propriedades, são amplas; em razão disso, serão abordados nesta seção apenas os tratamentos puramente térmicos, pois foram estes os utilizados neste estudo.

A descrição dos procedimentos, particularidades e finalidades de cada tratamento térmico abordado, é feita para aços em geral. A razão para tal é o fato de o aço consistir na liga mais amplamente aplicada; e nas mais variadas finalidades. Ademais, dessa forma é possível esclarecer os procedimentos com uma visão geral satisfatória dos referidos tratamentos sem que a análise se torne desnecessariamente extensa e complexa para os propósitos do presente trabalho.

Os principais fatores considerados no tratamento térmico são o aquecimento, a permanência na temperatura final de aquecimento, o resfriamento e a atmosfera de tratamento. Como citado no parágrafo anterior, a análise de cada uma dessas etapas – e respectiva influência - será realizada a partir da aplicação no aço carbono.

Apesar de elementar, a liga ferro-carbono ficará submetida a fenômenos e efeitos considerados universais; comuns a qualquer outra liga em situação análoga. Sendo assim, esse caso é representativo para explicar a implicação de diferentes maneiras de realizar as quatro principais etapas constituintes dos processamentos térmicos (Chiaverini, 2012).

- Aquecimento: nesta etapa duas variáveis são levadas em consideração, a taxa de variação da temperatura (velocidade de aquecimento) e a temperatura final. Sobre os efeitos da taxa de variação da temperatura, quando muito elevada pode provocar microtrincas ou deformações em peças, sobretudo as que se encontram com elevado estado de tensão interna. Entretanto, para um aço fortemente encruado, pode ocorrer elevado crescimento de grão da austenita quando este é aquecido lentamente na zona crítica. O que se busca é uma taxa que não provoque danos à peça nem resulte em microestrutura de grão grosseiro.

É usual aplicar menor taxa de aquecimento em temperaturas subcríticas e mais elevada dentro da zona crítica. Quanto à temperatura final atingida, dependerá principalmente da composição física requerida ao final do tratamento.

Quando a aplicação do processamento térmico visa a modificação estrutural, o aquecimento acontece até a *zona crítica*, onde é obtida estrutura plenamente austenítica. Essa estrutura é necessária visto que nela o carbono

se encontra totalmente dissolvido no ferro – na forma de carboneto de ferro. Sendo assim, a depender do método de resfriamento aplicado, as diversas estruturas possíveis podem ser obtidas no aço. A temperatura final também é definida a partir desse ajuste; nesse caso entre excessivo crescimento de grão – causado por elevadas temperaturas – e a incompleta solubilização da cementita na austenita – causada por temperatura insuficientemente alta.

Quando não se tem por objetivo mudança na composição física, pode-se aquecer o material abaixo da temperatura crítica, apenas com o objetivo de acelerar processos termo dependentes.

- Tempo de permanência à temperatura de aquecimento: objetiva-se – neste estágio – a homogeneidade estrutural. O tempo definido será o necessário para essa finalidade. Tempo elevado acarreta indesejável crescimento de grão e favorece processos corrosivos.
- Resfriamento: Mantendo-se constante a composição química do material, o resfriamento consiste no elemento determinante da microestrutura obtida e – conseqüentemente – do comportamento do espécime quando solicitado. Regra geral, quanto mais lento o resfriamento, maior a participação da difusão no processo e mais próximo do estado de equilíbrio estará a estrutura do material tratado. Ao passo que, quanto mais rápido o resfriamento, menor a participação da difusão – chegando a ser inexistente em alguns casos – e mais distante do equilíbrio termodinâmico estará a estrutura do material.
- Atmosfera de Tratamento: a importância desse aspecto consiste no fato de que os elementos presentes na atmosfera do forno podem desempenhar papel prejudicial ao material em tratamento. Em geral a atmosfera pode incorporar - ao material tratado – impurezas, remover elemento essencial à liga (ex.: decarbonetação por ação do hidrogênio no aço, formando metano) e provocar reações indesejadas (ex.: corrosão em aço por ação do oxigênio). Deste modo, a atmosfera onde será realizado o tratamento térmico necessita ser inerte ao



material quando não se deseja a influência da mesma; ou composta de elementos que agregarão resultados desejados à estrutura.

### 2.3.1 – Recozimento

Existem múltiplas variações de tratamentos térmicos de recozimento. Porém, de maneira geral, destinam-se a remover ou reduzir os efeitos prejudiciais que o material incorpora durante processamentos térmicos e mecânicos aos quais é submetido durante a fabricação, aproximando sua estrutura do estado de equilíbrio termodinâmico (Chiaverini, 2008).

Dentre os procedimentos que são classificados como tratamento térmico de recozimento, há uma primeira distinção no que diz respeito a transformações de fases ocorridas no material durante o tratamento. Denomina-se *recozimento do primeiro tipo* o tratamento térmico de recozimento em sistemas onde não ocorre transformação de fase durante o procedimento, sendo aplicado basicamente para acelerar processos espontâneos que restitua a condição de equilíbrio termodinâmico distanciado em consequência de processamento anterior. Por outro lado, nos sistemas onde há transformação de fase, o mesmo tratamento é chamado *recozimento do segundo tipo*. Em razão das modificações microestruturais ocasionadas, esse tipo de recozimento tem efeito mais intenso nas propriedades da liga tratada (Novikov, 1994).

Quanto ao objetivo pretendido como resultado da aplicação do recozimento, comumente são feitas subdivisões em outras categorias tais como: recozimento para alívio de tensões, recozimento pleno, recozimento isotérmico, recozimento de homogeneização e recozimento de esferoidização (Freitas, 2014).

### 2.3.2 – Têmpera

Quando se deseja alto valor de propriedades de resistência mecânica nos aços, a têmpera é aplicada. O aquecimento é realizado até o campo austenítico; em temperatura determinada levando em consideração – principalmente – a presença e

teor de elementos de ligas, teor de carbono e tamanho de grão. Após manutenção à temperatura de aquecimento por tempo suficiente para obter a austenita, é realizado o resfriamento em velocidade relativamente alta, a fim de evitar formação de perlita e de bainita – velocidade crítica (Chiaverini, 2008).

A microestrutura resultante é totalmente martensítica ou contendo algum teor de austenita retida. Após a têmpera é comum efetuar novo aquecimento, abaixo da temperatura crítica – para que não haja nova transformação de fase -, com o objetivo de aliviar parte da tensão acumulada no material, tendo em vista que a transformação martensítica implica em aumento de volume e acúmulo de tensão interna no material (Novikov, 1994).

## **2.4 – TRANSFORMAÇÃO DE FASES EM METAIS**

Nas ligas metálicas há casos em que existem diferentes estruturas e fases possíveis para determinada composição. Quando o sistema passa por modificações das variáveis de estado – por exemplo: pressão, temperatura e concentração – pode então haver transformação de fase. A transformação pode envolver mudança no estado físico do sistema – exemplos: solidificação e fusão – ou apenas rearranjo atômico, onde a nova fase apresentará diferente estrutura cristalina e parâmetros de rede, ou apenas novos parâmetros de rede. Sempre que a transformação de fase for espontânea, ela implica em redução no valor da energia livre de Gibbs, conforme ilustrado na Figura 6 (Santos 2008).

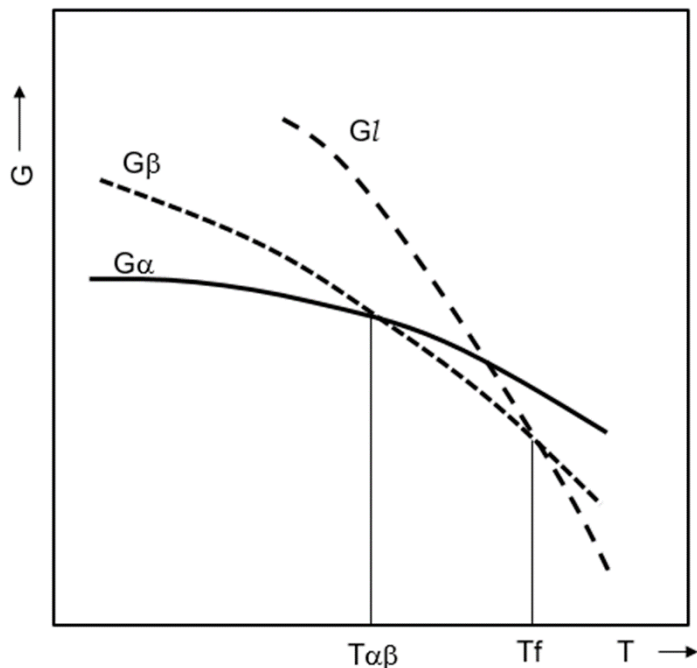


Figura 6 – Variação da energia livre de Gibbs em função da temperatura para diferentes fases (Fonte: Santos, 2008).

#### 2.4.1 – Transformação de fase em condições de equilíbrio termodinâmico

As transformações de fase que ocorrem em condições de equilíbrio termodinâmico se processam, majoritariamente, por mecanismo de difusão e são passíveis de análise à luz do diagrama de fases do sistema (Porter et al., 2009).

Analisando o caso dos aços, por exemplo, para o intervalo característico destas ligas no diagrama ferro-carbono ocorrem duas transformações em condições de equilíbrio. A reação *peritética* – indicada por  $I_1$  na Figura 7 – onde uma fase sólida ( $\delta$ ) e uma fase líquida formam uma única fase sólida ( $\gamma$ ) e a reação *eutetóide* – indicada por  $I_3$  na Figura 7 – onde uma única fase sólida ( $\gamma$ ) se transforma em duas fases sólidas ( $\alpha + \text{Fe}_3\text{C}$ ) (Abbaschian e Reed-Hill, 2009).

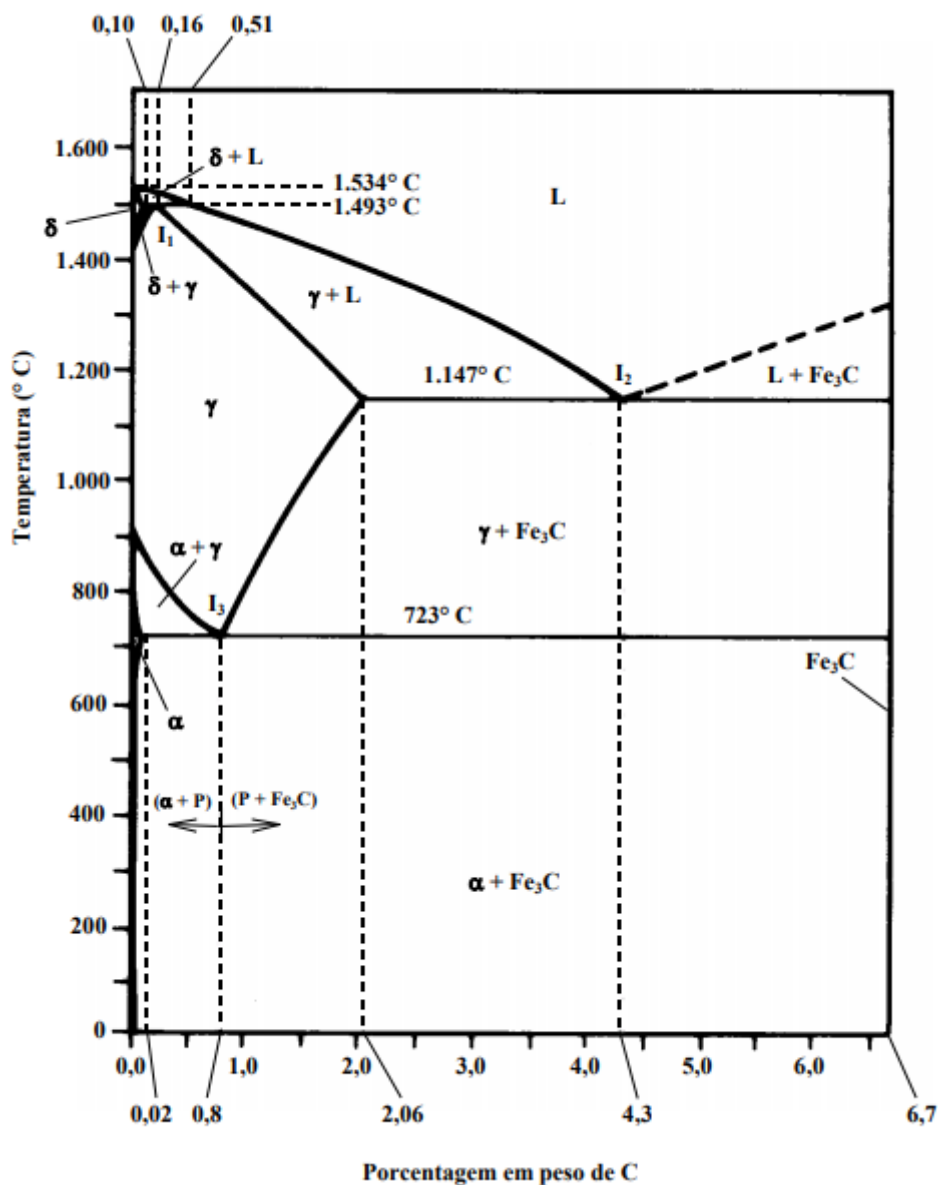
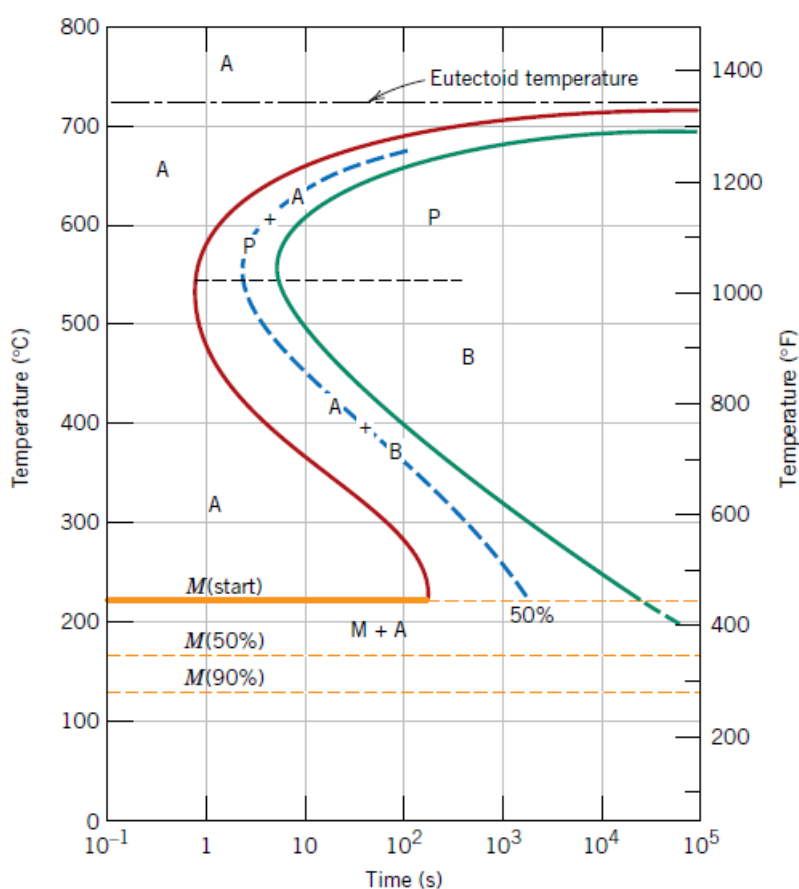


Figura 7 – Diagrama de fases para o sistema Fe-C com ênfase nas reações que ocorrem nos pontos invariantes (Fonte: Santos, 2008).

#### 2.4.2 – Transformação de fase fora das condições de equilíbrio termodinâmico

Em circunstâncias práticas a maioria dos casos de transformações de fases ocorre fora das condições de equilíbrio, gerando estruturas ligeiramente diferentes daquelas previstas pelo diagrama de equilíbrio – como estruturas zoneadas e com segregação dendrítica – ou totalmente divergentes – como a estrutura bainítica e a estrutura martensítica (Novikov, 1994).

Nas transformações fora das condições de equilíbrio termodinâmico, o tempo passa a ser uma variável fundamental, tendo em vista que – à exceção de transformações adifusionais, por exemplo: transformação martensítica – as reações ocorrem principalmente por mecanismos de nucleação e crescimento, que são mecanismos difusionais e, como tal, são fortemente dependentes do tempo e da temperatura. Os diagramas para análise das transformações fora de equilíbrio, então, passam a ser analisados para composições específicas e em função do tempo e da temperatura, tendo configuração semelhante à da Figura 8 (Santos, 2006).



**Figura 8 – Diagrama do aço eutetóide para transformações fora de equilíbrio (Fonte: Callister e Rethwisch, 2014).**

As transformações de fases fora das condições de equilíbrio termodinâmico que têm como resultado a formação de fases martensíticas são denominadas *transformação martensítica*, ou *têmpera em martensita*, e têm algumas peculiaridades

que a tornam de grande relevância no contexto da metalurgia. Elas ocorrem no estado sólido; essa é a única semelhança com as outras transformações já tratadas, que são baseadas nos mecanismos difusivos de nucleação e crescimento de grão (Novikov, 1994).

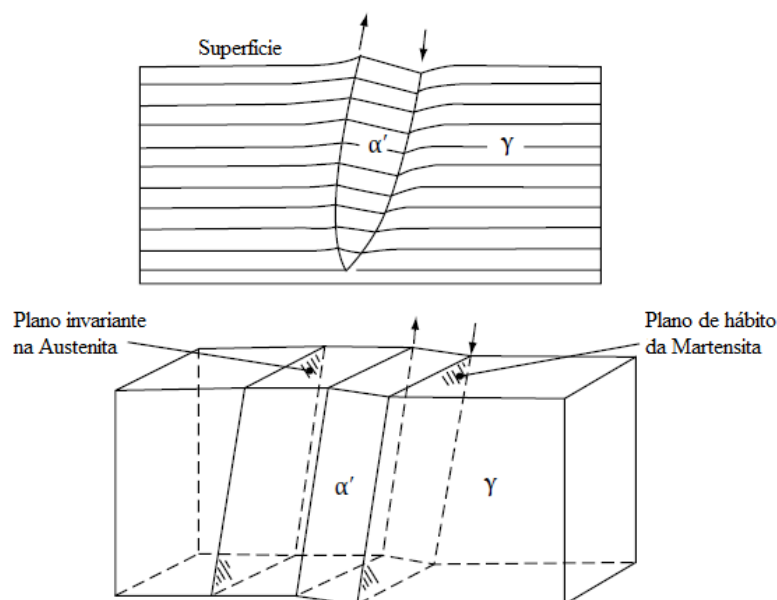
Como se constituindo numa transformação *adifusional* é necessário que a velocidade de resfriamento a partir do campo da fase que dá origem à estrutura martensítica seja acima de uma velocidade crítica – que impossibilite a movimentação atômica inerente à difusão. A transformação que resulta na fase martensítica se processa a partir de uma fase matriz e mantém a composição química da mesma. Outra peculiaridade que a velocidade dessa reação é da ordem da velocidade do som, sendo considerada – para efeitos práticos – instantânea e independente do tempo (Santos, 2006).

Quando a temperatura é reduzida abaixo de um valor crítico ( $T_{ms}$  – *temperature martensite start*) para o sistema, a transformação martensítica tem início. Existem diferentes estruturas possíveis para as fases martensíticas, a depender da composição e do sistema em questão; em geral a fase martensítica possui menor simetria em comparação à fase de alta temperatura da qual ela é originária (Porter et al., 2009).

Quanto ao mecanismo da transformação martensítica, a teoria estabelece que se trata de reação que se processa através de um mecanismo cooperativo, que ocorre nos sólidos quando uma rede se transforma em outra através do movimento rápido e simultâneo dos átomos através de pequenas distâncias e em determinados planos e direções. Isto é, por meio de alguns átomos, de forma conjunta e ordenada, ocorre a movimentação de uma porção definida do material havendo reorientação cristalográfica (Rios e Padilha, 2007; Novikov, 1994).

A formação de martensita não ocorre em toda a estrutura do material, sobrando porções não deformadas da fase matriz. O plano de interface entre a fase martensítica e a matriz é chamado plano de hábito, o qual não sofre distorção nem gira. Dessa invariância do plano de hábito resultam a coerência (ou semi-coerência) da interface entre a fase mãe - ou matriz - e a nova fase e a relativamente pequena deformação elástica durante a transformação martensítica. As deformações se acomodam na estrutura por rotação da célula unitária através de um mecanismo de cisalhamento -

análogo à maclação mecânica que ocorre mais comumente metais que se cristalizam com estrutura hexagonal. A Figura 9 apresenta esquematicamente a configuração de uma porção de material que sofreu esse tipo de transformação (Otsuka e Wayman, 1998; Porter et al., 2009).



**Figura 9 – Esquema evidenciando a interface entre fase matriz e fase martensítica (Fonte: Porter et al., 2009 - adaptada).**

A Figura 10 apresenta uma seção de um material com duas regiões distintas de fase martensítica. A martensita na região A e na região B possuem a mesma estrutura, porém diferentes orientações, sendo chamadas variantes de martensita. Se este material for submetido a uma temperatura acima de determinado limite, o sistema fica instável e a martensita pode sofrer a transformação reversa; caso seja cristalograficamente reversível. A martensita neste caso retornaria para a fase matriz na orientação inicial. Esse mecanismo, chamado de transformação martensítica reversa, é a base do fenômeno de memória de forma que algumas ligas metálicas possuem (Abbaschian e Reed-Hill, 2009; Otsuka e Wayman, 1998).

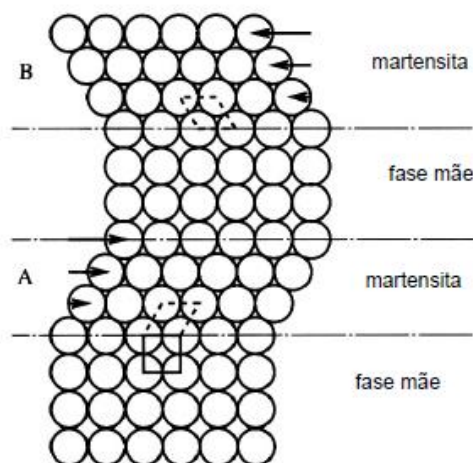


Figura 10 – Esquema evidenciando a interface entre fase matriz e fase martensítica (Fonte: Otsuka e Wayman, 1998 - adaptada).

## 2.5 – TRATAMENTOS TÉRMICOS APLICADOS À LIGA Ti-6Al-4V E ESTRUTURAS ESPERADAS

Nas ligas de titânio, assim como nos aços, os tratamentos térmicos são utilizados para produzir fases e estruturas que apresentem boa combinação entre as propriedades desejáveis para determinada aplicação, para reduzir tensões residuais e para aperfeiçoar as propriedades já existentes na liga (Nunes et al., 1991).

Uma condição singular para realização de qualquer tratamento térmico em ligas de titânio que se processe a temperaturas acima de 400 °C é a da necessidade de proteção da atmosfera de tratamento, a fim de se evitar o contato com oxigênio e nitrogênio (Donachie, 2000).

Essa proteção normalmente se dá através do encapsulamento do material tratado utilizando tubos de vidro de quartzo. Um exemplo é exibido na Figura 11.





Figura 11 - Corpos de prova de liga de titânio encapsulados durante tratamento térmico (Fonte: Cortez et al, 2007).

A Figura 12 retrata o diagrama de fases para ligas de titânio  $\alpha + \beta$  que possuem elementos beta-estabilizadores isomórficos, como o vanádio na liga Ti-6Al-4V. No diagrama, as linhas cheias representam a composição química das fases quando as transformações ocorrem próximas às condições de equilíbrio, como no caso do recozimento. Para o tratamento de têmpera, no qual as transformações de fases ocorrem fora das condições de equilíbrio, as linhas de transformação representadas no gráfico são as linhas pontilhadas. A primeira –  $M_s$  – determina o ponto de início da transformação martensítica e a segunda –  $M_f$  – determina o ponto final da transformação.

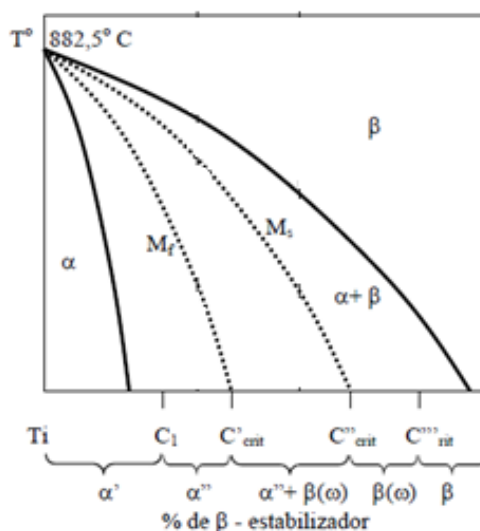


Figura 12 - Diagrama de fases para ligas de titânio alpha + beta que formam sistema isomórfico (Fonte: Matlakhova, 2010 - adaptada).

Nos itens 2.5.1 e 2.5.2 estão indicados os principais parâmetros para os tratamentos de recozimento e têmpera para a liga de titânio Ti-6Al-4V, de acordo com as recomendações de Donachie (2000) – ASM Titanium Handbook.

Também estão apresentadas micrografias encontradas na literatura de amostras da liga Ti-6Al-4V submetidas aos referidos tratamento e as fases obtidas.

### 2.5.1 – Recozimento

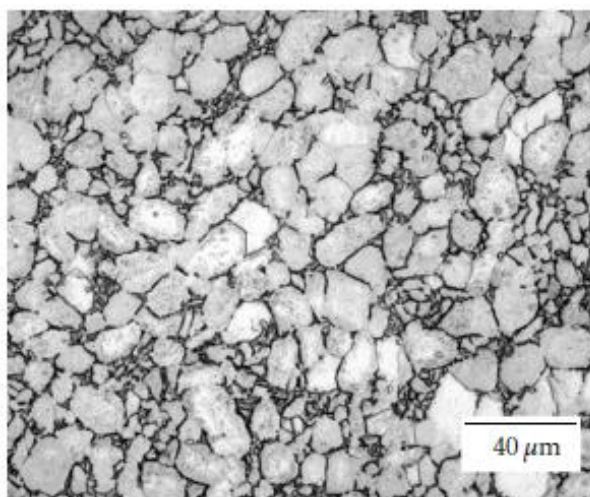
A tabela 4 demonstra, com base na referência citada (Donachie, 2000), os principais parâmetros comumente utilizados para o tratamento de recozimento na liga Ti-6Al-4V.

**Tabela 5 - Parâmetros de Recozimento para a liga Ti-6Al-4V.**

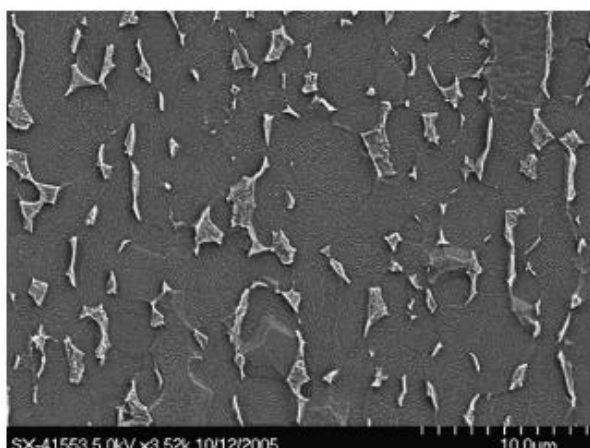
Temperatura de aquecimento	705 °C – 790 °C
Tempo de permanência à temperatura de aquecimento	1 – 4 horas
Atmosfera de tratamento	Necessita de proteção especial (tratamento deve ser feito em forno à vácuo ou com encapsulamento das peças de titânio em tubo de vidro de quartzo a vácuo ou com gás inerte)
Resfriamento	Lento / dentro do forno

De acordo com o diagrama da Figura 12 e com a literatura disponível, para o tratamento de recozimento na liga Ti-6Al-4V se espera uma microestrutura bifásica composta das fases  $\alpha$ -Ti - aproximadamente equiaxial - e  $\beta$ -Ti – localizada preferencialmente nos contornos de grãos da fase  $\alpha$ -Ti.

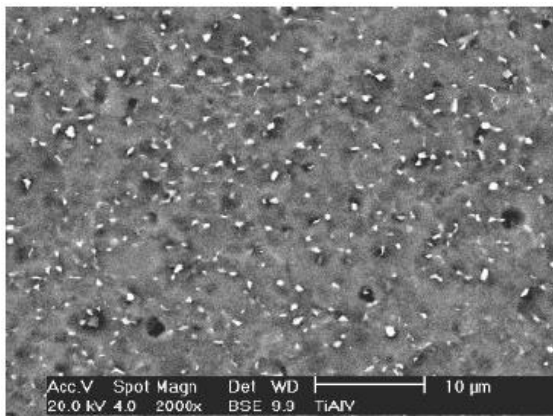
Nas Figuras 13, 14, 15 e 16 observa-se a microestrutura resultante do recozimento obtidas nos trabalhos de Yeom et al., 2012, Li et al., 2007 e Couto et al., 2006 – respectivamente. A partir da análise das Figuras, além das respectivas referências, é possível constatar a formação da fase  $\alpha$ -Ti em grãos aproximadamente equiaxiais e da fase  $\beta$ -Ti localizada nos contornos dos grãos da fase  $\alpha$ -Ti.



**Figura 13- Microestrutura da liga Ti-6Al-4V recozida (Fonte: Yeom et al., 2012).**



**Figura 14 - Microscopia eletrônica de varredura da microestrutura da liga Ti-6Al-4V recozida (Fonte: Li et al., 2007).**



**Figura 15 - Microscopia eletrônica de varredura da microestrutura da liga Ti-6Al-4V recozida (Fonte: Couto et al., 2006).**



**Figura 16 - Microscopia eletrônica de transmissão, com aumento de 12.000x, da microestrutura da liga Ti-6Al-4V recozida revelando a predileção da fase  $\beta$  de ocupar os contornos de grãos da fase  $\alpha$  (Fonte: Couto et al., 2006).**

### 2.5.2 – Têmpera

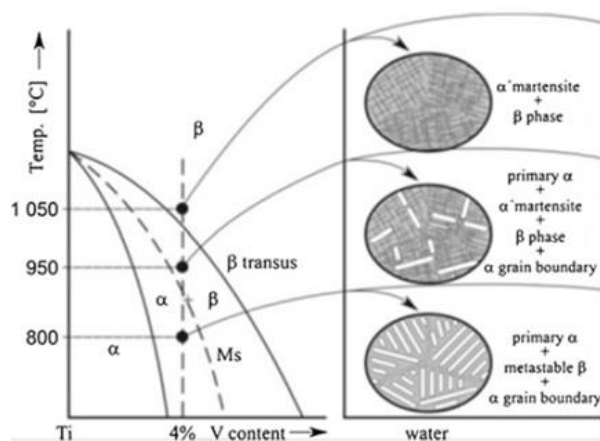
A tabela 5 demonstra, com base na referência citada (Donachie, 2000), os principais parâmetros comumente utilizados para o tratamento de têmpera na liga Ti-6Al-4V.

**Tabela 6 - Parâmetros de Têmpera para a liga Ti-6Al-4V.**

Temperatura de aquecimento	955 °C – 1050°C
Tempo de permanência à temperatura de aquecimento	1h
Atmosfera de tratamento	Necessita de proteção especial (tratamento deve ser feito em forno à vácuo ou com encapsulamento das peças de titânio em tubo de vidro de quartzo a vácuo ou com gás inerte)
Resfriamento	Brusco / em água

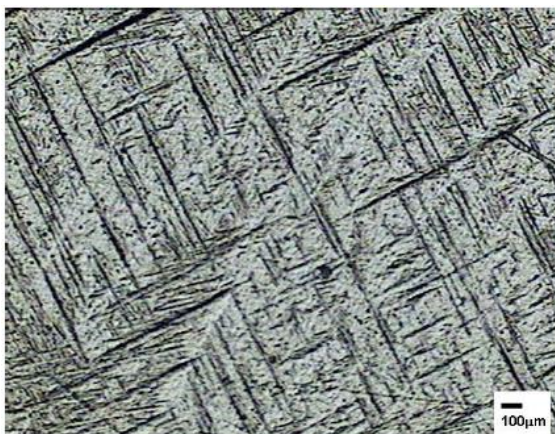
De acordo com o diagrama da Figura 17 e com a literatura disponível, para o tratamento de têmpera na liga Ti-6Al-4V se espera uma microestrutura composta da fase martensítica  $\alpha'$ -Ti no interior dos grãos da fase  $\beta$ -Ti primária que sofre a transformação martensítica, visto que a composição de elemento  $\beta$ -estabilizador para esta liga fica situada antes da composição crítica para a formação da fase martensítica  $\alpha''$  (composição de  $\beta$ -estabilizador  $< C_1$  na Figura12).

A Figura 17 também esquematiza as microestruturas obtidas – em função da temperatura de aquecimento – para a liga Ti-6Al-4V sob resfriamento rápido.

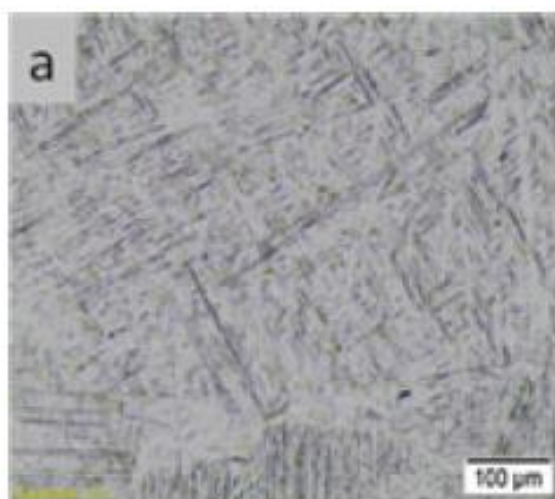


**Figura 17 - Esquema das microestruturas obtidas para têmpera em água na liga Ti-6Al-4V em função da temperatura de aquecimento (Fonte: Abbas et al., 2017 - adaptada).**

Nas Figuras 18 e 19 observa-se a microestrutura resultante de têmpera em água no trabalho de Couto et al., 2006, Andrade et al., 2010 e Abbas et al., 2017 – respectivamente. A partir da análise das Figuras, além das respectivas referências, é possível constatar a formação da fase martensítica  $\alpha'$ -Ti de morfologia agulhar no interior de grãos da fase  $\beta$ -Ti, estável à altas temperaturas e que sofreu a transformação martensítica.



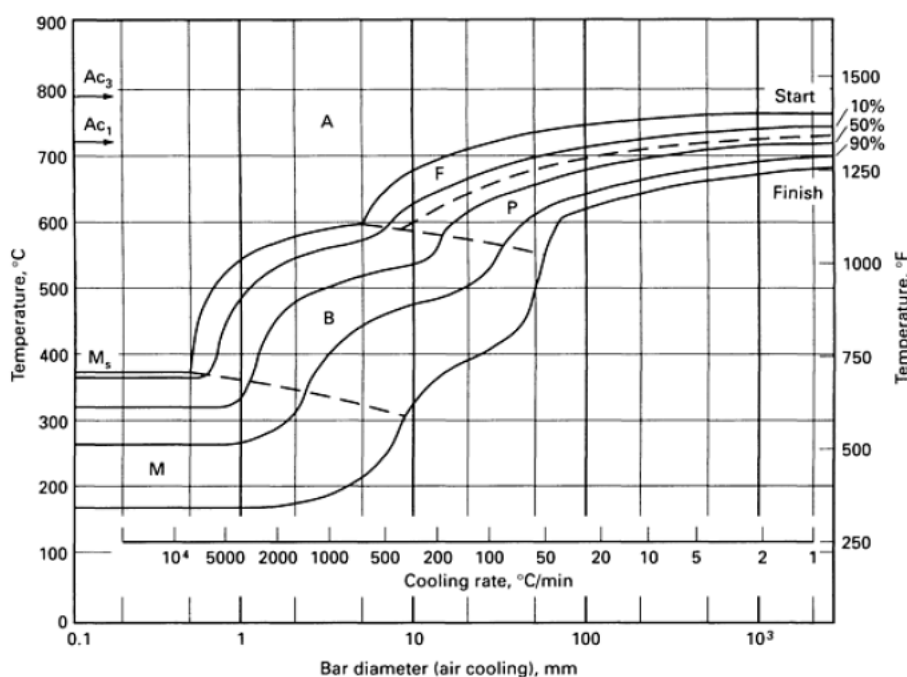
**Figura 18 - Microestrutura martensítica  $\alpha'$  em grãos da fase  $\beta$  primária (transformada) obtida por Andrade et al, 2010 ao realizar têmpera na liga Ti-6Al-4V a 1000°C com uma hora de patamar e resfriamento em água (Fonte: Andrade et al, 2010).**



**Figura 19 - Microestrutura martensítica  $\alpha'$  em grãos da fase  $\beta$  primária (transformada) obtida por Abbas et al, 2017 ao realizar têmpera na liga Ti-6Al-4V a 1000°C com uma hora de patamar e resfriamento em água (Fonte: Abbas et al, 2017).**

## 2.6 – TRATAMENTOS TÉRMICOS APLICADOS AO AÇO AISI 4130 E ESTRUTURAS ESPERADAS

A Figura 21 apresenta o diagrama de transformação por resfriamento contínuo (TRC) para o aço AISI 4130. Uma vez aquecido e mantido tempo suficiente à temperatura acima de  $A_{c3}$  (aproximadamente 810 °C) constata-se que, a depender da taxa com a qual o resfriamento é realizado até a temperatura ambiente, é possível obter a formação de ferrita (F) - chamada de ferrita primária -, perlita (P), bainita (B) e martensita (M) (Nunes et al, 1991).



