

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS**

**COMPORTAMENTO MECÂNICO EM FADIGA DA LIGA DE TITÂNIO BETA
METAESTÁVEL Ti-5553**

Leonardo Contri Campanelli

São Carlos
2016

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS

COMPORTAMENTO MECÂNICO EM FADIGA DA LIGA DE TITÂNIO BETA
METAESTÁVEL Ti-5553

Leonardo Contri Campanelli

Tese apresentada ao Programa de
Pós-Graduação em Ciência e Engenharia
de Materiais como requisito parcial à
obtenção do título de DOUTOR EM
CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

Orientador: Dr. Claudemiro Bolfarini

Coorientador: Dr. Paulo Sergio Carvalho Pereira da Silva

Agências Financiadoras: FAPESP e CNPq

São Carlos
2016

Ficha catalográfica elaborada pelo DePT da Biblioteca Comunitária UFSCar
Processamento Técnico
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

C186c Campanelli, Leonardo Contri
Comportamento mecânico em fadiga da liga de titânio
beta metaestável Ti-5553 / Leonardo Contri
Campanelli. -- São Carlos : UFSCar, 2016.
103 p.

Tese (Doutorado) -- Universidade Federal de
São Carlos, 2016.

1. Microestrutura. 2. Ligas de titânio.

3. Propriedades mecânicas. 4. Fadiga. 5. Fratura.

I. Título.

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho à minha “vó Elza”, segunda mãe, que partiu no meio desta jornada pra junto de Deus, mas tenho plena certeza de que está acompanhando com muito orgulho o resultado final.

VITAE

Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de São Carlos (2012), com parte do trabalho realizado no Helmholtz-Zentrum Geesthacht, na Alemanha. Engenheiro de Materiais pela Universidade Federal de São Carlos (2010).



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS

Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia
Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais

Folha de Aprovação

Assinaturas dos membros da comissão examinadora que avaliou e aprovou a Defesa de Tese de Doutorado do candidato Leonardo Contri Campanelli, realizada em 14/10/2016:

Prof. Dr. Claudemiro Bolfarini
UFSCar

Prof. Dr. Alberto Moreira Jorge Junior
UFSCar

Prof. Dr. Tomaz Toshimi Ishikawa
UFSCar

Dr. Enrico José Giordano
CENIC

Prof. Dr. Waldek Wladimir Bose Filho
USP

AGRADECIMENTOS

À Deus, acima de todas as coisas.

À meus pais e meus irmãos, pela paciência e pelo apoio e incentivo pleno em todas as etapas da minha vida pessoal e profissional.

Ao professor Claudemiro Bolfarini, pela orientação e pela confiança em mim depositada neste e em outros trabalhos.

Ao professor Paulo Sergio C. P. da Silva, que, mais do que o meu coorientador, se tornou uma referência para a minha carreira profissional.

Aos profissionais do CCDM, em especial ao técnico George M. D'A. Gioia, pela imprescindível contribuição em diversas etapas operacionais.

Ao meu irmão Lucas C. Campanelli, que, enquanto estagiário do CCDM, me ajudou com o prazer e a alegria de sempre.

Ao professor Michael J. Kauffman da Colorado School of Mines e à James D. Cotton da Boeing, pelas sugestões e por fornecerem o material.

Aos colegas Alexandre C. Figueiredo e Nilson T. C. Oliveira, pelos conselhos e colaboração em algumas atividades práticas.

Aos alunos de iniciação científica, em especial Sara B. M. Lage, Murilo F. L. Santos, Michele M. Matsuo e Pierre-Louis F. H. Personnaz, que estiveram comigo ao longo deste período.

Às instituições FAPESP (processo 2013/04423-3) e CNPq (processo 140520/2013-9), pela concessão complementar da bolsa de estudos.

RESUMO

A microestrutura das ligas de Ti do tipo beta metaestável é fator determinante para as suas propriedades e, portanto, o estudo da relação entre a microestrutura e a resposta em fadiga representa um avanço do conhecimento, que ainda é incipiente acerca destas ligas. O presente trabalho teve como propósito estudar o comportamento em fadiga da liga Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr (Ti-5553) recém-desenvolvida para aplicação em trens de pouso, a qual foi gentilmente fornecida pela Boeing para este estudo. O material foi submetido a diferentes tratamentos térmicos (BASCA e duplo envelhecimento) com o intuito de compreender a influência da precipitação da fase alfa sobre a matriz beta, além de um entendimento sobre o efeito do hidrogênio mesmo em teores comercialmente admissíveis. A microestrutura BASCA constituiu-se de grandes lamelas e finas agulhas de fase alfa primária e secundária respectivamente, com um filme de aproximadamente 2 μm de espessura nos contornos de grão. Uma estrutura refinada e alinhada de fase alfa resultou do tratamento de duplo envelhecimento, reduzindo para 0,2 μm a espessura do filme nos contornos. O limite de fadiga para 5×10^6 ciclos determinado pelo método normatizado conhecido como *staircase* mostrou um resultado superior para a microestrutura com a matriz de maior resistência, no caso a obtida pelo duplo envelhecimento, para o teor de 100 ppm de hidrogênio. A nucleação da trinca de fadiga, seja superficial ou subsuperficial, foi atribuída à espessura do filme de fase alfa nos contornos de grão. Apesar da fragilidade deste filme, a propagação da trinca ocorreu predominantemente de modo transgranular e exibiu facetas de quasi-clivagem e alvéolos. Para a estrutura obtida pelo tratamento BASCA, a redução do teor de hidrogênio para 25 ppm promoveu um acréscimo significativo da resistência à fadiga como consequência da ausência de hidretos e da maior tenacidade, superando o efeito decorrente da presença de partículas grosseiras de fase alfa na matriz de fase beta.

FATIGUE MECHANICAL BEHAVIOR OF THE Ti-5553 METASTABLE BETA TITANIUM ALLOY

ABSTRACT

The microstructure of metastable beta Ti alloys is a decisive factor that governs their properties and, therefore, the assessment of the relation between the microstructure and the fatigue response means an advance in the still incipient knowledge on these alloys. The purpose of this work was to study the fatigue behavior of Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr (Ti-5553) alloy recently developed for landing gear applications, which was kindly supplied by Boeing for this work. The material was subjected to different heat treatments (BASCA and double aging) aiming at to comprehend the influence of the alpha phase precipitation over the beta matrix, as well as to understand the effect of hydrogen even in commercially acceptable contents. BASCA microstructure comprised large laths and fine needles of primary and secondary alpha phase respectively, with a film of approximately 2 μm of thickness at grain boundaries. A refined and aligned structure of alpha phase resulted from the double aging treatment, reducing to 0.2 μm the thickness of the grain boundary alpha film. The fatigue limit at 5×10^6 cycles raised by the standardized staircase method initially showed an improved result for the harder microstructure, which resulted from the double aging, for 100 ppm of hydrogen. The fatigue crack nucleation, whether at the surface or subsurface, was attributed to the thickness of the grain boundary alpha film. In spite of this film brittleness, crack propagation predominantly occurred through the grains and exhibited quasi-cleavage facets and dimples. For the structure arising from the BASCA treatment, the decrease of the hydrogen content for 25 ppm led to a significant increase of the fatigue resistance as a consequence of the absence of hydrides and the higher toughness, overcoming the effect of the coarse alpha phase particles in the beta phase matrix.

PUBLICAÇÕES

Publicações provenientes dos resultados obtidos com a liga de titânio em estudo na presente tese de Doutorado:

CAMPANELLI, L.C.; DA SILVA, P.S.C.P.; BOLFARINI, C. High cycle fatigue and fracture behavior of Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr alloy with BASCA and double aging treatments. **Materials Science and Engineering A**, v. 658, p. 203-209, 2016.

CAMPANELLI, L.C.; BOLFARINI, C.; DA SILVA, P.S.C.P. Comparison of the fatigue strength of Ti-5553 and Ti-6Al-4V for aerospace applications. In: Ti-2015: The 13th World Conference on Titanium, 2015, San Diego. **Proceedings...** Hoboken, John Wiley & Sons, Inc., 2016. p. 803-805.

Publicações provenientes do conhecimento adquirido em estudos de fadiga em outras ligas de titânio ao longo do Doutorado:

CAMPANELLI, L.C. et al. Effect of an amorphous titania nanotubes coating on the fatigue and corrosion behaviors of the biomedical Ti-6Al-4V and Ti-6Al-7Nb alloys. **Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials**, v. 65, p. 542-551, 2017.

CAMPANELLI, L.C. et al. Fatigue behavior of modified surface of Ti-6Al-7Nb and CP-Ti by micro-arc oxidation. **Materials and Design**, v. 64, p. 393-399, 2014.

BORTOLAN, C.C. et al. Fatigue strength of Ti-6Al-4V alloy with surface modified by TiO₂ nanotubes formation. **Materials Letters**, v. 117, p. 46-49, 2016.

OLIVEIRA, B.J.S. et al. Surface characterization and fatigue performance of a chemical-etched Ti-6Al-4V femoral stem for cementless hip arthroplasty. **Surface and Coatings Technology**, 2016. (*Em impressão*)

CLAROS, C.A.E. et al. Fatigue behavior of Ti-6Al-4V alloy in saline solution with the surface modified at a micro and nanoscale by chemical treatment. **Materials Science and Engineering C**, v. 67, p. 425-432, 2016.

OLIVEIRA, N.T.C. et al. Fatigue performance of new developed biomedical Ti-15Mo alloy with surface modified by TiO₂ nanotubes formation. In: TMS 145th Annual Meeting and Exhibition, 2016, Nashville. **Proceedings...** 2016. Hoboken, John Wiley & Sons, Inc., 2016. p. 231-235.

OLIVEIRA, N.T.C. et al. Fatigue behavior of TiCP with surface modified by TiO₂ nanotubes formation. In: Ti-2015: The 13th World Conference on Titanium, 2015, San Diego. **Proceedings...** Hoboken, John Wiley & Sons, Inc., 2016. p. 1731-1733.

SUMÁRIO

FOLHA DE APROVAÇÃO.....	i
AGRADECIMENTOS.....	iii
RESUMO.....	v
ABSTRACT.....	vii
PUBLICAÇÕES.....	ix
SUMÁRIO.....	xi
ÍNDICE DE TABELAS.....	xiii
ÍNDICE DE FIGURAS.....	xv
SÍMBOLOS E ABREVIACÕES.....	xix
1 INTRODUÇÃO.....	1
2 REVISÃO DA LITERATURA.....	5
2.1 Titânio e Ligas.....	5
2.2 Considerações sobre Fadiga.....	13
2.3 Início de Trincas de Fadiga em Ligas de Titânio.....	20
2.4 Evolução das Ligas Ti-55511 e Ti-5553.....	25
2.5 Efeito do Hidrogênio.....	29
3 MATERIAIS E MÉTODOS.....	33
3.1 Fluxograma.....	33
3.2 Material e Processamento.....	33
3.3 Tratamentos Térmicos.....	36
3.4 Caracterização Microestrutural.....	39
3.5 Ensaio Mecânicos.....	41
3.6 Análise das Trincas de Fadiga.....	43
4 RESULTADOS.....	47
4.1 Avaliação Microestrutural.....	47
4.2 Avaliação do Comportamento em Fadiga.....	56
4.3 Relação Hidrogênio-Microestrutura.....	67
4.4 Relação Hidrogênio-Fadiga.....	75
5 DISCUSSÕES.....	85
6 CONCLUSÕES.....	91

7	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	93
8	REFERÊNCIAS	95

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 2.1 Propriedades mecânicas à temperatura ambiente de ligas de Ti após deformação a quente por forjamento [18].....	11
Tabela 3.1 Composição nominal da liga Ti-5553 (% peso) [17].	34
Tabela 4.1 Análise química da liga Ti-5553 (% peso).	47
Tabela 4.2 Resultados de fadiga pelo método escalonado de tensões para o tratamento BASCA.	57
Tabela 4.3 Resultados dos teores de H nas condições iniciais e após tratamentos em ampolas de quartzo.	68
Tabela 4.4 Parâmetros de cálculo e resultados de tenacidade à fratura para a microestrutura BASCA com 100 ppm de H.	80
Tabela 4.5 Parâmetros de cálculo e resultados de tenacidade à fratura para a microestrutura BASCA com 25 ppm de H.	80

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.1 Evolução histórica do uso do Ti e suas ligas na estrutura de aeronaves fabricadas pela Boeing (% peso) [2].	2
Figura 2.1 Diagramas de fases do Ti para as seguintes adições: (a) alfa estabilizadores, (b) beta eutéides e (c) beta isomorfos [7].	7
Figura 2.2 Diagrama de fases pseudo-binário para adições de um elemento beta estabilizador. A linha M_s representa a temperatura de formação da martensita [10].	10
Figura 2.3 Diagrama TTT para início da precipitação de fase alfa em diferentes ligas de Ti beta [19].	12
Figura 2.4 (a) Ilustração da formação de extrusão (1) e intrusão (2) por deformação cíclica em fadiga de um metal [38]; (b) micrografia de extrusões (indicadas por setas) na BDP de uma amostra de Ni [36].	15
Figura 2.5 Micrografia de bandas de deslizamento em um corpo de prova fraturado por fadiga de uma superliga de Ni [42].	16
Figura 2.6 Diagrama esquemático de uma curva S-N [48].	18
Figura 2.7 Diagrama esquemático de uma curva da/dN versus ΔK [51].	20
Figura 2.8 Micrografias da região de nucleação de uma trinca de fadiga, com maior ampliação à direita sobre a faceta [61].	22
Figura 2.9 Ilustração do fenômeno de transferência de tensão por empilhamento de discordâncias [64].	23
Figura 3.1 Fluxograma das atividades experimentais principais.	33
Figura 3.2 Equipamento FENN modelo 5F para forjamento rotativo.	35
Figura 3.3 Ilustração do corpo de prova de fadiga (dimensões em milímetros).	35
Figura 3.4 Ilustração dos ciclos de tratamentos térmicos.	36
Figura 3.5 Corpo de prova encapsulado para tratamento térmico.	37
Figura 3.6 Câmara de aço inoxidável para tratamentos térmicos: (a) vista geral e (b) detalhe dos componentes da tampa.	38
Figura 3.7 Sistema para a realização de tratamentos térmicos em vácuo.	39