**Figura 20 - Diagrama TRC de transformação por resfriamento contínuo para o aço AISI 4130 (Fonte: Nunes et al., 1991).**

Nos itens 2.6.1 e 2.6.2 serão indicados os principais parâmetros para os tratamentos de recozimento e têmpera, respectivamente, para o aço AISI 4130 de acordo com as recomendações de Nunes et al. (1991) – ASM Handbook.

Também serão apresentadas micrografias, encontradas na literatura, de amostras do aço AISI 4130 submetidos aos referidos tratamento e as fases obtidas.

### 2.6.1 – Recozimento

A tabela 6 demonstra, com base na referência citada (Nunes et al., 1991), os principais parâmetros comumente utilizados para o tratamento de recozimento no aço AISI 4130.

**Tabela 7 - Parâmetros de recozimento para o aço AISI 4130.**

Temperatura de aquecimento	790 °C – 870 °C
Tempo de permanência à temperatura de aquecimento	1 hora
Atmosfera de tratamento	Não necessita de atmosfera protegida (ar atmosférico normal do forno)
Resfriamento	Lento / dentro do forno

De acordo com o diagrama da Figura 21 e com a literatura disponível, para o tratamento de recozimento no aço AISI 4130 se espera uma microestrutura composta de ferrita primária e perlita em lamelas alternadas de ferrita e cementita – ambas com grãos de morfologia aproximadamente equiaxial.

Nas Figuras 21, 22 e 23 pode-se observar a microestrutura resultante do recozimento obtidas nos trabalhos de Nourani et al., 2011, Bultel e Vogt, 2010 e Jiles, 1988, respectivamente. A análise das imagens, e das respectivas referências, permite constatar a formação da fase ferrita primária e do constituinte lamelar perlita, resultante da reação eutetóide e composto de ferrita e cementita ( $Fe_3C$ ), nos três casos apresentados.



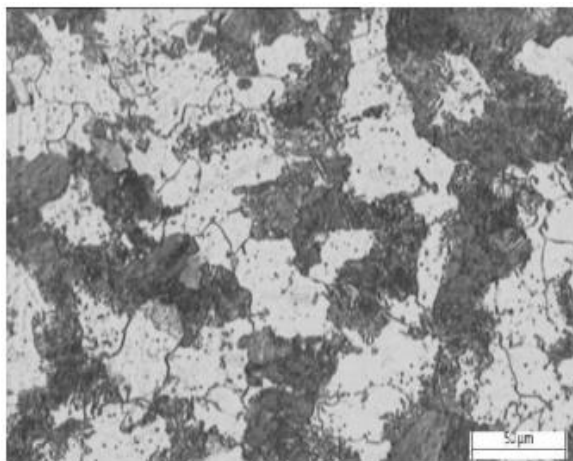


Figura 21 - Microestrutura do aço AISI 4130 recozido (Fonte: Nourani et al., 2011).

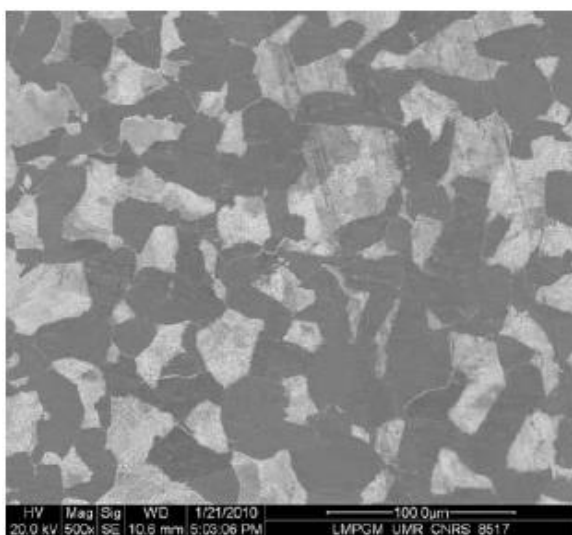


Figura 22 – Microscopia eletrônica de varredura da microestrutura do aço AISI 4130 recozido (Fonte: Bultel e Vogt, 2010).

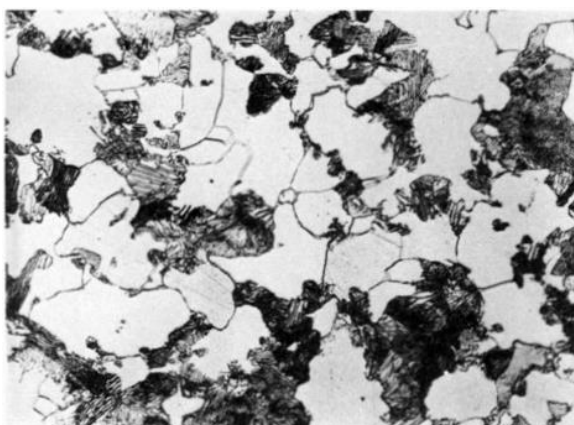


Figura 23 - Microestrutura do aço AISI 4130 recozido (Fonte: Jiles, 1988).

## 2.6.2 – Têmpera

A tabela 7 demonstra, com base na referência citada (Nunes et al., 1991), os principais parâmetros comumente utilizados para o tratamento de têmpera no aço AISI 4130.

**Tabela 8 - Parâmetros de Têmpera para o aço AISI 4130.**

Temperatura de aquecimento	815 °C – 870 °C
Tempo de permanência à temperatura de aquecimento	1 hora
Atmosfera de tratamento	Não necessita de atmosfera protegida (ar atmosférico normal do forno)
Resfriamento	Brusco / em água ou óleo

De acordo com o diagrama da Figura 21 e com a literatura disponível, para o tratamento de têmpera no aço AISI 4130 se espera uma microestrutura composta de martensita com alguma quantidade de austenita retida.

Nas Figuras 24, 25 e 26 está a microestrutura resultante da têmpera obtidas nos trabalhos de Jiles, 1988, Casalino et al., 2019 e Thummikanonth et al., 2018 – respectivamente. A análise das imagens, e das respectivas referências, permite constatar a formação da fase martensítica nos três casos apresentados.



Figura 24 - Microestrutura do aço AISI 4130 temperado (Fonte: Jiles, 1988).

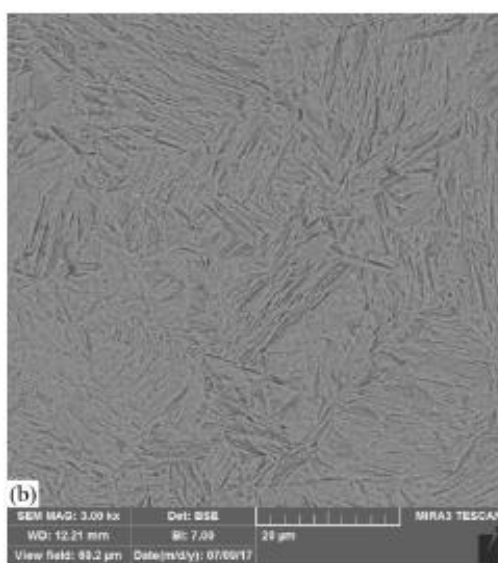


Figura 25 - Microscopia eletrônica de varredura da microestrutura do aço AISI 4130 temperado (Fonte: Casalino et al., 2019).



Figura 26 - Microestrutura do aço AISI 4130 temperado (Fonte: Thummikanonth et al., 2018).

## 2.7 – MÓDULO DE ELASTICIDADE

No contexto da ciência dos materiais, o termo elasticidade está relacionado à relação entre uma tensão aplicada e a deformação por ela imposta; de modo que, cessada a tensão imposta ao material, as dimensões originais do mesmo são restabelecidas. Para metais e suas ligas o módulo de elasticidade consiste em uma propriedade de notável relevância, possuindo estreita relação com outras propriedades – tais como energia de ligação, tensão de escoamento e tensão de ruptura – críticas na seleção e aplicação dos materiais. Ainda, o conhecimento do módulo permite, no regime elástico, prever a deformação que determinado material sofrerá devido à tensão aplicada e estabelecer uma faixa de carga de trabalho segura, evitando deformação permanente (Meyers e Chawla, 2009).

A Figura 27 apresenta o módulo de elasticidade como a derivada da força em função da distância de separação interatômica medida no ponto de equilíbrio na curva de força resultante da ligação. Por meio dessa análise é possível considerar o módulo de elasticidade como um critério para estabelecer se a ligação é fraca ou forte (Callister e Rethwisch, 2014).

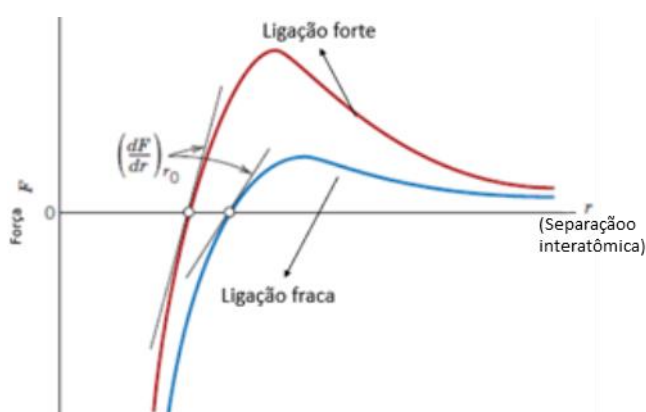


Figura 27 - interpretação do módulo de elasticidade como taxa de variação da força em função da distância interatômica para uma ligação (Fonte: Callister e Rethwisch, 2014 - adaptado).

Sendo assim, pode-se dizer que, intrinsecamente, o módulo de elasticidade, foco principal desta obra, está relacionado com a energia/rigidez das ligações entre

os átomos componentes da liga metálica, de modo que o estiramento das mesmas, sem que haja ruptura, é o fenômeno microscópico que resulta na deformação elástica macroscópica (Shackelford, 2008; Ashby e Jones, 1996).

A Figura 28 esquematiza a relação microscópica do módulo de elasticidade, através das curvas de energia e força da ligação, com a sua consequência macroscópica: a deformação imposta ao corpo em razão da tensão aplicada.

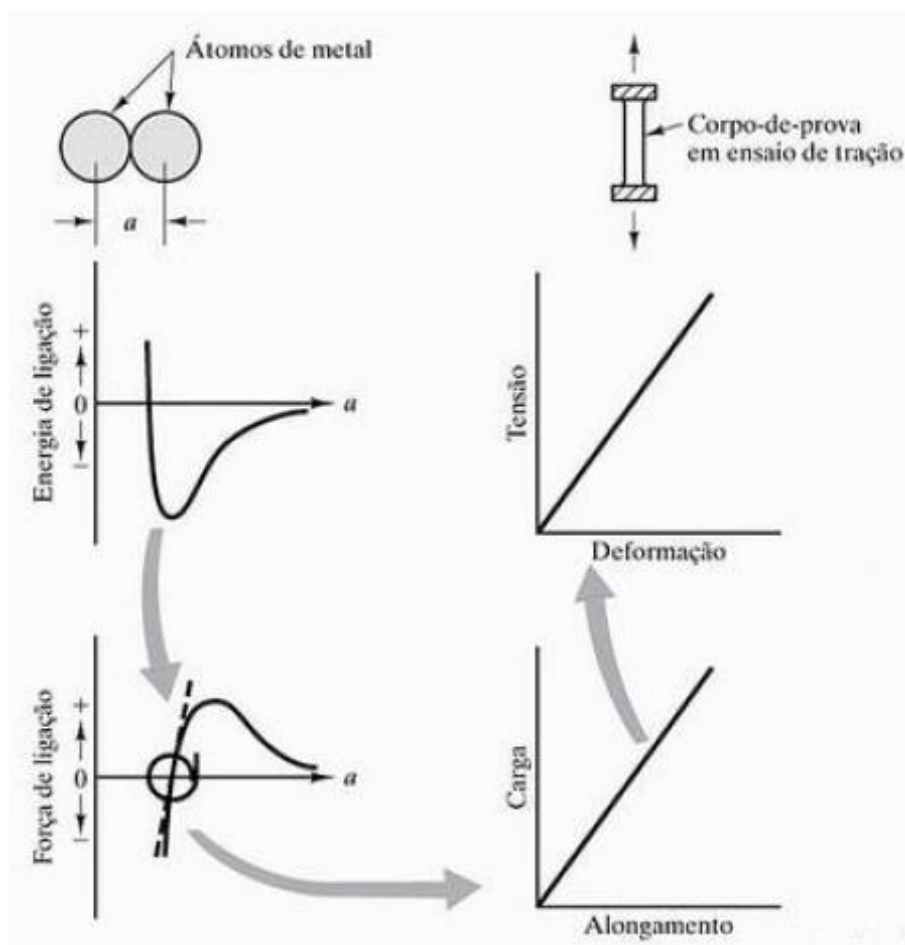


Figura 28- Esquema do significado microscópico do módulo de elasticidade e do efeito macroscópico de uma tensão aplicada ao corpo de prova (Fonte: Shackelford, 2008).

## 2.8 – AMORTECIMENTO INTERNO

Corpos massivos que possuem elasticidade, como é o caso das ligas metálicas, estão sujeitos, em graus que dependem de suas características, a vibração. Duas

formas distintas de vibração referem-se à vibração forçada e a vibração livre (Thomson, 1973).

A vibração forçada ocorre quando o componente oscila sujeito a ação de forças externas, periódicas ou não. Uma condição potencialmente danosa, que pode levar a falhas estruturais, ocorre quando a frequência de oscilação da força externa coincide com a frequência natural de vibração do material que compõe a estrutura. Essa condição é denominada de ressonância, na qual há interação construtiva das amplitudes da frequência da força externa e da oscilação natural do material (Rao, 2011).

Já o caso no qual o material oscila livremente após um impulso inicial, sujeito unicamente a ação de forças que lhe são intrínsecas e na ausência de forças externas ao sistema, a vibração é dita livre. Nesse caso, o sistema irá oscilar com frequências naturais que lhe são inerentes e dependem da rigidez e da densidade do material (Rao, 2011).

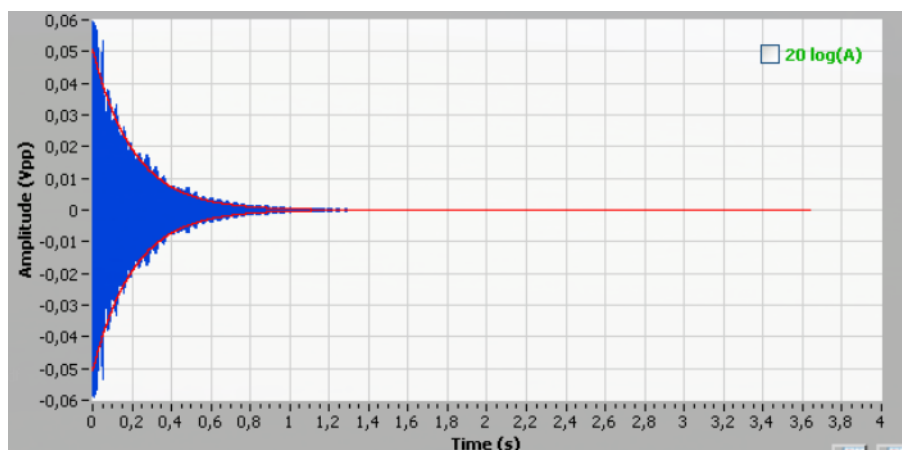
Na técnica de excitação por impulso (TEI), o corpo de prova sofre a aplicação súbita de uma força não periódica. Esse impulso inicial irá gerar no material uma resposta transitória no tempo caracterizada por oscilações que diminuem sucessivamente de amplitudes, até que se finde. Uma vez que a única interação com forças externas ocorre no impulso inicial, o material irá responder a essa excitação oscilando com suas frequências naturais (Thomson, 1973; Cossolino e Pereira, 2010).

A propriedade característica de cada material responsável pela dissipação da energia mecânica advinda do impulso inicial é o amortecimento. Dentre suas várias formas, no contexto do presente trabalho é pertinente tratarmos apenas do amortecimento interno. A distinção do amortecimento interno entre os materiais metálicos está associada a características da microestrutura tais como tamanho de grão, impurezas, densidade de discordâncias, movimento das discordâncias e contornos de grão; além das já citadas densidade e rigidez do material (Cossolino e Pereira, 2010).

O Software Sonelastic® efetua o cálculo do amortecimento pelo método do decremento logarítmico, utilizando para tal o modelo de amortecimento viscoelástico. O significado físico do decremento logarítmico é a atenuação do sinal acústico, gerado

no material em consequência o impulso inicial, no tempo (Rao, 2011; Cossolino e Pereira, 2010).

A Figura 29 mostra o gráfico amplitude das frequências versus tempo de uma medição feita pelo Sonelastic®. A linha vermelha consiste na envoltória (curve fitting) dos picos de frequência, a partir da qual o amortecimento é calculado.



**Figura 29 - Gráfico Amplitude x Tempo para frequências naturais geradas na técnica de excitação por impulso utilizando o software Sonelastic® (Fonte: Cossolino e Pereira, 2010).**

## 2.9 – TÉCNICA DE EXCITAÇÃO POR IMPULSO (TEI)

A técnica de excitação por impulso (TEI) se baseia na resposta acústica, em vibração livre, do material do qual se deseja determinar as propriedades elásticas. A excitação é feita através de um breve impacto na amostra, o que gera vibrações de frequências naturais, a depender, basicamente, do material e temperatura da amostra. O processamento dos sinais obtidos e o cálculo do módulo de elasticidade são realizados por um software específico (ASTM E1876, 2005).

A Figura 30 representa um dos arranjos possíveis para a execução do ensaio pela TEI.

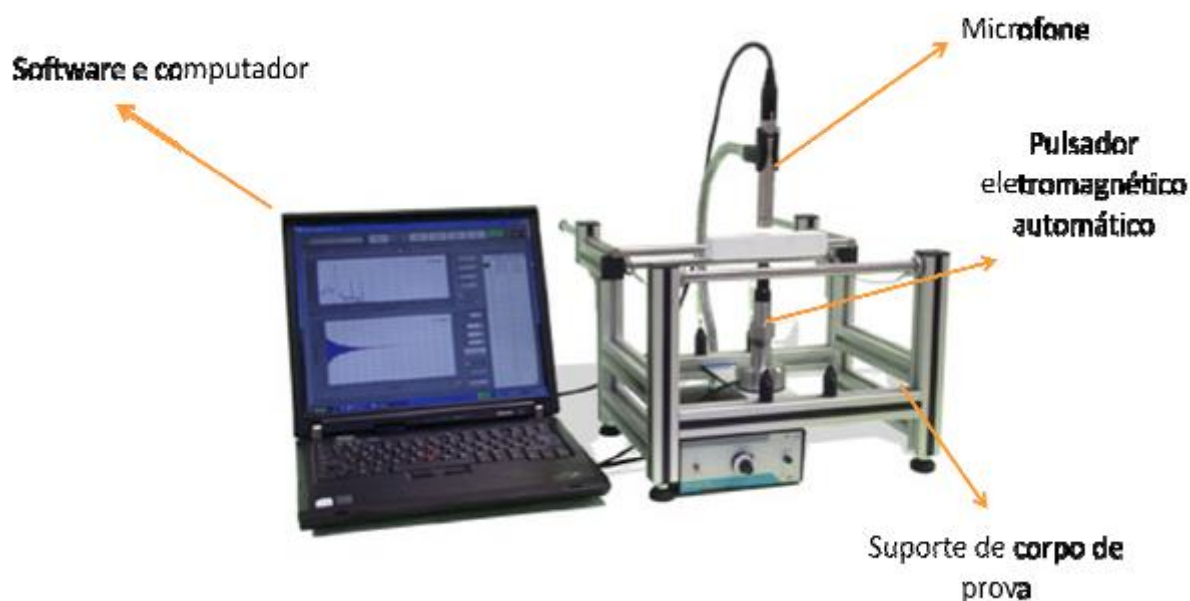


Figura 30 – Equipamento para ensaio utilizando a TEI (Fonte: Cossolino e Pereira, 2010).

Na Figura 31 estão ilustradas duas possíveis montagens para a medição, respectivamente, dos módulos de elasticidade,  $E$ , (Young) e de Cisalhamento,  $G$ , (torcional).

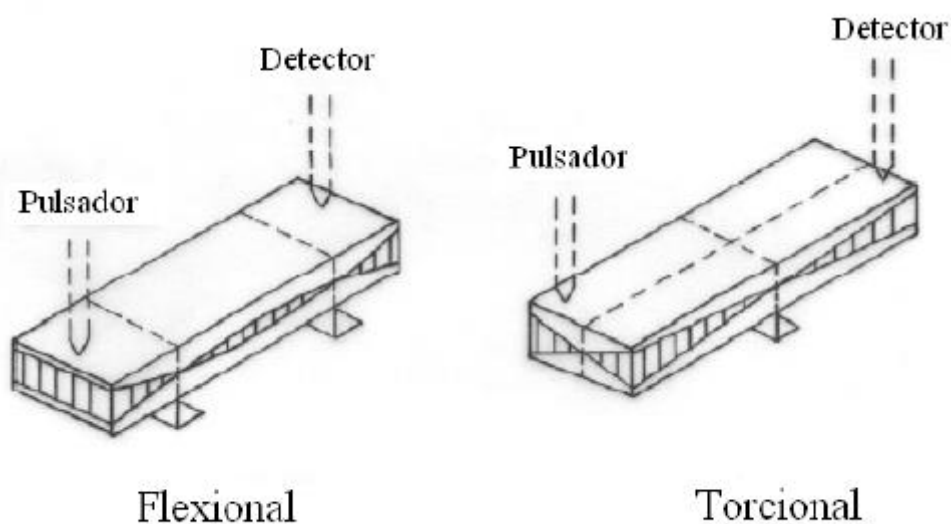


Figura 31 – Posição dos instrumentos e da amostra para medição de frequência flexional e torcional (Fonte: Cossolino e Pereira, 2010).



O pulsador produz o impacto que irá gerar a resposta acústica do material. Essa vibração será captada pelo microfone, processada e exibida pelo software instalado no computador.

As vantagens apresentadas quando a medição de propriedades elásticas é feita pela TEI, quando comparada a técnica de ultrassom e de aplicação de carga quase-estática, são amplas (Cossolino e Pereira, 2010).

- Quanto à geometria passível de se realizar o ensaio: a TEI permite ensaio em qualquer geometria, enquanto o processo quase-estático exige corpo de prova em dimensões determinadas por norma técnica;
- Ensaio não destrutivo: essa vantagem é das mais relevantes, especialmente em contexto de manutenção preditiva – mais moderna – onde, por meio da TEI, é possível realizar ensaios para avaliar a integridade do material e, posteriormente, retorná-lo para operação. Além disso, é possível exercer um controle de qualidade já em peças acabadas;
- Quanto à incerteza no resultado da medição: a TEI é a que apresenta menor incerteza relacionada ao método. A técnica de ultrassom é altamente dependente do operador; o método quase-estático tem maior incerteza associada por razões inerentes ao processo;
- Quanto ao tempo de medição: a TEI apresenta o menor tempo de medição, já que o resultado é fornecido pelo software. Além disso, é facilmente repetido;
- Quanto as constantes medidas: no método quase estático, o que se obtém da interpretação direta da curva tensão x deformação é o módulo de elasticidade – ou módulo de Young. No ultrassom, além do módulo de elasticidade, é possível estimar o coeficiente de Poisson. Já na TEI, é possível obter – simultaneamente – os módulos de elasticidade e de cisalhamento e ainda o coeficiente de Poisson.
- Outra possibilidade exclusiva da TEI é a obtenção da variação das constantes elásticas em função da temperatura. As capacidades propiciadas por essa possibilidade são amplas. Por exemplo, é possível fazer análise do dano estrutural causado por um choque térmico no material, acompanhar transformações de fases, mensurar a magnitude de danos estruturais, acompanhar a propagação de trincas, dentre outras.

Os ensaios podem realizados em aparato experimental que já informa o valor, através de processamento em *software*, das propriedades desejadas, ou que informa apenas as frequências de vibração naturais detectadas e, através de cálculos, pode-se chegar às propriedades elásticas desejadas. O *software* Sonelastic<sup>®</sup>, que será utilizado neste trabalho, através de processamento dos dados gerados informa os valores do módulo de elasticidade e do amortecimento, além de outras propriedades elásticas. Entretanto, a pretexto de informação, os cálculos nos quais se baseia o método estão expostos nas equações de 4 a 9, conforme a norma ASTM E1876 do ano de 2005.

Para o cálculo do módulo de Young em uma barra de seção retangular excitada em flexão, é aplicada a equação 4.

$$E = 0,9465 \left( \frac{m \cdot f_f^2}{b} \right) \left( \frac{L^3}{t^3} \right) T_1 \quad (4)$$

Onde:  $E$  - Módulo de Young, [Pa];

$m$  – massa da barra, [g];

$b$  - Largura da barra, [mm];

$L$  – Comprimento da barra, [mm];

$t$  – Altura/Espessura da barra, [mm];

$f_f$  – Frequência de ressonância fundamental flexional, [Hz];

$T_1$  - fator de correção - dado pela equação 5 - para o modo flexional fundamental para considerar espessura finita de barra e calcular a razão de Poisson.

$$T_1 = 1 + 6,585(1 + 0,0752\mu + 0,8109\mu^2) \left(\frac{t}{L}\right)^2 - 0,868 \left(\frac{t}{L}\right)^4 - \left[ \frac{8,340(1 + 0,2023\mu + 2,173\mu^2) \left(\frac{t}{L}\right)^4}{1,000 + 6,338(1 + 0,1408\mu + 1,536\mu^2) \left(\frac{t}{L}\right)^2} \right] \quad (5)$$

Onde:  $T_1$  - fator de correção para o modo flexional fundamental para considerar espessura finita de barra e calcular a razão de Poisson;

$\mu$  – Razão de Poisson;

$L$  – Comprimento da barra, [mm];

$t$  – Altura/Espessura da barra, [mm].

No caso de  $\frac{L}{t} \geq 20$ , o fator de correção  $T_1$  pode ser simplificado para a relação dada na equação 6.

$$T_1 = \left[ 1,000 + 6,585 \left(\frac{t}{L}\right)^2 \right] \quad (6)$$

Onde:  $T_1$  - fator de correção para o modo flexional fundamental para considerar espessura finita de barra e calcular a razão de Poisson;

$L$  – Comprimento da barra, [mm];

$t$  – Altura/Espessura da barra, [mm].

Se  $\frac{L}{t} < 20$  e a razão de Poisson for conhecida, então  $T_1$  pode ser calculado através da equação 5.

Se  $\frac{L}{t} < 20$  e a razão de Poisson não for conhecida, escolhe-se um valor inicial para a mesma e então um processo de iterações é feito – com base nos módulos de Young e de cisalhamento experimentais – para calcular a verdadeira razão de Poisson.

Para o cálculo do módulo de Young em uma barra de seção circular excitada em flexão, é aplicada a equação 7.

$$E = 1,6067 \left( \frac{L^3}{D^4} \right) (mf_f^2) T_1' \quad (7)$$

Onde:  $E$  - Módulo de Young, [Pa];

$L$  – Comprimento da barra, [mm];

$D$  – Diâmetro da barra, [mm];

$m$  – Massa da barra, [mm];

$f_f$  – Frequência de ressonância fundamental flexional, [Hz];

$T_1'$  - Fator de correção - dado pela equação 8 - para o modo flexional fundamental para considerar o diâmetro finito da barra e calcular a razão de Poisson.

$$T_1' = 1 + 4,939(1 + 0,0752\mu + 0,8109\mu^2) \left( \frac{D}{L} \right)^2 - 0,4883 \left( \frac{D}{L} \right)^4 - \left[ \frac{4,691(1 + 0,2023\mu + 2,173\mu^2) \left( \frac{D}{L} \right)^4}{1,000 + 4,754(1 + 0,1408\mu + 1,536\mu^2) \left( \frac{D}{L} \right)^2} \right] \quad (8)$$

Onde:  $T'_1$  - Fator de correção - dado pela equação 8 - para o modo flexional fundamental para considerar o diâmetro finito da barra e calcular a razão de Poisson;

$\mu$  – Razão de Poisson;

$L$  – Comprimento da barra, [mm];

$D$  – Diâmetro da barra, [mm].

Caso  $\frac{L}{D} \geq 20$ , o fator de correção  $T'_1$  pode ser simplificado para a relação dada na equação 9.

$$T'_1 = \left[ 1,000 + 4,939 \left( \frac{D}{L} \right)^2 \right] \quad (9)$$

Onde:  $T'_1$  - Fator de correção - dado pela equação 8 - para o modo flexional fundamental para considerar o diâmetro finito da barra e calcular a razão de Poisson.

$L$  – Comprimento da barra, [mm];

$D$  – Diâmetro da barra, [mm].

Se  $\frac{L}{D} < 20$  e a razão de Poisson for conhecida, então  $T'_1$  pode ser calculado através da equação 8.

Se  $\frac{L}{D} < 20$  e a razão de Poisson não for conhecida, escolhe-se um valor inicial para a mesma e então um processo de iterações é feito para calcular a verdadeira razão de Poisson.

A Figura 32 apresenta a interface do *software* Sonelastic® durante a medição de uma barra de seção circular.

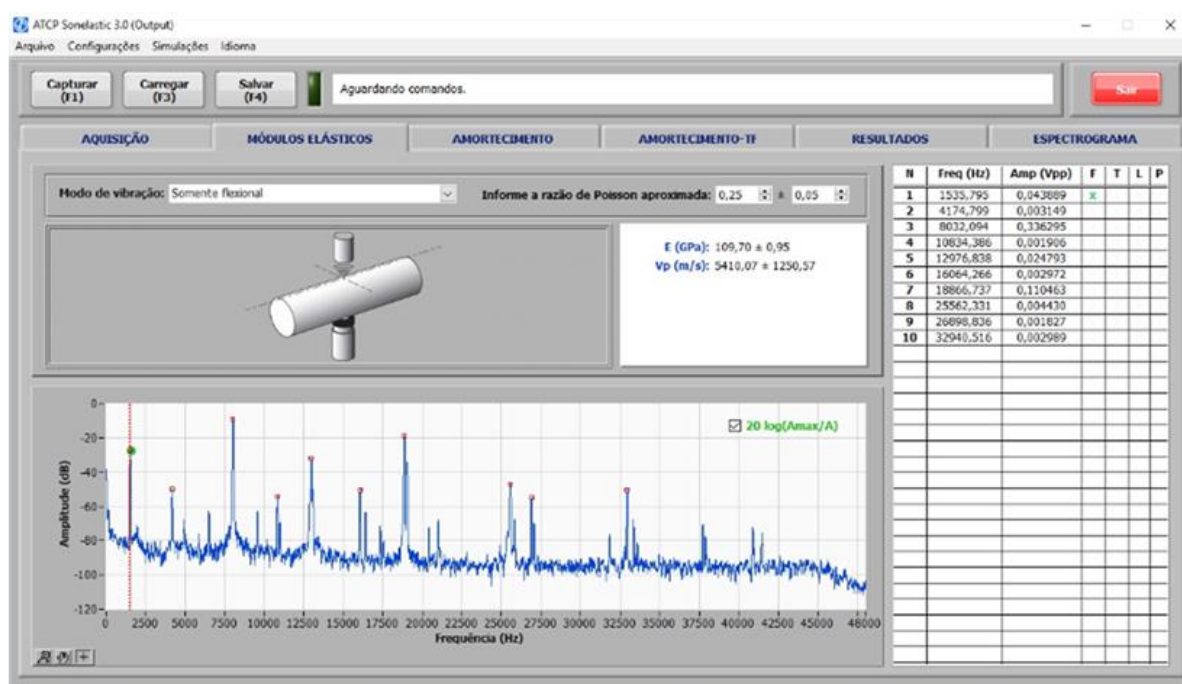


Figura 32 - Interface do software Sonelastic® (Fonte: O autor).

## CAPÍTULO 3: MATERIAIS E MÉTODOS

### 3.1 – MATERIAIS

#### 3.1.1 – Corpos de prova da liga Ti-6Al-4V

Os corpos de prova da liga Ti-6Al-4V foram retirados de hastes cilíndricas adquiridas comercialmente (Figura 42). As amostras possuem geometria cilíndrica, com 8 mm de diâmetro e 150 mm comprimento. As dimensões foram definidas com base nos critérios da TEI utilizando o aparato experimental que será apresentado na seção 3.9.



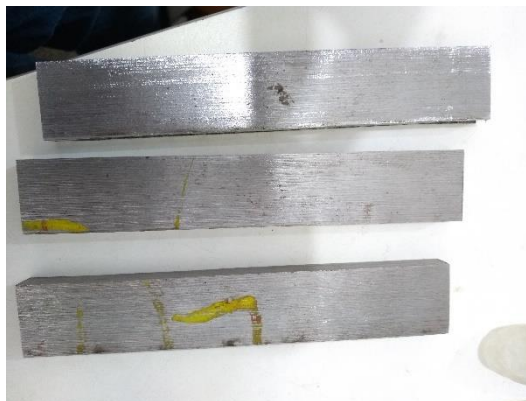
**Figura 33 – Padrão de corpo de prova produzido da liga Ti-6Al-4V (Fonte: O autor).**

Foram fabricados oito corpos de prova da liga, os quais foram separados em dois lotes de quatro amostras. Um lote foi submetido ao tratamento térmico de recozimento e outro à têmpera, conforme descrito, respectivamente, nas seções 3.2.1.1 e 3.2.1.2. Um espécime de cada lote foi utilizado para a etapa de amostragem das técnicas de caracterização posteriormente aplicadas.

#### 3.1.2 – Corpos de prova do Aço AISI 4130

O aço AISI 4130 foi adquirido comercialmente na forma de uma placa plana. As amostras de aço produzidas possuem geometria retangular, com espessura de 10 mm, largura de 25 mm e comprimento de 150 mm (Figura 43).

Para o aço as dimensões também seguiram as restrições impostas pelo método da TEI para detecção das constantes elásticas dos materiais.



**Figura 34 – Padrão de corpos de prova produzidos da liga AISI 4130 (Fonte: O autor).**

Foram fabricados oito corpos de prova dessa liga, sendo quatro deles submetidos à recozimento e quatro à têmpera, conforme será exposto nas seções 3.2.2.1 e 3.2.2.2, respectivamente. Um espécime de cada lote de quatro foi separado para a etapa de amostragem das técnicas de caracterização aplicadas posteriormente.

## **3.2 – TRATAMENTOS TÉRMICOS NAS LIGAS ANALISADAS**

As amostras das ligas de titânio e de aço, no presente trabalho, foram submetidas aos tratamentos térmicos de recozimento e têmpera, objetivando-se obter composições fásicas mais próximas quanto possível dos estados estável e metaestável, respectivamente.

### **3.2.1 – Liga Ti-6Al-4V**

Os tratamentos térmicos de recozimento e têmpera na liga Ti-6Al-4V foram realizados nas dependências da COPPE-UFRJ, em laboratório do departamento de



metalurgia física do programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Materiais. O forno utilizado foi da marca *CARBOLITE*, modelo *GPC 1300*.

Para realização dos processamentos térmicos, os corpos de prova da liga Ti-6Al-4V foram encapsulados em tubos de vidro de quartzo em atmosfera inerte – com gás argônio (Figura 36). Esse procedimento se fez necessário para evitar o contato com oxigênio e nitrogênio, uma vez que acima de 400 °C - em ligas de titânio - ocorre a formação acelerada de óxidos e nitretos indesejáveis (Donachie, 2000).



**Figura 35 - Corpos de prova da liga Ti-6Al-4V encapsulados em tubo de quartzo em atmosfera de argônio (Fonte: O autor).**

### 3.2.1.1 – Recozimento

Os parâmetros do tratamento de recozimento utilizados para a liga Ti-6Al-4V estão relacionados na tabela 8.

**Tabela 9 - Parâmetros de tratamento de recozimento aplicados às amostras da liga Ti-6Al-4V (Fonte: O autor).**

Temperatura de aquecimento	760 °C
Tempo de permanência à temperatura de aquecimento	1 hora
Resfriamento	Lento / no forno

### 3.2.1.2 – Têmpera

Os parâmetros do tratamento de têmpera utilizados para a liga Ti-6Al-4V estão relacionados na tabela 9.

**Tabela 10 - Parâmetros de tratamento de têmpera aplicados às amostras da liga Ti-6Al-4V (Fonte: O autor).**

Temperatura de aquecimento	1050 °C
Tempo de permanência à temperatura de aquecimento	1 hora
Resfriamento	Brusco / água fria

### 3.2.2 – Aço AISI 4130

Os tratamentos térmicos de recozimento e têmpera no aço foram realizados nas dependências da Universidade Candido Mendes, no Laboratório de Tratamentos Térmicos e Ensaio Não Destrutivos do departamento de Engenharia Mecânica. Foi utilizado um forno mufla da marca *QUIMIS*.