Figura 3.8 Equipamento para ensaios de fadiga: (a) vista geral e (b) destaque para o dispositivo de fixação.	42
Figura 3.9 Desenho esquemático da solução usada para cálculo da tenacidade à fratura (extraído do Anexo C da seção FFS-1 do Código ASME).	46
Figura 4.1 Microestrutura da liga Ti-5553 na condição recebida.	48
Figura 4.2 Microestrutura da liga Ti-5553 na condição forjada a quente.	48
Figura 4.3 Microestrutura em diferentes aumentos da liga Ti-5553 após tratamento BASCA.	49
Figura 4.4 Microestrutura a partir da interrupção do tratamento BASCA nas seguintes temperaturas da etapa de resfriamento: (a) 850, (b) 800, (c) 750, (d) 700, (e) 650 e (f) 607°C (<i>continuação</i>).	52
Figura 4.5 EDS comparativo das zonas clara e escura na região de contornos de grão da microestrutura BASCA.	54
Figura 4.6 Microestrutura em diferentes aumentos da liga Ti-5553 após tratamento de duplo envelhecimento.	55
Figura 4.7 Gráficos de dureza Vickers e tamanho médio de grão nas diversas condições experimentais.	56
Figura 4.8 Curva de fadiga pelo método escalonado de tensões de uma replicação do tratamento BASCA.	57
Figura 4.9 Diagramas de fadiga pelo método <i>staircase</i> para os dois tratamentos térmicos.	58
Figura 4.10 Fractografia típica do BASCA: (a) visão geral, (b) aparência rugosa de propagação instável, (c) região de início da trinca, (d) estrias de fadiga, (e)-(f) aspectos da zona de propagação instável (<i>continuação</i>).	61
Figura 4.11 Microestrutura da seção longitudinal da fratura de fadiga com tratamento BASCA.	62
Figura 4.12 Transição fratura-microestrutura a partir do tratamento BASCA. ..	62
Figura 4.13 Linha de EDS do teor de Al no sítio de início da trinca de fadiga. .	63
Figura 4.14 Fractografia típica do duplo envelhecimento: (a) visão geral, (b) aparência rugosa de propagação instável, (c)-(d) aspectos da zona de propagação instável (<i>continuação</i>).	65

Figura 4.15 Microestrutura da seção longitudinal da fratura de fadiga com tratamento de duplo envelhecimento.	67
Figura 4.16 Transição fratura-microestrutura a partir do tratamento de duplo envelhecimento.	67
Figura 4.17 Dados dos teores de H e tamanho médio de grãos resultantes de diferentes combinações de temperatura e tempo em vácuo contínuo.	69
Figura 4.18 Microestrutura após o tratamento BASCA para os diferentes teores de H: (a) 100 ppm e (b) 25 ppm.	71
Figura 4.19 Teor de fase alfa na microestrutura BASCA para os diferentes níveis de H.	72
Figura 4.20 Micrografias de campo claro e mapa de fases obtidas pelo sistema ASTAR após BASCA para os diferentes teores de H: (a)-(b) 100 ppm e (c)-(d) 25 ppm.	73
Figura 4.21 Microestrutura após tratamento de duplo envelhecimento para os diferentes teores de H: (a) 100 ppm e (b) 45 ppm.	74
Figura 4.22 Resultados de dureza Vickers para os diferentes tratamentos e níveis de H.	75
Figura 4.23 Diagramas de fadiga pelo método <i>staircase</i> do tratamento BASCA para os diferentes teores de H.	76
Figura 4.24 Curvas S-N do tratamento BASCA para os diferentes teores de H.	76
Figura 4.25 Fractografia típica do BASCA com 25 ppm de H: (a) visão geral, (b) aparência rugosa de propagação instável, (c) região de início da trinca, (d) estrias de fadiga, (e)-(f) aspectos da zona de propagação instável (<i>continuação</i>).	79
Figura 4.26 Resultados de tenacidade à fratura da microestrutura BASCA para os diferentes níveis de H.	81
Figura 4.27 Diagramas de fadiga pelo método <i>staircase</i> do tratamento de duplo envelhecimento para os diferentes teores de H.	82
Figura 4.28 Curvas S-N do tratamento de duplo envelhecimento para os diferentes teores de H.	82

Figura 4.29 Fractografia típica do duplo envelhecimento com 45 ppm de H: (a) visão geral, (b) aparência rugosa de propagação instável, (c)-(d) aspectos da zona de propagação instável (*continuação*). 84

Figura 5.1 Valores de tenacidade à fratura da microestrutura BASCA da liga Ti-5553 obtidos neste trabalho e da literatura (adaptado de [82]). 88

Figura 5.2 Macrografia das superfícies de fratura do BASCA para os diferentes níveis de H: (a) 100 ppm e (b) 25 ppm. 89

SÍMBOLOS E ABREVIACÕES

ASME	<i>American Society of Mechanical Engineers</i>
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
BASCA	<i>Beta Anneal Slow Cool Age</i>
BDP	Banda de deslizamento persistente
CCT	Diagrama de transformação por resfriamento contínuo
CIF	<i>Crystallographic Information File</i>
EBSD	Difração de elétrons retro-espalhados
EDS	Espectroscopia por dispersão de energia
FFS-1	<i>Fitness for Service</i>
FIB	<i>Focused Ion Beam</i>
ICP-AES	Espectrometria de emissão atômica com plasma acoplado indutivamente
ICSD	<i>Inorganic Crystal Structure Database</i>
IEM-MP	Departamento de Materiais e Processos / Divisão de Engenharia Mecânica
ISO	<i>International Organization for Standardization</i>
ITA	Instituto Tecnológico de Aeronáutica
KBSCC	<i>Bar Surface Crack Circular</i>
KBSCS	<i>Bar Surface Crack Straight</i>
MET	Microscopia eletrônica de transmissão
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
MFLE	Mecânica da fratura linear elástica
MO	Microscopia ótica
PLAH	Plasticidade localizada assistida pelo hidrogênio
Ti-55511	Liga Ti-5Al-5Mo-5V-1Cr-1Fe (ou VT-22)
Ti-5553	Liga Ti-5Al-5Mo-5v-3Cr
Ti-64	Liga Ti-6Al-4V
Ti-10-2-3	Liga Ti-10V-2Fe-3Al
TTT	Diagrama de transformação isotérmica
VSMPO	Fabricante russo de metais e ligas
VT-22	Liga Ti-5Al-5Mo-5V-1Cr-1Fe (ou Ti-55511)

a	Comprimento de uma trinca
C	Coefficiente de Paris
da/dN	Taxa de crescimento de uma trinca
i	Nível de tensão do método <i>staircase</i>
K_I	Fator de intensidade de tensões em modo I
K_{IC}	Tenacidade à fratura
m	Expoente de Paris
N	Número de ciclos
n_i	Número de corpos de prova em um nível de tensão do método <i>staircase</i>
R_0	Raio de uma barra de seção circular
S	Tensão
S_d	Desvio padrão do limite de fadiga
S_m	Limite de fadiga
S_0	Menor valor de tensão no método <i>staircase</i>
ΔK	Variação do fator de intensidade de tensões
ΔK_{th}	Limiar do fator de intensidade de tensões
ΔS	Intervalo de tensões do método <i>staircase</i>
$\Delta\sigma$	Variação de tensões cíclicas
ε	Ductilidade
σ_b	Tensão de flexão
σ_m	Tensão de membrana
σ_u	Limite de resistência à tração
σ_y	Limite de escoamento

1 INTRODUÇÃO

O Ti e suas ligas são materiais muito atrativos e usados de maneira extensiva em várias aplicações, principalmente em função da alta resistência mecânica, baixa densidade e ótima resistência à corrosão. Nos últimos 20 anos, práticas produtivas acerca desses materiais amadureceram talvez mais rapidamente do que qualquer material estrutural na história da metalurgia [1]. Aplicações existem, por exemplo, em aeronaves e motores aeronáuticos (pela resistência mecânica, baixa densidade e resistência à fluência até 550°C), componentes da indústria química (pela resistência à corrosão), dispositivos biomédicos (além da resistência mecânica e à corrosão, pelo baixo módulo de elasticidade e biocompatibilidade), entre outros.

As ligas de Ti são geralmente compostas por duas fases de equilíbrio: a hexagonal compacta alfa e a cúbica de corpo centrada beta. A possibilidade de manipular a vasta gama de propriedades está relacionada ao efeito da adição de elementos de liga na estabilidade e no comportamento físico e mecânico destas fases individualmente ou em uma série de permutações e combinações microestruturais. As ligas do tipo alfa+beta dominam o mercado deste material em razão da combinação de características das duas fases, sendo a alfa a dominante. Nos anos 1960, com foco em aplicações de natureza militar, começaram-se as pesquisas nas ligas constituídas por uma matriz beta com uma distribuição mais refinada de fase alfa. Este refinamento permite o endurecimento do metal pelo mecanismo de precipitação, o que eleva a resistência mecânica das ligas beta acima dos valores das ligas alfa+beta.

A indústria aeronáutica compreende um setor clássico de aplicação de ligas de Ti, com destaque para a liga alfa+beta Ti-6Al-4V (Ti-64), muito em função da busca por melhorias associadas à redução do peso de componentes estruturais como forma de aumentar a eficiência energética, além da redução do consumo de combustíveis e das emissões de poluentes. No caso das ligas beta, principalmente para a substituição de peças de aço, o interesse é bem mais recente. Tais sistemas exibem ótima combinação de resistência mecânica e tenacidade, além do desempenho em fadiga. Para ilustração, o crescimento

histórico do uso do Ti em aeronaves da Boeing é mostrado no gráfico da Figura 1.1, atingindo uma quantidade de quase 10% em peso no modelo 777 (a maior aeronave bimotora do mundo), o qual, de maneira inédita, inclui uma quantidade superior de ligas beta em relação à tradicional Ti-64 [2].

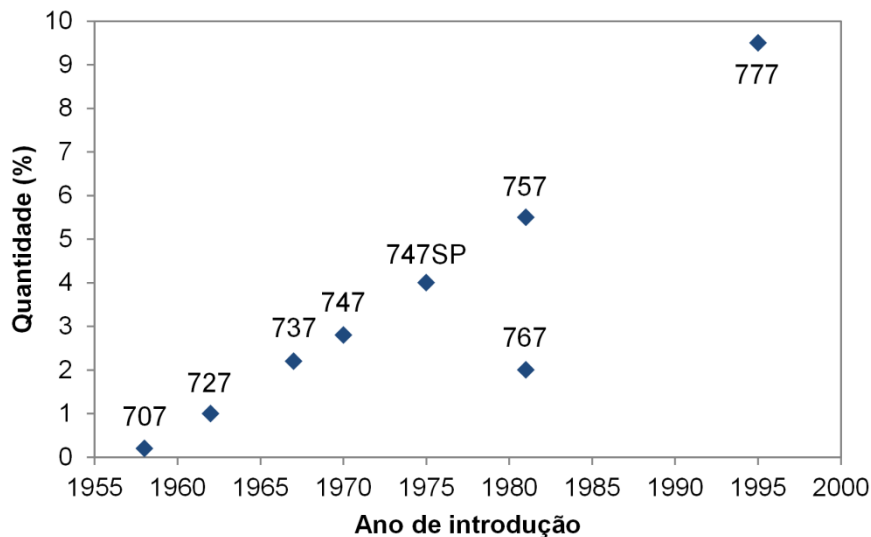


Figura 1.1 Evolução histórica do uso do Ti e suas ligas na estrutura de aeronaves fabricadas pela Boeing (% peso) [2].

Introduzida no final da década de 1990, a liga beta metaestável Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr (Ti-5553) foi concebida para aplicação em componentes forjados sujeitos a solicitações mecânicas elevadas, como é o caso dos trens de pouso de grandes aeronaves, e tem sido avaliada com expectativa pela Boeing e pela Airbus [2]. Essa liga possui uma altíssima resistência mecânica na temperatura ambiente, sendo que os elementos Cr e Mo retardam a cinética de precipitação da fase alfa e, conseqüentemente, aumentam a janela de processamento do material. A possibilidade de tratamento de componentes de grandes seções torna de grande interesse para o setor aeronáutico. Somado a isso, o fato de permitir uma grande variedade de microestruturas mediante o controle de precipitação da fase alfa possibilita obter um espectro de propriedades mecânicas para atender diferentes requisitos.

Essa variedade de microestruturas passíveis de serem geradas por tratamentos térmicos e termomecânicos tem um efeito substancial não só

sobre as propriedades mecânicas estáticas, mas também sobre a fadiga. É evidente que o entendimento da relação entre os aspectos microestruturais e as características das trincas de fadiga, bem como do processo global que gera uma falha nesta condição de solicitação, é de fundamental importância para o projeto de componentes estruturais. Diante disso, a influência da microestrutura sobre o comportamento em fadiga de ligas de Ti tem sido objeto de muitos estudos ao longo das últimas décadas, principalmente com base em observações experimentais. No entanto, existem várias controvérsias no que diz respeito aos mecanismos e às características de uma falha por fadiga, até mesmo em ligas consolidadas como a Ti-64.

Em face desse cenário, e considerando a atual incipiência na literatura internacional em estudos acerca da correlação microestrutura-fadiga em ligas beta, o comportamento em fadiga da liga Ti-5553 foi investigado neste trabalho. De maneira específica, o objetivo foi compreender a relação entre o desempenho em fadiga deste material e as características da segunda fase precipitada através de variações nos parâmetros de tratamento térmico, buscando-se, através de análises fractográficas, evidências a respeito dos mecanismos que governam os processos de nucleação e propagação da trinca de fadiga. Além disso, tendo em vista a sensibilidade apontada pela Boeing da tenacidade à fratura da liga Ti-5553 ao hidrogênio, propôs-se avaliar o efeito deste elemento em teores admissíveis comercialmente sobre o desenvolvimento da falha por fadiga.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Titânio e Ligas

O Ti puro e suas ligas podem apresentar diferentes fases em função da temperatura, pressão, taxa de resfriamento e teor de elementos de liga. Tais fases são classificadas como fases de equilíbrio ou não equilíbrio (metaestáveis) dependendo do tempo necessário para se atingir a condição de estado estacionário, no qual a estabilidade é governada pela diminuição da energia livre de Gibbs. No caso da utilização de altas taxas de aquecimento e/ou resfriamento, a força motriz para a formação de fases metaestáveis com alta energia livre deixa de ser termodinâmica e passa a ser cinética, podendo haver, em condições favoráveis, transformação subsequente em fases estáveis como forma de reduzir a energia livre. As duas fases estáveis ou de equilíbrio mais importantes do Ti são a alfa e a beta [3].

A fase alfa corresponde ao Ti puro e exibe uma estrutura cristalina hexagonal compacta em condições ambientes. O módulo elástico de um monocrystal de fase alfa é anisotrópico por natureza, variando entre 145 GPa (direção paralela ao eixo c) e 100 GPa (direção perpendicular ao eixo c); essa variação é menos pronunciada para o caso de um material policristalino. A direção de escorregamento mais comum é a $\langle 11\bar{2}0 \rangle$, com a deformação ocorrendo em um plano basal (0001), três prismáticos $\{10\bar{1}0\}$ (mais atuantes) e seis piramidais $\{10\bar{1}1\}$, o que contabiliza quatro sistemas independentes. O quinto sistema necessário para a deformação homogênea segundo o critério de Von Mises provém da direção $\langle 11\bar{2}3 \rangle$ e do plano $\{11\bar{2}2\}$. Se os sistemas de escorregamento forem inoperantes, ocorre nos planos $\{10\bar{1}2\}$ e $\{11\bar{2}1\}$ a deformação por maclagem em carga de tração [2].

Mediante aquecimento, o Ti puro apresenta uma transformação alotrópica a 883°C (chamada temperatura beta transus), quando a fase alfa se transforma na fase beta com estrutura cúbica de corpo centrado. Por ter uma estrutura menos compacta, a fase beta consegue acomodar maior entropia

vibracional em altas temperaturas, tornando-a mais estável nestas condições. O módulo elástico medido em temperaturas elevadas corresponde a 58 GPa. Como a fase beta não possui uma estrutura compacta, a deformação ocorre em quarenta e oito diferentes sistemas de escorregamento, incluindo os planos {110}, {112} e {123} com a direção $\langle 111 \rangle$. A deformação por maclagem pode ocorrer nos sistemas $\{332\} \langle 113 \rangle$ e $\{112\} \langle 111 \rangle$ [2].

O Ti forma soluções sólidas com vários elementos de liga, o que permite uma modificação conveniente da temperatura de transformação beta transus. Alguns elementos, tais como o Al e os intersticiais O, N e C, elevam esta temperatura, sendo denominados alfa estabilizadores. O Al é o mais utilizado uma vez que se trata do único elemento que eleva a temperatura de transição e possui alta solubilidade nas fases alfa e beta [2]. Assim, com o propósito de comparar os efeitos dos elementos alfa estabilizadores em ligas com diversos componentes, utiliza-se o conceito de Al equivalente (% peso):

$$[Al]_{eq} = [Al] + 0,17[Zr] + 0,33[Sn] + 10[O] \quad (2.1)$$

Os elementos que reduzem a temperatura beta transus são chamados beta estabilizadores, sendo divididos entre os beta isomorfos (V, Mo, Nb), os quais estabilizam uma solução sólida de fase beta na temperatura ambiente, e os beta eutetóides (Cr, Fe, Si), os quais formam um composto eutetóide. Destaca-se que o H pertence ao grupo dos beta eutetóides, mas com uma temperatura de transformação eutetóide relativamente baixa (aproximadamente 300°C), o que, juntamente com a altíssima difusividade, ocasiona um processo especial de refinamento da microestrutura. Normalmente o teor de H é mantido entre 125 e 150 ppm para evitar a fragilização (ausência de hidretos) [2]. O efeito dos elementos beta estabilizadores é expresso em termos de Mo equivalente (% peso), que representa a quantidade de elementos necessária para deslocar a temperatura de formação da martensita (fase oriunda do cisalhamento de planos) para abaixo da temperatura ambiente:

$$[Mo]_{eq} = [Mo] + 0,2[Ta] + 0,28[Nb] + 0,4[W] + 0,67[V] + 1,25[Cr] + 1,25[Ni] + 1,7[Co] + 2,5[Fe] \quad (2.2)$$

A Figura 2.1 contém o efeito da adição dos diferentes tipos ou grupos de elementos de liga na estabilidade relativa das fases alfa e beta. Existem ainda alguns elementos, como o Zr e o Sn, que exibem pouca influência sobre a transformação alfa/beta, sendo considerados neutros [2]. Estes elementos podem ser empregados para melhorar a resistência mecânica por solução sólida ou como agente supressor da precipitação indesejável da fase metaestável ômega durante o tratamento de envelhecimento [4,5]. Maiores detalhes sobre os mecanismos de formação da fase ômega são mencionados na literatura por Hickman [6].

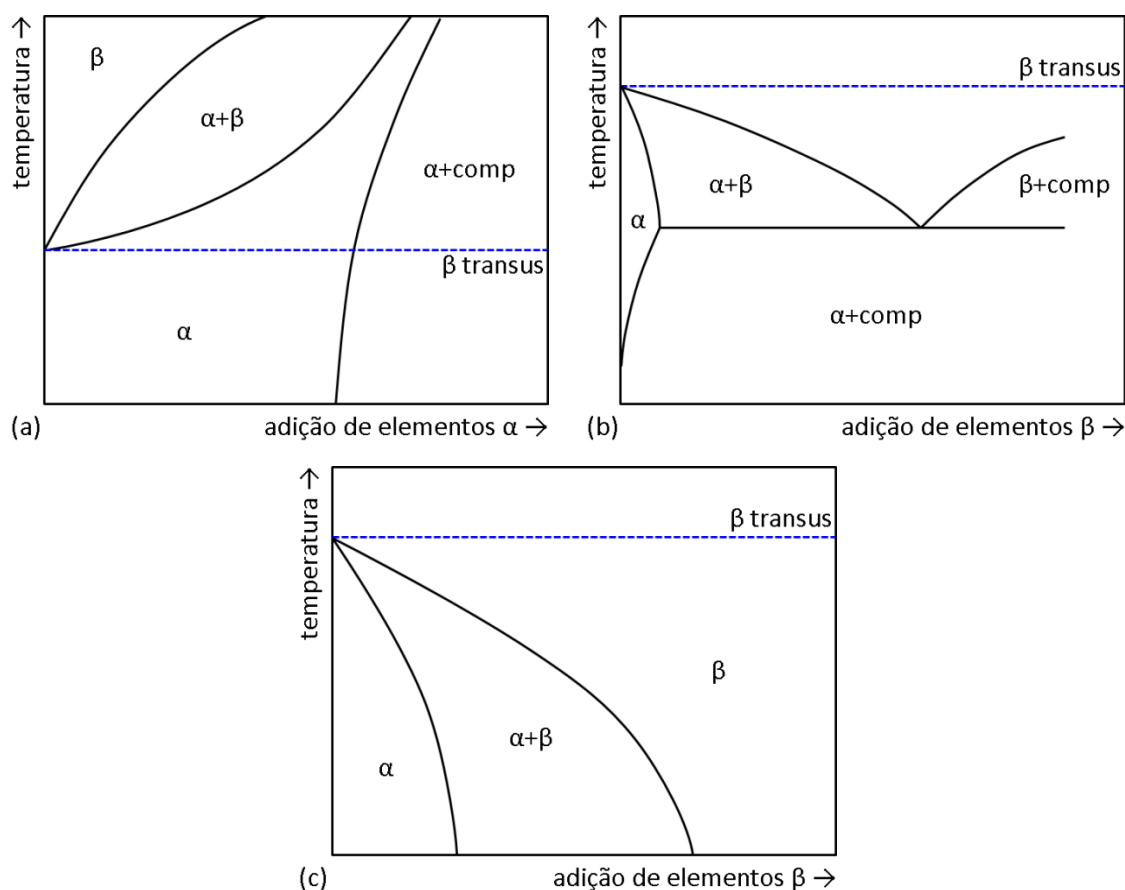


Figura 2.1 Diagramas de fases do Ti para as seguintes adições: (a) alfa estabilizadores, (b) beta eutetóides e (c) beta isomorfos [7].

A fase ômega compreende a fase de transição formada durante a transformação beta/alfa, prejudicando substancialmente as propriedades mecânicas. Tal fase pode ocorrer sob três condições distintas: resfriamento da fase beta a uma taxa elevada em ligas com grande quantidade de elementos beta, formando a chamada ômega atérmica (compete com a formação da martensita); envelhecimento em uma faixa de temperaturas entre 100 e 500°C, formando a chamada ômega isotérmica, que depende do tempo de envelhecimento e da taxa de resfriamento; e altos níveis de deformação plástica à temperatura ambiente [7]. Em razão do efeito fragilizador desta fase, costuma-se evitar a sua formação por meio da adição de elementos alfa estabilizadores que levam à formação da martensita (como Al) ou de elementos beta estabilizadores que reduzem a temperatura de transformação da fase beta em fase ômega (como V, Nb e Mo) [8].

A adição simultânea de elementos estabilizadores das fases alfa e beta dá origem a um campo no diagrama de fases no qual as duas fases podem coexistir [9]. No caso das ligas do tipo alfa+beta, a quantidade de elementos de liga é suficiente para expandir o campo bifásico à temperatura ambiente. O equilíbrio ótimo de propriedades de uma liga alfa+beta está intimamente relacionado à combinação das duas fases, bem como à fração volumétrica das mesmas, que podem ser ajustadas por meio da realização de tratamentos térmicos ou termomecânicos adequados [3,10].

As ligas bifásicas convencionais exibem duas microestruturas básicas, variando desde uma estrutura martensítica lamelar proveniente de uma taxa de resfriamento elevada até uma estrutura globular equiaxial resultante de um processo de nucleação e crescimento da fase alfa. É proposto na literatura que existe uma microestrutura mais adequada para cada aplicação, tendo em vista que a equiaxial possui maior resistência à nucleação de trincas de fadiga, ao passo que a lamelar exhibe melhor desempenho sobre a propagação [11]. É o caso, por exemplo, da fabricação de implantes ortopédicos, para os quais uma microestrutura totalmente equiaxial é recomendada por norma [12].

A liga Ti-6Al-4V (Ti-64) compreende a liga alfa+beta mais difundida e mais empregada em diversos setores industriais, tendo sido desenvolvida

originalmente para uso no setor aeroespacial, no qual ainda é também muito utilizada [3]. Representando aproximadamente 60% da produção total de Ti no mundo [13], esta liga possui uma fração em volume de fase beta que varia entre 5 e 40% na temperatura ambiente e exibe uma boa combinação de resistência mecânica, ductilidade e desempenho em fadiga, além das tradicionais biocompatibilidade e resistência à corrosão [2,3].

Mais recentemente, as ligas beta tornaram-se um objeto frequente de pesquisa e desenvolvimento por duas razões principais. A primeira está associada à excelente combinação entre resistência e tenacidade, além do ótimo desempenho mecânico, com valores capazes de fornecer um nível de resistência específica pelo menos duas vezes maior que os aços estruturais empregados no setor aeroespacial [14]. A segunda refere-se ao módulo de elasticidade consideravelmente inferior, o que traz um benefício muito grande principalmente para o setor de implantes ortopédicos.

As ligas beta possuem elementos beta estabilizadores em quantidade suficiente para suprimir a transformação martensítica, retendo 100% da fase beta no resfriamento a partir de temperaturas no campo monofásico. Como mostra a Figura 2.2, os elementos de liga deslocam a linha beta transus para posições inferiores à temperatura de transformação alotrópica do Ti puro. Uma liga que possui o teor deste elemento variando entre β_c e β_s é formada pela fase beta metaestável na temperatura ambiente, podendo haver a precipitação da fase alfa mediante um tratamento de envelhecimento no campo bifásico. Por outro lado, no caso de uma liga com teor acima de β_s , a fase beta representa a estrutura de equilíbrio na temperatura ambiente [10].

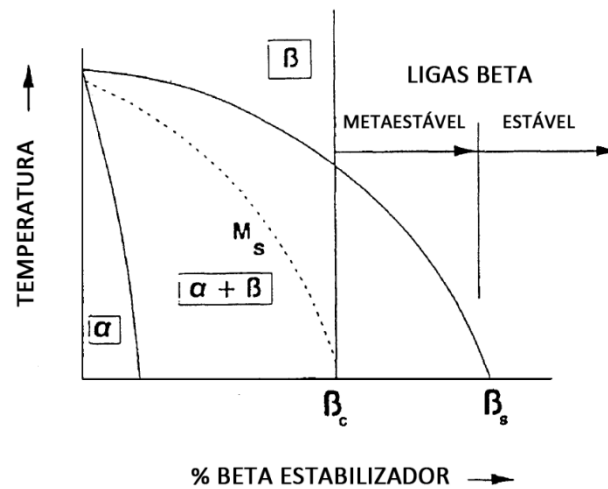


Figura 2.2 Diagrama de fases pseudo-binário para adições de um elemento beta estabilizador. A linha M_s representa a temperatura de formação da martensita [10].

Em face da consolidação das ligas de Ti no setor aeroespacial, as ligas beta têm se apresentado como uma classe de ampla versatilidade em termos de propriedades, além da capacidade de tolerância ao dano [15]. A liga Ti-10V-2Fe-3Al (Ti-10-2-3) é uma das mais empregadas por possuir índices de endurecimento e ductilidade que a tornam capaz de substituir até mesmo os aços endurecíveis por precipitação, como ocorre nos trens de aterrissagem do Boeing 777 [16]. Embora o alto custo desta liga indique em primeira instância uma inviabilidade financeira, este custo é rapidamente amortizado uma vez que o aço possui uma grande susceptibilidade à corrosão sob tensão e exige a substituição do componente com certa frequência.

Introduzida em 1997 como uma versão melhorada da liga russa VT-22 ou Ti-5Al-5Mo-5V-1Cr-1Fe (Ti-55511), a qual possui maior teor de Cr e menor de Fe [17], a liga Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr (Ti-5553) compreende um material de altíssima resistência e exibe um grande potencial de substituição da liga Ti-10-2-3. A Tabela 2.1 ilustra as ótimas propriedades mecânicas estáticas da liga. As adições de Cr e Mo tornam mais lenta a cinética de precipitação da fase alfa, o que resulta em uma capacidade mais efetiva de reter fase beta durante o resfriamento. Assim, a maior profundidade de retenção desta fase permite o tratamento térmico de grandes seções (espessuras de até 6 polegadas) e

também o resfriamento ao ar sem ocasionar perdas significativas de resistência, ao contrário da liga Ti-10-2-3, que exige uma espessura limite equivalente a 3 polegadas, além do resfriamento em água para se atingir os requisitos mínimos de resistência [16].