#### 3.2.2.1 – Recozimento

Os parâmetros do tratamento de recozimento utilizados para o aço 4130 estão relacionados na tabela 10.

**Tabela 11 - Parâmetros de tratamento de recozimento aplicados às amostras de aço AISI 4130 (Fonte: O autor).**

Temperatura de aquecimento	860 °C
Tempo de permanência à temperatura de aquecimento	1 hora
Resfriamento	Lento / no forno

### 3.2.2.2 – Têmpera

Os parâmetros do tratamento de têmpera utilizados para o aço 4130 estão relacionados na tabela 11.

**Tabela 12 - Parâmetros de tratamento de têmpera aplicados às amostras de aço AISI 4130 (Fonte: O autor).**

Temperatura de aquecimento	870 °C
Tempo de permanência à temperatura de aquecimento	1 hora
Resfriamento	Brusco / água fria

## 3.3 – DIFRAÇÃO DE RAIOS X

A difração de raios X foi realizada com a finalidade de identificação das fases presentes nas amostras obtidas a partir do corpo de provas das ligas tratadas por recozimento e têmpera. A identificação incluiu a determinação da posição e intensidade dos picos difratados e respectivos planos cristalográficos, comparando os dados com as fichas disponíveis na base de dados *International Centre for Diffraction Data* (ICDD). Os códigos (PDF) das fichas utilizadas são apresentados na apêndices de A a D.

O difratômetro utilizado, da marca *Bruker* e do modelo *D8 DISCOVER*, pertence ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Materiais da COPPE-UFRJ.

O equipamento foi programado para realizar as análises por difração de raios X, tanto para a liga Ti-6AL-4V quanto para o aço AISI 4130, com os parâmetros expostos pela tabela 12.

**Tabela 13 – Parâmetros utilizados para a difração de raios X.**

Tubo utilizado	Cobre (Cu)
Proveniência da radiação	Camada $K\alpha$
Ângulos de varredura	20° a 100°
Passo de varredura ( $\Delta\theta$ )	0,03°
Tempo de medição por passo	3s

### 3.4 – PREPARAÇÃO METALOGRÁFICA

Todas as etapas que compõem a preparação metalográfica e respectivos equipamentos e materiais consumíveis utilizados estão localizados na oficina de preparação metalográfica do Laboratório de Materiais Avançados (LAMAV) da UENF.

Após os tratamentos térmicos, quatro corpos de prova, um de cada liga e tipo de processamento térmico, foram separados para que deles fossem obtidas amostras para as técnicas de caracterização que foram realizadas.

Os cortes necessários à preparação das amostras foram realizados de forma a minimizar ao máximo o encruamento relativo a esta fase da preparação metalográfica. Todos os procedimentos desta natureza foram realizados via úmida, no equipamento *Minitom* da marca *Struers*, com disco diamantado e em baixa rotação.

As amostras submetidas ao recozimento foram embutidas a quente, na embutidora da marca *Arotec* modelo *PRE 30 automática*. Já as amostras submetidas à têmpera foram embutidas à frio, utilizando para tal a resina *EpoFix* da marca *Struers*.

Posteriormente, as amostras foram lixadas manualmente, via úmida, com lixas de granulometria progressivamente mais fina na seguinte sequência: 100, 220, 320, 400, 600 e 1200 mesh.

Após o lixamento as amostras foram dispostas no aparelho de ultrassom modelo *USC – 1450A* da marca *UNIQUE*, sendo submetidas a uma frequência de 25

KHz, durante 7 minutos, em béquer com 50 ml de água destilada com cinco gotas de detergente neutro. Essa operação teve como propósito a expulsão de partículas abrasivas provenientes das lixas que poderiam ter aderido à resina de embutimento durante a etapa de lixamento.

Na sequência do ultrassom, as amostras foram polidas manualmente via úmida com abrasivos de alumina suspensos em veículo semifluido. O pano de polimento e a solução de abrasivo utilizados foram da marca *Arotec*. Utilizou-se duas granulometrias de abrasivos, 1  $\mu\text{m}$  e 0,3  $\mu\text{m}$ .

Durante toda a preparação das amostras, um microscópio metalográfico Olympus foi utilizado para acompanhamento e controle das etapas que compõem a preparação metalográfica. Por meio de seu uso, foi maior a garantia de que cada etapa da preparação eliminou a influência da etapa precedente na microestrutura do material. Os aumentos utilizados foram de 50x durante as etapas de lixamento e de 100x durante as duas etapas de polimento. Em ambas etapas, as observações foram feitas somente em regime de campo claro.

Por fim, foi realizado o ataque químico. O propósito desta etapa é criar na superfície da amostra polida um microrrelevo estrutural passível de ser detectado e observado através dos microscópios utilizados para observação e análise microestrutural.

No ataque químico esse microrrelevo se forma e a microestrutura é revelada devido à dissolução seletiva, pelos reagentes químicos, dos componentes e das diferentes regiões da amostra. Ou seja, em contato com o reagente químico utilizado para fazer o ataque, as diferentes regiões da amostra formarão pares anódico-catódicos. A região com potencial mais eletronegativo é anódica e se dissolve com maior velocidade em relação à região catódica (Matlakov, 2011).

Foram utilizados diferentes reagentes para atacar as ligas estudadas. Para a liga Ti-6Al-4V foi utilizado o reagente *Kroll*, com a composição de 2%HF (ácido fluorídrico), 10%HNO<sub>3</sub> (ácido nítrico) e 88%H<sub>2</sub>O (água destilada). Para o aço AISI 4130, foi utilizado o reagente *Nital 2%*, com a composição de 2%HNO<sub>3</sub> (ácido nítrico) e 98%C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH (álcool etílico).

### 3.5 – MICROSCOPIAS ÓPTICA E CONFOCAL

A microscopia óptica (MO) e a microscopia confocal (MC) foram empregadas para análise superficial e morfológica das microestruturas obtidas pós tratamentos térmicos. As técnicas consistiram em importante meio de assegurar a obtenção das fases desejadas, ainda que de forma preliminar e dependente das outras técnicas posteriormente aplicadas para ratificar a afirmação.

O microscópio óptico utilizado na caracterização microestrutural é da marca *OLYMPUS* e modelo invertido *GX41*, localizado no LAMAV-UENF.

O microscópio confocal utilizado também pertence ao LAMAV-UENF e seu modelo é *LEXT OLS4000* da marca *OLYMPUS*.

### 3.6 – MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi utilizada para análise microestrutural mais minuciosa das amostras. Por meio desta técnica foi possível obter aumentos inexequíveis nas MO e MC, e conseqüentemente, a detecção das fases com maior precisão.

Ademais, através da técnica de Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS), foi possível realizar microanálises químicas semiquantitativas, a fim de detectar a participação de cada elemento químico da liga nas fases obtidas.

O MEV utilizado, da marca *SHIMADZU* e modelo *SSX-550*, ao qual está acoplado o equipamento de microanálise por EDS, fica localizado no LAMAV-UENF.

### 3.7 – MEDIÇÃO DE DUREZA

A medida de dureza foi realizada nas amostras tratadas termicamente com o intuito de constatar a influência dos ciclos térmicos realizados na resistência mecânica da liga. Isto para, através de uma propriedade mecânica ligada a deformação plástica,

dar suporte às conclusões, a respeito da microestrutura, que foram apontadas através das análises morfológicas obtidas por MO e MC.

Foram realizadas dez medições para cada amostra, a fim de realizar análise estatística. Foram calculados a média, o desvio padrão e o erro absoluto. O erro absoluto foi calculado considerando o modelo de distribuição normal e utilizando um coeficiente de Student (t) igual a 1,96, relativo a uma probabilidade de noventa e cinco por cento ( $P=0,95$ ).

O durômetro utilizado, modelo *DIGITAL MICROHARDNESS TESTER* da marca *Time Group Inc*, fica localizado no LAMAV-UENF. Ao equipamento está acoplado sistema óptico através do qual faz-se a medição das diagonais deixadas pelo penetrador e, então, calcula-se o valor da dureza do material na escala *Vickers*.

### 3.8 – ANÁLISE TÉRMICA POR DILATOMETRIA

As técnicas de análise térmica são aplicadas com o intuito de analisar a variação de determinada propriedade do material em estudo em função da temperatura.

A técnica de dilatometria consiste em um tipo de análise térmica que quantifica a variação de comprimento/volume da amostra analisada em função da temperatura. Dentre as muitas possíveis aplicações da dilatometria, está o estudo da transformação de fase em materiais no estado sólido (Rodrigues e Marchetto, 2013).

A dilatometria foi realizado com o objetivo de determinar os intervalos críticos de temperatura para transformação de fases nas ligas analisadas.

O ensaio foi realizado com programação controlada de taxa de aquecimento e resfriamento de cinco graus *Celsius* por minuto ( $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ). Este parâmetro foi utilizado tanto para a liga Ti-6Al-4V quanto para o aço AISI 4130. As temperaturas finais atingidas em cada análise estão na tabela 13.

**Tabela 14 - Temperaturas utilizadas nas análises térmicas por dilatometria.**

Ti-6Al-4V		AISI 4130	
Recozido	Temperado	Recozido	Temperado
750 °C	1050 °C	900 °C	900 °C

O dilatômetro utilizado, do modelo *DIL 402 PC* e da marca *NETZSCH*, fica localizado no LAMAV-UENF.

### **3.9 – TÉCNICA DE EXCITAÇÃO POR IMPULSO**

Os ensaios através da TEI foram primeiramente realizados à temperatura ambiente para determinação do módulo de elasticidade (E) na liga de titânio e dos módulos de elasticidade (E), de cisalhamento / torcional (G) e coeficiente de Poisson (U) no aço. Posteriormente, o módulo de elasticidade (E) e o amortecimento foram medidos durante o aquecimento e o resfriamento para ambas as ligas.

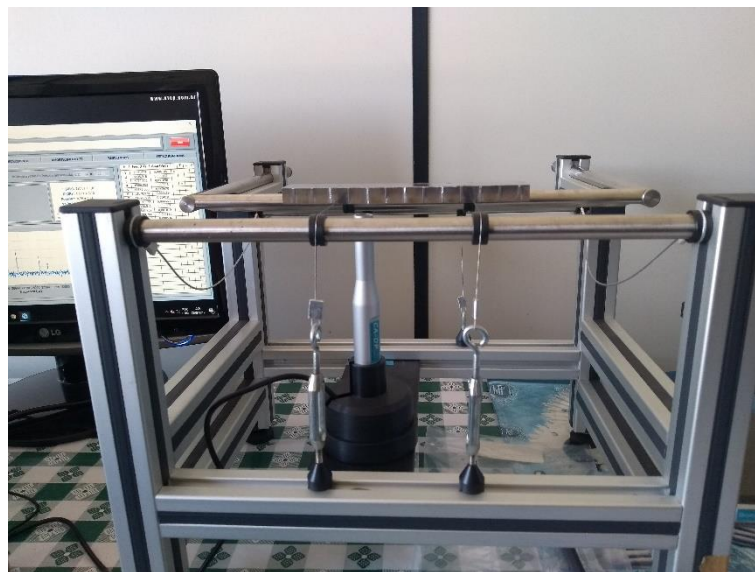
A limitação da medição, à temperatura ambiente, apenas do módulo de elasticidade (E) para a liga Ti-6Al-4V se deve à restrição imposta pela geometria das amostras preparadas para esta liga.

Para caracterização também das propriedades de módulo de cisalhamento / torcional (G) e do coeficiente de Poisson (U) seria necessário que a geometria da seção transversal da amostra fosse quadrada ou retangular (ASTM, 2005).

#### **3.9.1 – Determinação dos módulos elásticos dinâmicos à temperatura ambiente**

Para a determinação das constantes elásticas à temperatura ambiente foi utilizado o aparato experimental localizado no LAMAV-UENF, no setor de metalurgia física. Tal arranjo, mostrado na Figura 36, consiste em suporte para amostra, microfone para captação da resposta acústica do material ao impulso, pulsador manual e o *software* Sonelastic® instalado em computador genérico do tipo *desktop*.





**Figura 36 – Arranjo experimental para medição de propriedades elásticas à temperatura ambiente através da técnica de excitação por impulso (Fonte: O autor).**

### **3.9.2 – Determinação da variação dos módulos elásticos dinâmicos em função da temperatura**

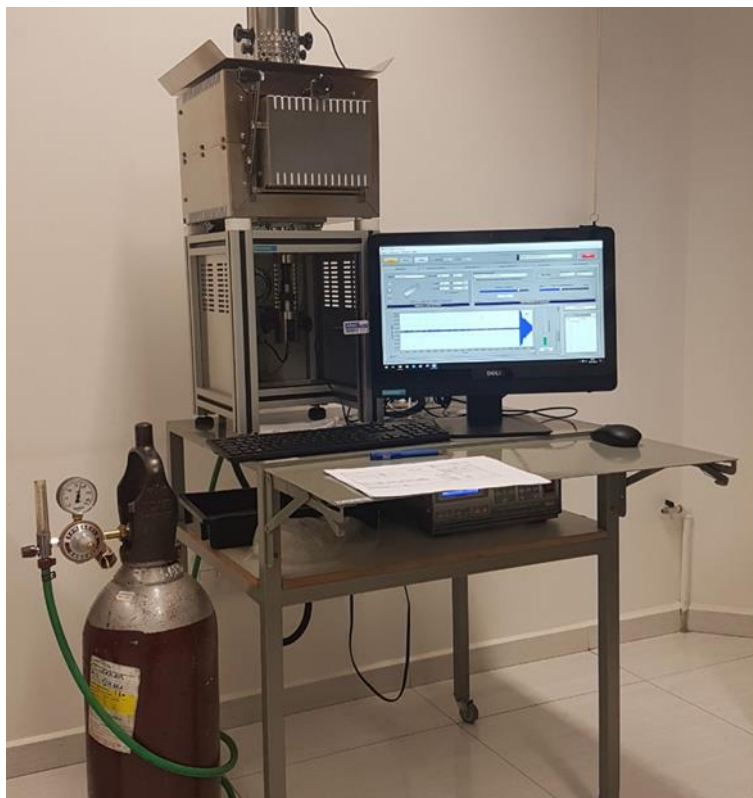
Com o objetivo de verificar o comportamento do módulo de elasticidade dinâmico e do amortecimento em função da temperatura, foram realizadas medições *in situ* durante o aquecimento e resfriamento das amostras até as temperaturas de 1050 °C para a liga Ti-6Al-4V e 900 °C para o aço AISI 4130.

Para as medições realizadas na liga de titânio, foi utilizado fluxo contínuo de gás argônio no interior do forno, a fim de prover a atmosfera inerte que as ligas de titânio demandam à altas temperaturas, conforme já citado.

O equipamento utilizado nesta etapa pertence à empresa *ATCP Engenharia Física*, localizada na cidade de Ribeirão Preto – SP.

Na Figura 37 é possível observar o forno que tem em seu interior adaptado um suporte para realização da TEI. Abaixo do forno fica localizado o microfone para captação da resposta acústica do material. Ao lado do está o cilindro de argônio e em cima da bancada vê-se o monitor com a interface do *software* Sonelastic® que foi utilizado.

Na Figura 38 está apresentado, em detalhe, o suporte no interior do forno.



**Figura 37 – Arranjo experimental para medição de propriedades elásticas em função da temperatura, a altas temperaturas, através da técnica de excitação por impulso (Fonte: O autor).**



**Figura 38 – Detalhe do suporte no interior do forno para medição de propriedades elásticas em função da temperatura, a altas temperaturas, através da técnica de excitação por impulso (Fonte: O autor).**

---

---

## CAPÍTULO 4: RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 4.1 – DIFRAÇÃO DE RAIOS X (DRX)

Neste tópico serão apresentados os difratogramas obtidos para as ligas analisadas nos estados recozido e temperado. Serão apontadas as fases que tiveram maior destaque, no sentido de ter participação significativa, tanto em número de picos manifestados como em suas respectivas intensidades.

Maior detalhamento das fases presentes obtidas em cada liga é apresentado na forma de tabelas nos apêndices de A a D.

Ademais, os resultados obtidos por MO e MC, expostos na seção 4.2, ratificam os resultados apresentados neste ponto através da análise morfológica das fases obtidas.

#### 4.1.1 – Liga Ti-6Al-4V

##### 4.1.1.1 – *Recozido*

Para o estado recozido, das fases de interesse, foram obtidos majoritariamente picos característicos da fase  $\alpha$ -Ti, de estrutura hexagonal compacta. Também foram observados picos de pequena intensidade para a fase  $\beta$ -Ti – cuja estrutura é cúbica de corpo centrado.

A identificação da fase  $\beta$ -Ti em ligas de titânio  $\alpha+\beta$  somente por difração de raios X é dificultada pelo fato de o pico da fase  $\beta$ -Ti de maior intensidade – plano  $(110)_\beta$  – ter sua posição coincidente com o pico do plano  $(002)_\alpha$  da fase  $\alpha$ -Ti (Couto et al., 2006; Fedotov, 1982). Entretanto, as análises por MC e MEV evidenciam a presença das fases  $\alpha$ -Ti e  $\beta$ -Ti no estado recozido através de análise morfológica e a microanálise química semiquantitativa por EDS também evidencia a presença das duas fases estáveis à temperatura ambiente para a liga Ti-6Al-4V recozida.

Ainda, foram identificados os óxidos de titânio  $Ti_4O_7$  e  $Ti_3O$ . Tal formação de óxido pode ocorrer devido à possibilidade de, durante a purga do ar atmosférico que antecede o encapsulamento dos corpos de prova, remanescer oxigênio aprisionado em quantidade suficiente para formar pequena quantidade de óxido. Além disso, as análises por DRX foram realizadas em amostras sem nenhuma preparação metalográfica, a fim de evitar a influência nas microestruturas formadas após os tratamentos térmicos.

A Figura 39 apresenta o difratograma obtido para a liga Ti-6Al-4V no estado recozido.

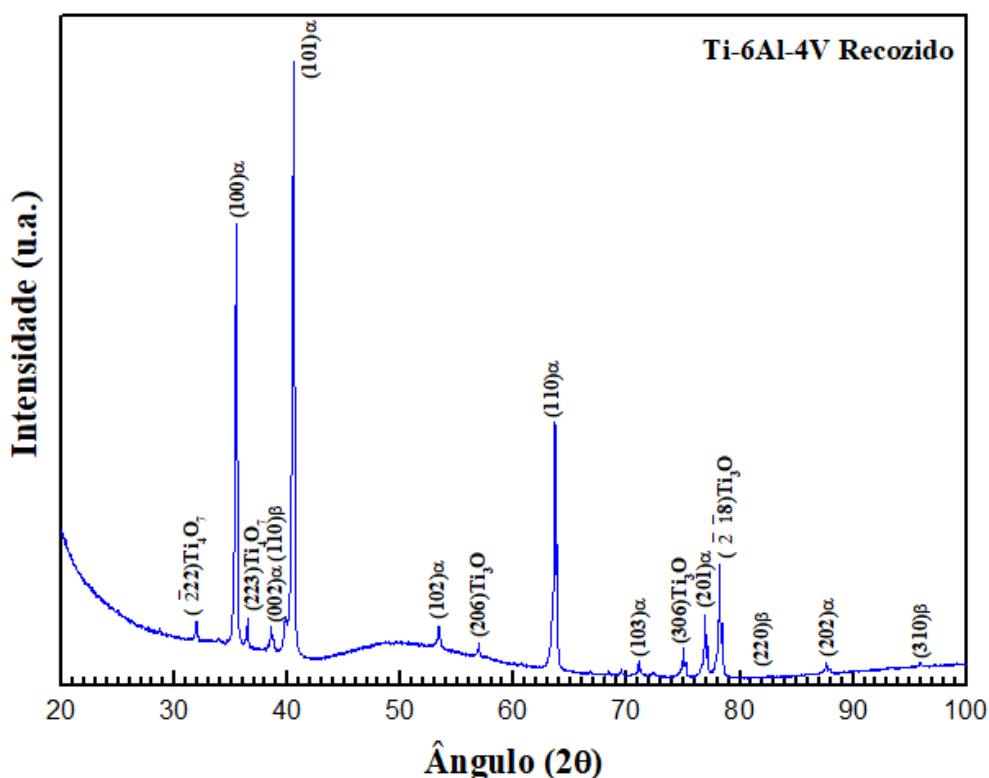


Figura 39 - Difratograma obtido para a liga Ti-6Al-4V no estado recozido (Fonte: O autor).

A tabela 14 mostra as fases identificadas por DRX na liga Ti-6Al-4V no estado recozido e respectivos dados cristalográficos.

Tabela 15 - Fases identificadas na liga Ti-6Al-4V recozida e respectivos dados cristalográficos.

Fase	Estrutura cristalina	Parâmetros de rede	Ângulos da rede
$\alpha$ -Ti	Hexagonal Compacta	a = 2,9440	$\alpha = 90^\circ$
		b = 2,9440	$\beta = 90^\circ$
		c = 4,6780	$\gamma = 120^\circ$
$\beta$ -Ti	Cúbica de Corpo Centrado	a = 3,3112	$\alpha = 90^\circ$
		b = 3,3112	$\beta = 90^\circ$
		c = 3,3112	$\gamma = 90^\circ$
Ti <sub>4</sub> O <sub>7</sub>	Triclínica	a = 6,9180	$\alpha = 90,64^\circ$
		b = 11,1420	$\beta = 92,79^\circ$
		c = 15,1270	$\gamma = 91,45^\circ$
Ti <sub>3</sub> O	Hexagonal	a = 5,1418	$\alpha = 90^\circ$
		b = 5,1418	$\beta = 90^\circ$
		c = 14,3080	$\gamma = 120^\circ$

Nas Figuras 40 e 41 está apresentada a ampliação dos picos, dando destaque entre os ângulos de difração de  $20^\circ$  a  $70^\circ$  e de  $60^\circ$  a  $100^\circ$ , respectivamente.

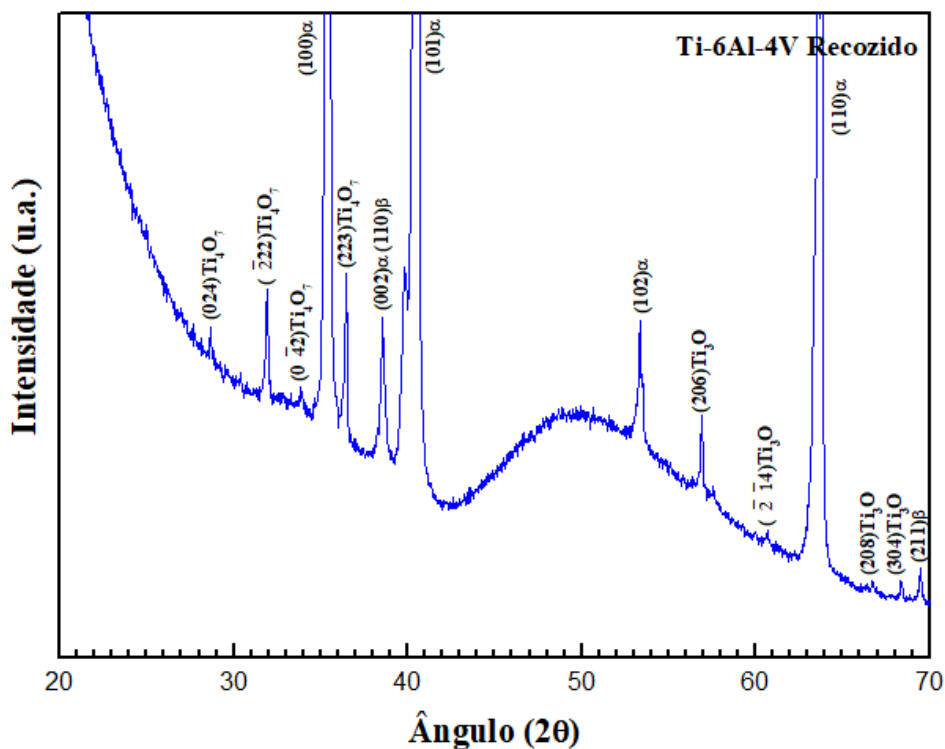


Figura 40 - Difratoograma obtido para a liga Ti-6Al-4V no estado recozido com ênfase entre os ângulos 20° a 70° (Fonte: O autor).

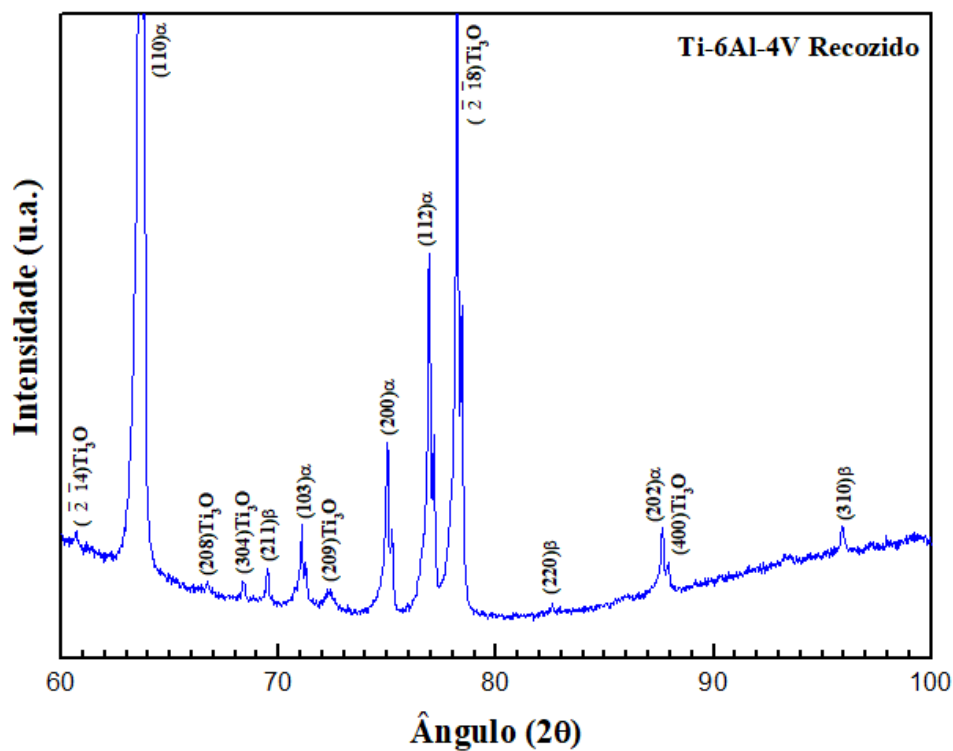


Figura 41 – Difratoograma obtido para a liga Ti-6Al-4V no estado recozido com ênfase entre os ângulos 60° a 100° (Fonte: O autor).

#### 4.1.1.2 – Temperado

Para o estado temperado os picos de intensidade significativa observados foram característicos da fase martensítica  $\alpha'$ -Ti. Esta fase possui rede hexagonal compacta, assim como a fase  $\alpha$ -Ti. Os picos de ambas foram observados, aproximadamente, na mesma posição, alterando apenas as intensidades e a largura dos picos. Essas alterações se devem ao fato de que, apesar de a rede das fases  $\alpha$ -Ti e  $\alpha'$ -Ti ser a mesma, quando ocorre a transformação martensítica, a rede  $\alpha'$ -Ti sofre deformação e, conseqüentemente, alteração nos seus parâmetros de rede em relação à fase estável  $\alpha$ -Ti (vide comparação dos dados expostos nas tabelas 14 e 15).

Também foram identificados picos dos óxidos de titânio  $Ti_4O_7$  e de  $Al_2O_3$ . A possibilidade da formação de óxidos ocorre pela mesma razão já explicitada no caso do recozimento. Além disso, as análises por DRX foram realizadas sem nenhuma preparação metalográfica, a fim de evitar a influência nas microestruturas formadas após os tratamentos térmicos.

A Figura 42 apresenta o difratograma obtido para a liga Ti-6Al-4V no estado temperado.

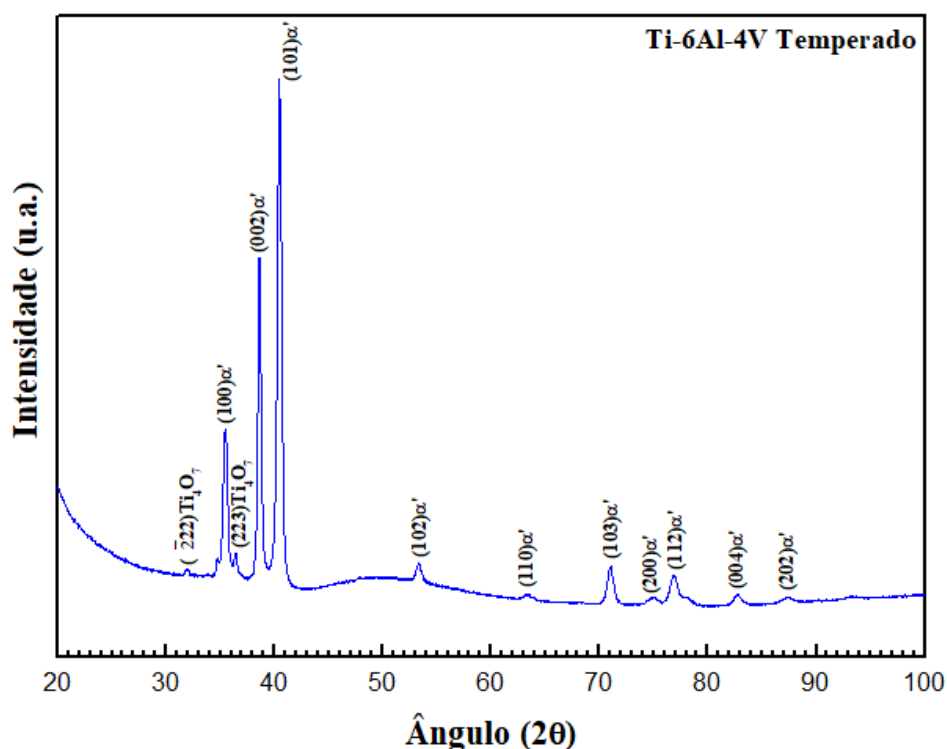


Figura 42 – Difratograma obtido para a liga Ti-6Al-4V no estado temperado (Fonte: O autor).

A tabela 15 mostra as fases identificadas por DRX na liga Ti-6Al-4V no estado temperado e respectivos dados cristalográficos.

**Tabela 16 – Fases identificadas na liga Ti-6Al-4V temperada e respectivos dados cristalográficos.**

Fase	Estrutura cristalina	Parâmetros de rede	Ângulos da rede
$\alpha'$ -Ti	Hexagonal Compacta	$a = 2,9505 \text{ \AA}$	$\alpha = 90^\circ$
		$b = 2,9505 \text{ \AA}$	$\beta = 90^\circ$
		$c = 4,6826 \text{ \AA}$	$\gamma = 120^\circ$
Ti <sub>4</sub> O <sub>7</sub>	Triclínica	$a = 6,9180 \text{ \AA}$	$\alpha = 90,64^\circ$
		$b = 11,1420 \text{ \AA}$	$\beta = 92,79^\circ$
		$c = 15,1270 \text{ \AA}$	$\gamma = 91,45^\circ$
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Ortorrômbica	$a = 4,8437 \text{ \AA}$	$\alpha = 90^\circ$
		$b = 8,3300 \text{ \AA}$	$\beta = 90^\circ$
		$c = 8,9547 \text{ \AA}$	$\gamma = 90^\circ$

Nas Figuras 43 e 44 estão apresentados os picos com maior destaque entre os ângulos de difração de 20° a 70° e de 60° a 100°, respectivamente.



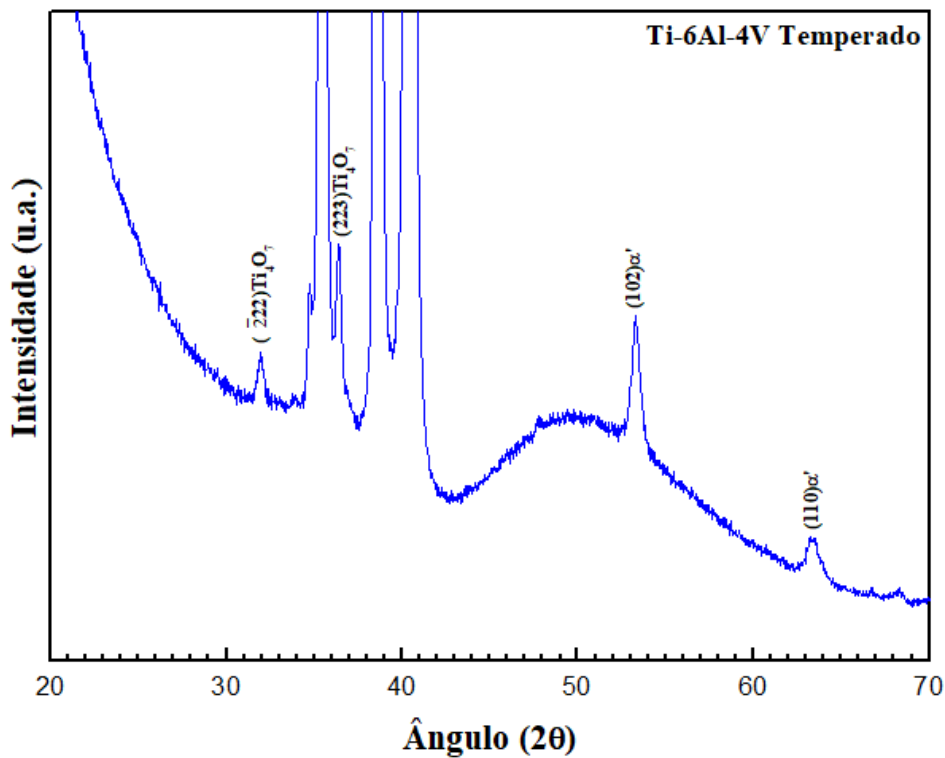


Figura 43 - Difratograma obtido para a liga Ti-6Al-4V no estado temperado com ênfase entre os ângulos 20° a 70° (Fonte: O autor).

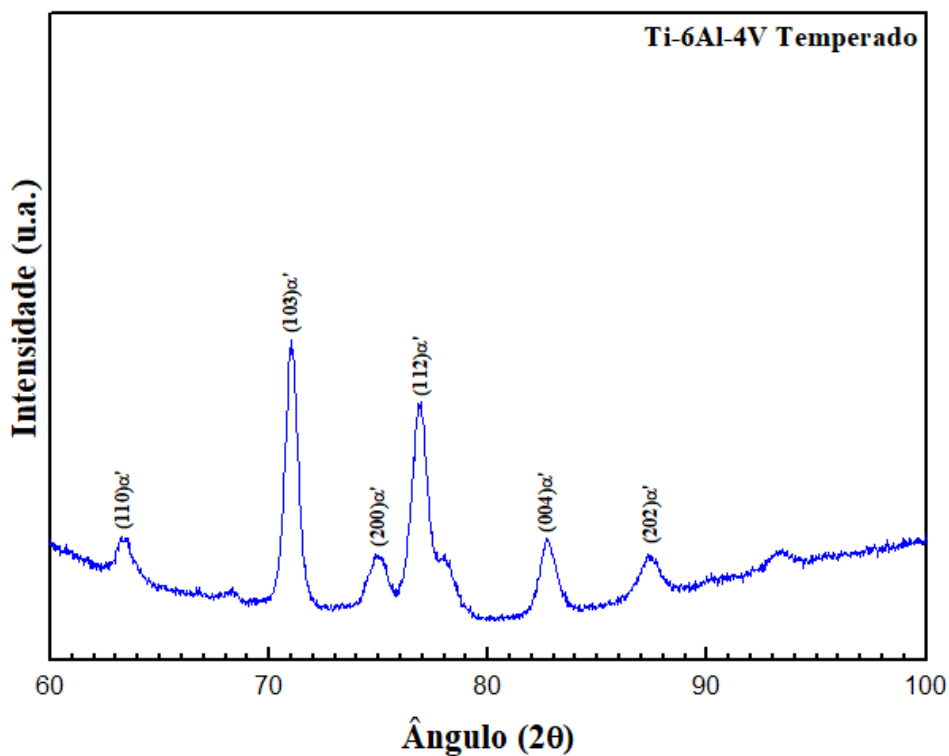


Figura 44 - Difratograma obtido para a liga Ti-6Al-4V no estado temperado com ênfase entre os ângulos 60° a 100° (Fonte: O autor).

## 4.1.2 – Aço AISI 4130

### 4.1.2.1 – Recozido

No estado recozido, para o aço AISI 4130, foram obtidos picos característicos da fase  $\alpha$ -Fe, de estrutura cristalina cúbica de corpo centrado. Também foram observados picos de pequena intensidade para o carboneto de ferro  $\text{Fe}_3\text{C}$  (cementita) – cuja estrutura é ortorrômbica. Este carboneto, no estado recozido, está presente em forma de lamelas alternadas com a fase ferrita ( $\alpha$ -Fe). Juntos, formam o constituinte perlita.

A Figura 45 apresenta o difratograma obtido para o aço AISI 4130 no estado recozido.