Tabela 2.1 Propriedades mecânicas à temperatura ambiente de ligas de Ti após deformação a quente por forjamento [18].

Liga	Tipo	σ_y (MPa)	σ_u (MPa)	ε (%)	K_{IC} (MPa.m ^{1/2})
Ti-64	$\alpha+\beta$	895	975	16	64
Ti-10-2-3	β	1135	1240	6	44
Ti-5553	β	1310	1364	10	55

Este fato é ilustrado no diagrama TTT da Figura 2.3 para algumas ligas de Ti beta. As curvas indicam uma diferença considerável em termos cinéticos entre os cinco sistemas durante o tratamento de envelhecimento isotérmico de microestruturas previamente temperadas. A decomposição da fase beta se inicia em poucos minutos para as ligas Ti-5553 e Ti-10-2-3, enquanto que ligas com maior estabilidade podem levar até dez vezes esse tempo para começar o processo. Isto comprova a grande vantagem no tratamento de peças de grande porte. Segundo Cotton et al. [19], o diagrama CCT da liga Ti-5553 solubilizada indica que o tempo de início de reação é significativamente maior durante operações de resfriamento contínuo em relação ao tratamento isotérmico, sustentando as práticas de produção que empregam resfriamento ao ar após o tratamento.

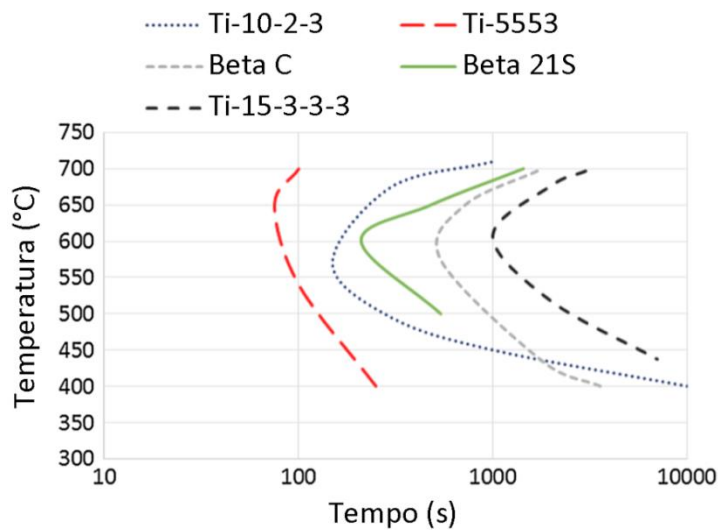


Figura 2.3 Diagrama TTT para início da precipitação de fase alfa em diferentes ligas de Ti beta [19].

Algumas investigações microestruturais foram conduzidas por pesquisadores russos na liga VT22. Um dos primeiros trabalhos foi realizado por Orlova et al. [20] empregando duas sequências distintas de tratamentos, uma fazendo o envelhecimento a partir da amostra solubilizada e resfriada até a temperatura ambiente e a outra atingindo a temperatura de envelhecimento diretamente a partir da temperatura de solubilização. Tanto o tamanho de grão beta quanto a quantidade de fase alfa foram afetados pela temperatura de solubilização. Um tratamento similar ao primeiro foi empregado por Moiseev et al. [21] e evidenciou um aumento de resistência para maiores temperatura de solubilização e taxa de resfriamento e menores temperaturas de envelhecimento.

Shevel'kov [22] realizou experimentos mais sistemáticos de envelhecimento na liga VT22, trabalhando em temperaturas de 200 a 800°C por até 5000 horas. Diversas observações foram feitas em faixas específicas de temperatura, como a decomposição da fase beta entre 200 e 300°C, a origem de estruturas martensíticas entre 300 e 400°C a partir do cisalhamento de regiões com variações composicionais, a nucleação de fase alfa a 500°C e o crescimento das partículas de fase alfa primária acima de 700°C. É importante notar que nenhum dos trabalhos nesta liga menciona a presença da

fase ômega, com exceção de Clément et al. [23], que identificou uma pequena quantidade na liga Ti-5553 solubilizada e envelhecida, porém justificou o comportamento mecânico somente pelas diferentes morfologias da fase alfa. No entanto, há estudos mostrando que a fase ômega desempenha um papel intermediário de grande importância ao atuar como sítio de nucleação da fase alfa, levando ao seu refinamento [24].

Bettaieb et al. [25] adotaram dois tratamentos térmicos na liga Ti-5553, variando a temperatura de envelhecimento secundário. A redução do tamanho médio das partículas de fase alfa secundária mostrou um efeito benéfico sobre a resistência mecânica e à fadiga, ao passo que o efeito sobre a ductilidade foi prejudicial. Shekhar et al. [26] observaram que a solubilização no campo alfa+beta seguida de envelhecimento, apesar do menor nível de resistência mecânica, propiciou uma combinação de resistência e ductilidade melhor do que a solubilização no campo beta. Kar et al. [27] indicaram que a formação de fase alfa nos contornos de grão é minimizada pelo resfriamento a taxas mais elevadas a partir do campo de fase beta, o que, segundo Ghosh et al. [28], não garante a descontinuidade necessária para elevar a resistência à propagação de uma trinca através dos contornos.

Além do tratamento térmico de solubilização e envelhecimento tipicamente empregado para promover melhorias na resistência mecânica, que é sabido ocorrer à custa de ductilidade e tenacidade, a Boeing desenvolveu o tratamento BASCA (do inglês *Beta Anneal Slow Cool Age*) como forma de se atingir maiores valores de tenacidade à fratura mantendo-se um nível de resistência relativamente elevado [29]. Neste ciclo, a solubilização ocorre acima da temperatura beta transus, por volta de 860°C para o sistema Ti-5553 [2], no campo de fase beta, ao contrário do tratamento de solubilização, que se processa abaixo desta temperatura no campo alfa+beta.

2.2 Considerações sobre Fadiga

Esta seção traz alguns conceitos gerais sobre o processo de fadiga em metais, o qual vem sendo extensivamente estudado nas últimas décadas. As

tensões alternantes típicas da fadiga podem ocasionar a nucleação e o crescimento de uma trinca que, ao atingir um tamanho crítico, leva à fratura [30]. O início de uma trinca de fadiga frequentemente ocorre em pontos de concentração de tensão e defeitos oriundos do processo de fabricação da peça metálica, tais como poros, pites de corrosão, soldas e defeitos de usinagem. Se estes fatores de processo não existirem, as trincas de fadiga podem nuclear em defeitos microestruturais, tais como inclusões não metálicas e contornos de grão [31].

Uma revisão sobre o papel da microestrutura na nucleação de uma trinca de fadiga foi elaborada por Chan [32]. O termo início de trinca pode ser definido de um ponto de vista científico ou de engenharia. A abordagem científica diz que corresponde ao número de ciclos necessário para gerar, nuclear ou formar a menor trinca possível de ser detectada. Chan [32] adaptou esta definição para expressar o processo de formação de uma trinca de fadiga com um comprimento que é da mesma grandeza ou menor do que o tamanho médio de grãos do material. A definição de engenharia baseia-se na menor trinca que pode ser detectada por técnicas confiáveis de avaliação não destrutiva, como é o caso de raios-X ou ultrassom [33,34].

Independentemente da abordagem, sabe-se que o início de uma trinca de fadiga em metais dúcteis resulta da deformação plástica localizada na superfície durante o processo de carregamento cíclico [35,36]. A deformação plástica pode estar altamente localizada em algumas regiões, ao passo que as áreas ao redor se mantêm no campo elástico. As regiões de deformação plástica são conhecidas como bandas de deslizamento persistentes (BDP). Este processo é típico de monocristais do tipo cúbico de face centrada. Uma BDP é constituída de um grande número de planos de escorregamento, formando uma estrutura lamelar plana dividida em canais por um arranjo periódico de discordâncias. Maiores detalhes sobre o mecanismo de formação da BDP foram reproduzidos por Suresh [37].

Em uma BDP são desenvolvidas as chamadas extrusões e intrusões, que possuem características similares a degraus na superfície livre do metal, produzindo inclusive uma rugosidade ou uma topografia superficial. Estas

regiões são fatalmente pontos preferenciais para a nucleação de uma trinca de fadiga. A Figura 2.4 mostra uma ilustração da extrusão-intrusão formada em uma BDP, e também uma micrografia por microscopia eletrônica de varredura (MEV) de extrusões em uma amostra de Ni de alta pureza. Nos casos em que a trinca de fadiga nucleia no interior do material, deve existir necessariamente uma interface envolvida.

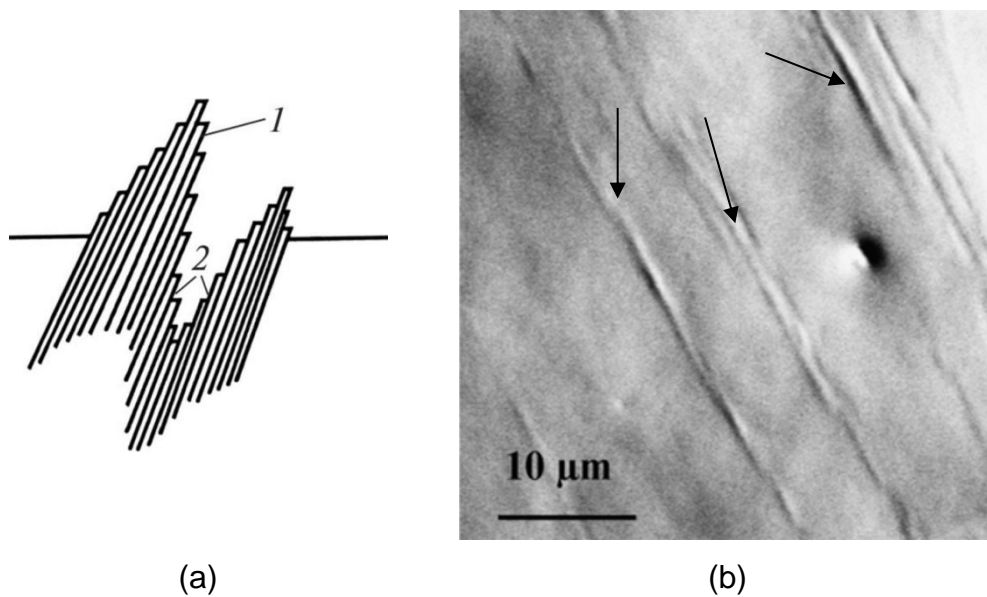


Figura 2.4 (a) Ilustração da formação de extrusão (1) e intrusão (2) por deformação cíclica em fadiga de um metal [38]; (b) micrografia de extrusões (indicadas por setas) na BDP de uma amostra de Ni [36].

No processo de fadiga, a nucleação de uma trinca pelo mecanismo de extrusão-intrusão a partir de uma BDP compreende a etapa inicial, passando para uma segunda etapa quando ocorre o crescimento e a propagação da trinca. No estágio I da propagação, a trinca e a zona de deformação plástica ao redor da sua ponta são da ordem de alguns tamanhos de grão, o que é conhecido como propagação de microtrincas, ocorrendo ao longo de planos cristalográficos da BDP. Conforme as tensões aumentam, a zona plástica na ponta da trinca passa a envolver um grande número de grãos, caracterizando o estágio II. Aqui, a trinca passa a se propagar rapidamente na direção normal à máxima tensão de tração, levando à formação de estrias na superfície de

fratura resultantes de sucessivos avanços da ponta da trinca [37,39]. Ressalta-se que a ausência de estrias não exclui a possibilidade de falha por fadiga.

A Figura 2.5 traz uma micrografia obtida por microscopia eletrônica de transmissão (MET) de duas bandas de deslizamento em um corpo de prova fraturado por fadiga de uma superliga a base de Ni. A imagem com menor aumento mostra a região da BDP. Observa-se que arranjos de discordância similares ao encontrado em monocristais são formados em policristais dúcteis. No entanto, a interação entre as BDP e os contornos de grão ou de subgrão torna bem mais complexo o estudo dos mecanismos de início de trincas de fadiga. Além disso, a morfologia da BDP também é influenciada por precipitados, inclusões não metálicas e orientação preferencial [40,41].

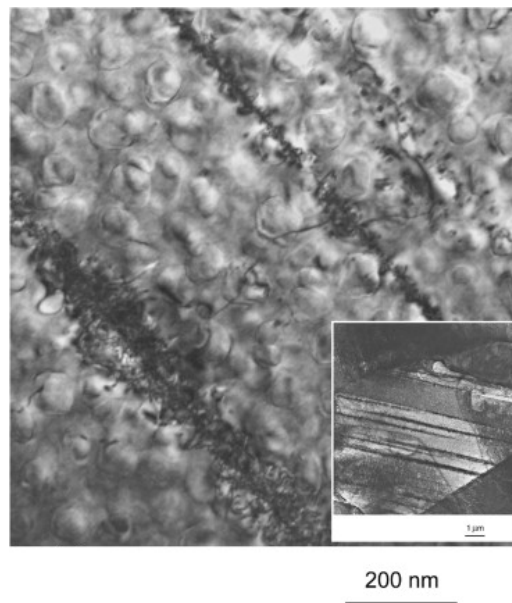


Figura 2.5 Micrografia de bandas de deslizamento em um corpo de prova fraturado por fadiga de uma superliga de Ni [42].

No caso da existência de grãos, durante a deformação os contornos agem como obstáculos para as bandas de deslizamento em função da falta de compatibilidade de deformação entre grãos adjacentes, o que gera uma alta concentração de tensões associada ao empilhamento de discordâncias. Essa tensão é aliviada pela formação de uma extrusão estática nos contornos. Com o aumento do número de ciclos de carregamento, tanto a concentração de

tensão quanto o comprimento da extrusão aumentam, promovendo a abertura de uma trinca na interface entre a extrusão e o contorno [43]. Sangid et al. [42] desenvolveram um modelo para prever o local de início da fratura por fadiga em metais policristalinos através do monitoramento da energia de uma BDP, observando-se de modo mais específico a sua interação com os contornos de grão do material.

A previsão da vida em fadiga segue duas teorias diferentes: dano acumulado e propagação da trinca em fadiga [44]. Na teoria do dano acumulado, que está associada à vida total em fadiga ou projeto de vida infinita (intolerância ao dano), os dados experimentais são apresentados na forma curva S-N ou curva de Wöhler, em que é plotada a tensão (S) em função do número de ciclos até a fratura (N) [45]. Tal curva é apropriada para condições de fadiga de alto ciclo (acima de 10^5 ciclos). O nível de tensão é relativamente baixo e as deformações globais encontram-se no campo elástico, ainda que o material possa estar sujeito a uma deformação plástica localizada. Esta é uma abordagem bem comum, por exemplo, para a avaliação da resistência à fadiga de implantes ortopédicos metálicos [46,47].

Uma representação esquemática da curva S-N é mostrada na Figura 2.6, em que a variação de tensões cíclicas ($\Delta\sigma = \sigma_{m\acute{a}x} - \sigma_{m\acute{i}n}$) é plotada contra o número de ciclos (N), ambos em escala logarítmica. O limite de fadiga é definido como o nível de tensão abaixo do qual não existe crescimento de trinca, ou seja, o material pode suportar um número infinito de ciclos de tensão sem romper. O número de ciclos associado ao limite de fadiga é normalmente considerado 10^7 ; isto representa uma vida infinita. Para os materiais que não apresentam limite de fadiga, como é o caso da maioria dos não ferrosos, a tensão diminui continuamente com o aumento do número de ciclos, e a resistência à fadiga é definida arbitrariamente como o nível de tensão para um número específico de ciclos (por exemplo, 5×10^6 ciclos) [45].

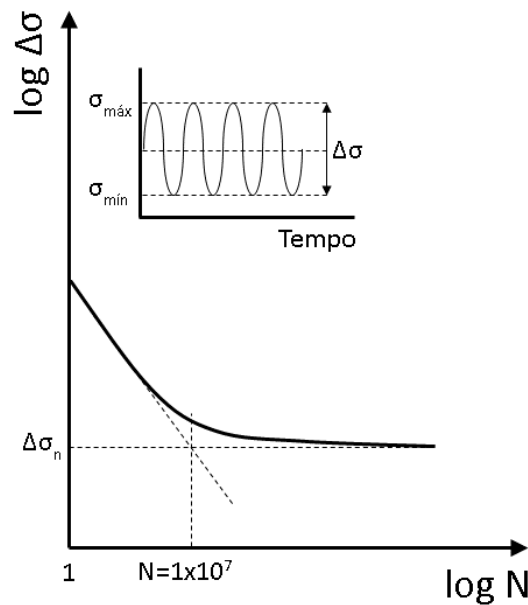


Figura 2.6 Diagrama esquemático de uma curva S-N [48].

A teoria de dano acumulado em fadiga possui algumas limitações. Zhang et al. [49] citam que a precisão da previsão da vida é fortemente dependente da geometria do componente que está sendo ensaiado (fatores de concentração de tensão), do processo e da carga, o que resulta em uma grande dispersão dos dados da vida em fadiga. Além disso, a presença de eventuais imperfeições no material é ignorada [45]. A teoria de propagação da trinca em fadiga supera estes inconvenientes. Este método é derivado dos conceitos da mecânica da fratura linear elástica (MFLE), sendo conhecido como projeto de vida finita (tolerância ao dano).

Para estimar a vida em fadiga, Paris et al. [50] propuseram que a variação do fator de intensidade de tensões ($\Delta K = K_{máx} - K_{mín}$) pode ser usada para caracterizar a taxa de crescimento de uma trinca (da/dN) durante a fadiga. A curva da/dN versus ΔK permite a interpretação dos resultados experimentais em termos da lei de Paris expressa na Equação 2.3:

$$\frac{da}{dN} = C \times (\Delta K)^m \quad (2.3)$$

onde C e m são respectivamente o coeficiente e o expoente de Paris, que dependem do material, do ambiente, da frequência e da razão entre as tensões (R). ΔK é expresso conforme a Equação 2.4:

$$\Delta K = Y \times \Delta \sigma \times \sqrt{\pi \times a} \quad (2.4)$$

onde Y é um parâmetro adimensional que depende da geometria e do tamanho de uma trinca existente de comprimento a no material. A teoria da MFLE fornece dados confiáveis para a taxa de propagação da trinca de fadiga em metais somente quando o comprimento inicial da trinca é maior do que 1 ou 2 mm e se aplicam as condições de escoamento em pequena escala [37].

Uma curva da/dN versus ΔK típica possui um formato sigmoidal, como pode ser visto na Figura 2.7. A região I corresponde ao regime no qual o incremento médio de crescimento da trinca por ciclo é inferior ao espaçamento atômico [37]. O valor limiar do fator de intensidade de tensões (ΔK_{th}) determina a transição da região I para a região II. De acordo com Carpinteri e Paggi [44], este parâmetro está fortemente relacionado ao conceito do limite de fadiga. ΔK_{th} é convencionalmente definido como o valor de ΔK abaixo do qual a taxa de crescimento da trinca é igual ou menor que 10^{-9} mm/ciclo. Na região II, que se refere à propagação de macrotrincas (estágio II), é válida a lei de Paris. Finalmente, a região III é quando ocorre uma rápida propagação da trinca, até a ocorrência da fratura para altos valores de ΔK .

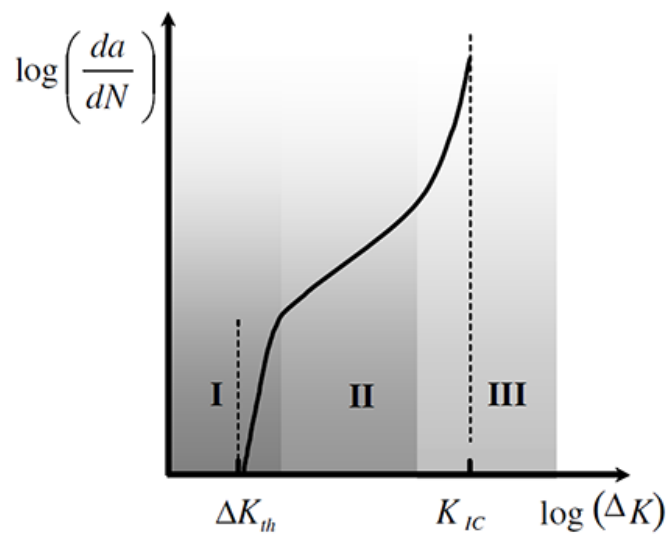


Figura 2.7 Diagrama esquemático de uma curva da/dN versus ΔK [51].

2.3 Início de Trincas de Fadiga em Ligas de Titânio

Sabe-se que as falhas por fadiga em metais representam aproximadamente 90% das falhas em serviço. Do ponto de vista da mecânica da fratura, a vida em fadiga de um componente corresponde ao somatório do tempo necessário para a nucleação de uma trinca com o tempo requerido para o crescimento da mesma até a falha. Nesse sentido, diversos estudos vêm sendo realizados nas últimas décadas em ligas de Ti, especialmente na liga alfa+beta Ti-64, muito em função da diversidade de aplicações estruturais críticas. É importante ressaltar que a nucleação de uma trinca pode consumir uma porcentagem significativa do tempo de vida total de um componente, evidenciando a importância da concentração de estudos neste estágio.

Em materiais que não possuem inclusões ou porosidade, uma trinca de fadiga nucleará em regiões nas quais a microestrutura local permite o acúmulo de deslizamento (*irreversible slip*). Hall [52] estabelece que, nas ligas de Ti com microestrutura bifásica, o dano em fadiga encontra-se tipicamente acumulado na fase alfa, o que é plausível uma vez que esta fase encontra-se em maior fração em volume e, assim, possui maior tendência para a ocorrência de deformação localizada. Os aspectos de microestrutura que intensificam estas deformações incluem grãos grosseiros de fase alfa, colônias de fase alfa, grãos

originais de fase beta e regiões com microtextura. Tais fatores induzem a nucleação tipicamente em partículas de fase alfa ou ainda na interface alfa/beta pela incompatibilidade de deformação.

O trabalho de Mahajan e Margolin [53] na liga alfa+beta Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo evidenciou o início de trincas de fadiga em grãos grosseiros de fase alfa ou em áreas onde alguns grãos de fase alfa encontravam-se agrupados (*clusters*), permitindo nos dois casos o acúmulo de deslizamento em longas distâncias. Em baixos níveis de deformação, a nucleação ocorreu de maneira preferencial na interface alfa/beta, ao passo que, para deformações maiores, o início foi favorecido em bandas de deslizamento de grãos de fase alfa primária. Este comportamento foi atribuído ao fato de que a quantidade de deslizamento acumulada no grão é proporcional à extensão do caminho de deslizamento (*slip path*).

A nucleação de trincas de fadiga pode ocorrer preferencialmente em regiões que exibam uma textura microscópica. Le Biavant et al. [54] indicaram que as regiões com microtextura provenientes da textura da fase beta são mais susceptíveis ao início da trinca, considerando que o dano em fadiga acomodase de forma aproximadamente uniforme nestas regiões. Sinha et al. [55] observaram a abertura de trincas em diversas regiões com microtextura, sendo que a que se propagou até a falha teve origem na maior região com orientação preferencial. Estes dois trabalhos reportaram a formação de facetas na zona de nucleação, apesar do plano da faceta não apresentar uma orientação adequada para o cisalhamento máximo no plano basal, o que sugere uma combinação de mecanismos.

Na realidade, a formação destas facetas na região de início de uma trinca de fadiga é amplamente comum nos estudos envolvendo as ligas com microestrutura bifásica, podendo ocorrer tanto nos grãos de fase alfa primária [54,56-62] quanto na interface alfa/beta de microestruturas lamelares [62,63]. A Figura 2.8 apresenta a região de abertura de uma trinca na liga Ti-64 e destaca a formação de uma faceta.

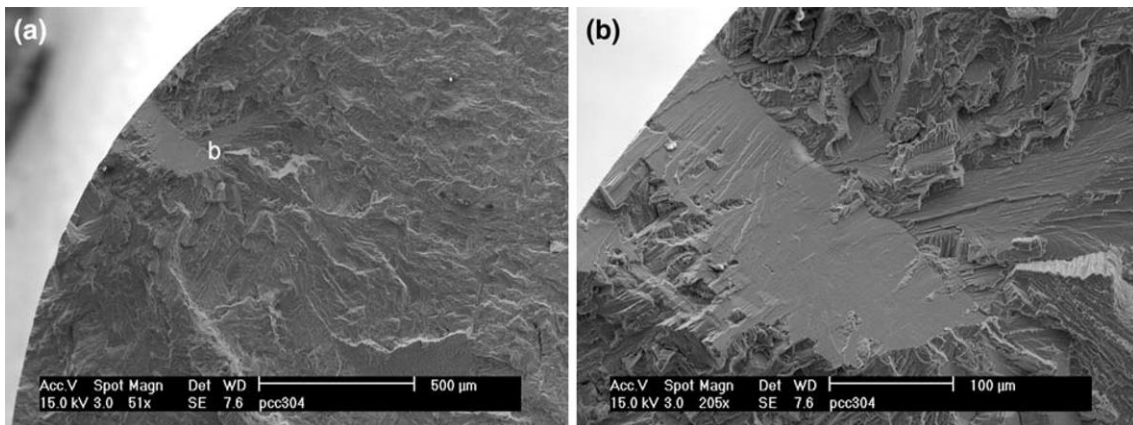


Figura 2.8 Micrografias da região de nucleação de uma trinca de fadiga, com maior ampliação à direita sobre a faceta [61].

A nucleação de trincas com aspecto facetado é bastante favorecida em certas regiões que apresentam microtextura. Bridier et al. [56] e Le Biavant et al. [54] mencionaram a tendência de aparecimento de facetas em regiões nas quais os grãos de fase alfa primária orientavam-se de modo a permitir o fenômeno de deslizamento basal (*easy basal slip*). Analogamente, Szczepanski et al. [57] identificaram a abertura de trincas subsuperficiais na liga Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo em zonas de orientação da fase alfa que permitisse o deslizamento basal e prismático, apesar das facetas não se distribuírem de maneira uniforme ao longo de toda a região texturizada, mas se concentrarem somente em um região pequena.

No que se refere ao plano de formação das facetas, Neal e Blenkinsop [58] observaram que o plano cristalográfico associado à faceta corresponde ao plano de fácil clivagem (*easy cleavage plane* – acredita-se que seja o plano $\{10\bar{1}7\}$), o qual forma um ângulo de aproximadamente 14° com o plano basal. De maneira alternativa, outros estudos sugerem que as trincas facetadas, em particular aquelas que resultam em trincas efetivamente potenciais, são formadas nos planos basais ou na proximidade dos mesmos [54,56-62]. A ocorrência destas trincas é citada por Bridier et al. [56] também ao longo de planos prismáticos.

Embora a abertura de trincas de fadiga facetadas mostre-se bastante comum em ligas de Ti alfa+beta, os micromecanismos propostos para a

formação destas facetas diferem de maneira considerável entre os estudos. De modo geral, estes mecanismos variam em relação ao grau de contribuição dos processos de clivagem e de deslizamento de discordâncias, incluindo desde o processo de quasi-clivagem no plano da faceta [59], que envolve uma combinação de deformação por cisalhamento e tensão normal ao plano da faceta [56], até o processo de deslizamento puro [61].

Neal e Blenkinsop [58] indicaram que as facetas surgem por clivagem no plano $\{10\bar{1}7\}$ como consequência das tensões induzidas pelo empilhamento de discordâncias nos contornos de grãos de fase alfa. Bache et al. [59] atribuíram a origem das facetas ao processo de quasi-clivagem no plano basal. Nesse caso, apesar do plano da faceta ser perpendicular à direção de carregamento, orientação esta que não é favorável ao processo de deslizamento para o desenvolvimento da faceta, surgem tensões de cisalhamento em decorrência das bandas em um grão adjacente. Esse efeito de transferência de tensão favorável ao deslizamento é ilustrado na Figura 2.9.