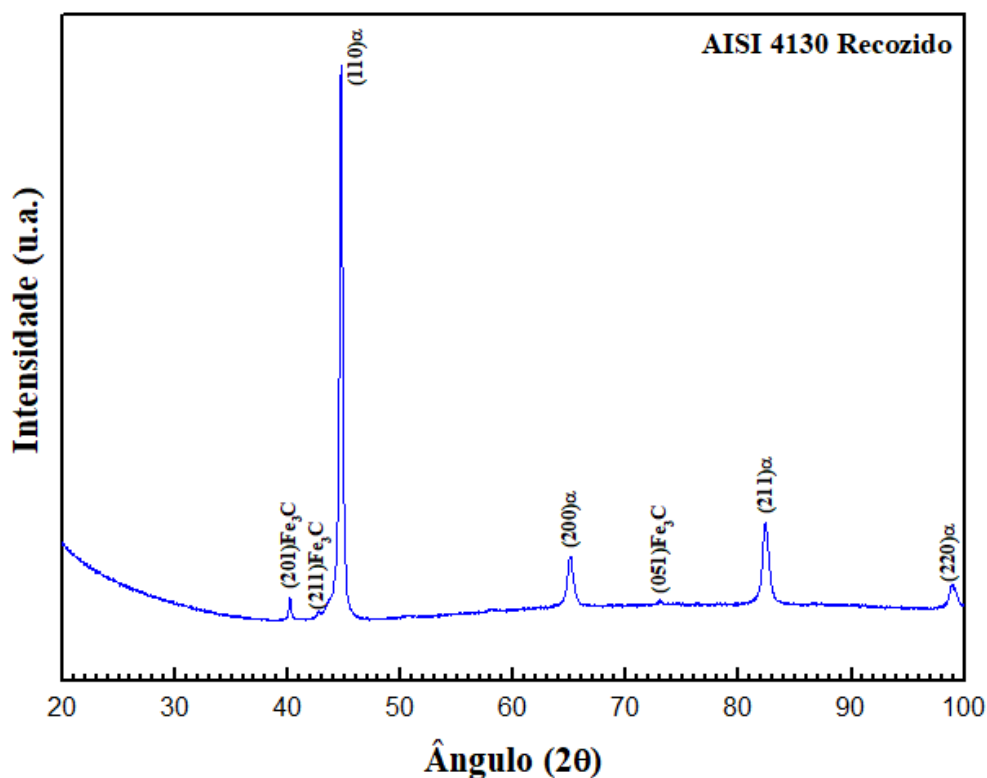


Figura 45 - Difratograma obtido para a liga AISI 4130 no estado recozido (Fonte: O autor).

A tabela 16 mostra as fases identificadas por DRX na liga AISI 4130 no estado recozido e respectivos dados cristalográficos.

Tabela 17 - Fases identificadas na liga AISI 4130 recozida e respectivos dados cristalográficos.

Fase	Estrutura cristalina	Parâmetros de rede	Ângulos da rede
$\alpha$ -Fe (Ferrita)	Cúbica de Corpo Centrado	$a = 2,8670 \text{ \AA}$	$\alpha = 90^\circ$
		$b = 2,8670 \text{ \AA}$	$\beta = 90^\circ$
		$c = 2,8670 \text{ \AA}$	$\gamma = 90^\circ$
$\text{Fe}_3\text{C}$ (Cementita)	Ortorrômbica	$a = 5,1080 \text{ \AA}$	$\alpha = 90^\circ$
		$b = 6,7770 \text{ \AA}$	$\beta = 90^\circ$
		$c = 4,5400 \text{ \AA}$	$\gamma = 90^\circ$

Nas Figuras 46 e 47 estão apresentados os picos com maior ampliação e destaque entre os ângulos de difração de  $20^\circ$  a  $70^\circ$  e de  $60^\circ$  a  $100^\circ$ , respectivamente.

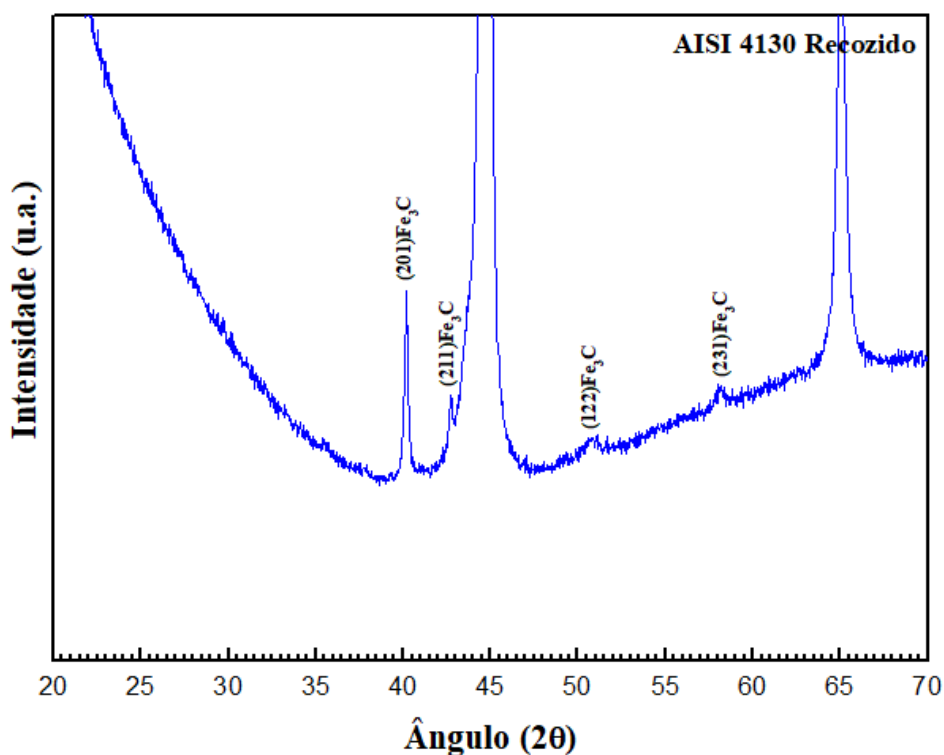


Figura 46 - Difratograma obtido para a liga AISI 4130 no estado recozido com ênfase entre os ângulos  $20^\circ$  a  $70^\circ$  (Fonte: O autor).

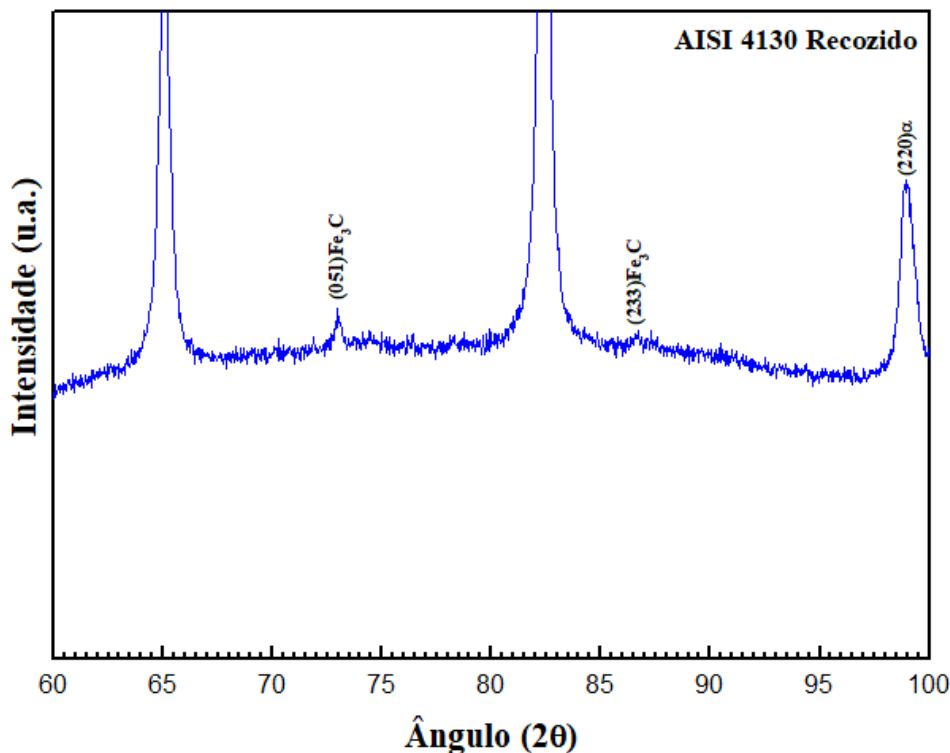


Figura 47 - Difratograma obtido para a liga AISI 4130 no estado recozido com ênfase entre os ângulos 60° a 100° (Fonte: O autor).

#### 4.1.2.2 – Temperado

No estado temperado os picos de intensidade significativa observados foram característicos da fase martensítica  $\alpha'$ -Fe. Esta fase possui rede tetragonal de corpo centrado. A rede mais estável para o ferro na temperatura ambiente é a cúbica de corpo centrado – da fase  $\alpha$ -Fe. Essa rede seria obtida caso fosse realizado resfriamento lento, de modo que a transformação de fase a partir da austenita  $\gamma$ -Fe – estável a altas temperaturas – se daria pelo mecanismo normal difusivo. Entretanto, na têmpera, o resfriamento é rápido ao ponto de inibir a difusão.

Assim sendo, a transformação de fase se processa através do mecanismo martensítico. A composição de carbono que era estável em grande quantidade às altas temperaturas deixa de ser a baixas temperaturas na rede cúbica. A rede, então, sofre distorção no sentido do eixo z e o parâmetro de rede nessa direção passa ter valor “c” diferente do valor “a” nas direções x e y. Essa diferença no parâmetro de rede em um

sentido, porém mantendo a ortogonalidade dos eixos nas três direções na rede cristalina, caracteriza a estrutura tetragonal de corpo centrado.

Segundo Novikov (1994), é possível quantificar a intensidade desta distorção tetragonal da martensita através da relação expressa na equação 10.

$$\frac{c}{a} = 1 + 0,046xC \quad (10)$$

Ou seja, para o aço 4130, essa distorção seria da ordem de 1,36% ( $c \approx 1,0138.a$ ), já que o percentual de carbono nesta liga é de 0,3%. Este valor de distorção é muito pouco significativo – a tabela 17, com dados cristalográficos obtidos por DRX da martensita, respalda tal afirmação. Por isso, no difratograma do aço temperado foram identificados picos em posições e intensidades bem próximas às relativas ao ferro alpha ( $\alpha$ -Fe). Entretanto, conforme apresentado na seção 4.2, a MO e a MC tornam evidente a obtenção de martensita por meio da têmpera no aço AISI 4130.

A Figura 48 ilustra o difratograma obtido para o aço AISI 4130 no estado temperado.

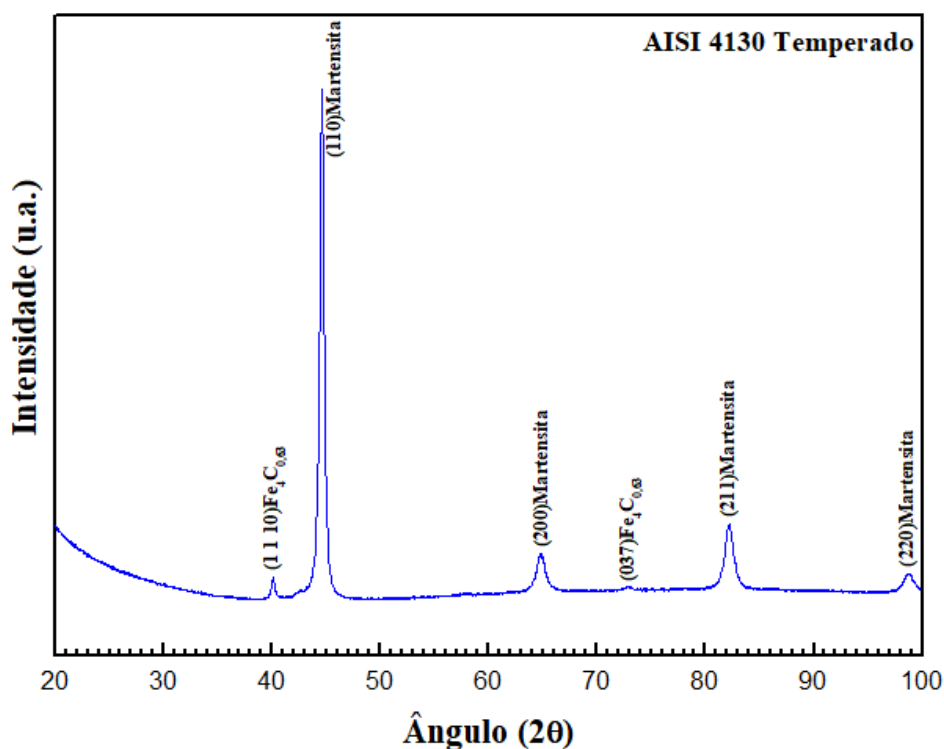


Figura 48 - Difratograma obtido para a liga AISI 4130 no estado temperado (Fonte: O autor).

A tabela 17 mostra as fases identificadas por DRX na liga AISI 4130, no estado temperado, com respectivos dados cristalográficos.

**Tabela 18 - Fases identificadas na liga AISI 4130 temperada e respectivos dados cristalográficos.**

Fase	Estrutura cristalina	Parâmetros de rede	Ângulos da rede
Martensita	Tetragonal de Corpo Centrado	$a = 2,8590 \text{ \AA}$	$\alpha = 90^\circ$
		$b = 2,8590 \text{ \AA}$	$\beta = 90^\circ$
		$c = 2,9370 \text{ \AA}$	$\gamma = 90^\circ$
Fe <sub>4</sub> C <sub>0,63</sub>	Ortorrômbica	$a = 4,0090 \text{ \AA}$	$\alpha = 90^\circ$
		$b = 4,0090 \text{ \AA}$	$\beta = 90^\circ$
		$c = 36,6720 \text{ \AA}$	$\gamma = 90^\circ$

Nas Figuras 49 e 50 estão apresentados os picos com maior destaque nos ângulos de difração de 20° a 70° e de 60° a 100° - respectivamente.

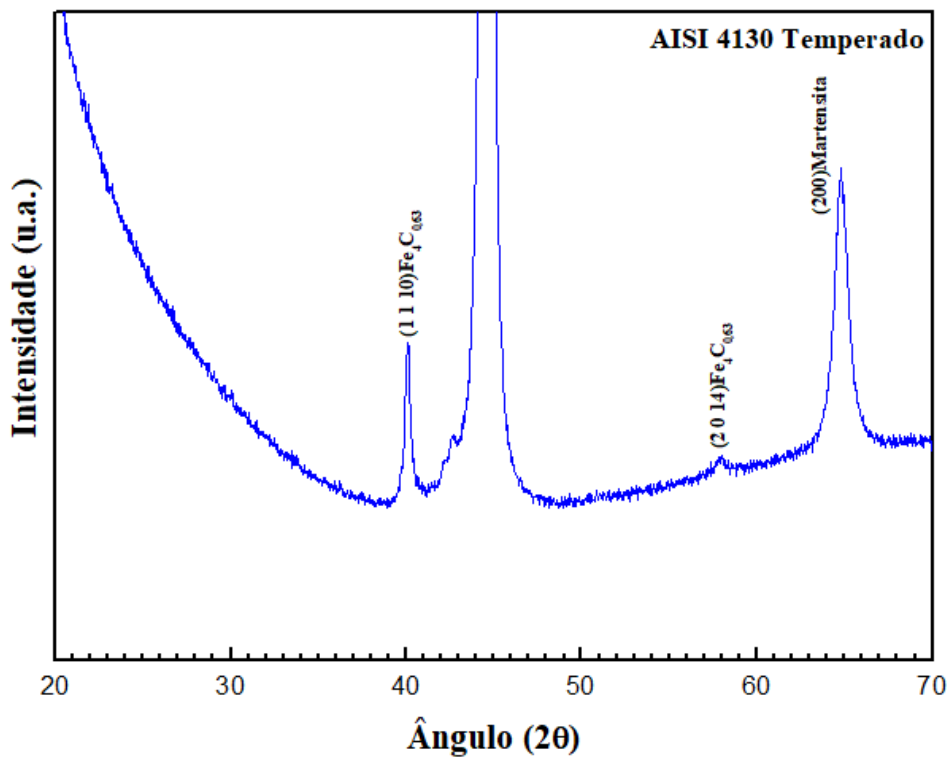


Figura 49 - Difratoograma obtido para a liga AISI 4130 no estado temperado com ênfase entre os ângulos 20° a 70° (Fonte: O autor).

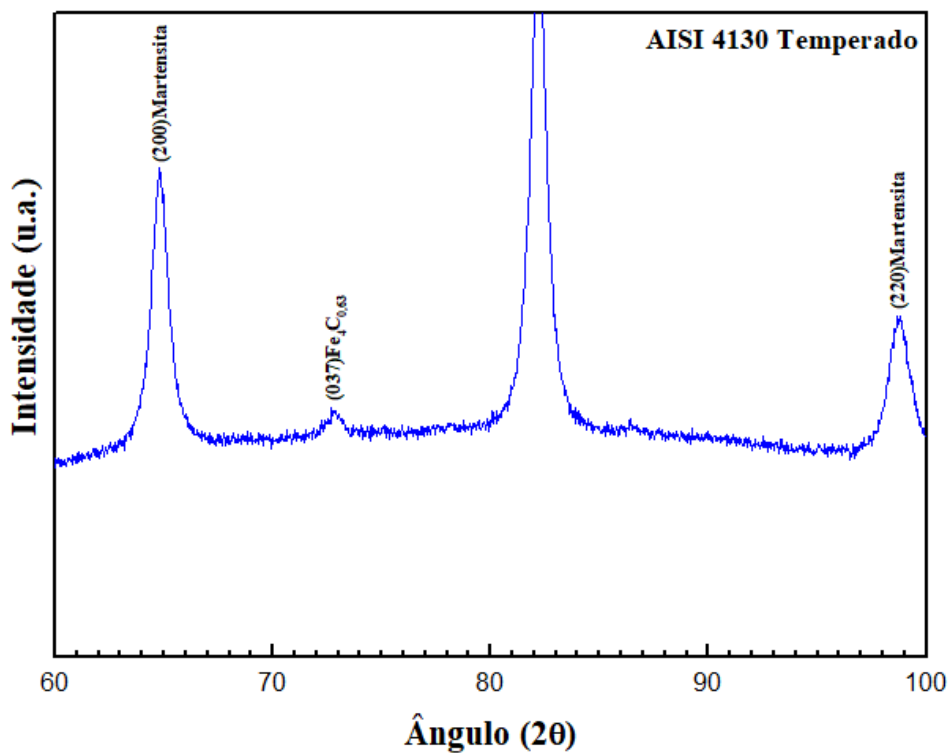


Figura 50 - Difratoograma obtido para a liga AISI 4130 no estado temperado com ênfase entre os ângulos 60° a 100° (Fonte: O autor).

## 4.2 – MICROSCOPIAS ÓPTICA E CONFOCAL

Nos itens 4.2.1 e 4.2.2 são apresentadas as micrografias obtidas por MO e por MC para cada tratamento térmico aplicado na liga de titânio e no aço. As micrografias apresentadas, juntamente com a interpretação do resultado revelado pelas outras técnicas de caracterização utilizadas, permitiram investigar o resultado obtido quanto a aplicação do recozimento e da têmpera.

Para a MO foi utilizado apenas o regime de observação em campo claro. Na MC, além da observação em campo claro, foi utilizado o regime de observação com luz polarizada. Tal regime possibilitou maior destaque nos contornos entre as fases, como pode ser observado através da análise das Figuras 52 (c e d), 54 (c e d), 56 (c e d) e 58 (c e d) – obtidas pelo regime de iluminação com luz polarizada – em comparação com as Figuras 52 (a e b), 54 (a e b), 56 (a e b) e 58 (a e b) – obtidas em campo claro.

No que diz respeito às fases obtidas, é possível afirmar, com o suporte das análises de DRX realizadas e das referências citadas nas seções 2.5 e 2.6, a obtenção das fases estáveis no recozimento e metaestáveis na têmpera, isso para ambas as ligas estudadas.

### 4.2.1 – Liga Ti-6Al-4V

A microestrutura para a liga de titânio  $\alpha+\beta$  Ti-6Al-4V se mostrou particularmente refinada quando observada por MO e MC, devido à limitação destas técnicas quanto aos valores de ampliações exequíveis.

#### 4.2.1.1 – *Recozido*

Para o estado recozido foi possível – através da MO e da MC – apenas identificar a presença de duas fases distintas. Uma das fases, em campo claro (Figura 51), apresenta aparência mais escura ao passo que a outra se apresenta mais clara.

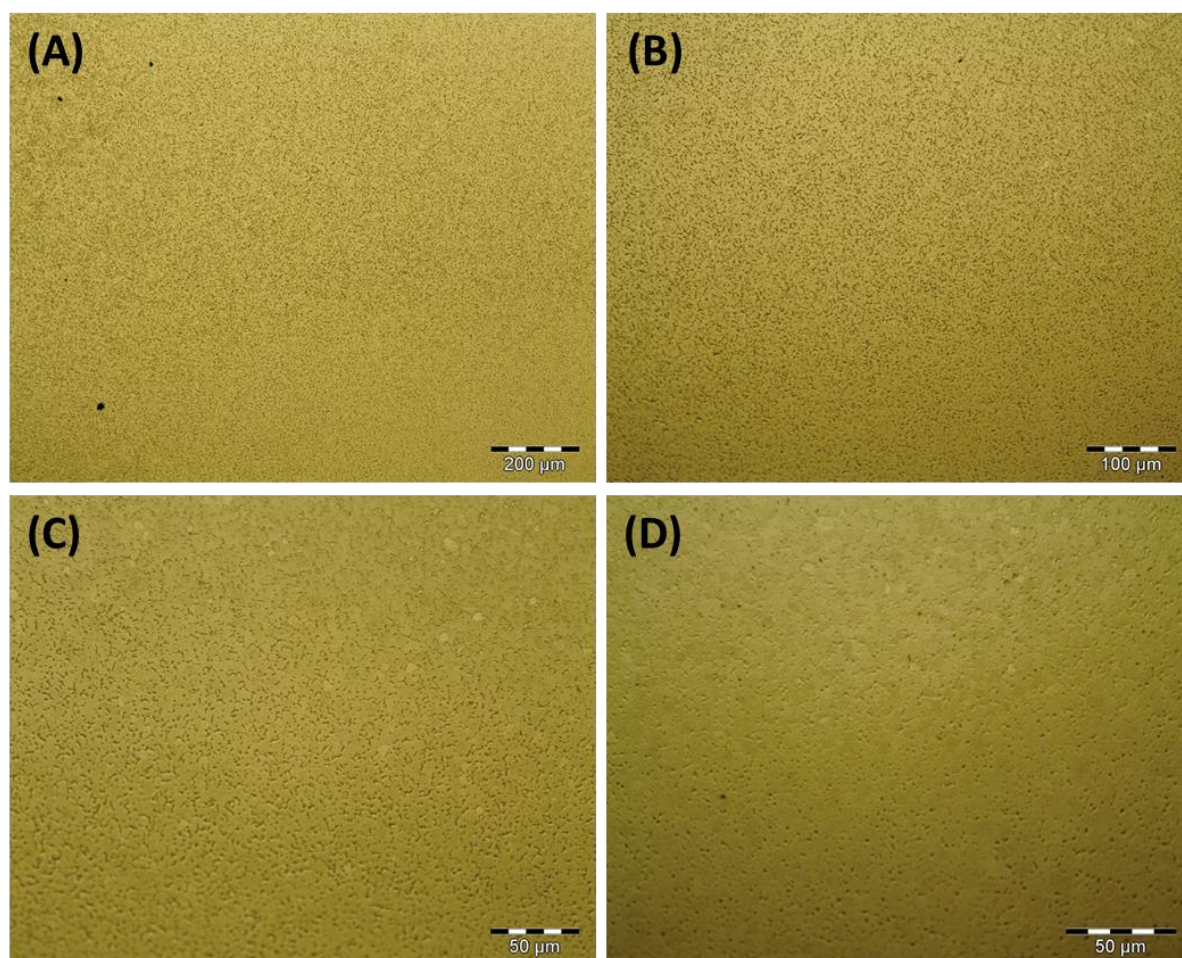
Apesar de serem insuficientemente conclusivas somente pela análise morfológica, as micrografias apresentadas nesta seção apoiadas pelas referências



(Yeom *et al*, 2012; Li *et al*, 2007; Couto *et al*, 2006) permitem afirmar que a fase de aspecto claro se trata da fase  $\alpha$ -Ti, de estrutura hexagonal compacta (HC) e disposta em grãos aproximadamente equiaxiais. Para a fase que se apresenta escura na MO em campo claro é possível afirmar que se trata da fase  $\beta$ -Ti, a qual possui estrutura cúbica de corpo centrado (CCC) e encontra-se disposta nos contornos de grãos da fase  $\alpha$ -Ti.

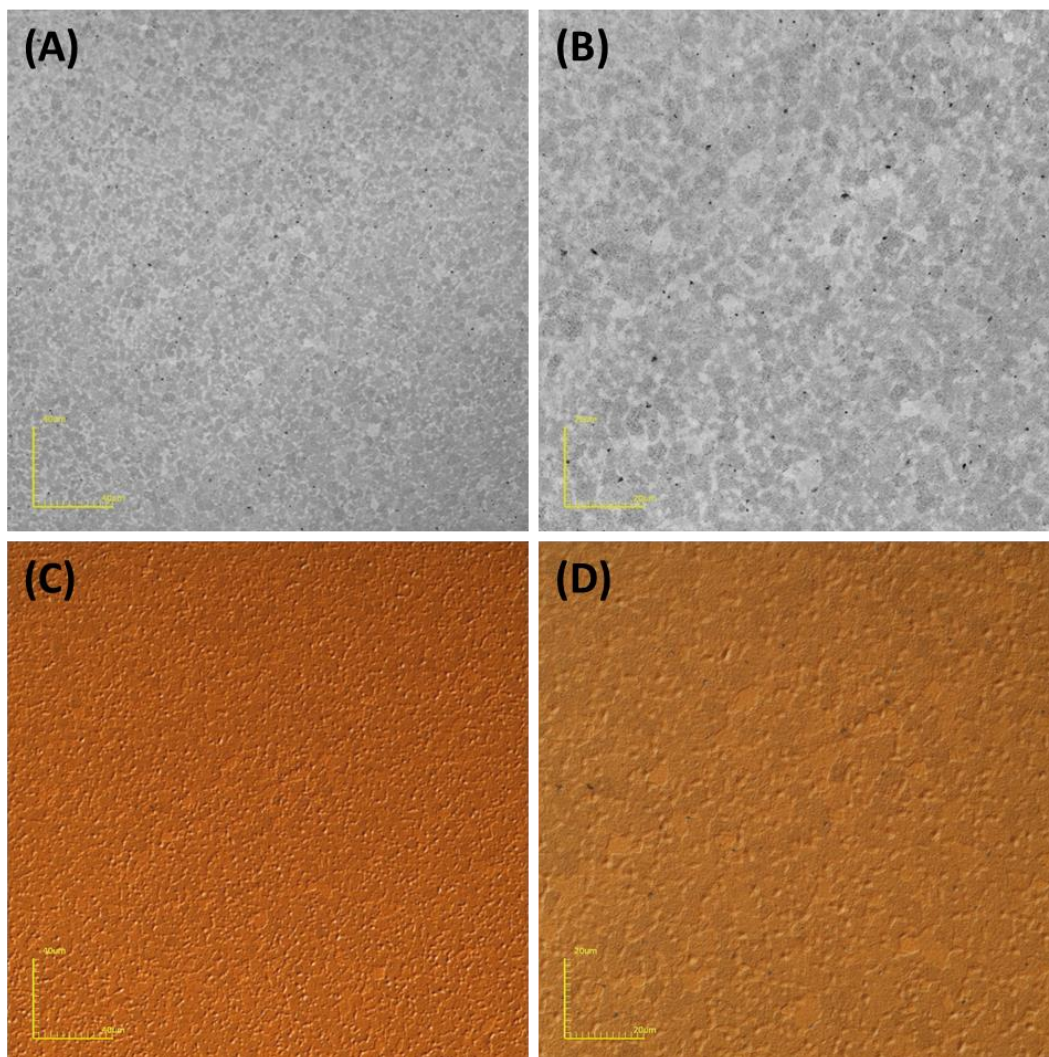
Por meio de maiores ampliações obtidas por MEV e através da microanálise semiquantitativa por EDS, posteriormente foi possível ratificar essa afirmação.

A principal contribuição da MO no caso da liga Ti-6Al-4V no estado recozido foi evidenciar a presença de estrutura bifásica – ou bimodal (nomenclatura mais utilizada para a liga neste estado). Apesar da microestrutura ser muito refinada neste estado, através das micrografias expostas pela Figura 51, é inequívoca a distinção entre uma fase de aspecto mais escuro e outra de aspecto mais claro.



**Figura 51 – Micrografias obtidas por microscopia óptica para a liga Ti-6Al-4V no estado recozido sob o regime de observação de campo claro.**

A MC (Figura 52) colaborou na maior evidência que revelou – devido às maiores ampliações possibilitadas – da distinção do contorno entre as duas fases; particularmente nas micrografias obtidas no regime de iluminação por luz polarizada.



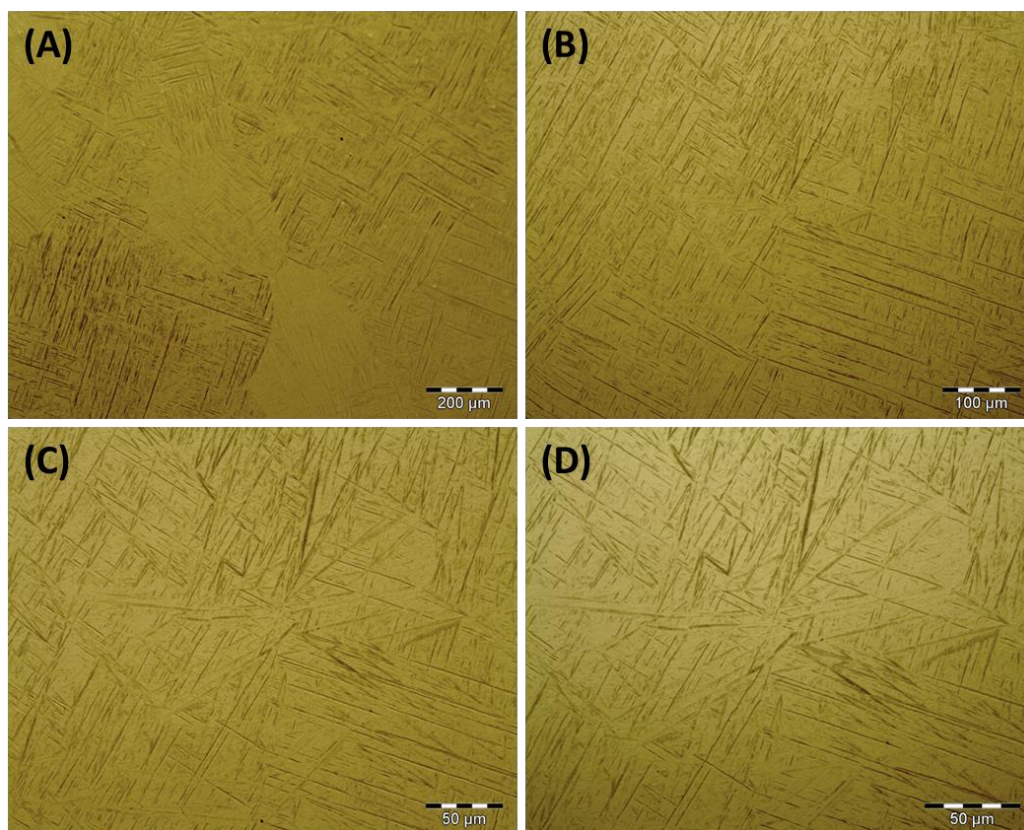
**Figura 52 – Micrografias obtidas por microscopia confocal para a liga Ti-6Al-4V no estado recozido sob os regimes de observação de campo claro – figuras (A) e (B) – e luz polarizada – figuras (C) e (D).**

#### 4.2.1.2 – Temperado

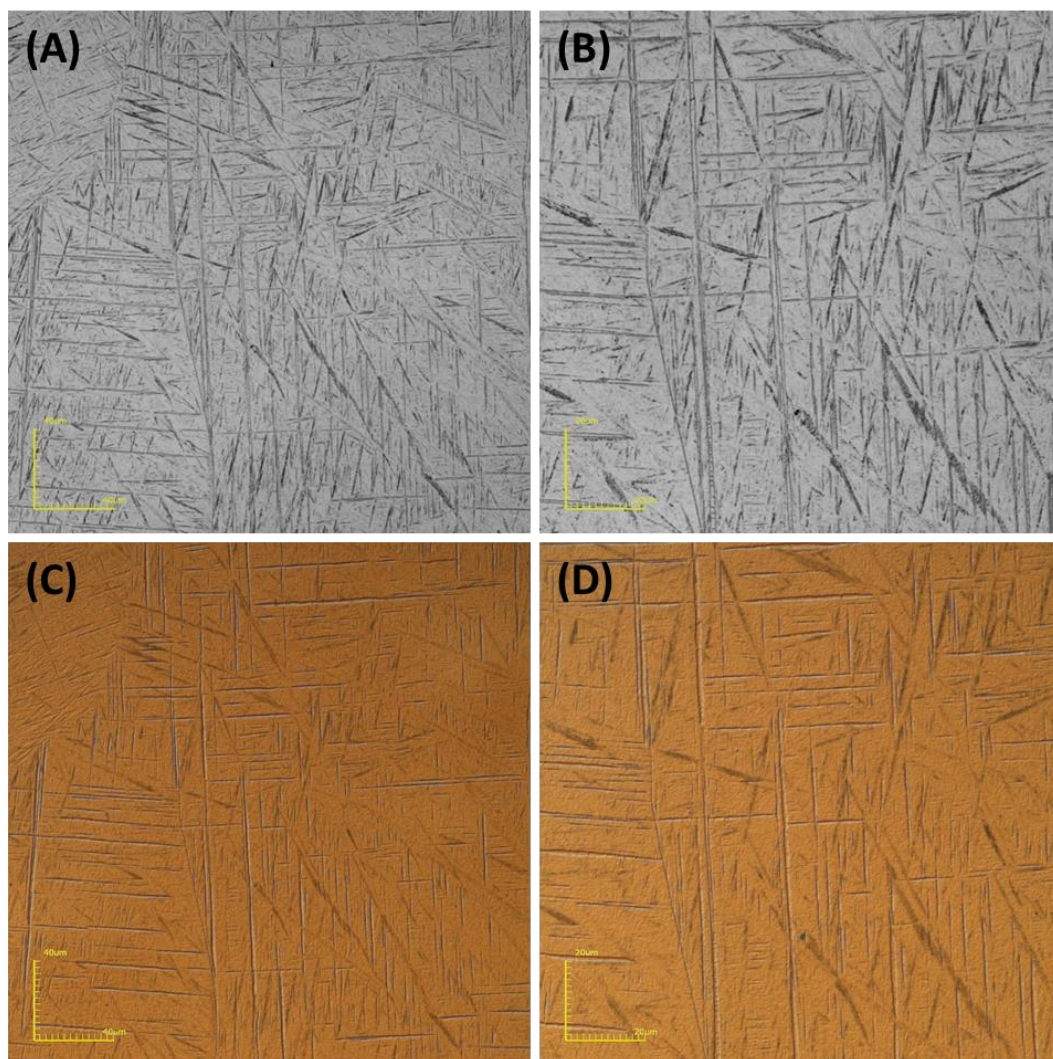
As Figuras 53 e 54 mostram, respectivamente, a microestrutura obtida por MO e MC após a aplicação da têmpera na liga Ti-6Al-4V. Através da análise puramente qualitativa da morfologia além dos dados disponíveis na literatura (Couto *et al*, 2006; Andrade *et al*, 2010; Abbas *et al*, 2017), é possível afirmar que a fase presente é a

martensítica  $\alpha'$ -Ti (HC) que se formou no interior dos grãos da fase  $\beta$ -Ti (CCC) primária que era estável à temperatura de aquecimento na têmpera. A Figura 53a é a que melhor ilustra esta constatação, deixando evidente alguns contornos de grãos da fase  $\beta$ -Ti que era estável à altas temperaturas.

Assim sendo, para o estado temperado, as micrografias obtidas por MO e MC foram de substancial importância na medida que, por meio destas técnicas, foi possível evidenciar o fato de que a fase  $\beta$ -Ti sofre transformação martensítica nesta liga no sentido  $\beta$ -Ti (CCC)  $\rightarrow$   $\alpha'$ -Ti (HC), uma vez que as agulhas martensíticas da fase  $\alpha'$ -Ti são formadas no interior da fase  $\beta$ -Ti primária, que era estável à altas temperaturas. As posteriores análises por EDS deram suporte a essa afirmativa.