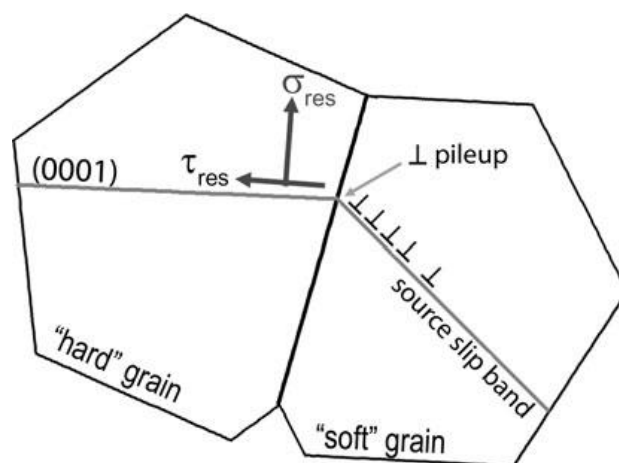


Figura 2.9 Ilustração do fenômeno de transferência de tensão por empilhamento de discordâncias [64].

Bridier et al. [56] observaram a formação de facetas no plano basal pelo deslizamento nos grãos de fase alfa resultante de uma tensão de cisalhamento transferida pelo deslizamento de grãos vizinhos com orientação adequada, juntamente com a tensão normal ao plano basal. Jha et al. [60] identificaram um mecanismo similar para a criação de facetas na situação de

baixa vida em fadiga, as quais não foram observadas no plano basal. Uma vez que o plano da faceta não estava orientado de modo a permitir a condição de cisalhamento máximo, a faceta foi gerada pela combinação do processo de deslizamento e uma componente da tensão normal ao plano da faceta.

Pilchak et al. [61] apontaram o mecanismo de deslizamento puro como o mais influente, destacando o efeito do processo de transferência de deslizamento (*slip transfer*) através dos contornos da fase alfa primária e da interface alfa/beta, nos quais surgem discordâncias residuais decorrentes do alinhamento entre sistemas de deslizamento específicos. De modo análogo, para a condição de longa vida em fadiga, Jha et al. [60] identificaram a formação de facetas pela deformação por cisalhamento no plano basal associada ao efeito dos grãos vizinhos, localizados na banda de deslizamento, em termos da transferência de deslizamento.

Nesta seção, a revisão apresentada até aqui trata exclusivamente das ligas alfa+beta. Embora o foco deste projeto seja o estudo em uma liga beta metaestável, esta revisão é importante para o desenvolvimento do trabalho e a interpretação dos resultados, uma vez que ligas beta são passíveis de tratamento térmico em temperaturas moderadas, acima de 300°C, a partir do qual ocorre precipitação da fase alfa para incremento das propriedades mecânicas. Por serem de desenvolvimento recente, uma quantidade pequena de trabalhos é encontrada na literatura acerca do entendimento do início e propagação de trincas em ligas beta. Em um deles, Leyens e Peters [3] salientam a necessidade de um tratamento adequado de envelhecimento, conduzindo a uma microestrutura fina e a uma distribuição homogênea das partículas da fase alfa, para um bom comportamento em fadiga.

A formação de facetas é observada tanto em grãos individuais da matriz beta quanto em contornos das partículas de fase alfa [65-69]. Hu et al. [65] identificaram os contornos com alto ângulo de desorientação como regiões preferenciais para nucleação, em função da maior incompatibilidade elástico-plástica entre os grãos adjacentes, e reportaram a abertura de trincas também em bandas de deslizamento localizadas nas vizinhanças dos contornos de fase alfa. Foltz et al. [66] apontaram a importância de se controlar a extensão da

interface alfa/beta na liga Ti-5553 em função da precipitação de fase alfa nos contornos da matriz, mesmo não se observando um filme contínuo. Sem grandes aprofundamentos, Bettaieb et al. [25] verificaram na liga Ti-5553 o empobrecimento de Cr e Mo na região de início de trincas de fadiga.

Alguns trabalhos destacam o início de trincas subsuperficiais. Tokaji e Kariya [67] e Tokaji et al. [68] justificaram a formação de trincas internas na liga Ti-15Mo-5Zr-3Al com base no perfil microestrutural e na razão entre cargas, que compreendem respectivamente o mecanismo de clivagem dos contornos de grão da matriz e a existência de um gradiente de tensão compressiva residual ao longo da seção transversal. Jha e Ravichandran [69] sugeriram uma relação com a fração em volume de fase alfa primária na liga Ti-10-2-3. Para uma fração elevada, existe um determinado nível de tensão acima do qual a abertura de trincas ocorre na superfície e abaixo do qual a nucleação subsuperficial é predominante.

2.4 Evolução das Ligas Ti-55511 e Ti-5553

Recentemente, principalmente a partir do ano de 2013, com a enorme perspectiva de uso da liga Ti-5553 em trens de pouso da última geração de aeronaves de grande porte, houve um aumento significativo no número de publicações referentes a esta liga e à precursora russa Ti-55511, sendo algumas relativas ao comportamento em fadiga, o que mostra o interesse atual nessas ligas beta. Alguns pontos relevantes a este projeto são, portanto, descritos nesta seção.

Kar et al. [70] fizeram uma avaliação sistemática do efeito de alguns parâmetros de tratamento térmico na evolução microestrutural da liga Ti-5553. Todas as microestruturas oriundas da rota de processamento envolvendo tratamento no campo de fase beta foram caracterizadas pela precipitação da fase alfa na forma de lamelas (ou agulhas). O aumento da taxa de resfriamento a partir da etapa de recristalização (ocorrida após o processamento mecânico) resultou no aumento da densidade e da razão de aspecto destas lamelas, ao passo que se tornaram menos espessas mediante o aumento da taxa de

resfriamento a partir da etapa de recozimento. Estes dois efeitos, sejam independentes ou combinados, forneceram maiores níveis de resistência mecânica. Em relação à temperatura de envelhecimento, que mostrou ser o parâmetro de maior influência sobre a resistência da liga, a temperatura mais baixa de 500°C resultou em acréscimos de até 100 MPa no limite de escoamento em função da formação de finas partículas de fase alfa secundária (contra nenhuma precipitação à 600°C), fenômeno termodinamicamente favorecido pela maior estabilidade da fase alfa em temperaturas mais baixas.

Uma avaliação microestrutural da liga Ti-5553 bastante similar foi conduzida por Shekhar et al. [71]. A temperatura de envelhecimento mostrou influência sobre o tamanho e a morfologia dos precipitados de fase alfa secundária, com a formação de agulhas mais grosseiras para temperaturas mais elevadas, quando a precipitação se processa tanto nos contornos de grão de fase beta quanto em sítios homogeneamente distribuídos no interior dos grãos. É importante destacar que a etapa de solubilização realizada no campo bifásico promoveu a formação de partículas globulares de fase alfa, que se misturam com as agulhas oriundas da etapa de envelhecimento. Nesse caso, além de possuir uma melhor combinação entre resistência mecânica e ductilidade, o tamanho médio dos grãos é substancialmente inferior do que o resultante da microestrutura estritamente acicular por efeito de ancoragem dos contornos de grão.

Ainda em relação à liga Ti-5553, Ghosh et al. [72] avaliaram a tenacidade à fratura e os modos de fratura em função das características microestruturais geradas nos diferentes tratamentos térmicos. Notou-se uma competição entre os efeitos da espessura e do aspecto contínuo (em termos físicos e de orientação cristalina) da fase alfa nos contornos de grão. Variando-se em uma faixa entre 50 e 80 MPa.m^{1/2}, os maiores valores de tenacidade foram obtidos para a precipitação com morfologia descontínua nos contornos, que obstrui o avanço da trinca, combinado a agulhas maiores no interior dos grãos. A diferença na orientação cristalográfica destas agulhas é bastante pronunciada pelo tamanho grosseiro das partículas, causando uma bifurcação localizada na frente de trinca difícil de ser atravessada. Quanto à superfície de

fratura, observaram-se aspectos de propagação inter/transgranular independentemente do valor de tenacidade à fratura, porém com a presença majoritária de planos de clivagem para menores tenacidades.

A sensibilidade da tenacidade à fratura à condição microestrutural também foi considerada por Shi et al. [73] para a liga Ti-55511, obtendo-se valores na faixa entre 66 e 108 MPa.m^{1/2}. Observou-se um comportamento de que uma alta resistência mecânica não fornece necessariamente os menores valores de tenacidade à fratura. Este fato indica que não apenas a deformação plástica ao longo do caminho de propagação de trinca exerce influência sobre a tenacidade à fratura, mas também a geometria ou tortuosidade do caminho de crescimento da trinca (componente extrínseco). Em termos gerais, partículas mais grosseiras de fase alfa no interior dos grãos causam grandes bifurcações da trinca principal, gerando ângulos de deflexão de trinca bastante elevados e conseqüentemente uma geometria bem rugosa da frente de propagação, o que decerto aumenta a resistência à propagação da fratura. Tal mecanismo é consistente com o trabalho citado anteriormente de Ghosh et al. [72] na liga Ti-5553.

Shi et al. [74] publicaram outro trabalho acerca da liga Ti-55511 avaliando o comportamento em fadiga em função de diferentes microestruturas do tipo lamelar. Assim como a tenacidade à fratura, o limite de fadiga mostrou grande sensibilidade à condição de microestrutura, com uma variação da ordem de 130 MPa, tendo-se atingido um valor bastante surpreendente de 880 MPa para uma vida de 1×10^7 ciclos. Tipicamente a resistência à fadiga de alto ciclo mostrou uma relação diretamente proporcional ao limite de escoamento. A presença de partículas grosseiras de fase alfa aleatoriamente distribuídas no interior dos grãos, atribuídas à segregação dos elementos alfa estabilizadores que resulta da difusão não homogênea durante o tratamento térmico, induziu a nucleação subsuperficial da trinca de fadiga pela clivagem desta fase. Na ausência de precipitados grosseiros, o início da trinca ocorreu tradicionalmente na superfície.

O comportamento em fadiga de alto ciclo da liga Ti-55511 também foi avaliado por Wu et al. [75], comparando-se principalmente os efeitos das

estruturas lamelar, acicular e bimodal, com limites de fadiga para cerca de 1×10^7 ciclos respectivamente da ordem de 720, 800 e 840 MPa. Independentemente da microestrutura, identificou-se o início subsuperficial da trinca de fadiga para a condição de alto ciclo, muito provavelmente resultante da clivagem de regiões mais espessas de fase alfa. No caso da estrutura acicular (tipo Widmanstätten), a fratura apresentou um aspecto intergranular e foi associado ao elevado tamanho médio dos grãos da matriz beta. Destaca-se que, em todas as fraturas, a região de propagação estável da trinca de fadiga ocupa de maneira surpreendente quase que a totalidade da superfície, o que sugere um valor questionável quando, baseado na tensão máxima em fadiga, se faz um cálculo estimado da tensão no momento da ruptura.

Os trabalhos citados estão todos concentrados em grupos de pesquisa chineses e indianos. Um único trabalho publicado por belgas na liga Ti-5553 (Bettaieb et al. [76]), que foge do escopo deste projeto, aborda o desenvolvimento de um modelo para avaliação e previsão de danos relativos à fratura dúctil descritos por três etapas combinadas: nucleação, crescimento e coalescimento de vazios. O modelo é então testado para uma aplicação específica de componentes parafusados de um motor aeronáutico, em que a questão da fratura dúctil é um dos fatores limitantes.

Em resumo, conforme mencionado no início desta seção, os trabalhos realizados com as ligas Ti-55511 e Ti-5553 são muito recentes e encontram-se em rápida evolução, tendo em vista que a quantidade de trabalhos publicados na literatura internacional passou nos últimos três anos de bastante incipiente para um número expressivo. Enquanto os trabalhos relatados na literatura foram realizados com ligas experimentais, o material deste projeto foi produzido em escala industrial pela empresa russa VSMPO. Portanto, um fator diferencial deste trabalho corresponde ao pioneirismo no estudo e levantamento de resultados com uma liga industrial fabricada em parceria com a Boeing para a aplicação em trens de pouso de aviões de grande porte. Além disso, os únicos dois trabalhos publicados acerca do comportamento em fadiga foram realizados com a liga Ti-55511 e trazem resultados questionáveis, tanto em

relação aos valores de limite de fadiga quanto das condições para obtenção de grandes zonas de propagação estável da trinca de fadiga.

2.5 Efeito do Hidrogênio

Quando as ligas de Ti encontram-se sob carregamento mecânico em um ambiente contendo H, é muito comum surgirem problemas bastante severos. São duas as fontes principais deste elemento: interna, quando o H já se encontra no material na forma de hidreto ou em solução sólida intersticial, e externa, gerado pela interação da liga com o ambiente. Destaca-se que o H possui um forte efeito estabilizador da fase beta; a solubilidade na fase beta pode atingir 50% em átomos em temperaturas por volta de 600°C, ao passo que, na fase alfa, é de aproximadamente 7% a 300°C, chegando ao teor inexpressivo de 0,04% na temperatura ambiente [77].

O controle do efeito deletério decorrente da presença interna de H é feito limitando-se o teor deste elemento para um máximo de 125-150 ppm (em peso) em ligas alfa e alfa+beta. Tal limite pode estender-se a 250 ppm para algumas ligas beta. É ocasional encontrar na literatura trabalhos que mencionam a formação de hidretos quando a concentração de H mantém-se próxima ao teor de 150 ppm, o que inclusive induz os fabricantes de produtos em Ti a adotarem este valor como o limite aceitável [78]. As ligas que possuem um teor de H que permite a precipitação de hidretos são substancialmente frágeis, justamente em função da fragilidade desta fase [2].

Nas ligas de Ti, o H intersticial possui uma grande difusividade mesmo na temperatura ambiente, sendo capaz de difundir para regiões que possuem uma alta tensão hidrostática, como a zona ao redor de um empilhamento de discordâncias ou a ponta de uma trinca [79]. Como consequência da baixíssima solubilidade na fase alfa, estes pontos localizados com alta concentração de H podem resultar na precipitação de hidreto (mesmo quando o teor global de H é baixo), normalmente um composto não estequiométrico do tipo TiH_x . O parâmetro de rede e a estrutura cristalina do hidreto dependem da

sua estequiometria, sendo cúbico de face centrada quando x varia entre 1,5 e 1,8 e tetragonal de face centrada quando x é maior que 1,8.

São aceitos alguns mecanismos através dos quais o H pode ocasionar uma trinca [64]. O primeiro está relacionado ao fato de que o campo de tensão hidrostática ao redor do topo do empilhamento de discordâncias no grão adjacente (vide Figura 2.9) atrai os átomos de H, além de diminuir a energia livre de formação de hidretos, o que leva à precipitação destas partículas. Após a precipitação, uma trinca pode se formar pela fratura do hidreto e posterior crescimento na matriz ao redor ou pela deformação plástica localizada na interface partícula/matriz que forma um vazio. Outra possibilidade, denominada teoria da decoesão, foi sugerida por Troiano [80], em que o H difunde para regiões de altas tensões triaxiais e defeitos de rede, promovendo a nucleação de uma microtrinca após atingir um nível crítico de concentração pela redução da força coesiva entre os átomos.

A terceira possibilidade refere-se à teoria da plasticidade localizada assistida pelo H (PLAH), considerada no Ti por Shih et al. [79] e confirmada por Pilchak e Williams [64]. Neste mecanismo, o H aumenta a mobilidade de discordâncias, reduzindo a tensão necessária para o movimento e, conseqüentemente, aumentando a quantidade de discordâncias móveis em regiões cuja concentração local de H é mais elevada. Nestas regiões observa-se o aumento da plasticidade e, portanto, um amaciamento localizado [81]. O aumento da densidade de discordâncias sobre empilhamentos pode facilitar o coalescimento das mesmas, ocasionando a abertura de uma trinca. Como esse fenômeno ocorre em tensões abaixo da necessária para o escoamento geral, o comportamento do material como um todo é frágil. O efeito do H não depende do tipo de discordância e se manifesta em diferentes estruturas cristalinas, o que reforça a universalidade desta teoria.

De fato, Shih et al. [79] apontaram tal mecanismo como o responsável pelo amaciamento localizado da fase alfa na liga Ti-4Al. Na presença de uma atmosfera de H_2 , observou-se a precipitação de hidretos e a posterior fratura típica por clivagem destes hidretos. No entanto, avaliando-se o crescimento de trincas em condição dinâmica a uma velocidade muito elevada para a

precipitação de hidretos, notou-se uma mudança no mecanismo de fratura de clivagem para fratura dúctil localizada. Neste caso, a atmosfera local de H gerada pelas discordâncias resultou em uma plasticidade altamente localizada, dando origem a alvéolos na superfície de fratura. Ressalta-se também que, em ligas do tipo alfa+beta, a fase beta pode funcionar como um caminho primário para o transporte de H em razão da maior difusividade que a fase alfa.

Em relação à nucleação da trinca de fadiga na liga alfa Ti-8Al-1Mo-1V, Pilchak e Williams [64] destacaram o papel fundamental do H na formação de facetas. O plano cristalográfico da fratura mostrou-se coincidente com um dos planos de hábito dos hidretos, que incluem o plano basal e outros levemente inclinados em relação ao mesmo, como o plano $\{10\bar{1}7\}$. Ainda, a topografia da superfície de fratura apresentou aspectos similares às facetas formadas em uma atmosfera de H. Além de não existirem evidências de fraturas em hidretos, a formação de pequenos gumes de arrancamento (*tear ridges*) na superfície é um indicativo da operação do processo de amaciamento localizado decorrente do mecanismo de plasticidade localizada assistida pelo H.

O trabalho publicado por Cotton et al. [82] na liga Ti-5553 evidenciou um efeito significativo do H sobre a tenacidade à fratura do material. Este efeito deve estar relacionado à grande diferença de difusividade do H nas fases alfa e beta, o que promove a segregação deste elemento em regiões específicas, como é o caso de contornos de grão e de interfase, quando da precipitação da segunda fase mediante tratamento térmico. A diferença no teor de H mostrou também uma variação na superfície de fratura por tração, com maiores evidências de fratura intergranular para a condição de menor tenacidade à fratura. Nesse cenário, é possível que tanto a abertura de trincas de fadiga quanto à propagação em vida finita sejam influenciadas por uma fragilização causada pela segregação de H.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Fluxograma

A Figura 3.1 resume em um fluxograma simplificado as principais atividades experimentais deste trabalho.

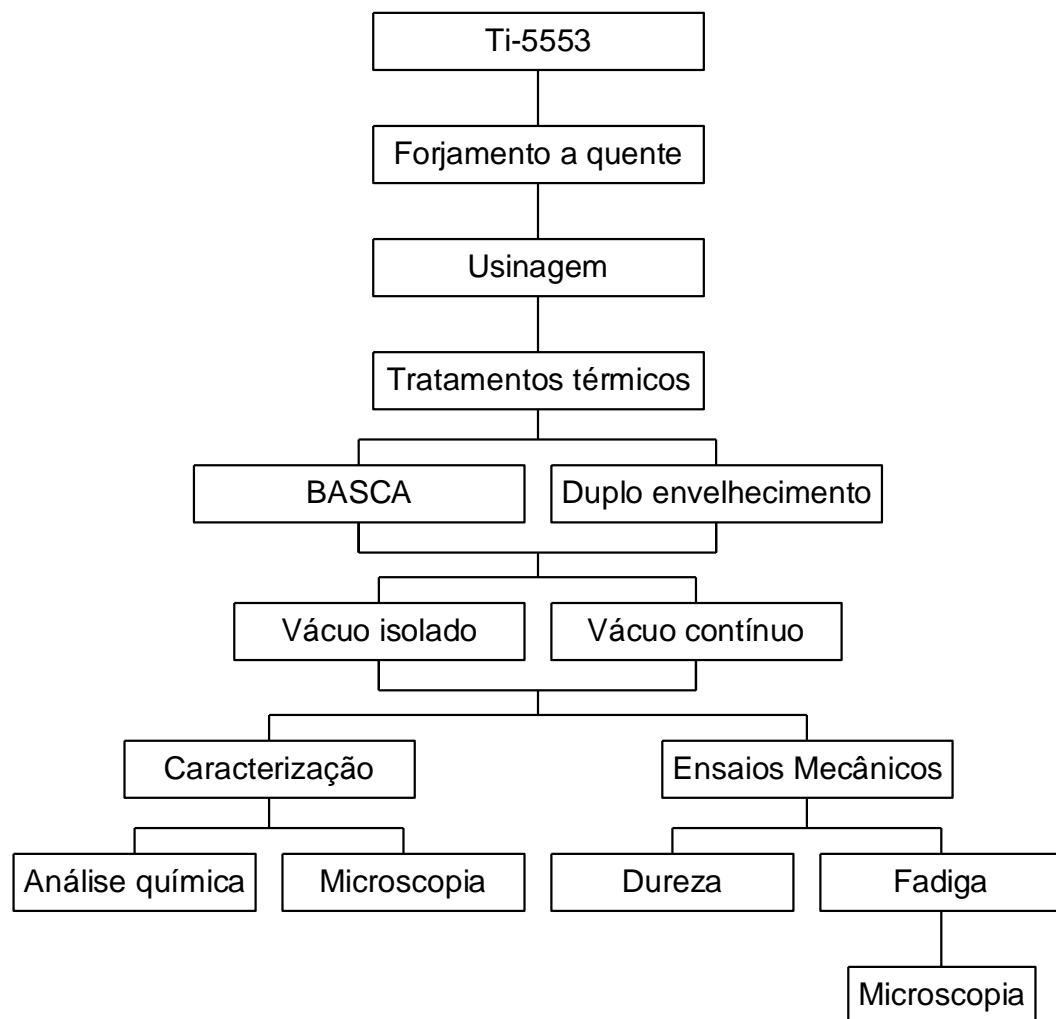


Figura 3.1 Fluxograma das atividades experimentais principais.

3.2 Material e Processamento

O material em estudo é a liga beta metaestável Ti-5553. Em razão das dificuldades de elaboração por fusão a arco a partir de materiais comerciais,

além das dimensões bastante reduzidas da coquilha de cobre disponível, a liga foi obtida através de doação pela Boeing, na forma de uma chapa laminada produzida em escala industrial pelo fabricante russo VSMPO. A composição nominal do material é mostrada na Tabela 3.1. Para confirmação do teor dos elementos metálicos, conduziu-se uma amostra à análise química pela técnica de espectrometria de emissão atômica com plasma acoplado indutivamente (ICP-AES) em equipamento SPECTROMAXx.

Tabela 3.1 Composição nominal da liga Ti-5553 (% peso) [17].

Ti	Al	V	Mo	Cr	Fe	Zr	O
Bal.	4,4-5,7	4,0-5,5	4,0-5,5	2,5-3,5	0,3-0,5	<0,3	<0,18

Após corte da chapa em barras de seção quadrada com arestas de 20 mm e pela opção por empregar corpos de prova de fadiga com geometria cilíndrica, conforme detalhado posteriormente, os materiais foram submetidos ao processo de forjamento rotativo em matriz aberta, com repetidos aquecimentos em forno mufla até a temperatura de 1000°C (campo de fase beta) e estabilização térmica, propiciando a produção de barras de seção circular com diâmetro de 10,4 mm (redução de área de aproximadamente 80%). O processo foi realizado em um equipamento FENN modelo 5F de 4 martelos, mostrado na Figura 3.2, que se encontra no Departamento de Materiais e Processos / Divisão de Engenharia Mecânica (IEM-MP) do Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA).



Figura 3.2 Equipamento FENN modelo 5F para forjamento rotativo.

A escolha de corpos de prova cilíndricos para a realização dos ensaios de fadiga foi atribuída às características dos dispositivos já disponíveis para ensaio. Portanto, a partir das barras forjadas, foram usinados corpos de prova conforme a geometria e as dimensões ilustradas na Figura 3.3, respeitando-se, a partir do diâmetro escolhido da seção útil, a relação entre as dimensões estabelecida pela norma ASTM E466 [83] para ensaios de fadiga por tração uniaxial. As peças foram posteriormente submetidas a uma preparação da superfície para remoção de marcas de usinagem mediante lixamento em lixas d'água de diversas granulometrias na faixa entre 240 e 2500 e polimento com pastas de diamante de 3 e 1 μm .

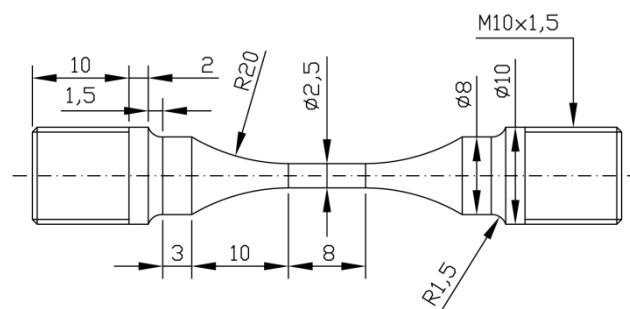


Figura 3.3 Ilustração do corpo de prova de fadiga (dimensões em milímetros).

3.3 Tratamentos Térmicos

Duas variações foram empregadas na etapa de tratamento térmico do material: (i) próprio ciclo térmico e (ii) ambiente de realização do tratamento. O propósito destas variações é discutido na sequência. Ressalta-se que a temperatura beta transus da liga Ti-5553 é por volta de 860°C [2].

Em relação ao primeiro item, o tratamento base refere-se ao BASCA, desenvolvido pela Boeing [29], que compreende a solubilização a 900°C durante 1,5 hora, resfriamento controlado a uma taxa de 2°C/min até 607°C e posterior envelhecimento nesta temperatura durante 8 horas, com resfriamento final ao forno. Com o intuito de se obter um maior refinamento das partículas de fase alfa e uma precipitação menos intensa nos contornos de grão, uma adaptação deste tratamento foi proposta na etapa anterior à de envelhecimento a 607°C: após a solubilização a 900°C, resfriamento rápido (em água) até a temperatura ambiente e posterior patamar a 300°C durante 2 horas. Este tratamento é chamado de duplo envelhecimento. O gráfico da Figura 3.4 permite comparar estes dois tratamentos térmicos, os quais foram realizados em forno resistivo do tipo mufla.

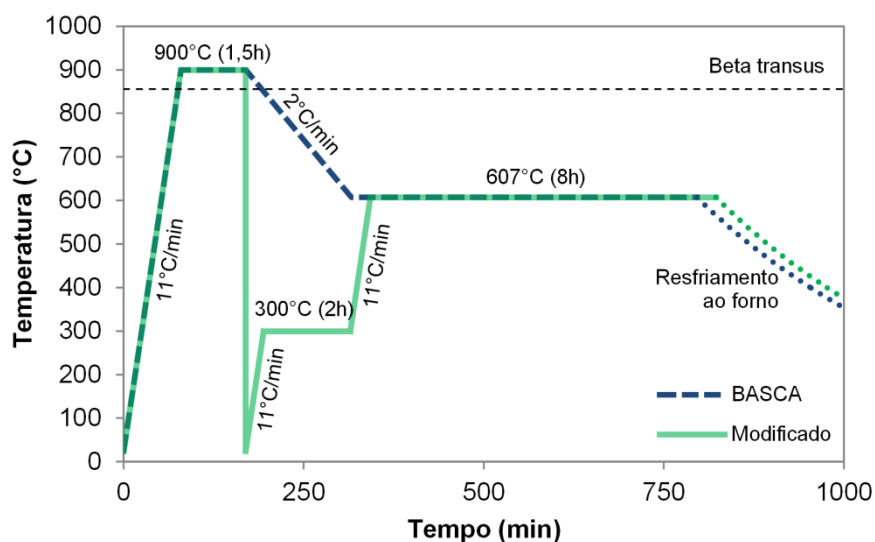


Figura 3.4 Ilustração dos ciclos de tratamentos térmicos.

Quanto ao segundo item, embora os tratamentos tenham sido sempre realizados em vácuo, verificou-se ao longo do desenvolvimento experimental a possibilidade de alterar o teor de H mediante a mudança do dispositivo de isolamento. O primeiro método de tratamento consistiu no encapsulamento dos corpos de prova em pequenas ampolas de quartzo de alta pureza com fechamento a vácuo, conforme mostrado na Figura 3.5, com o mesmo procedimento sendo adotado em pequenas amostras para a realização da caracterização microestrutural. Como forma de controle sobre os tratamentos realizados, determinaram-se através de um equipamento LECO ONH836 os teores de H e O pela técnica de absorção de radiação infravermelha e de N pela técnica de diferença de termocondutividade.



Figura 3.5 Corpo de prova encapsulado para tratamento térmico.