**Figura 53 – Micrografias obtidas por microscopia óptica para a liga Ti-6Al-4V no estado temperado sob o regime de observação de campo claro.**



**Figura 54 – Micrografias obtidas por microscopia confocal para a liga Ti-6Al-4V no estado temperado sob os regimes de observação de campo claro – figuras (A) e (B) – e luz polarizada – figuras (C) e (D).**

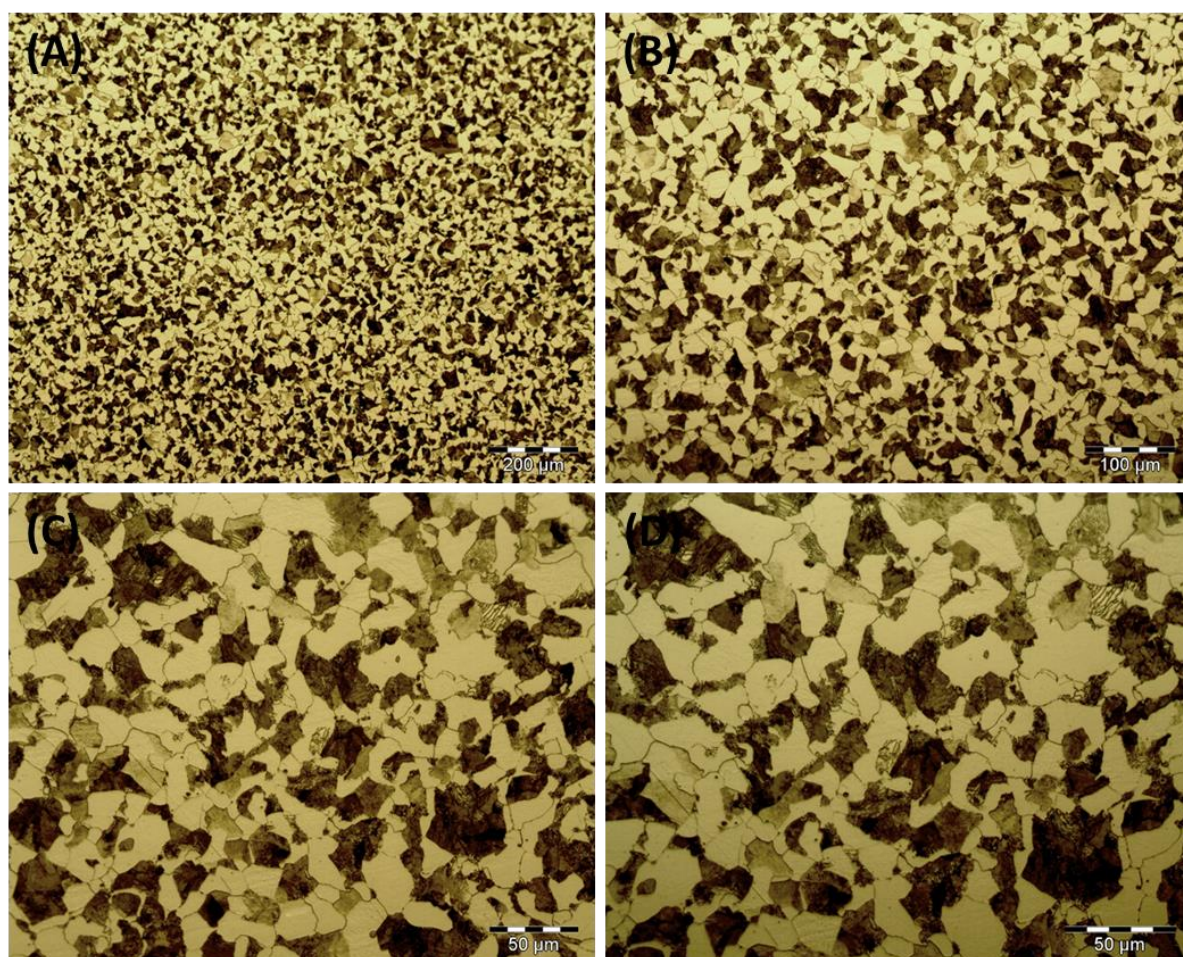
#### **4.2.2 – Aço AISI 4130**

Para o aço AISI 4130, as microscopias óptica e confocal foram suficientes – em termos de ampliação – para elucidar, a partir da morfologia, a composição física obtida tanto para o tratamento de recozimento como para a têmpera.

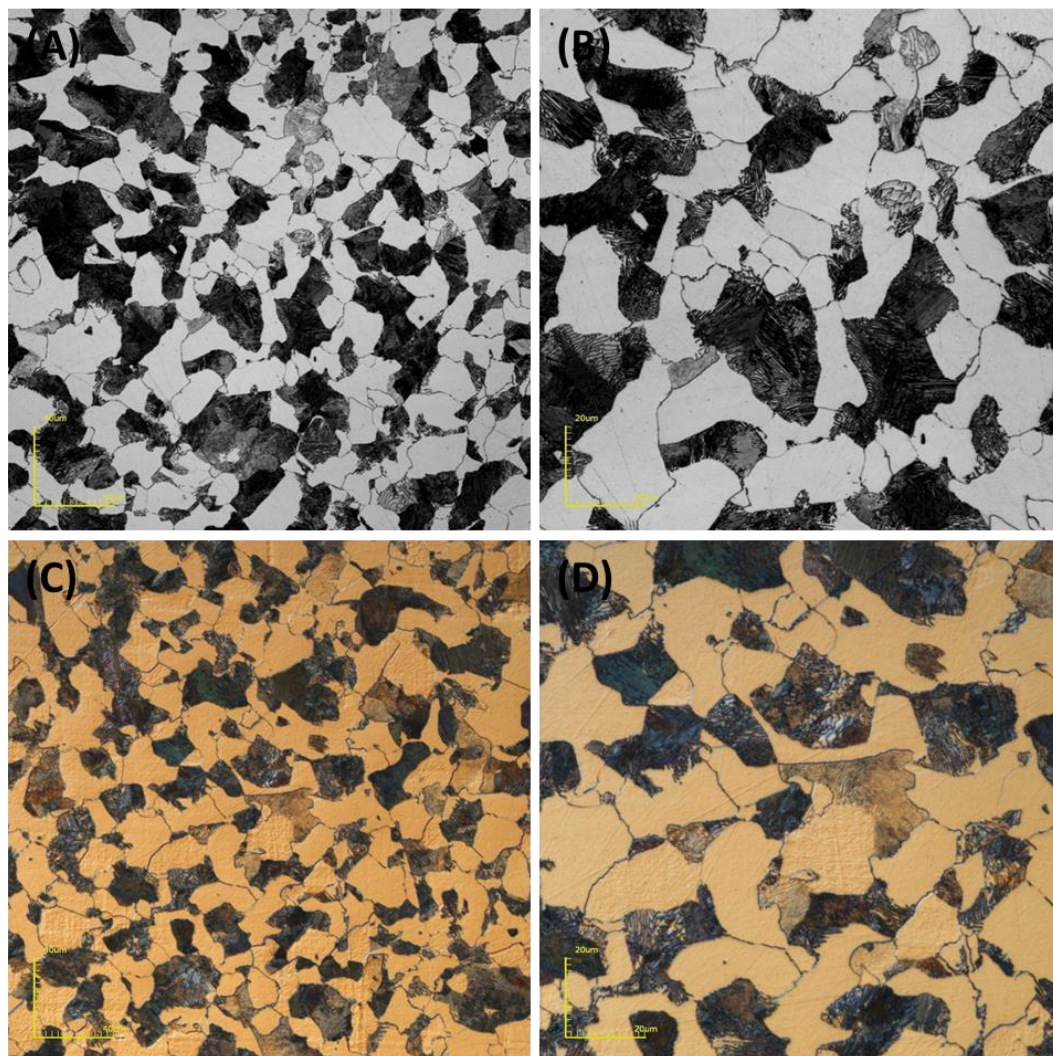
#### 4.2.2.1 – Recozido

Nas Figuras 55 e 56 é possível constatar que o tratamento de recozimento no aço AISI 4130 promoveu a formação da fase ferrita primária  $\alpha$ -Fe (CCC) – que são as regiões claras em grãos aproximadamente equiaxiais.

É possível observar também a formação do constituinte perlita – regiões mais escuras, que consistem em grãos aproximadamente equiaxiais de lamelas alternadas de ferrita  $\alpha$ -Fe (CCC) e carboneto de ferro  $\text{Fe}_3\text{C}$  (Cementita) – de estrutura ortorrômbica (Nourani *et al*, 2011; Bultel e Vogt, 2010; Jiles, 1988).



**Figura 55 – Micrografias obtidas por microscopia óptica para o aço AISI 4130 no estado recozido sob o regime de observação de campo claro.**



**Figura 56 – Micrografias obtidas por microscopia confocal para o aço AISI 4130 no estado recozido sob os regimes de observação de campo claro – figuras (A) e (B) – e luz polarizada – figuras (C) e (D).**

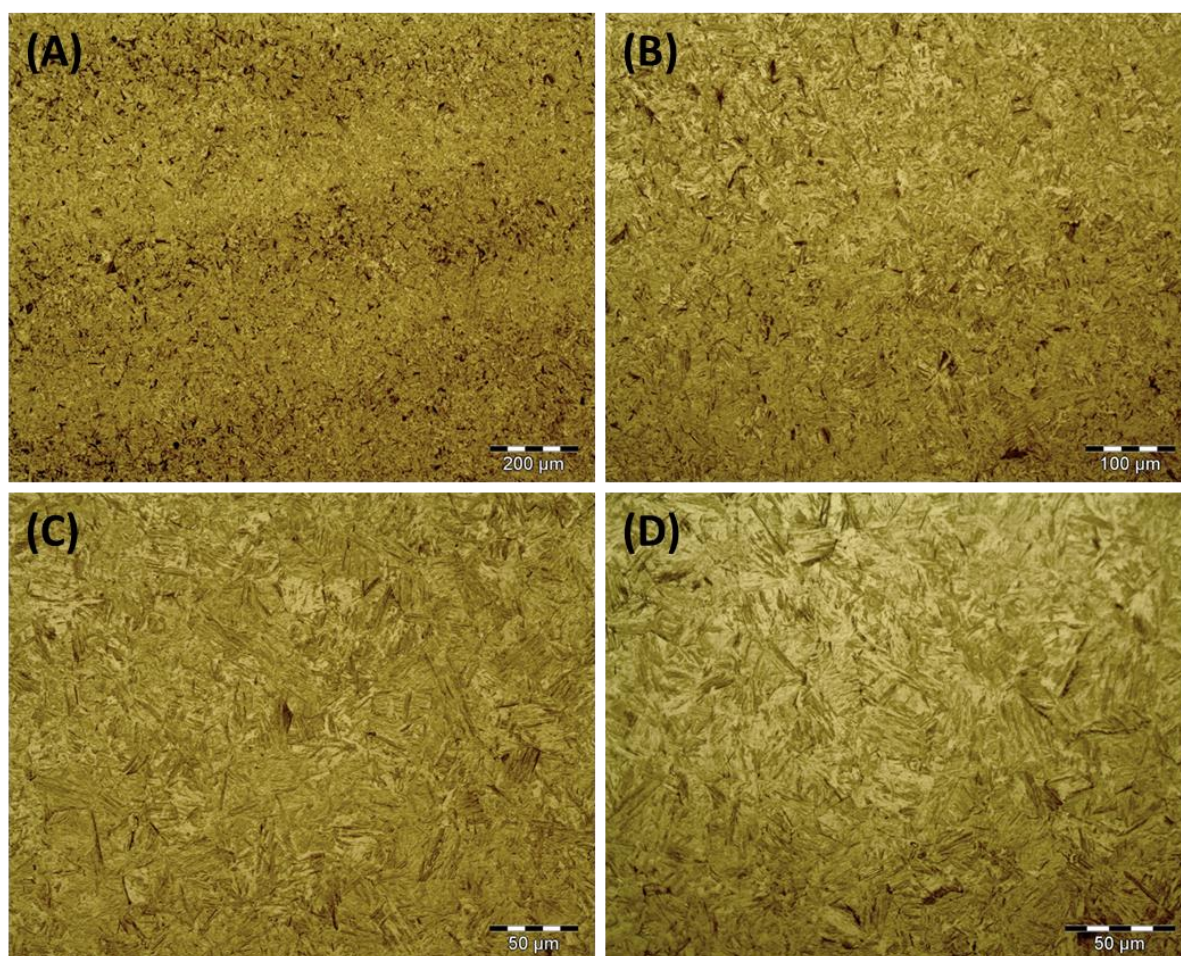
#### 4.2.2.2 – Temperado

A microestrutura obtida após a aplicação da têmpera no aço AISI 4130 está apresentado nas Figuras 57 e 58. Nas Figuras, é possível constatar regiões de morfologia em ripas/agulhas, características da fase martensítica para esta liga (Jiles, 1988; Casalino et al., 2019; Thummikanonth et al., 2018).

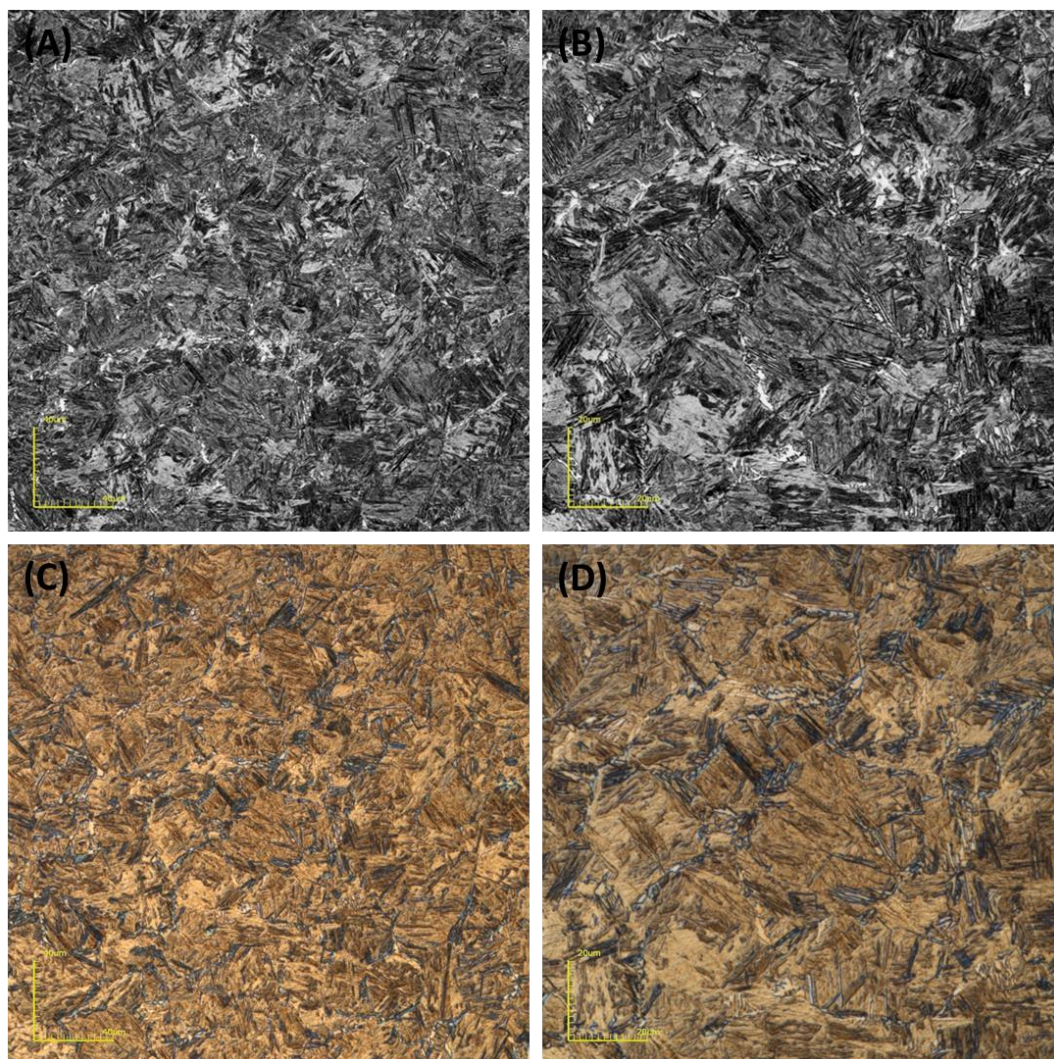
É possível, nessas figuras, observar regiões claras e regiões de diferentes tonalidades escuras. Com base na literatura (Abbaschian e Reed-Hill, 2009; Novikov, 1994; Nunes et al, 1991) pode-se afirmar que é possível que fases como  $\gamma$ -Fe (austenita) de estrutura cúbica de faces centradas (CFC) que não sofreu

transformação martensítica – sendo chamada de austenita retida – e a *bainita* – fase que se forma em temperaturas intermediárias entre a perlita e a martensita e consiste em ripas/placas de ferrita ( $\alpha$ -Fe) com partículas de cementita ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ) – também estejam presentes.

Entretanto, conforme constatado também por Souza (2008), o ataque com o reagente Nital 2% se revelou insatisfatório para permitir afirmação categórica acerca da presença e da distinção destas fases também características deste sistema nesse estado (temperado sob resfriamento contínuo).



**Figura 57 – Micrografias obtidas por microscopia óptica para o aço AISI 4130 no estado temperado sob o regime de observação de campo claro.**



**Figura 58 – Micrografias obtidas por microscopia confocal para o aço AISI 4130 no estado temperado sob os regimes de observação de campo claro – figuras (A) e (B) – e luz polarizada – figuras (C) e (D).**

### **4.3 – MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)**

Em virtude da microestrutura, particularmente da liga Ti-6Al-4V no estado recozido, ter se apresentado refinada, optou-se pela realização de MEV. Além disso, juntamente com a MEV foi realizada a microanálise semiquantitativa por EDS.

Ambas as técnicas associadas ratificaram os resultados e conclusões obtidos através das microscopias óptica e confocal. A MEV, através de maiores ampliações e maior detalhamento da morfologia das fases, e a microanálise por EDS por meio da



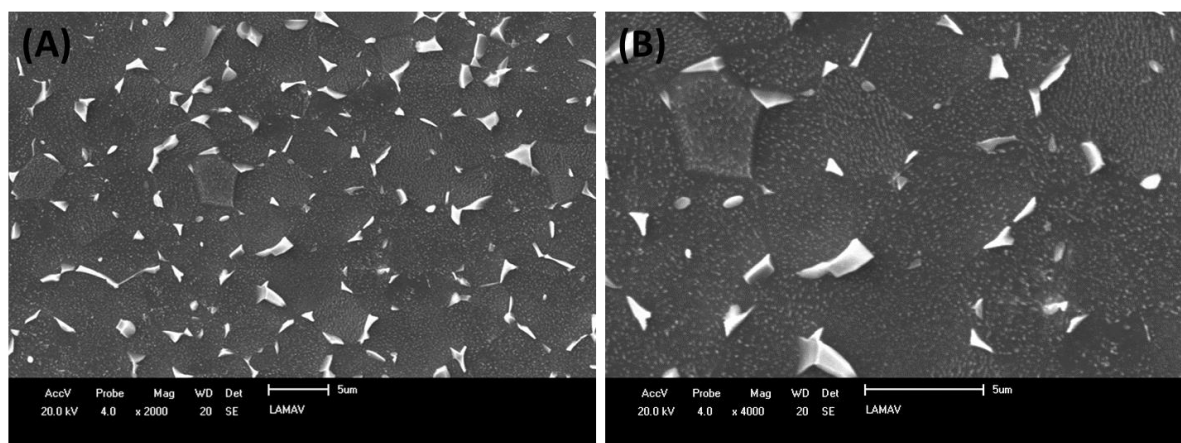
detecção dos elementos que participam da composição química semiquantitativa de cada fase.

### 4.3.1 – Ti-6Al-4V

#### 4.3.1.1 – Recozido

A Figura 59 apresenta as micrografias obtidas para a liga Ti-6Al-4V no estado recozido em ampliação de 2000x (Figura 59a) e 4000x (Figura 59b).

Através da análise das imagens é possível identificar a presença da fase  $\alpha$ -Ti (HC) em grãos aproximadamente equiaxiais - regiões escuras - e da fase  $\beta$ -Ti (CCC) - regiões claras - nos contornos de grãos da fase  $\alpha$ -Ti (Li *et al*, 2007; Couto *et al*, 2006).

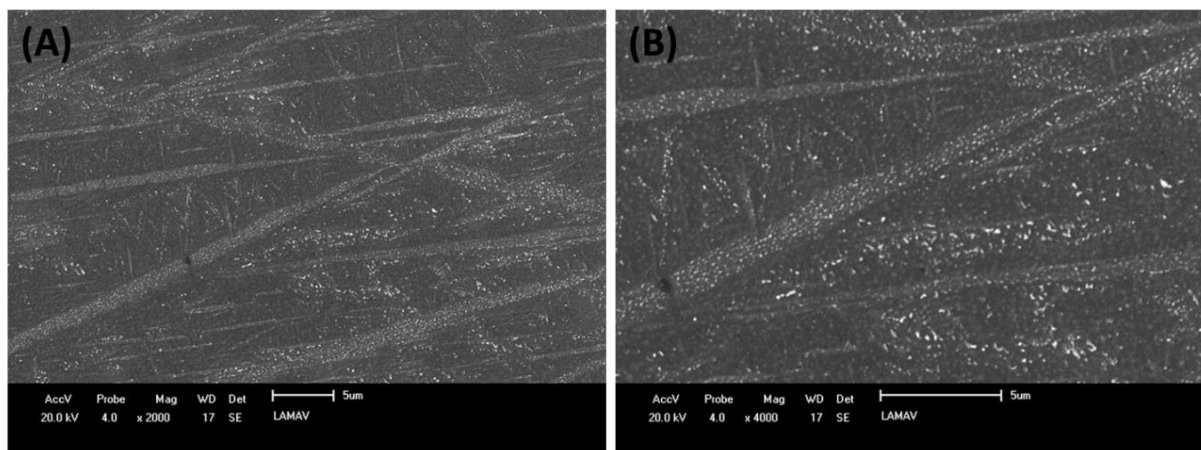


**Figura 59 – Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura para a liga Ti-6Al-4V no estado recozido.**

#### 4.3.1.2 - Temperado

Na Figura 60 estão apresentadas as micrografias obtidas por MEV na liga Ti-6Al-4V temperada em ampliação de 2000x (Figura 60A) e 4000x (Figura 60B).

É possível identificar a presença das agulhas da fase  $\alpha'$ -Ti - regiões claras - que se formaram no interior dos grãos da fase  $\beta$ -Ti primária - regiões escuras (Couto *et al*, 2006; Andrade *et al*, 2010; Abbas *et al*, 2017).



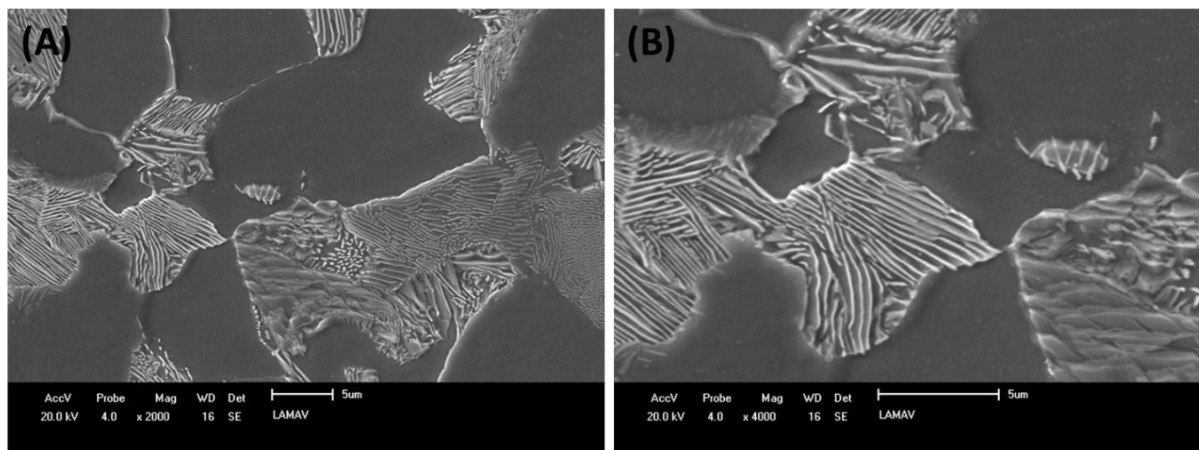
**Figura 60 – Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura para a liga Ti-6Al-4V no estado temperado.**

### 4.3.2 – Aço AISI 4130

#### 4.3.2.1 – Recozido

Na Figura 61 estão apresentadas as micrografias obtidas por MEV do aço AISI 4130 no estado recozido em ampliação de 2000x (Figura 61a) e 4000x (Figura 61b).

Nas imagens é possível constatar a presença da fase  $\alpha$ -Fe (CCC) primária – ferrita – nas regiões mais escuras das imagens. É possível verificar também a presença da perlita, constituinte com a morfologia em lamelas alternadas da fases  $\alpha$ -Fe (CCC) e  $\text{Fe}_3\text{C}$  (ortorrômbica), que pode ser comparada com a morfologia – Figuras 21, 22 e 23 – obtida por (Nourani *et al.*, 2011; Bultel e Vogt, 2010; Jiles, 1988).

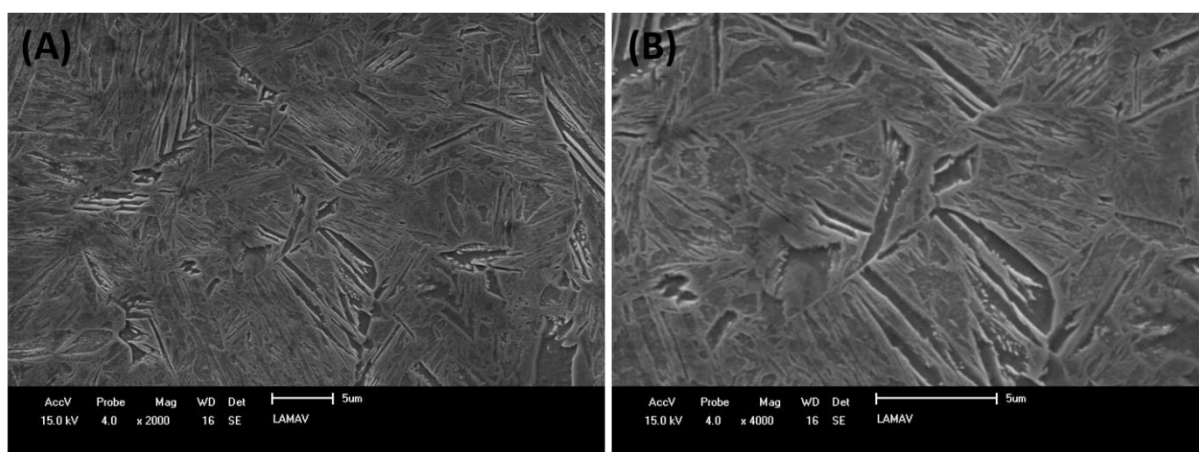


**Figura 61 – Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura para o aço AISI 4130 no estado recozido.**

#### 4.3.2.2 – Temperado

A Figura 62 apresenta as micrografias obtidas para o aço AISI 4130 no estado temperado em ampliação de 2000x (Figura 62a) e 4000x (Figura 62b).

As imagens das micrografias mostram a formação de microestrutura com morfologia acicular, característica da fase martensítica (TCC) dos aços (Jiles, 1988; Casalino et al, 2019; Thummikanonth et al, 2018).



**Figura 62 – Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura para o aço AISI 4130 no estado temperado.**

## 4.4 – MICROANÁLISE QUÍMICA POR ESPECTROSCOPIA DE ENERGIA DISPERSIVA (EDS)

A microanálise química semiquantitativa por EDS foi utilizada para corroborar todas as afirmações quanto as fases identificadas nas seções anteriores.

As conclusões realizadas a partir da microanálise por EDS se baseiam na determinação dos elementos químicos presentes em cada fase analisada.

### 4.4.1 – Liga Ti-6Al-4V

#### 4.4.1.1 – *Recozido*

Na Figura 63 está apresentada a micrografia obtida por MEV, no aumento de 4000x, com as indicações dos pontos, nas duas fases distintas presentes, onde foram realizadas as microanálises por EDS na liga Ti-6Al-4V no estado recozido.

O ponto 1 está localizado no interior de um grão da fase que, com base na morfologia analisada através das técnicas de MO, MC e MEV, foi identificada como fase  $\alpha$ -Ti (HC).

O ponto 2 localiza-se na fase que, com base também no aspecto morfológico, foi identificada com sendo a fase  $\beta$ -Ti (CCC), que fica localizada nos contornos dos grãos da fase  $\alpha$ -Ti.

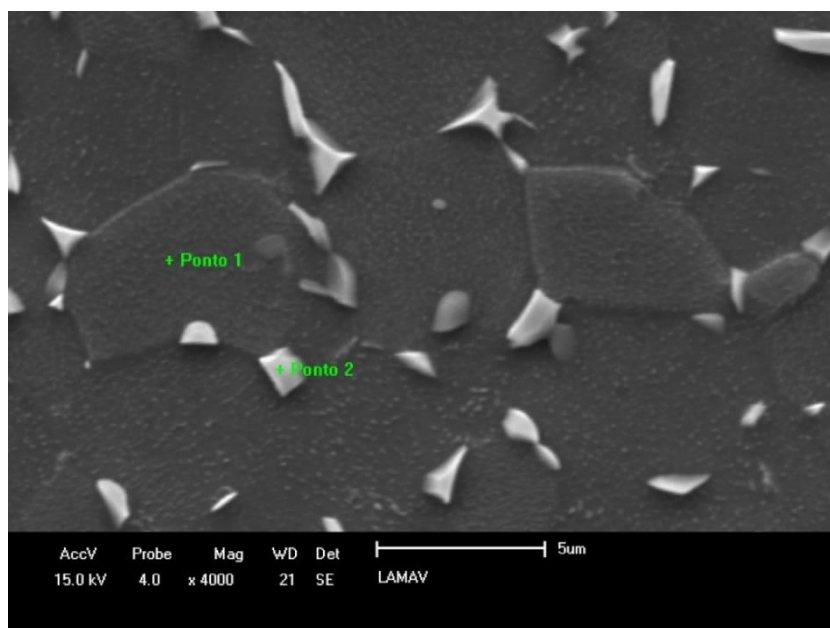


Figura 63 - Indicação dos pontos onde foi realizada microanálise química por EDS na liga Ti-6Al-4V no estado recozido.

A Figura 64 apresenta o espectro característico da fase localizada no ponto 1. Através da análise e identificação dos elementos presentes, sobretudo do alumínio, que consiste em um alfa estabilizador, pode-se afirmar que se trata da fase  $\alpha$ -Ti.

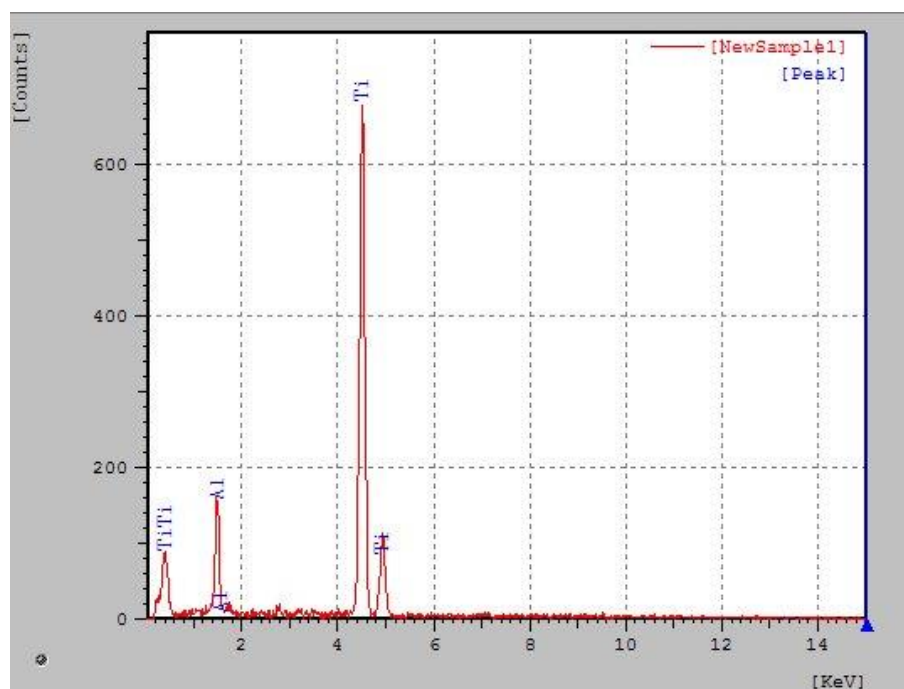


Figura 64 – Espectro de microanálise química por EDS do ponto 1 na liga Ti-6Al-4V no estado recozido.

As tabelas 19 e 20 apresentam, respectivamente, a identificação dos picos obtidos e a composição da fase no ponto 1 tais resultados dão suportes às afirmativas feitas.

**Tabela 19 - Identificação dos picos obtidos por EDS no ponto 1 para a liga Ti-6Al-4V no estado recozido.**

<b>Linha/Família</b>	<b>Energia (KeV)</b>	<b>Intensidade (cps/nA)</b>
Ti LL	0,40	1,041
Ti La	0,41	0,987
Al Ka	1,50	1,788
Al Kb	1,56	0,023
Ti Ka	4,52	8,088
Ti Kb	4,94	0,950

**Tabela 20 – Análise química semiquantitativa obtida por EDS no ponto 1 para a liga Ti-6Al-4V no estado recozido.**

<b>Elemento</b>	<b>Intensidade</b>	<b>%p</b>	<b>%at</b>
Al	1,788	7,788	13,038
Ti	7,813	92,212	86,962

A Figura 65 ilustra o espectro característico da fase localizada no ponto 2, através do qual pode-se afirmar, pela análise dos elementos presentes e respectivas intensidades dos picos, que essa é a fase  $\beta$ -Ti. Principalmente pela considerável presença do vanádio, que se trata de um beta-estabilizador.

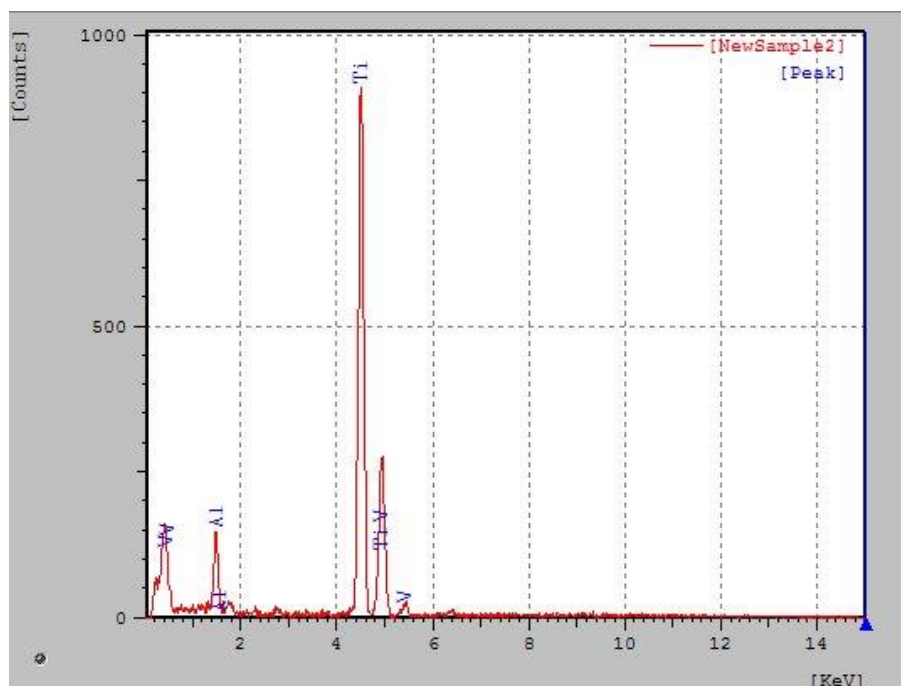


Figura 65 – Espectro de microanálise química por EDS do ponto 2 na liga Ti-6Al-4V no estado recozido.

As tabelas 20 e 21 apresentam a identificação dos picos obtidos e a composição da fase no ponto 2, respectivamente. Os resultados apresentados pelas mesmas ratificam que a fase no ponto 2 é a  $\beta$ -Ti.

Tabela 21 - Identificação dos picos obtidos por EDS no ponto 2 para a liga Ti-6Al-4V no estado recozido.

Linha/Família	Energia (KeV)	Intensidade (cps/nA)
V LL	0,45	0,752
V La	0,47	0,834
Al Ka	1,49	0,966
Al Kb	1,56	0,013
Ti Ka	4,50	6,001
Ti Kb	4,93	0,725
V Ka	4,93	1,042
V Kb	5,43	0,131

**Tabela 22 - Análise química semiquantitativa obtida por EDS no ponto 2 para a liga Ti-6Al-4V no estado recozido.**

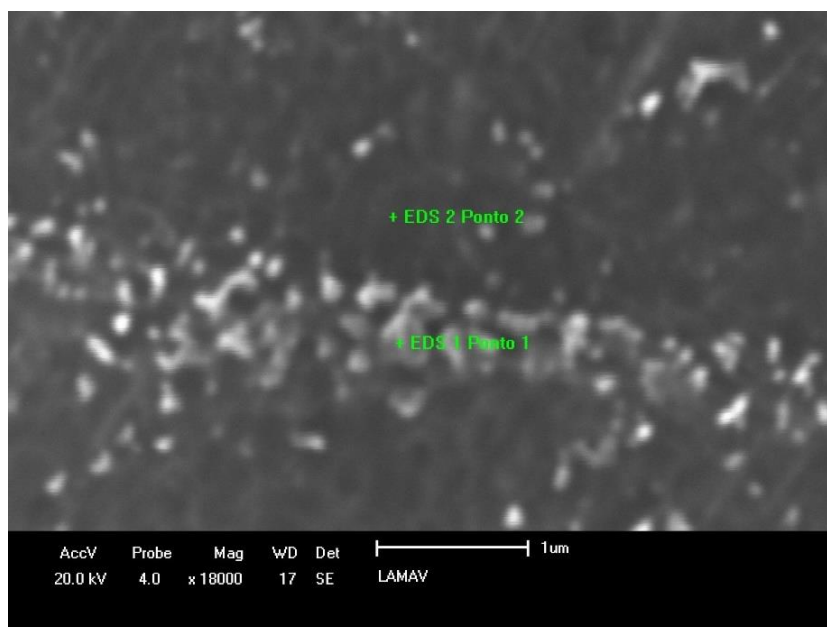
Elemento	Intensidade	%p	%at
Al	0,966	4,836	8,350
Ti	6,036	79,754	77,559
V	0,959	15,410	14,091

#### 4.4.1.2 – Temperado

Na Figura 66 está apresentada a micrografia obtida por MEV com as indicações dos pontos – nas duas fases distintas presentes – onde foram realizadas as microanálises por EDS na liga Ti-6Al-4V no estado temperado.

O ponto 1 está localizado na agulha da fase martensítica  $\alpha'$ -Ti (HC).

O ponto 2 localiza-se na fase  $\beta$ -Ti (CCC) primária, que era estável às altas temperaturas.



**Figura 66 - Indicação dos pontos onde foi realizada microanálise química por EDS na liga Ti-6Al-4V no estado temperado.**



A Figura 67 apresenta o espectro característico da fase localizada no ponto 1. Através da análise dos elementos presentes, sobretudo do alumínio, pode-se afirmar que se trata da fase martensítica  $\alpha'$ -Ti.

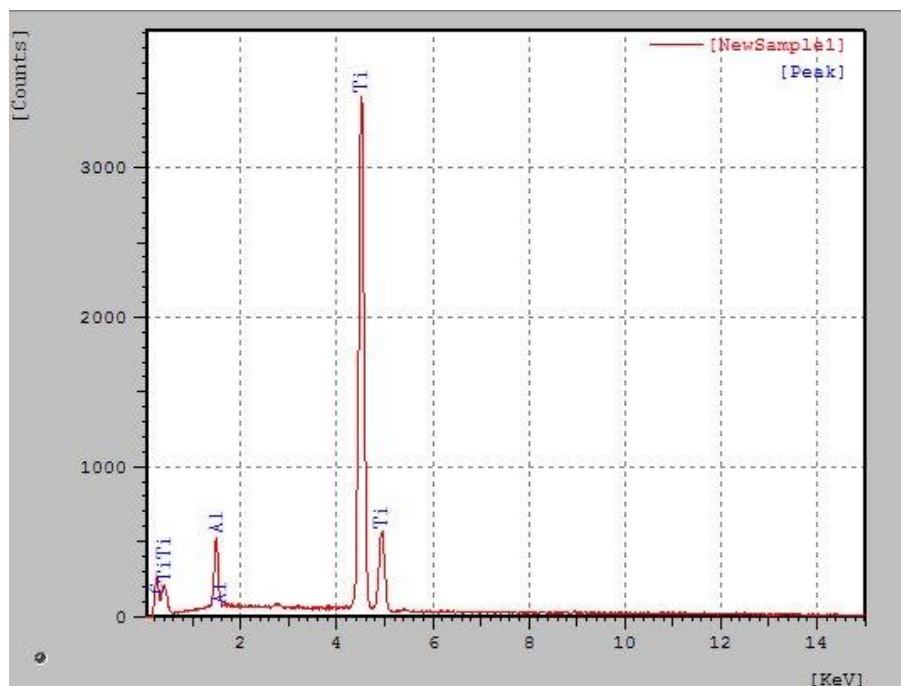


Figura 67 – Espectro de microanálise química por EDS do ponto 1 na liga Ti-6Al-4V no estado temperado.

As tabelas 23 e 24 apresentam os dados quantitativos obtidos por EDS no ponto 1 da Figura 66.

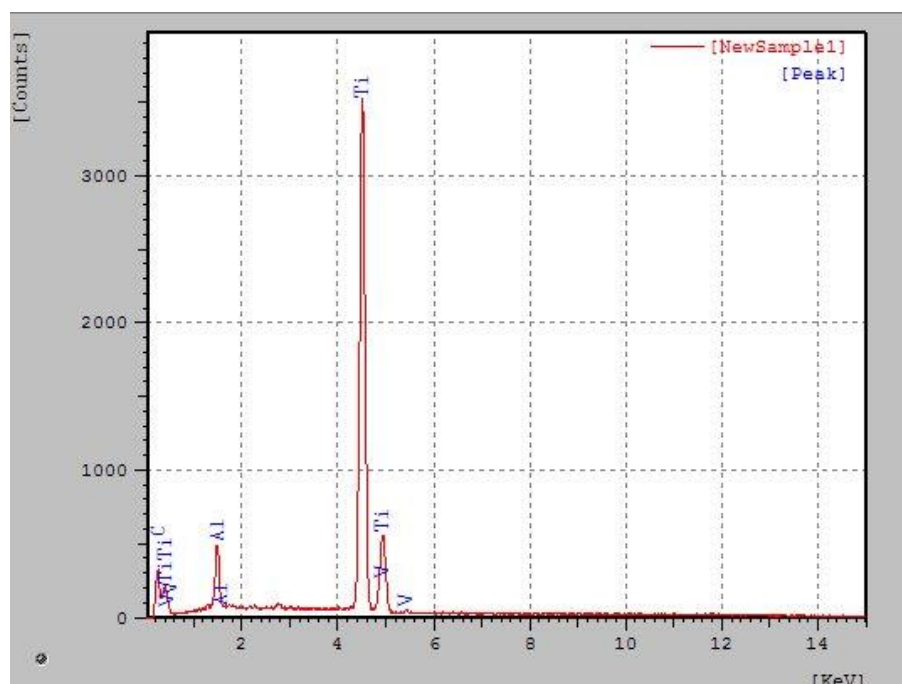
Tabela 23 - Identificação dos picos obtidos por EDS no ponto 1 para a liga Ti-6Al-4V no estado temperado.

Linha/Família	Energia (KeV)	Intensidade (cps/nA)
C Ka	0,26	1,473
Ti LL	0,40	1,082
Ti La	0,42	1,084
Al Ka	1,49	2,699
Al Kb	1,56	0,035
Ti Ka	4,52	19,324
Ti Kb	4,94	2,964

**Tabela 24 - Análise química semiquantitativa obtida por EDS no ponto 1 para a liga Ti-6Al-4V no estado temperado.**

Elemento	Intensidade	%p	%at
Al	2,699	4,624	6,761
Ti	19,093	89,403	73,623
C	1,473	5,973	19,616

A Figura 68 apresenta o espectro obtido da microanálise na fase localizada no ponto 2. A partir do exame dos elementos presentes, principalmente do vanádio, é possível afirmar que a fase analisada é a fase  $\beta$ -Ti.



**Figura 68 – Espectro de microanálise química por EDS do ponto 2 na liga Ti-6Al-4V no estado temperado.**

As tabelas 25 e 26 apresentam os dados quantitativos obtidos por EDS no ponto 2 da Figura 66.

Em comparação com as tabelas 23 e 24 não foram observadas diferenças significativas, apesar do fato da figura 68 exibir o símbolo do vanádio em alguns picos.

Tal fato tem duas explicações. Em primeiro lugar, como pode ser visto nas tabelas 19 e 21, a radiação característica das camadas  $K_{\alpha}$  e  $K_{\beta}$  para os elementos titânio e vanádio têm intervalo de energia muito próximos. Ainda, devido ao caráter adifusional da transformação martensítica, a participação dos elementos em diferentes regiões da amostra não apresenta grande diferença.

**Tabela 25 - Identificação dos picos obtidos por EDS no ponto 2 para a liga Ti-6Al-4V no estado temperado.**

<b>Linha/Família</b>	<b>Energia (KeV)</b>	<b>Intensidade (cps/nA)</b>
C Ka	0,26	1,473
Ti LL	0,40	1,082
Ti La	0,42	1,084
Al Ka	1,49	2,699
Al Kb	1,56	0,035
Ti Ka	4,52	19,324
Ti Kb	4,94	2,964

**Tabela 26 - Análise química semiquantitativa obtida por EDS no ponto 2 para a liga Ti-6Al-4V no estado temperado.**

<b>Elemento</b>	<b>Intensidade</b>	<b>%p</b>	<b>%at</b>
Al	2,460	4,178	5,969
Ti	19,139	88,784	71,443
C	1,784	7,038	22,588

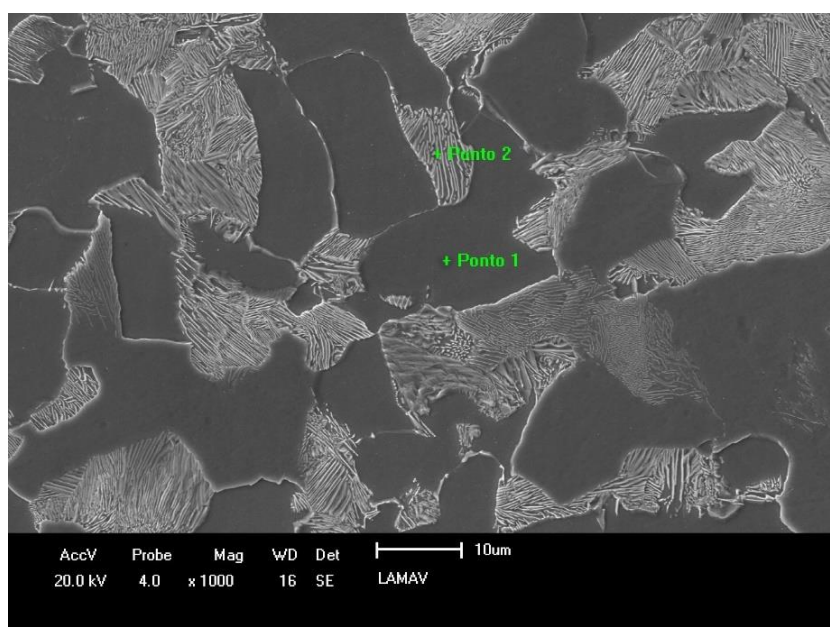
## 4.4.2 – Aço AISI 4130

### 4.4.2.1 – Recozido

Na Figura 69 está apresentada a micrografia obtida por MEV com as indicações dos pontos onde foram realizadas as microanálises por EDS no aço AISI 4130 no estado recozido.

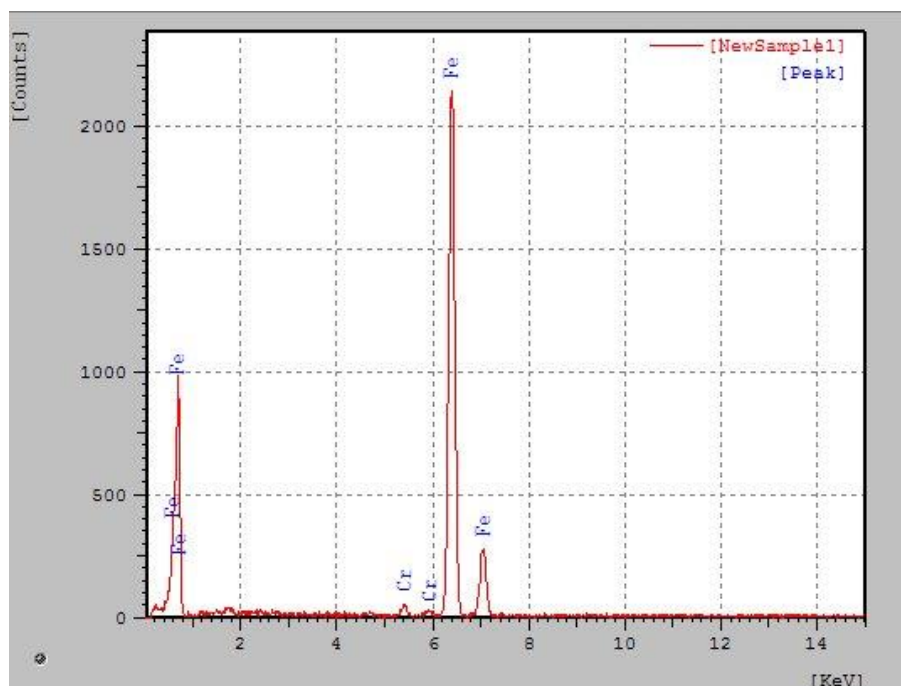
O ponto 1 está localizado no interior da fase  $\alpha$ -Fe (CCC) – ferrita.

O ponto 2 localiza-se no grão do constituinte eutetóide lamelar perlita, composto de ferrita ( $\alpha$ -Fe) e cementita ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ).



**Figura 69 - Indicação dos pontos onde foi realizada microanálise química por EDS no aço AISI 4130 no estado recozido.**

A Figura 70 apresenta o espectro característico da fase localizada no ponto 1, a partir do qual constata-se que essa fase consiste praticamente em ferro puro. Uma das características da ferrita é, exatamente, a baixa solubilidade de carbono e outros elementos de liga.



**Figura 70 – Espectro de microanálise química por EDS do ponto 1 no aço AISI 4130 no estado recozido.**

As tabelas 27 e 28 apresentam os dados quantitativos obtidos por EDS no ponto 1 da Figura 69, onde foram detectados apenas os elementos ferro e cromo.

**Tabela 27 - Identificação dos picos obtidos por EDS no ponto 1 para o aço AISI 4130 no estado recozido.**

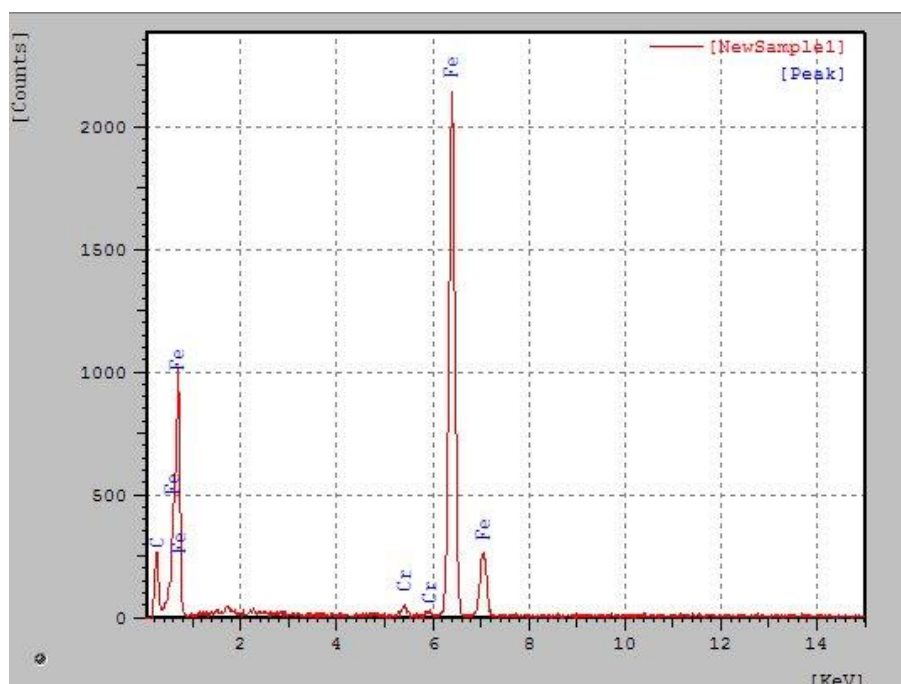
<b>Linha/Família</b>	<b>Energia (KeV)</b>	<b>Intensidade (cps/nA)</b>
Fe LL	0,59	2,023
Fe La	0,71	5,266
Fe Lb1	0,72	1,185
Cr Ka	5,42	0,276
Cr Kb	5,95	0,033
Fe Ka	6,40	11,883
Fe Kb	7,05	1,556

**Tabela 28 - Análise química semiquantitativa obtida por EDS no ponto 1 para o aço AISI 4130 no estado recozido.**

Elemento	Intensidade	%p	%at
Cr	0,276	1,092	1,171
Fe	11,883	98,908	98,829

A Figura 71 apresenta o espectro obtido da microanálise na fase localizada no ponto 2.

A partir do exame dos elementos presentes é possível afirmar se tratar da perlita, sobretudo em função da maior presença do carbono.



**Figura 71 – Espectro de microanálise química por EDS do ponto 2 no aço AISI 4130 no estado recozido.**

As tabelas 29 e 30 apresentam os dados quantitativos obtidos por EDS no ponto 2 da Figura 69.

A maior evidência da presença do constituinte eutético, no caso do aço a perlita, é o aspecto morfológico em lamelas. Essa evidência foi obtida na MO, MC e MEV. Entretanto, a análise quantitativa por EDS reforça a afirmação quanto a presença de

perlita na medida em que o grão localizado no ponto 2 apresentou quantidade significativa de carbono. Esse elemento possui solubilidade muito reduzida na ferrita à temperatura ambiente - 0,008% em peso - porém possui solubilidade considerável na cementita - em torno de 6,67% em peso - que compõe a perlita.

**Tabela 29 - Identificação dos picos obtidos por EDS no ponto 2 para o aço AISI 4130 no estado recozido.**

<b>Linha/Família</b>	<b>Energia (KeV)</b>	<b>Intensidade (cps/nA)</b>
C Ka	0,26	1,442
Fe LL	0,60	2,539
Fe La	0,71	5,327
Fe Lb1	0,72	1,199
Cr Ka	5,41	0,283
Cr Kb	5,95	0,034
Fe Ka	6,40	11,775
Fe Kb	7,06	1,449

**Tabela 30 - Análise química semiquantitativa obtida por EDS no ponto 2 para o aço AISI 4130 no estado recozido.**

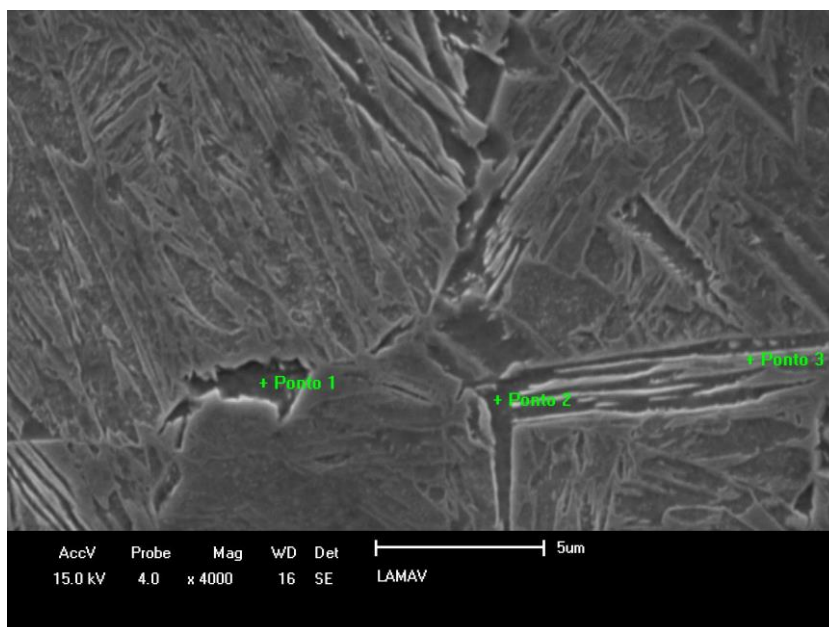
<b>Elemento</b>	<b>Intensidade</b>	<b>%p</b>	<b>%at</b>
C	1,442	6,549	24,562
Cr	0,283	1,054	0,913
Fe	11,775	92,397	74,525

#### 4.4.2.2 – Temperado

Na Figura 72 está apresentada a micrografia obtida por MEV com as indicações dos três pontos onde foram realizadas as microanálises por EDS no aço AISI 4130 no estado temperado.

Procurou-se distribuir os pontos em regiões de diferentes morfologias com o objetivo de verificar a variação da participação do carbono nestes pontos. Como a

transformação martensítica  $\gamma\text{-Fe} \rightarrow \alpha'\text{-Fe}$  (TCC) ocorre sem difusão, a composição da martensita resultante deve ser uniforme e igual à da austenita ( $\gamma\text{-Fe}$ ), que é sua fase matriz.

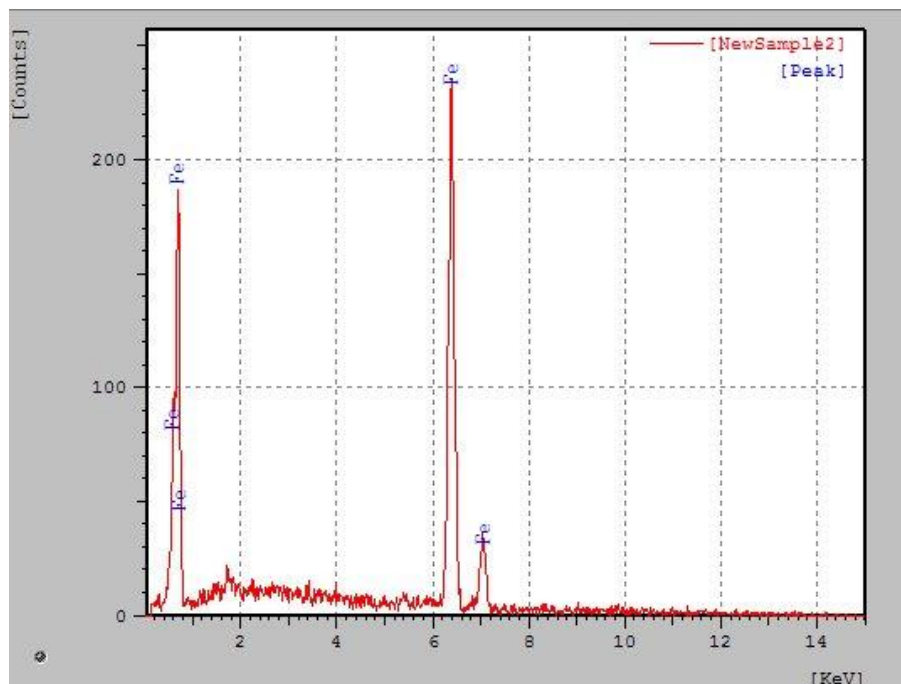


**Figura 72 - Indicação dos pontos onde foi realizada microanálise química por EDS no aço AISI 4130 no estado temperado.**

As Figuras 73, 74 e 75 apresentam os espectros obtidos para a microanálise por EDS nos pontos 1, 2 e 3 - respectivamente.

É possível observar a participação do elemento carbono aproximadamente uniforme nos três pontos analisados, confirmação a obtenção da estrutura preponderantemente martensítica no aço AISI 4130 temperado.





**Figura 73 – Espectro de microanálise química por EDS do ponto 1 no aço AISI 4130 no estado temperado.**

As tabelas 31, 32, 33, 34, 35 e 36 apresentam o resultado da análise dos picos e da composição química nos pontos 1, 2 e 3, respectivamente, da Figura 72.

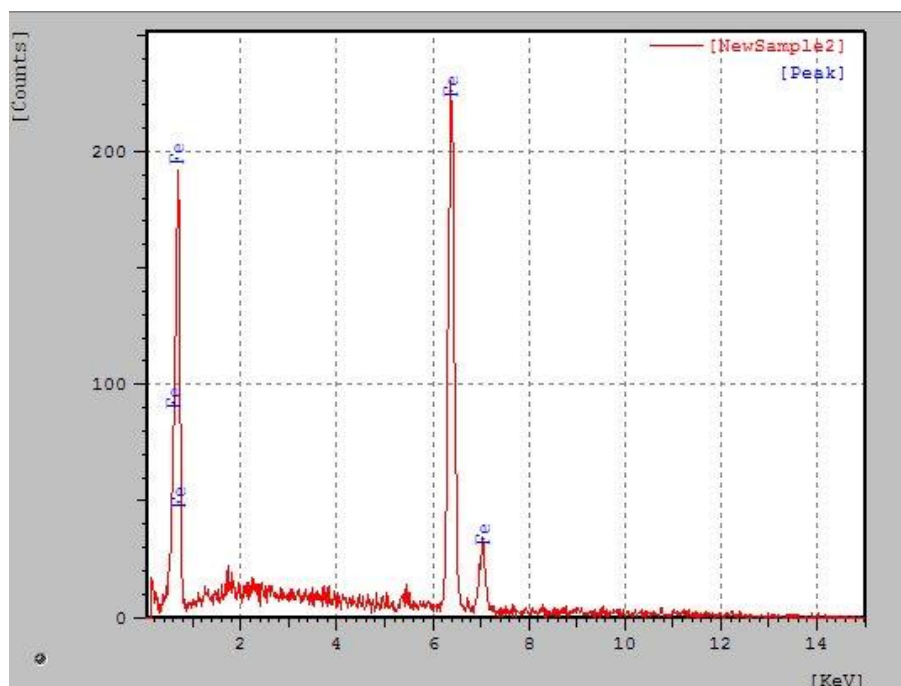
Através da análise das tabelas, possível constatar que não há diferença significativa entre os pontos. Devido à transformação adifusional que ocorre durante a têmpera, ocasionando a formação da martensita  $\alpha'$ -Fe (TCC), não há movimentação atômica de longo alcance, o que resulta na composição aproximadamente uniforme ao longo de toda a amostra.

**Tabela 31 - Identificação dos picos obtidos por EDS no ponto 1 para o aço AISI 4130 no estado temperado.**

<b>Linha/Família</b>	<b>Energia (KeV)</b>	<b>Intensidade (cps/nA)</b>
Fe LL	0,59	0,413
Fe La	0,71	0,995
Fe Lb1	0,72	0,224
Fe Ka	6,40	1,230
Fe Kb	7,06	0,148

**Tabela 32 - Análise química semiquantitativa obtida por EDS no ponto 1 para o aço AISI 4130 no estado temperado.**

Elemento	Intensidade	%p	%at
Fe	1,165	100	100



**Figura 74 – Espectro de microanálise química por EDS do ponto 2 no aço AISI 4130 no estado temperado.**

**Tabela 33 - Identificação dos picos obtidos por EDS no ponto 2 para o aço AISI 4130 no estado temperado.**

Linha/Família	Energia (KeV)	Intensidade (cps/nA)
Fe LL	0,62	0,472
Fe La	0,70	1,048
Fe Lb1	0,72	0,236
Fe Ka	6,39	1,216
Fe Kb	7,06	0,150

**Tabela 34 - Análise química semiquantitativa obtida por EDS no ponto 2 para o aço AISI 4130 no estado temperado.**

Elemento	Intensidade	%p	%at
Fe	1,220	100	100

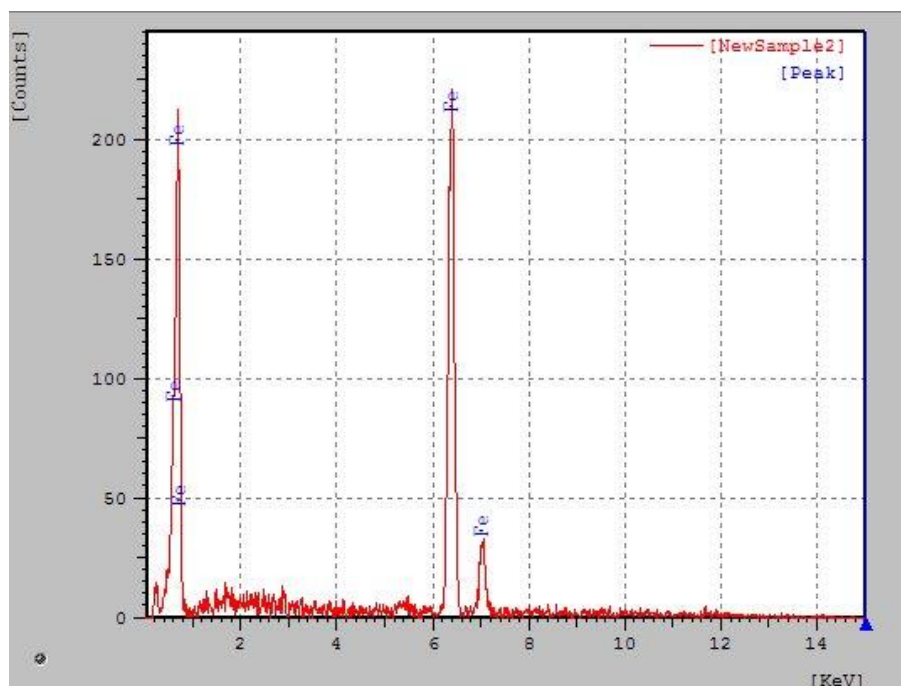


Figura 75 – Espectro de microanálise química por EDS do ponto 3 no aço AISI 4130 no estado temperado.

Tabela 35 - Identificação dos picos obtidos por EDS no ponto 3 para o aço AISI 4130 no estado temperado.

Linha/Família	Energia (KeV)	Intensidade (cps/nA)
Fe LL	0,62	0,487
Fe La	0,71	1,081
Fe Lb1	0,72	0,243
Fe Ka	6,39	1,162
Fe Kb	7,03	0,174

Tabela 36 - Análise química semiquantitativa obtida por EDS no ponto 3 para o aço AISI 4130 no estado temperado.

Elemento	Intensidade	%p	%at
Fe	1,157	100	100

## 4.5 – ANÁLISE TÉRMICA POR DILATOMETRIA

### 4.5.1 – Ti-6Al-4V

#### 4.5.1.1 – Recozido

A liga Ti-6Al-4V no estado recozido, sofreu a dilatação linear, com o coeficiente térmico de dilatação relativa de  $(\Delta L/L_0)/\Delta T = 1,462 \times 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ , aproximadamente. A mudança linear revela a estabilidade da estrutura inicial, composta da fase estável alfa, uma vez que a temperatura crítica de transformação para a fase  $\beta$ -Ti não foi alcançada nas condições do experimento (Figura 76).

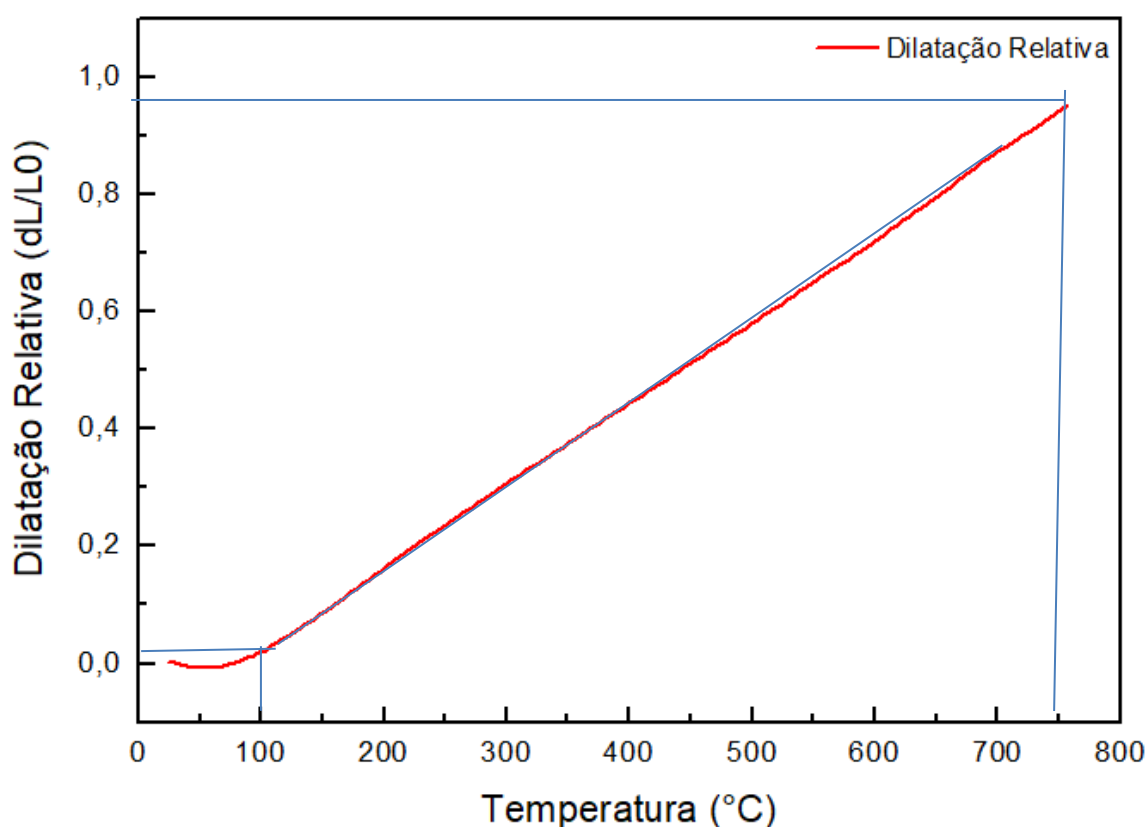


Figura 76 - Curva de dilatação relativa em função da temperatura obtida para a liga Ti-6Al-4V no estado recozido.

#### 4.5.1.2 – Temperado

A liga Ti-6Al-4V no estado temperado, no intervalo entre a temperatura ambiente e 425 °C, sofreu a dilatação linear, com o coeficiente térmico de dilatação relativa de  $(\Delta L/L_0)/\Delta T = 1,538 \times 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ , próximo ao coeficiente da liga recozida.

A martensita parece ser estável até 400-450 °C, mas acima de 450 °C até 900 °C, sofre a decomposição em regiões ricas em elementos de liga, que posteriormente formam a fase  $\beta$ -Ti estável, e regiões pobres em elementos de liga, que formam a fase  $\alpha$ -Ti estável. Acima de 900° C, a estrutura da liga apresenta comportamento dilatométrico determinado pela fase  $\beta$ -Ti estável, uma vez que essa fase se forma nessa região e permanece estável até a temperatura de fusão da liga. Também, é possível observar que começa a sofrer, novamente, dilatação térmica que denota tendência linear, o que é característico para fases estáveis (Figura 77).

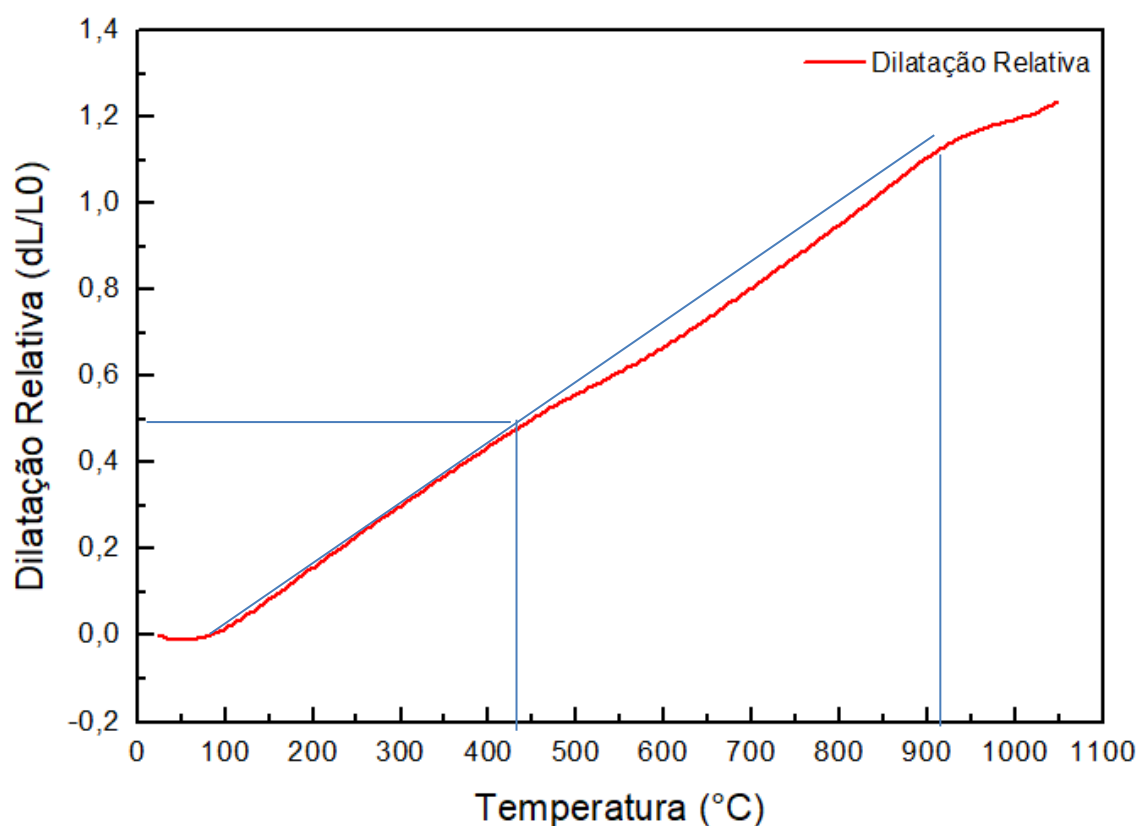


Figura 77 - Curva de dilatação relativa em função da temperatura obtida para a liga Ti-6Al-4V no estado temperado.

## 4.5.2 – Aço AISI 4130

### 4.5.2.1 – *Recozido*

O aço recozido, no aquecimento dentro do intervalo de temperatura ambiente até 750° C sofreu a dilatação linear, com o coeficiente térmico de dilatação relativa de  $(\Delta L/L_0)/\Delta T = 1,6 \times 10^{-5} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ . A mudança linear revela a estabilidade da estrutura inicial, composta das fases estáveis ferrita e cementita, até temperatura crítica de transformação.

No intervalo de 760 a 810 °C, o corpo de prova sofreu uma compressão volumétrica, resultado da reação (ferrita + cementita → austenita), que inclui a transformação alotrópica do ferro – tendo este a rede CCC sendo transformada em CFC. À rede CFC está associado maior fator de empacotamento atômico; logo, maior densidade atômica e menor volume ocupado para o mesmo número de átomos de ferro que antes se encontravam na rede CCC. Esse fato explica a dilatação térmica negativa (compressão volumétrica) para esse intervalo de temperaturas.

A temperaturas logo acima deste intervalo crítico foi observado um patamar, que pode revelar ocorrência de múltiplos processos complexos e dependentes do tempo (difusivos), como a finalização da formação da austenita e consequente compressão volumétrica devido à maior densidade da nova fase em formação, dilatação térmica das redes das fases existentes e dissolução de carbono na austenita.

A partir de 900° C, o corpo de prova começou a dilatar com coeficiente térmico não determinado neste experimento. Possivelmente, a partir desta temperatura, a austenita se comporta como a fase estável.

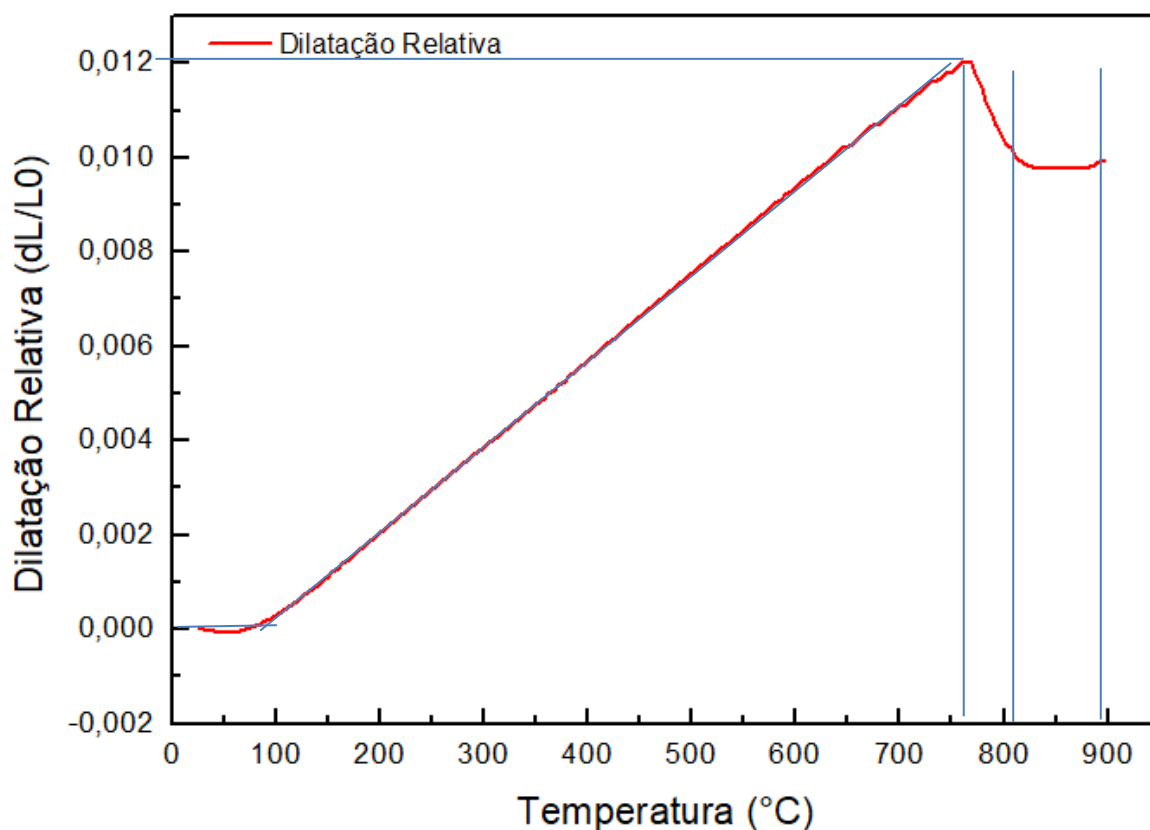


Figura 78 - Curva de dilatação relativa em função da temperatura obtida para a liga AISI 4130 no estado recozido.

#### 4.5.2.2 – Temperado

No estado temperado, o aço durante o aquecimento apresentou comportamento de dilatação não linear, até temperatura crítica de transformação (em torno de 750 °C). Esse processo se deve à decomposição da martensita (semelhante ao tratamento de revenido). Ao chegar na temperatura crítica, toda a martensita já se decompôs.

O patamar observado acima deste intervalo crítico é consideravelmente mais estreito que o observado no estado recozido. Esse comportamento ocorre em razão da martensita inicial manter a mesma composição da austenita a partir da qual se formou. Logo, a transformação na austenita não envolve processos complexos de movimentação atômica de longo alcance (difusão).

A partir de 800 °C o corpo de prova começou a dilatar linearmente, com coeficiente térmico não determinado neste experimento. A partir desta temperatura, a austenita é a fase alotrópica estável do ferro, por isso o comportamento inicial de tendência a dilatação linear.

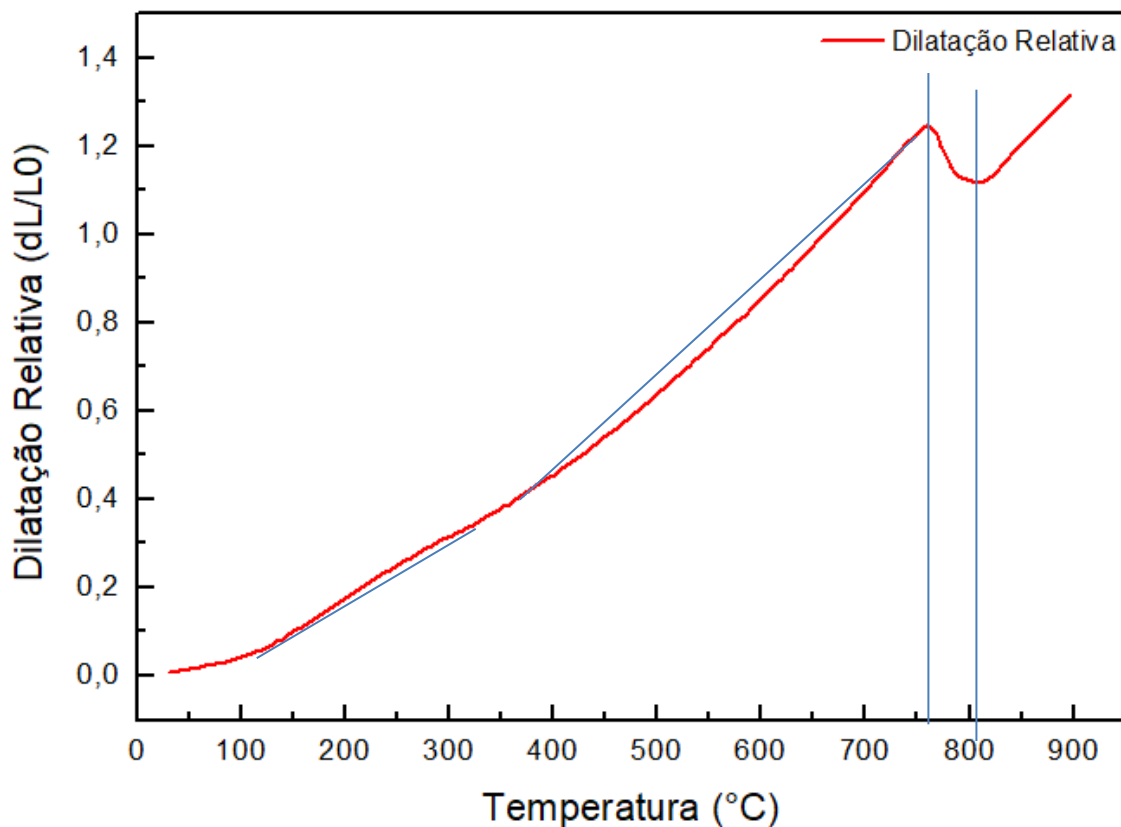


Figura 79 - Curva de dilatação relativa em função da temperatura obtida para a liga AISI 4130 no estado temperado.



## 4.6 – DUREZA

### 4.6.1 – Liga Ti-6Al-4V

Na liga Ti-6Al-4V, a transformação martensítica – sofrida pela fase  $\beta$ -Ti na têmpera – não impõem grandes deformações e tensões na rede cristalina à temperatura ambiente, uma vez que a fase  $\alpha'$ -Ti, resultante da têmpera, tem a mesma estrutura cristalina da fase  $\alpha$ -Ti, que seria estável à temperatura ambiente.

Há maior saturação dos elementos de liga na fase martensítica, na concentração que era estável à temperatura da têmpera. Entretanto, não há alterações significativas nas propriedades de resistência mecânica, conforme evidenciado pela tabela 37.

Ademais, a formação de defeitos nos sólidos cristalinos consiste em processo termicamente ativado. Logo, o número de defeitos estáveis aumenta exponencialmente com o aumento da temperatura. Ao ser aquecida a elevadas temperaturas e posteriormente sofrer resfriamento brusco no procedimento de têmpera, a liga mantém à temperatura ambiente a alta densidade de defeitos, em valores que eram estáveis à altas temperaturas. Tais defeitos criam tensões na rede cristalina e tem o efeito de aumentar moderadamente a resistência mecânica da liga.

Isto posto, a diferença no valor da dureza que existe entre os estados recozido e temperado ocorre em razão da conjunção de dois fatores, a saber, a maior concentração de elementos de liga na fase  $\alpha'$ -Ti em relação à fase  $\alpha$ -Ti e a maior densidade de defeitos no estado temperado.

**Tabela 37 - Valores de dureza obtidos para a liga Ti-6Al-4V.**

<b>Recozido</b>	<b>Temperado</b>
Dureza (HV) = $332 \pm 47$	Dureza (HV) = $379 \pm 33$

#### 4.6.2 – Aço AISI 4130

No aço a têmpera promove transformação polimórfica do ferro, além da estabilização de maior densidade de defeitos, como ocorre na liga Ti-6Al-4V. Além disso, a composição da fase martensítica resultante é mais rica em carbono (elemento que forma com o ferro uma solução sólida intersticial, ocasionando grandes tensões elásticas), que promove incremento na resistência do ferro.

No resfriamento brusco, a austenita  $\gamma$ -Fe (CFC) se transforma na martensita  $\alpha'$ -Fe (TCC). Essa transformação impõe deformação à rede cristalina, que na temperatura ambiente seria a rede da fase ferrita  $\alpha$ -Fe (CCC).

Os dois fenômenos supracitados acarretam a diferença nos valores de dureza para o aço AISI 4130, nos estados recozido e temperado, observados a partir da análise da tabela 38.

**Tabela 38 - Valores de dureza obtidos para a liga AISI 4130.**

<b>Recozido</b>	<b>Temperado</b>
Dureza (HV) = $160 \pm 15$	Dureza (HV) = $541 \pm 46$

## 4.7 – MÓDULOS ELÁSTICOS DINÂMICOS À TEMPERATURA AMBIENTE

Através da análise dos valores das constantes elásticas obtidas a temperatura ambiente, tanto para o aço AISI 4130 quanto para a liga Ti-6Al-4V, pode-se afirmar que o tratamento térmico não exerceu grande influência no valor das mesmas.

Este resultado era de certa forma esperado, visto que os módulos elásticos mensuram a relação entre tensão aplicada e deformação resultante – ou a força aplicada e a separação interatômica –, dentro do limite linear-elástico. Ou seja, no início do que seria a curva “tensão x deformação” ( $\sigma \times \varepsilon$ ), obtida pelo método convencional de ensaio de tração, até o limite de proporcionalidade.

Mesmo no ensaio de tração convencional não é comum obter diferenças significativas no módulo de elasticidade em função de tratamentos térmicos aplicados sendo as principais diferenças obtidas, para tratamentos térmicos, na região de deformação plástica da curva  $\sigma \times \varepsilon$  (ex.: tensão de escoamento, limite de resistência a tração, tensão de ruptura, entre outros).

### 4.7.1 – Liga Ti-6Al-4V

Segundo Leyens e Peters (2003), Meyers e Chawla (2009) e Moiseyev, (2006), os valores do módulo de elasticidade para a liga Ti-6Al-4V estão compreendidos entre 110 GPa e 140 GPa.

Na tabela 20 estão apresentados os valores obtidos através da aplicação da TEI na liga de titânio, nos estados recozido e temperado.

**Tabela 39 - Valores dos módulos de elasticidade para a liga Ti-6Al-4V obtidos à temperatura ambiente através da técnica de excitação por impulso.**

Recozido	Temperado
$E(\text{GPa}) = 110 \pm 1$	$E(\text{GPa}) = 117 \pm 0,4$

#### 4.7.2 – Aço AISI 4130

Os valores para os módulos de elasticidade e de cisalhamento e para o coeficiente de Poisson, obtidos para o aço AISI 4130 através da TEI, estão apresentados na tabela 21. Esses valores estão em concordância com os determinados por outros autores para essas mesmas propriedades, tais como Meyers e Chawla (2009) e Nunes et al. (1991).

**Tabela 40 - Valores dos módulos de elasticidade, de cisalhamento e do coeficiente de Poisson para o aço AISI 4130 obtidos à temperatura ambiente através da técnica de excitação por impulso.**

<b>Recozido</b>	<b>Temperado</b>
$E(\text{GPa}) = 201 \pm 3$	$E(\text{GPa}) = 193 \pm 5$
$G(\text{GPa}) = 79 \pm 2$	$G(\text{GPa}) = 76 \pm 2$
$U = 0,2733$	$U = 0,2667$

## 4.8 – MÓDULO DE ELASTICIDADE DINÂMICO E AMORTECIMENTO EM FUNÇÃO DA TEMPERATURA

### 4.8.1 – Liga Ti-6Al-4V

#### 4.8.1.1 – Recozido

O comportamento do módulo de elasticidade da liga Ti-6Al-4V no estado recozido, durante o aquecimento e o resfriamento, variou de forma linear, até valores próximos a temperatura de transformação polimórfica da liga  $\alpha$ -Ti  $\rightarrow$   $\beta$ -Ti, conforme pode ser observado na Figura 80.

Na região da transformação polimórfica, 950 °C a 1050 °C, o módulo apresentou uma dispersão maior nos valores. Tal comportamento complexo pode ser atribuído aos elevados valores do amortecimento na região de transformação de fases, o que provoca maior atenuação do sinal acústico gerado no material pelo impulso mecânico inicial.

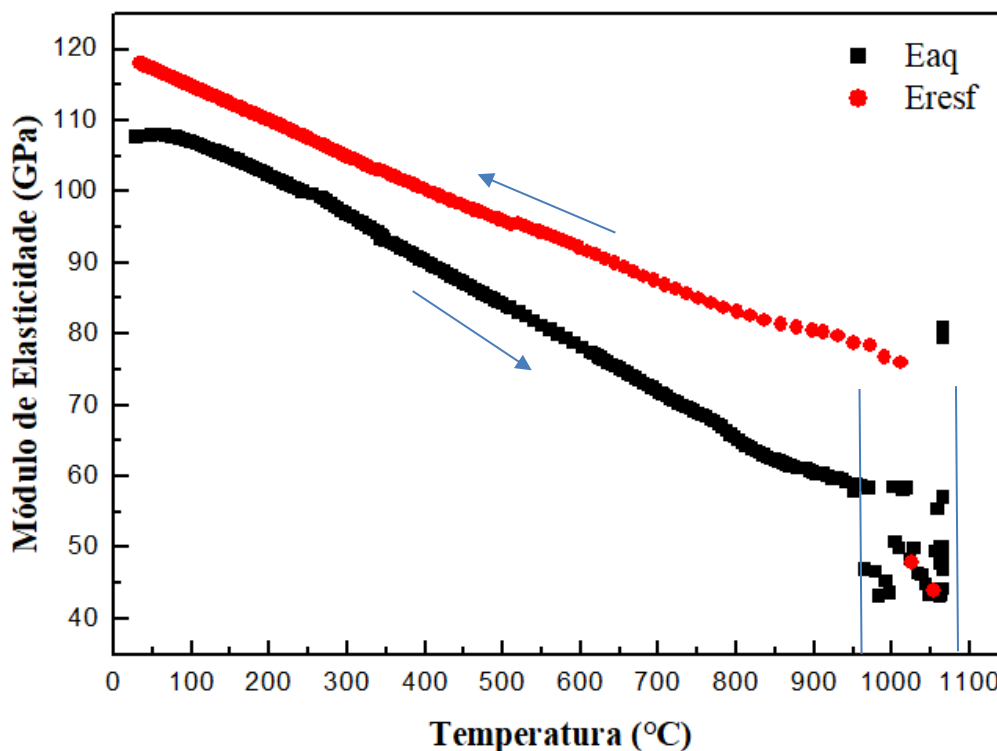


Figura 80 - Variação do módulo de elasticidade em função da temperatura para a liga Ti-6Al-4V no estado recozido.

O amortecimento nos metais, conforme discutido na seção 2.8, está associado às suas características microestruturais. Durante o aquecimento, um aumento considerável no amortecimento já começa a partir dos 600 °C.

Esse aumento inicial está ligado à ativação/movimentação das discordâncias, que colaboram para a atenuação do sinal acústico gerado na amostra. Às temperaturas maiores, ao redor de 900 °C, são observados os maiores valores para o amortecimento. Tal fato fornece o indicio de que nessa região ocorre a transformação alotrópica  $\alpha$ -Ti  $\rightarrow$   $\beta$ -Ti, visto que a movimentação dos contornos de grão colabora para a atenuação da resposta acústica do material, gerando um aumento do amortecimento.

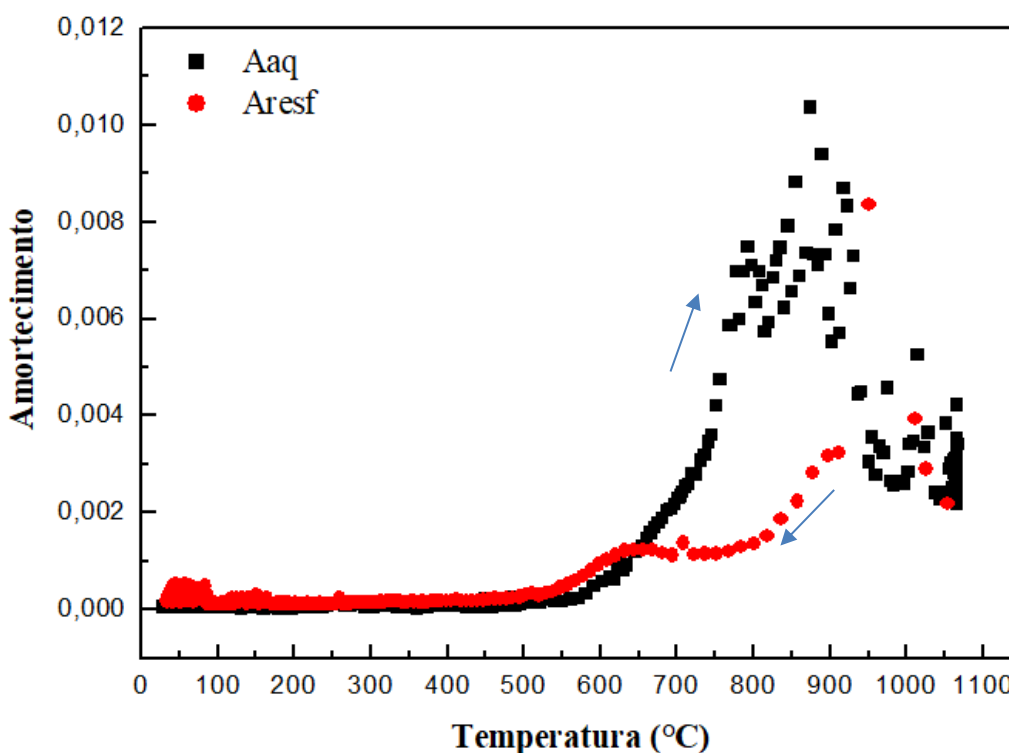


Figura 81 - Variação do amortecimento em função da temperatura para a liga Ti-6Al-4V no estado recozido.

A Figura 82 apresenta os dados da variação em função da temperatura do módulo de elasticidade dinâmico e do amortecimento plotados em um mesmo gráfico.

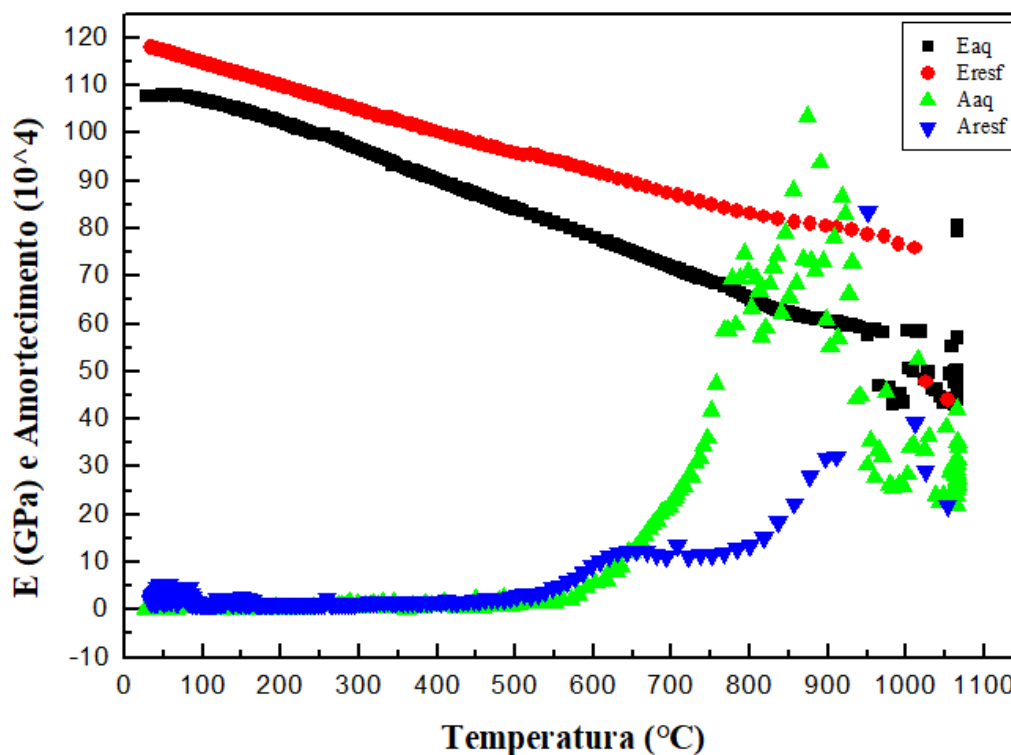


Figura 82 - Variação do módulo de elasticidade e do amortecimento em função da temperatura para a liga Ti-6Al-4V no estado recozido.

#### 4.8.1.2 – Temperado

A Figura 83 apresenta a variação do módulo de elasticidade em função da temperatura no estado temperado da liga Ti-6Al-4V. É possível afirmar que houve um decréscimo linear durante o aquecimento e aumento linear durante o resfriamento. Não sendo assim possível, através dessa propriedade, determinar intervalos de temperatura para a decomposição da martensita  $\alpha'$ -Ti e para a transformação alotrópica  $\alpha$ -Ti  $\rightarrow$   $\beta$ -Ti.

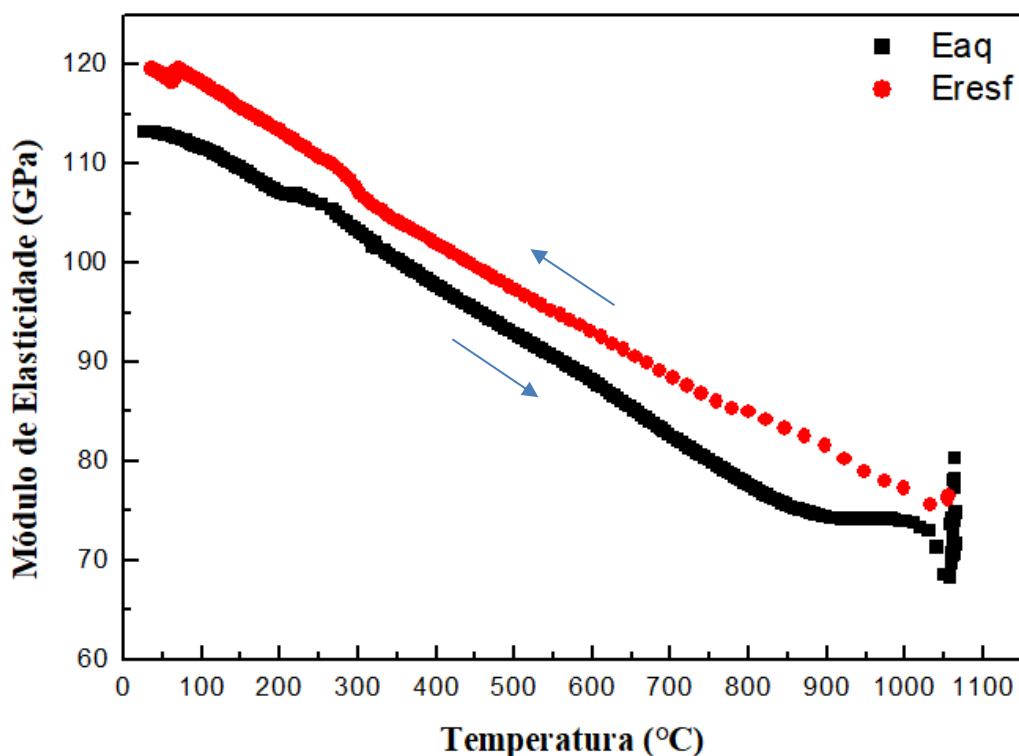


Figura 83 - Variação do módulo de elasticidade em função da temperatura para a liga Ti-6Al-4V no estado temperado.

A variação do amortecimento em função da temperatura no estado temperado da liga Ti-6Al-4V é apresentada na Figura 84.

Até temperaturas próximas à 600 °C não foi observada variação significativa no amortecimento. Todavia, a partir dessa temperatura, com a continuidade do aquecimento, o amortecimento aumenta consideravelmente. Isso ocorre em razão do aumento de processos termicamente ativados que colaboram para a atenuação da vibração no material, tal como o movimento das discordâncias.

O pico do amortecimento ocorre a temperaturas entre 950 °C e 1050 °C, região de temperatura na qual ocorre a transformação polimórfica ( $\alpha$ -Ti  $\rightarrow$   $\beta$ -Ti) da liga. Isso em virtude, também, da maior movimentação dos contornos de grãos.



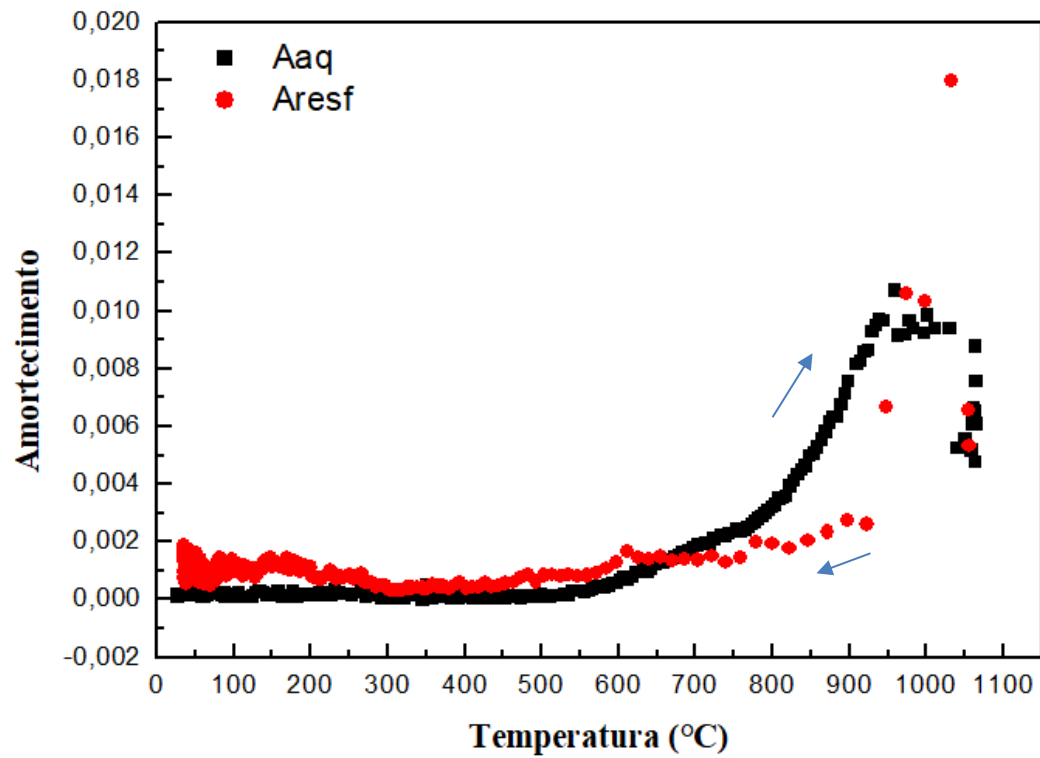


Figura 84 - Variação do amortecimento em função da temperatura para a liga Ti-6Al-4V no estado temperado.

A Figura 85 apresenta os dados da variação em função da temperatura do módulo de elasticidade dinâmico e do amortecimento plotados em um mesmo gráfico.

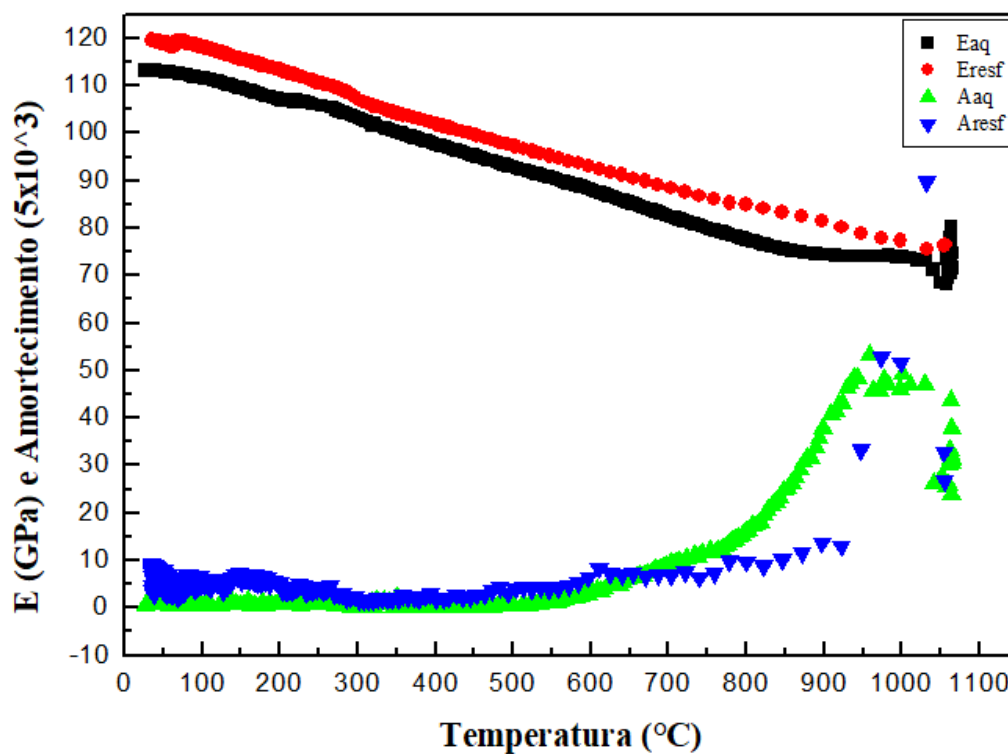


Figura 85 - Variação do módulo de elasticidade e do amortecimento em função da temperatura para a liga Ti-6Al-4V no estado temperado.

## 4.8.2 – Aço AISI 4130

### 4.8.2.1 – Recozido

O comportamento do módulo de elasticidade para o aço AISI 4130 no estado estável - recozido - apresentou decréscimo aproximadamente linear, não evidenciando a região de transformação de fase (Figura 86).

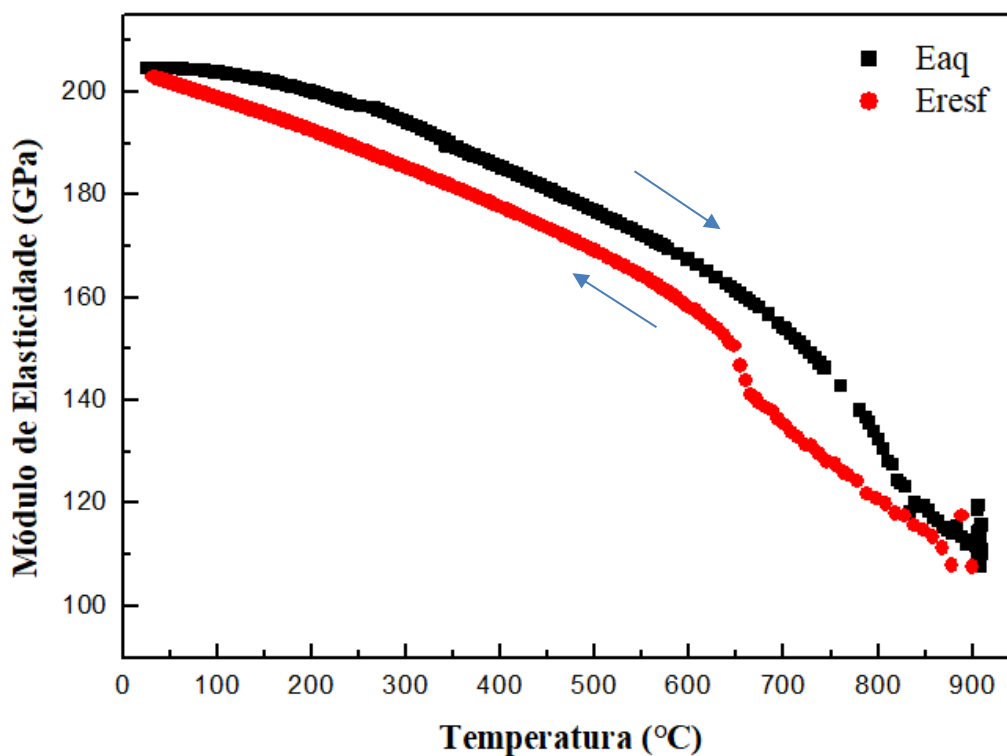


Figura 86 - Variação do módulo de elasticidade em função da temperatura para o aço AISI 4130 no estado recozido.

A Figura 87 apresenta a variação do amortecimento no aço AISI 4130 em função da temperatura.

Não é observada mudança significativa até próximo a 600 °C. A partir dessa temperatura o amortecimento aumenta consideravelmente em função da movimentação de discordâncias. Ainda, o pico do amortecimento ocorre entre 800 °C e 900 °C, em função da transformação polimórfica ( $\alpha$ -Fe  $\rightarrow$   $\gamma$ -Fe) que ocorre na liga.

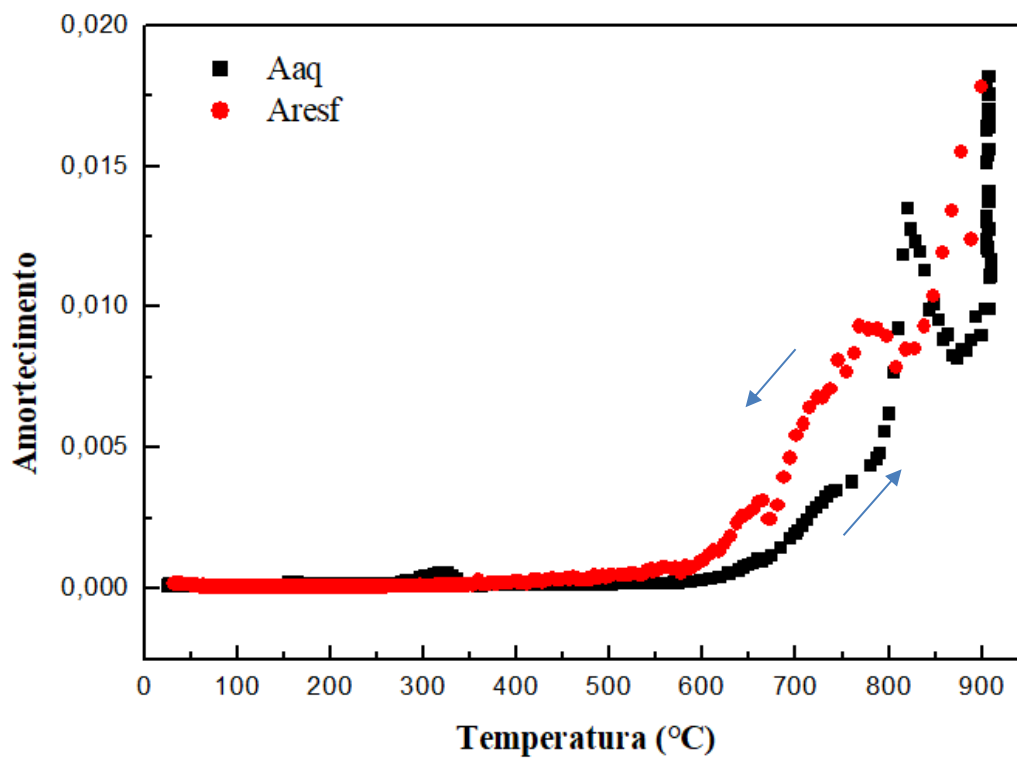


Figura 87 - Variação do amortecimento em função da temperatura para o aço AISI 4130 no estado recozido.

A Figura 88 apresenta os dados da variação em função da temperatura do módulo de elasticidade dinâmico e do amortecimento plotados em um mesmo gráfico.

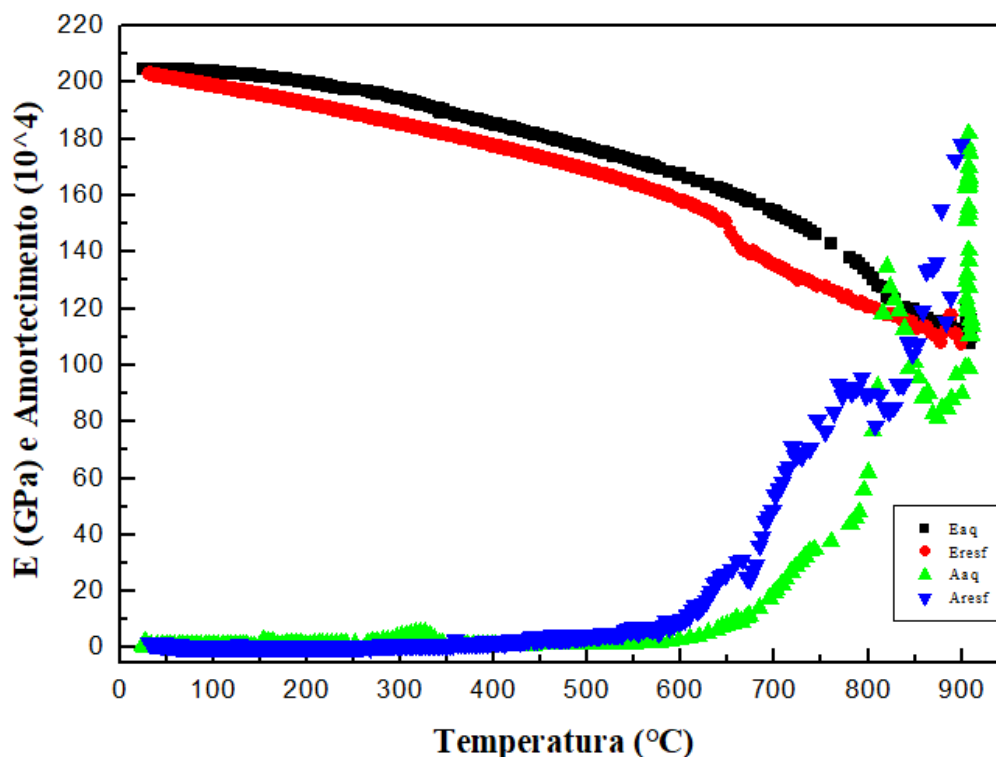


Figura 88 - Variação do módulo de elasticidade e do amortecimento em função da temperatura para o aço AISI 4130 no estado recozido.

#### 4.8.2.2 – Temperado

No estado temperado, durante o aquecimento e o resfriamento, o módulo de elasticidade do aço AISI 4130 apresentou variação linear, não evidenciando a decomposição da fase martensítica.

A temperaturas entre 800 °C e 900 °C o módulo de elasticidade apresentou comportamento complexo, com maior dispersão dos valores obtidos. Esse comportamento pode estar associado ao aumento significativo do amortecimento nessa região, o que causa maior atenuação do sinal acústico gerado no material.

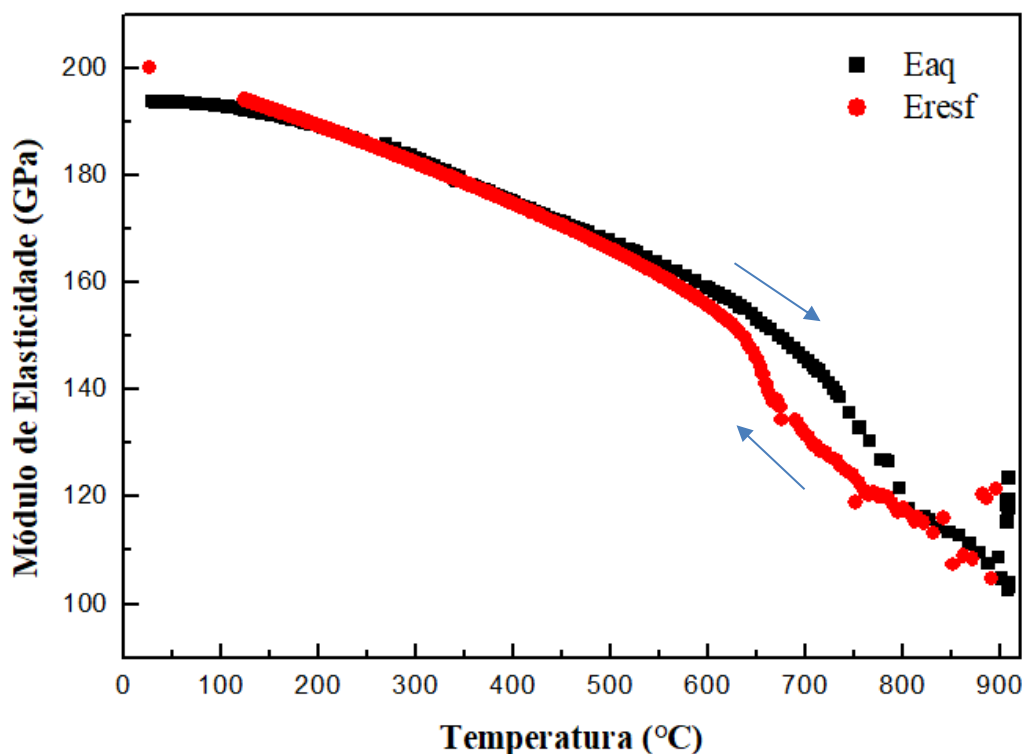


Figura 89 - Variação do módulo de elasticidade em função da temperatura para o aço AISI 4130 no estado temperado.

A figura 90 apresenta o comportamento do amortecimento em função da temperatura para o aço AISI 4130. A partir da análise da figura, é possível notar claramente a influência do processo de decomposição da martensita no intervalo de, aproximadamente, 300 °C a 500 °C.

Durante o aquecimento há um significativo aumento do amortecimento nessa região, ao passo que no resfriamento o mesmo não ocorre, já que a martensita já se decompôs nas fases estáveis e não está mais presente, não havendo mais, durante o resfriamento, mudanças estruturais significativas nessa região.

Às temperaturas ainda mais altas, entre 600 °C e 900 °C o amortecimento passa por novo aumento, relacionado inicialmente à ativação das discordâncias e posteriormente ao movimento dos contornos de grãos durante a transformação polimórfica ( $\alpha\text{-Fe} \rightarrow \gamma\text{-Fe}$ ) do ferro.

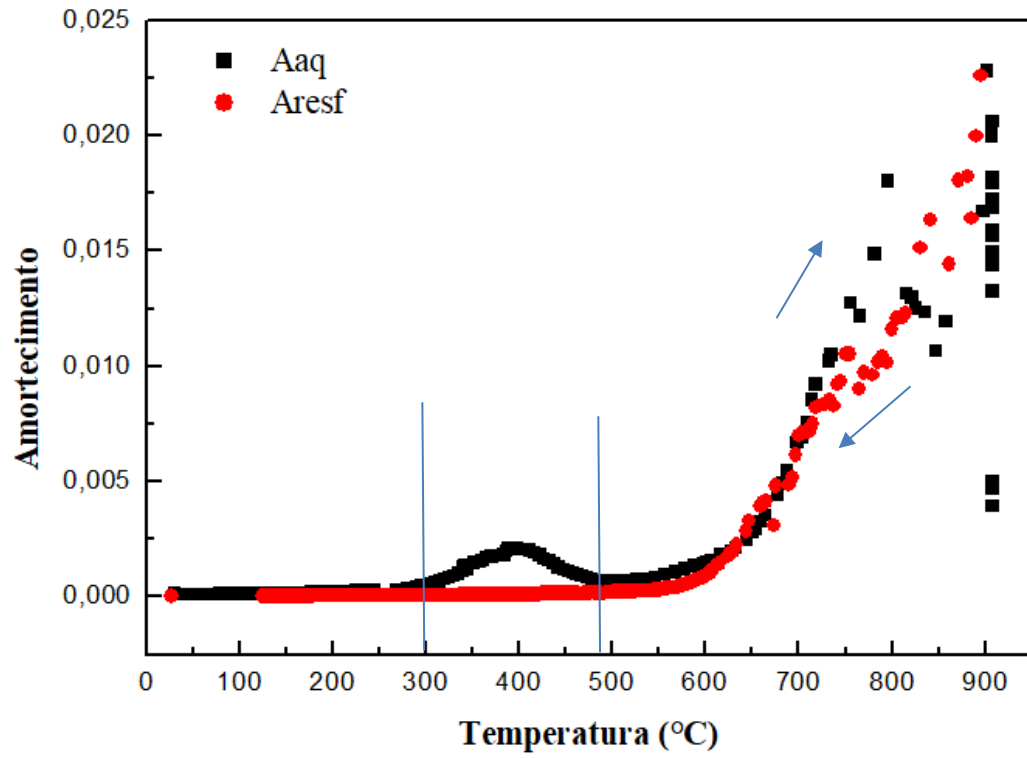


Figura 90 - Variação do amortecimento em função da temperatura para o aço AISI 4130 no estado temperado.

A Figura 91 apresenta os dados da variação em função da temperatura do módulo de elasticidade dinâmico e do amortecimento plotados em um mesmo gráfico.

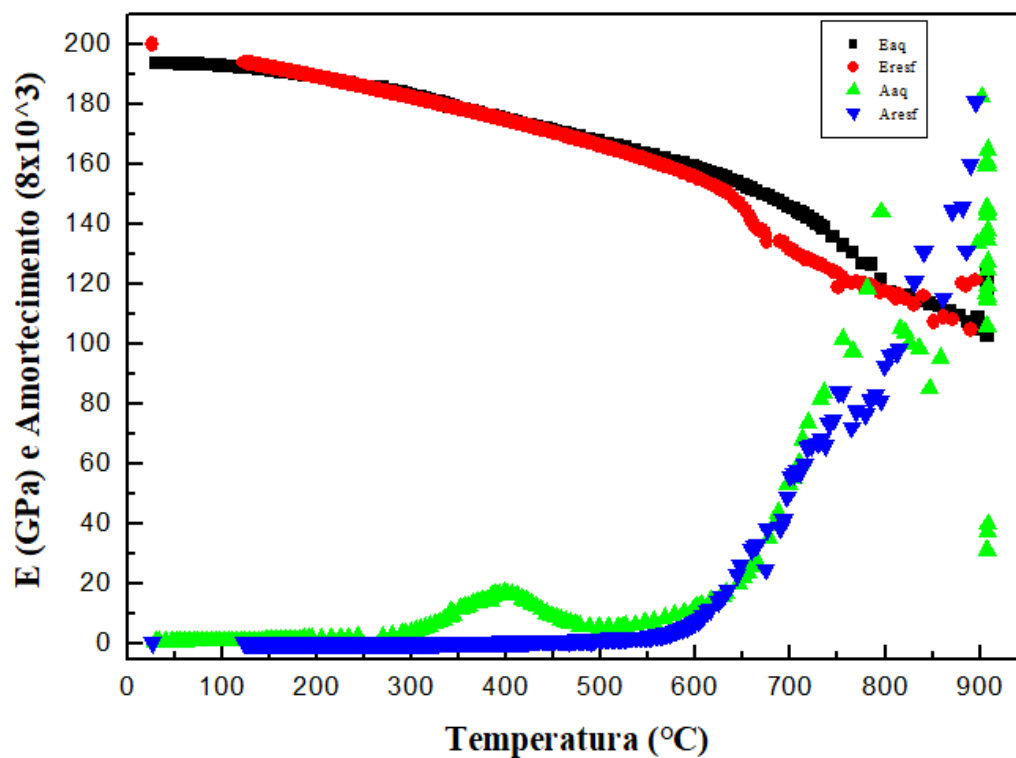


Figura 91 - Variação do módulo de elasticidade e do amortecimento em função da temperatura para o aço AISI 4130 no estado temperado.



## CAPÍTULO 5: CONCLUSÕES

- Foram identificadas estruturas típicas do estado estável,  $\alpha$ -Ti (HC) e traços de  $\beta$ -Ti (CCC) na liga Ti-6Al-4V e ferrita e cementita no aço, após realização do recozimento. Estruturas metaestáveis, martensita  $\alpha'$ -Ti (HC) na liga de titânio e martensita  $\alpha'$ -Fe (TCC) no aço, foram observadas após a realização da têmpera;
- À temperatura ambiente o módulo de elasticidade dinâmico para a liga Ti-6Al-4V medido no estado recozido foi de  $E(\text{GPa}) = 110 \pm 1$  e para o estado temperado de  $E(\text{GPa}) = 117 \pm 0,4$ ;
- À temperatura ambiente o módulo de elasticidade dinâmico para o aço AISI 4130 foi determinado para o estado recozido  $E(\text{GPa}) = 201 \pm 3$  e para o estado temperado  $E(\text{GPa}) = 193 \pm 5$ ;
- Quanto aos valores de dureza, para liga Ti-6Al-4V foram medidos, na escala Vickers, os valores de  $332 \pm 47$  no estado recozido e  $379 \pm 33$  no estado temperado. Quanto ao aço AISI 4130, os valores de dureza obtidos foram, também na escala Vickers, de  $160 \pm 15$  para o estado recozido e  $541 \pm 46$  para o estado temperado;
- Os dados da dilatométrica, o comportamento dos módulos de elasticidade e do amortecimento para as ligas com fases estáveis, durante o aquecimento e o resfriamento, sofreram variação evidenciando os intervalos de temperatura para estabilidade estrutural e transformação de fases das respectivas ligas;
- Durante o aquecimento, as ligas temperadas mostraram comportamento que denota a decomposição das fases martensíticas  $\alpha'$ -Ti (HC) e  $\alpha'$ -Fe (TCC), tendendo à transformação para as fases estáveis  $\alpha$ -Ti (HC) +  $\beta$ -Ti (CCC) e  $\alpha$ -Fe (CCC) +  $\text{Fe}_3\text{C}$  (Ortorrômbica). Esse comportamento foi observado na dilatométrica, no amortecimento e no comportamento do módulo de elasticidade;

- Para as fases estáveis, o módulo de elasticidade diminuiu de forma linear, acompanhando os dados de dilatação térmica. O valor do coeficiente térmico de dilatação relativa foi de  $(\Delta L/L_0)/\Delta T = 1,462 \times 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  para a liga Ti-6Al-4V e de  $(\Delta L/L_0)/\Delta T = 1,6 \times 10^{-5} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  para o aço, ambos no estado recozido;
- Nos intervalos de transformação de fases, o comportamento do módulo de elasticidade se mostrou complexo devido a elevada atenuação do sinal acústico no material, ocasionada pelos altos valores de amortecimento nessas regiões.

---

---

## CAPÍTULO 6: SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS

- Investigar a liga Ti-6Al-4V a partir de amostras de seção transversal quadrada ou retangular; de forma que possibilite a análise do módulo de cisalhamento e o coeficiente de Poisson;
- Realizar diferentes tipos de recozimento e de têmpera, alterando a temperatura de aquecimento, o tempo de permanência à temperatura e os meios de resfriamento e verificar a influência desses parâmetros nas propriedades elásticas;
- Avaliar o comportamento das propriedades elásticas em maiores intervalos de temperatura, a fim de atestar a tendência, que teve seu início verificada nesse trabalho, de queda no amortecimento e aumento no valor do módulo de elasticidade quando a temperatura se afasta da região crítica para transformações de fases;
- Analisar a influência das fases obtidas no comportamento de outras propriedades físicas, tais como magnetização e resistividade elétrica;
- Analisar, através do método de Rietveld, quantitativamente a participação das fases presentes em cada liga e para cada estado obtido após o tratamento térmico. Tal análise, é possível, ajudará a entender melhor a influência de cada fase nas propriedades elásticas estudadas.

---

---

## REFERÊNCIAS

ABBAS, Abdelrahman et al. Microstructure and Hardness of Subzero Quenched and Heat Treated Ti-6Al-4V Alloy. **Proceedings of the 3rd Pan American Materials Congress**, p.379-391, 2017. Springer International Publishing.

ABBASCHIAN, Reza; ABBASCHIAN, Lara; HILL, Robert E. Reed. **Physical Metallurgy Principles**. 4. ed. Stamford: Cengage Learning, 2009.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **E 1876**: Standard Test Method for Dynamic Young's Modulus, Shear Modulus, and Poisson's Ratio by Impulse Excitation of Vibration. West Conshohocken: Astm International, 2005.

Baker, Hugh (Editor). **ASM Handbook**: Volume 3 Alloy Phase Diagrams. Ohio: Asm International, 1992.

BARBOSA, Cassio. **Metais não ferrosos e suas ligas**. 1. ed. E-papers, 2014.

BOIVINEAU, M. et al. Thermophysical Properties of Solid and Liquid Ti-6Al-4V (TA6V) Alloy. **International Journal of Thermophysics**, v. 27, n. 2, p.507-529, maio 2005.

BULTEL, Hélène; VOGT, Jean-bernard. Influence of heat treatment on fatigue behaviour of 4130 AISI steel. **Procedia Engineering**, v. 2, n. 1, p.917-924, abr. 2010. Elsevier BV.

CALLISTER JUNIOR, William D.; RETHWISCH, David G. **Materials Science and Engineering**: An Introduction. 9. ed. Hoboken: John Wiley & Sons, 2014.

CALLISTER JUNIOR, William D.; RETHWISCH, David G. **Ciência e engenharia de materiais**: Uma introdução. 8. ed. Rio de Janeiro: Ltc, 2015.

---

---

CASALINO, Giuseppe et al. Experimental and Numerical Study of AISI 4130 Steel Surface Hardening by Pulsed Nd: YAG Laser. **Materials**, v. 12, n. 19, p.3136-3155, 26 set. 2019. MDPI AG.

CHIAVERINI, Vicente. **Aços e Ferros Fundidos**. 7. ed. São Paulo: ABM, 2012.

CHIAVERINI, Vicente. **Tratamento Térmico das Ligas Metálicas**. 1. ed. São Paulo: ABM, 2008.

CORTEZ, Luiz Daniel et al. TRATAMENTOS TÉRMICOS DA LIGA Ti-6Al-4V PARA REALIZAÇÃO DE ENSAIO DE FLUÊNCIA. **Anais do 13° Encontro de Iniciação Científica e Pós-graduação do Ita – Xiii Encita**, São José dos Campos, 2007.

COSSOLINO, L C; PEREIRA, A H A. **Amortecimento: classificação e métodos de determinação**. São Carlos: ATCP Engenharia Física, 2010. 14 p.

\_\_\_\_\_. **Módulos Elásticos: visão geral e métodos de caracterização**. São Carlos: ATCP Engenharia Física, 2010. 30 p.

COTTRELL, Alan H. **Introdução à Metalurgia**. 3. ed. Lisboa: Fundação Calouste Gulbenkian, 1993.

COUTINHO, Telmo de Azevedo. **Análise e Prática: Metalografia de Não Ferrosos**. São Paulo: Edgard Blucher, 1980.

COUTO, A. A. et al. 17° CBECIMat – Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2006, Foz do Iguaçu. **Caracterização Microestrutural da Liga Ti-6Al-4V Comercial utilizada como Biomaterial**. São Paulo: Sociedade Brasileira de Física, 2017.

DOSSETT, Jon L.; BOYER, Howard E.. **Practical Heat Treating**. 2. ed. Ohio: Asm International, 2006.

DONACHIE JUNIOR, Matthew J.. **Titanium: A Technical Guide**. 2. ed. Ohio: Asm International, 2000.

FENG, Zhongxue et al. Effect of Martensitic Transformation on Elastic Modulus Anisotropy of Ti-6Al-4V Alloy. **Materials Research**, [s.l.], v. 21, n. 4, 25 jun. 2018.

FEYNMAN, Richard P; LEIGHTON, Robert B; SANDS, Matthew. **LIÇÕES DE FÍSICA**. Porto Alegre: Bookman, 2008.

FREITAS, Paulo Sergio de. **Tratamento Térmico dos Metais: Da teoria à prática**. São Paulo: Senai-sp, 2014.

Gil Mur, F.X. et al. Influence of tempering temperature and time on the  $\alpha'$ -Ti-6Al-4V martensite. **Journal of Alloys and Compounds**, p.287-289, 1996.

HOSFORD, William F. **Iron and Steel**. Cambridge: Cambridge University Press, 2012.

JILES, D C. The effect of compressive plastic deformation on the magnetic properties of AISI 4130 steels with various microstructure. **Journal of Physics D: Applied Physics**, p.1196-1204, 1988.

LEYENS, Christoph; PETERS, Manfred. **Titanium and Titanium Alloys: Fundamentals and Applications**. Germany: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, 2003.

LI, Rui et al. Metallurgical analysis and nanoindentation characterization of Ti-6Al-4V workpiece and chips in high-throughput drilling. **Materials Science and Engineering**: p.115-124, 2008. Elsevier BV.

MATLAKOV, A. N. **Ensaio Metalográficos**. Apostila 2011-1s LAMAV-UENF.

MATLAKOV, A. N. **Manual do microscópio metalográfico “NEOPHOT-32”**. Apostila 2006 LAMAV-UENF.

MATLAKHOVA, L. A. **Metais Ferrosos e Produtos Siderúrgicos**. Apostila 2016 LAMAV-UENF.

MATLAKHOVA, L. A. **Titânio: propriedades, ligas e utilização**. Apostila 2010 LAMAV-UENF.

MEYERS, Marc André; CHAWLA, Krishan Kumar. **Mechanical Behavior of Materials**. 2. ed. Cambridge: Cambridge University Press, 2009.

MOISEYEV, Valentin N.. **Titanium Alloys: Russian Aircraft and Aerospace Applications**. Boca Raton: Taylor & Francis Group, 2006.

NOVIKOV, Iliia. **Teoria dos Tratamentos Térmicos do Metais**. Rio de Janeiro: UFRJ, 1994.

NUNES, Rafael Menezes et al. **ASM HANDBOOK: Volume 4 Heat Treating**. Ohio: Asm International, 1991.

OTSUKA, Paulo R.; WAYMAN, Angelo F. **Shape Memory Materials**. Cambridge: Cambridge University Press, 1998.

RAO, Singiresu S. **Mechanical Vibrations**. 5<sup>th</sup> ed. New Jersey: PEARSON, 2011.

RIOS, Paulo R.; PADILHA, Angelo F. **Transformações de Fase**. São Paulo: ARTLIBER, 2007.

RODRIGUES, Guilherme; MARCHETTO, Otávio. **Análises Térmicas**. Apostila 2013 UFSC.

---

---

SANTOS, Cláudia Nazaré dos. **ASPECTOS CRISTALOGRAFÍCOS DA TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA DE UMA LIGA Fe-27%Ni**. 2008. 120 f. Tese (Doutorado) - Curso de Ciência dos Materiais, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2008.

SANTOS, Rezende Gomes dos. **Transformações de Fases em Materiais Metálicos**. Campinas: Unicamp, 2006.

SHACKELFORD, James F. **Ciência dos Materiais**. 6. ed. São Paulo: Pearson Prentice Hall, 2008.

SMITH, William F.; HASHEMI, Javad. **Fundamentos de Engenharia e Ciência dos Materiais**. 5. ed. Porto Alegre: Amgh, 2012.

SOUZA, Gisélia Alves de. **Caracterização microestrutural de um aço médio carbono e baixa liga (com estrutura bainítica/martensítica) via microscopia óptica**. 2008. 161 f. Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2008.

SOUZA, Sérgio Augusto de. **Ensaios Mecânicos de Materiais Metálicos: Fundamentos teóricos e práticos**. 5. ed. São Paulo: Edgard Blucher, 1982.

THOMSON, William T. **Theory of Vibration with Applications**. New Jersey: Prentice-Hall Inc., 1973.

TSCHIPTSCHIN, A. P. **Tratamento Térmico de Aços**. Apostila PMT-USP.

YEOM, Jong-taek et al. Prediction of Microstructure Evolution in Hot Backward Extrusion of Ti-6Al-4V Alloy. **Journal Of Metallurgy**, 2012. Hindawi Limited.



**APÊNDICE A: TABELA DE IDENTIFICAÇÃO DE PICOS RESULTANTES DA DIFRAÇÃO DE  
RAIOS X NA LIGA Ti-6Al-4V NO ESTADO RECOZIDO**

**Tabela 41 - Identificação das fases presentes na amostra da liga Ti-6Al-4V no estado recozido (Fonte: O autor).**

Nº pico	Resultados				Análise			
	Intensidade Absoluta	Intensidade Relativa (%)	$2\theta$ (graus)	d (Å)	HKL	Fase	d (Å)	Referência
1	5100,13799	9,137225049	28,6426767	3,116511852	(024)	Ti <sub>4</sub> O <sub>7</sub>	3,10796	Marzio (1984)
2	5709,7481	10,22938075	31,9113157	2,804360441	(104)	Ti <sub>3</sub> O	2,78868	Jostsons e Malin (1968)
					( $\bar{2}22$ )	Ti <sub>4</sub> O <sub>7</sub>	2,79782	Marzio (1984)
3	4173,25139	7,476648124	33,8516436	2,647927247	(0 $\bar{4}2$ )	Ti <sub>4</sub> O <sub>7</sub>	2,62316	Marzio (1984)
4	41336,6215	74,05721456	35,4379738	2,532949529	(100)	$\alpha$ -Ti	2,54958	Rostoker (1952)
5	5966,59706	10,68954217	36,4477534	2,465059639	(223)	Ti <sub>4</sub> O <sub>7</sub>	2,46259	Marzio (1984)
					(002)	$\alpha$ -Ti	2,339	Rostoker (1952)
6	5268,7487	9,439301974	38,5226582	2,336929422	(110)	$\beta$ -Ti	2,34137	Schmitz-Pranghe <i>et al.</i> (1968)
					( $\bar{1}\bar{1}3$ )	Ti <sub>3</sub> O	2,26305	Jostsons e Malin (1968)
7	6055,57273	10,8489478	39,8129961	2,264115334	( $\bar{3}10$ )	Ti <sub>4</sub> O <sub>7</sub>	2,26648	Marzio (1984)
					(101)	$\alpha$ -Ti	2,23868	Rostoker (1952)
8	55817,1432	100	40,514906	2,226496125	(101)	$\alpha$ -Ti	2,23868	Rostoker (1952)
9	5221,38435	9,354445697	53,3619476	1,716841188	(102)	$\alpha$ -Ti	1,72357	Rostoker (1952)
10	3759,92141	6,736140896	56,9046144	1,618086056	(206)	Ti <sub>3</sub> O	1,62740	Jostsons e Malin (1968)
11	2680,71408	4,802671592	57,5540657	1,601363132	(009)	Ti <sub>3</sub> O	1,58978	Jostsons e Malin (1968)
12	1946,15159	3,486655673	60,7223183	1,525178757	( $\bar{2}\bar{1}4$ )	Ti <sub>3</sub> O	1,52289	Jostsons e Malin (1968)
13	23585,4728	42,25489061	63,6138246	1,462646473	(110)	$\alpha$ -Ti	1,472	Rostoker (1952)
14	12624,5088	22,61761903	63,7918581	1,458993337	( $\bar{2}\bar{1}5$ )	Ti <sub>3</sub> O	1,45073	Jostsons e Malin (1968)

15	1197,16323	2,144794881	66,6975409	1,402314415	(208)	Ti <sub>3</sub> O	1,39434	Jostsons e Malin (1968)
16	1194,70764	2,140395534	68,3335253	1,372676648	(304)	Ti <sub>3</sub> O	1,37096	Jostsons e Malin (1968)
17	1399,56324	2,507407509	69,4846057	1,352725791	(211)	β-Ti	1,35179	Schmitz-Pranghe <i>et al.</i> (1968)
18	2080,13326	3,726692447	71,0653907	1,326468004	(103)	α-Ti	1,33026	Rostoker (1952)
19	1481,78824	2,654718882	71,2454016	1,32355827	(305)	Ti <sub>3</sub> O	1,31761	Jostsons e Malin (1968)
20	1059,27823	1,89776504	72,375125	1,305657521	(209)	Ti <sub>3</sub> O	1,29381	Jostsons e Malin (1968)
21	3356,90211	6,014105914	74,9836735	1,266576916	(200)	α-Ti	1,27479	Rostoker (1952)
22	2000,05703	3,583230734	75,1920332	1,263583896	(306)	Ti <sub>3</sub> O	1,26014	Jostsons e Malin (1968)
23	6281,06048	11,2529236	76,9142379	1,239531063	(112)	α-Ti	1,24582	Rostoker (1952)
24	3459,7387	6,198344275	77,1368915	1,236508324	(201)	α-Ti	1,22994	Rostoker (1952)
25	10868,9688	19,47245627	78,1898503	1,222472818	( $\bar{2}\bar{1}8$ )	Ti <sub>3</sub> O	1,22568	Jostsons e Malin (1968)
26	5490,39939	9,836403433	78,4273216	1,219365495	(312)	Ti <sub>3</sub> O	1,21702	Jostsons e Malin (1968)
27	842,844601	1,510010281	82,5865052	1,168183952	(220)	β-Ti	1,17069	Schmitz-Pranghe <i>et al.</i> (1968)
28	2032,5946	3,641523882	87,6324653	1,113457989	(202)	α-Ti	1,11934	Rostoker (1952)
29	1479,99618	2,651508291	87,9267607	1,110489332	(400)	Ti <sub>3</sub> O	1,11323	Jostsons e Malin (1968)
30	2053,36979	3,678743971	95,9139307	1,038050587	(310)	β-Ti	1,04709	Schmitz-Pranghe <i>et al.</i> (1968)

**APÊNDICE B: TABELA DE IDENTIFICAÇÃO DE PICOS RESULTANTES DA DIFRAÇÃO DE RAIOS X NA LIGA Ti-6Al-4V NO ESTADO TEMPERADO**

**Tabela 42 - Identificação das fases presentes na amostra da liga Ti-6Al-4V no estado temperado (Fonte: O autor).**

Resultados					Análise			
Nº pico	Intensidade Absoluta	Intensidade Relativa (%)	$2\theta$ (graus)	d (Å)	HKL	Fase	d (Å)	Referência
1	4798,10874	8,243039986	31,9608691	2,800125522	(013)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,80995	Ollivier et al. (1997)
					( $\bar{2}$ 22)	Ti <sub>4</sub> O <sub>7</sub>	2,79782	Marzio (1984)
2	5785,13251	9,938724025	34,7544779	2,581181388	(112)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,58067	Ollivier et al. (1997)
					( $\bar{2}$ 30)	Ti <sub>4</sub> O <sub>7</sub>	2,55961	Marzio (1984)
3	19946,7779	34,26810369	35,4757785	2,530336948	(100)	$\alpha'$ -Ti	2,55500	Sailer e McCarthy (1993)
4	6464,60539	11,10604274	36,4203389	2,466852178	(113)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,43056	Ollivier et al. (1997)
					(223)	Ti <sub>4</sub> O <sub>7</sub>	2,46259	Marzio (1984)
5	38646,3382	66,39351636	38,6079161	2,331964894	(002)	$\alpha'$ -Ti	2,34100	Sailer e McCarthy (1993)
6	58208,0003	100	40,45551	2,229627773	(101)	$\alpha'$ -Ti	2,24300	Sailer e McCarthy (1993)
7	5230,06128	8,985124473	53,3023805	1,718619168	(102)	$\alpha'$ -Ti	1,72620	Sailer e McCarthy (1993)
8	1904,63399	3,272117201	63,3928555	1,467211085	(110)	$\alpha'$ -Ti	1,47530	Sailer e McCarthy (1993)
9	4908,37957	8,432482725	71,0153921	1,327279046	(103)	$\alpha'$ -Ti	1,33200	Sailer e McCarthy (1993)
10	1639,28374	2,8162516	74,9380957	1,267234077	(200)	$\alpha'$ -Ti	1,27760	Sailer e McCarthy (1993)
11	3985,58902	6,847149875	76,8809267	1,239984969	(112)	$\alpha'$ -Ti	1,24810	Sailer e McCarthy (1993)

---

---

12	1893,18304	3,252444733	82,7014239	1,166852231	(004)	$\alpha'$ -Ti	1,17070	Sailer e McCarthy (1993)
13	1623,12651	2,788493852	87,4247644	1,115567148	(202)	$\alpha'$ -Ti	1,12150	Sailer e McCarthy (1993)

---

**APÊNDICE C: TABELA DE IDENTIFICAÇÃO DE PICOS RESULTANTES DA DIFRAÇÃO DE  
RAIOS X NA LIGA AISI 4130 NO ESTADO RECOZIDO**

**Tabela 43 - Identificação das fases presentes na amostra da liga AISI 4130 no estado recozido (Fonte: O autor).**

<b>Resultados</b>						<b>Análise</b>		
Nº pico	Intensidade Absoluta	Intensidade Relativa	$2\theta$ (graus)	d (Å)	HKL	Fase	d (Å)	Referência
1	5728,76035	7,782394027	40,1738036	2,244609747	(201)	Fe <sub>3</sub> C	2,22595	Fruchart <i>et al.</i> (1984)
2	4133,83769	5,615726926	42,7128918	2,116874742	(211)	Fe <sub>3</sub> C	2,1148	Fruchart <i>et al.</i> (1984)
3	73611,8003	100	44,7009959	2,027236067	(110)	Fe	2,02728	Gorton <i>et al.</i> (1965)
4	3511,8525	4,770773824	50,9472318	1,792392952	(122)	Fe <sub>3</sub> C	1,76919	Fruchart <i>et al.</i> (1984)
5	4269,82733	5,800465839	58,0947232	1,587741526	(231)	Fe <sub>3</sub> C	1,58554	Fruchart <i>et al.</i> (1984)
6	10890,9214	14,79507546	65,0393019	1,433995548	(200)	Fe	1,43350	Gorton <i>et al.</i> (1965)
7	5422,43845	7,366262512	72,9644992	1,296559153	(051)	Fe <sub>3</sub> C	1,29876	Fruchart <i>et al.</i> (1984)
8	15315,137	20,80527434	82,3459335	1,170985475	(211)	Fe	1,17045	Gorton <i>et al.</i> (1965)
9	5103,8923	6,933524624	86,6435986	1,123605006	(233)	Fe <sub>3</sub> C	1,12801	Fruchart <i>et al.</i> (1984)
10	7404,44211	10,05877058	98,9714484	1,014016385	(220)	Fe	1,01364	Gorton <i>et al.</i> (1965)

**APÊNDICE D: TABELA DE IDENTIFICAÇÃO DE PICOS RESULTANTES DA DIFRAÇÃO DE RAIOS X NA LIGA AISI 4130 NO ESTADO TEMPERADO**

**Tabela 44 - Identificação das fases presentes na amostra da liga AISI 4130 no estado temperado (Fonte: O autor).**

Resultados					Análise			
Nº pico	Intensidade Absoluta	Intensidade Relativa (%)	$2\theta$ (graus)	d (Å)	HKL	Fase	d (Å)	Referência
1	6145,84151	8,22832448	40,0992186	2,248612451	(1 1 10)	Fe <sub>4</sub> C <sub>0,63</sub>	2,24282	Nagakura e Toyoshima (1979)
2	74691,2877	100	44,6119248	2,031076401	(110)	Martensita	2,02130	Roberts (1953)
3	3950,52333	5,289135389	57,9877584	1,590415229	(2 0 14)	Fe <sub>4</sub> C <sub>0,63</sub>	1,59188	Nagakura e Toyoshima (1979)
4	9493,0861	12,7097636	64,8001134	1,438708936	(200)	Martensita	1,42930	Roberts (1953)
5	4835,45621	6,473922674	72,756892	1,299745633	(037)	Fe <sub>4</sub> C <sub>0,63</sub>	1,29487	Nagakura e Toyoshima (1979)
6	13629,1355	18,2472895	82,1976919	1,172721068	(211)	Martensita	1,1722	Roberts (1953)
7	6629,49188	8,87585699	98,7927868	1,01537038	(220)	Martensita	1,01070	Roberts (1953)