O outro método envolveu a realização dos tratamentos em situação de operação contínua de vácuo, ao contrário do completo isolamento propiciado pela ampola de quartzo. Para isso, foi projetada e construída uma câmara de aço inoxidável versátil, permitindo inclusive o tratamento de vários corpos de prova simultaneamente. A câmara foi na realidade projetada de modo a atender várias possibilidades de tratamento, como por exemplo, a simples criação de um ambiente de vácuo (podendo ser isolado com o fechamento de uma válvula ou mantido em operação contínua), a adição de um gás inerte ou até mesmo de uma mistura de dois gases.

A Figura 3.6(a) mostra o projeto inicial, o qual passou por diversas melhorias especificamente na tampa até chegar ao resultado final apresentado na Figura 3.6(b), permitindo a obtenção de um vácuo da ordem de 10^{-4} mbar (já considerado alto vácuo para operações de tratamento térmico). O isolamento principal do sistema é garantido por meio de um *o-ring* de Viton® disposto entre a tampa e o corpo. As partes principais da câmara encontram-se listadas a seguir.

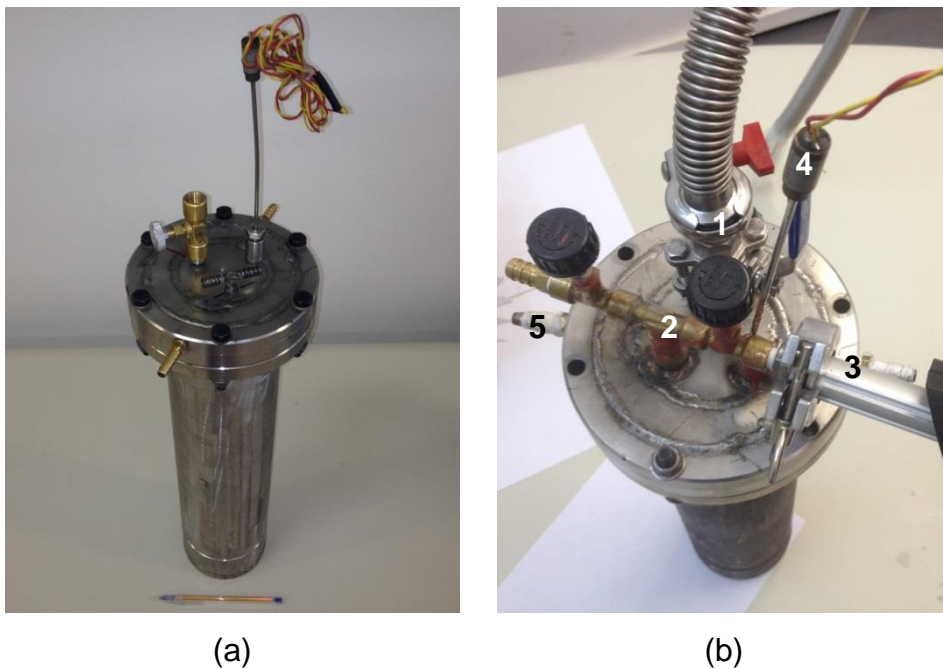


Figura 3.6 Câmara de aço inoxidável para tratamentos térmicos: (a) vista geral e (b) detalhe dos componentes da tampa.

- 1) Válvula de esfera com alavanca, onde está conectado um tubo flexível metálico com flange (específico para vácuo) ligado à bomba;
- 2) Divisor de torneiras, onde se encontram duas torneiras de gás (na parte interna, uma lança metálica soldada no divisor direciona o fluxo de gás para o fundo da câmara);
- 3) Sensor de vácuo conectado, de maneira provisória, a uma das torneiras através de um flange usinado para este propósito;
- 4) Termopar do tipo K;

- 5) Entrada/saída de água para resfriamento da tampa, como forma de proteger os componentes e *o-ring* contra altas temperaturas.

A Figura 3.7 traz o sistema montado. É possível observar a câmara acoplada à bomba de vácuo e também o medidor de vácuo conectado ao sensor. Ao fundo da câmara encontra-se um forno mufla cilíndrico, que permite o encaixe perfeito do corpo da câmara, mantendo-se a tampa do lado externo. O comando do forno é realizado por um controlador de temperatura independente ligado ao termopar, cuja extremidade localiza-se próxima à base interna da câmara. No caso dos tratamentos térmicos realizados na liga Ti-5553 neste trabalho, foi utilizado somente um ambiente de vácuo em operação contínua da bomba, sem isolamento ou utilização de gás de proteção.

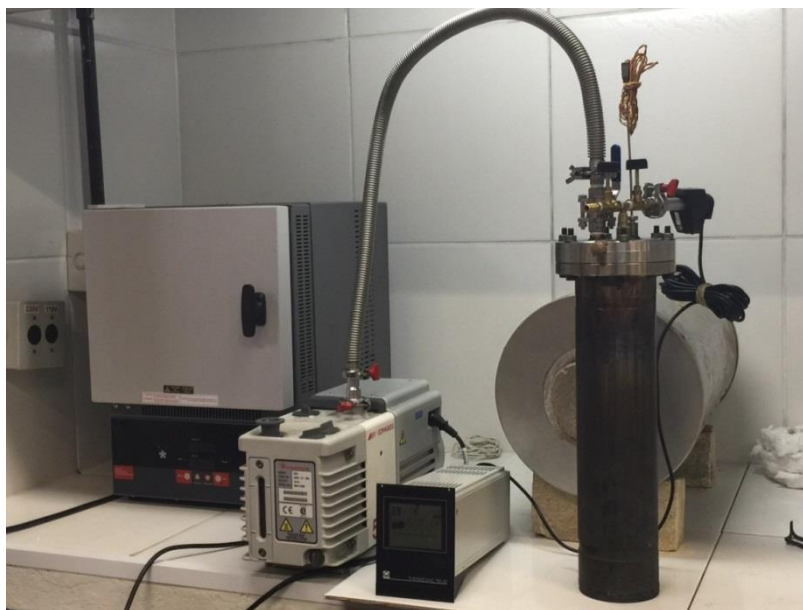


Figura 3.7 Sistema para a realização de tratamentos térmicos em vácuo.

3.4 Caracterização Microestrutural

Para a caracterização das microestruturas em conformidade com a norma ASTM E3 [84], as amostras foram submetidas ao lixamento em lixas d'água de granulometria 240, 600 e 1500, seguido do polimento com suspensão em óleo de diamante de 1 μm . O ataque químico para revelação da

microestrutura foi feito por imersão em reagente do tipo Kroll (30% HNO₃, 5% HF e 65% H₂O), com exceção da microestrutura proveniente do tratamento de duplo envelhecimento, que exigiu um grande investimento de tempo até se encontrar uma adaptação adequada do reagente (24,3% HNO₃, 4,2% HF e 71,5% H₂O). As micrografias foram registradas por microscopia ótica (MO), utilizando-se uma câmera AxioCam ERc 5s acoplada a um microscópio Leitz Laborlux 12 ME, e por MEV, utilizando-se um microscópio FEI Quanta 400 e/ou Leica Stereoscan 440.

O tamanho médio de grãos foi determinado pelo método do intercepto linear de Heyn descrito na norma ASTM E112 [85]. Em alguns casos, para a verificação da composição química em regiões específicas, empregou-se a técnica de espectroscopia por dispersão de energia (EDS) por meio de um sistema de análise Oxford INCA Energy 250 acoplado ao microscópio FEI Quanta 400.

Uma estimativa do volume percentual de segunda fase foi feita empregando-se um software de análise de imagens. Para cada uma das 5 imagens em MEV de cada condição de microestrutura, as quais foram registradas mantendo próximos os ajustes de resolução, brilho e contraste, o programa ImageJ foi utilizado para o ajuste automático de contraste para diferenciar de maneira nítida as duas fases. Foram aplicadas duas funções diferentes (*threshold* e *binary*) para comparar o resultado gerado em cada caso. Posteriormente foi feita a seleção das regiões escuras e contagem de pixels relativos a estas regiões, dividindo-se então este valor pelo total de pixels na área considerada.

A análise das fases foi complementada por MET, utilizando-se um microscópio TECNAI G2 combinado com o sistema NanoMEGAS ASTAR e equipado com o sistema DigiSTAR de precessão. Este conjunto compreende uma ferramenta analítica de altíssima precisão que permite a obtenção de mapas de fases e de orientação equivalentes aos obtidos pela técnica de difração de elétrons retro-espalhados (EBSD) em MEV, mas com uma resolução de 2 nm. Em termos gerais, é realizada uma varredura da área de interesse pelo feixe de elétrons no modo de nanodifração. Padrões de spots de

nanodifração, cuja quantidade pode chegar a mais de 40000 espectros, são adquiridos ponto a ponto, em diferentes regiões da amostra, em alta velocidade através de uma câmera CCD dedicada. Estes padrões de difração são então indexados, através da utilização de bases de dados criadas no software do equipamento utilizando-se arquivos CIF (*Crystallographic Information File*) do banco de dados internacional ICSD (*Inorganic Crystal Structure Database*).

3.5 Ensaio Mecânicos

A caracterização mecânica básica foi realizada por meio de ensaios de microdureza Vickers, os quais foram executados de acordo com a norma ASTM E384 [86] em um equipamento Shimadzu HMV, anotando-se dez medidas em posições aleatórias de amostras polidas pela aplicação de uma carga de 500 gf durante um período de 15 segundos.

Os ensaios de fadiga por tração uniaxial foram conduzidos em condições atmosféricas em uma máquina MTS Bionix com capacidade de 15 kN, empregando-se uma razão de cargas $R = 0,1$ e uma frequência de 20 Hz, conforme mostrado na Figura 3.8(a), com destaque na Figura 3.8(b) para o dispositivo roscado de fixação do corpo de prova. Uma primeira estimativa da resistência à fadiga foi feita através do método escalonado de tensões, com pelo menos 3 replicações, que consiste em aumentar a tensão máxima em 50 MPa a cada 50 mil ciclos até a ruptura completa do corpo de prova. Este método configura-se em uma rápida avaliação da faixa de tensões necessária para o desenvolvimento de uma macrotrinca.

Em posse do valor médio de tensão máxima necessária para a ruptura do material, o limite de resistência para fadiga de alto ciclo foi determinado pelo método *staircase* (ou *up-and-down*) para um *run-out* de 5×10^6 ciclos. O método se inicia submetendo o primeiro corpo de prova a um nível próximo ao valor previamente encontrado de tensão máxima, seguido de testes em percentuais decrescentes deste valor até que o material não falhe. A partir deste, corpos de prova distintos são então ensaiados sequencialmente segundo o seguinte critério: se o anterior resiste à vida estabelecida, o próximo é submetido a um

nível de tensão máxima superior em 50 MPa, ao passo que, se não resiste, é ensaiado a um nível inferior em 50 MPa.

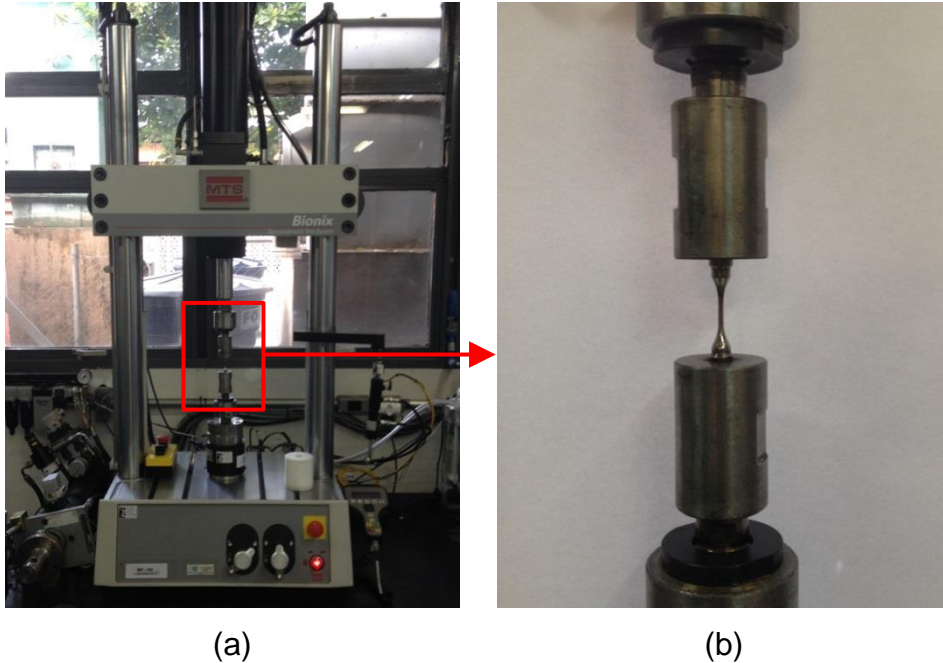


Figura 3.8 Equipamento para ensaios de fadiga: (a) vista geral e (b) destaque para o dispositivo de fixação.

Para a determinação do limite de fadiga, são utilizadas 7 replicações a partir do primeiro corpo de prova que sobrevive, ou então do que falha imediatamente anterior ao primeiro que sobrevive, conforme sugerido pela norma ISO 12107 [87] para um nível de confiança de 50%, que é considerado adequado para um trabalho de pesquisa exploratória, e uma probabilidade de falha de 10%. O cálculo do limite de fadiga (S_m) em termos de tensão máxima e do respectivo desvio padrão (S_d) foi realizado com base na estatística de Dixon-Mood [88], assumindo que se segue uma distribuição normal ou Gaussiana, respectivamente segundo Equações 3.1 e 3.2:

$$S_m = S_0 + \Delta S \left(\frac{A}{F} \pm 0,5 \right) \quad (3.1)$$

$$S_d = \begin{cases} 1,62\Delta S(F_{BA} + 0,029) & \text{se } F_{BA} \geq 0,3 \\ 0,53\Delta S & \text{se } F_{BA} < 0,3 \end{cases} \quad (3.2)$$

onde S_0 é o menor valor de tensão correspondente ao evento de menor frequência (falha ou sobrevivência), ΔS é o intervalo de tensões empregado (aqui adotado como 50 MPa) e A , F e F_{BA} são constantes calculadas por meio das Equações 3.3 a 3.6:

$$F_{BA} = \frac{FB - A^2}{F^2} \quad (3.3)$$

$$A = \sum_i i \times n_i \quad (3.4)$$

$$B = \sum_i i^2 \times n_i \quad (3.5)$$

$$F = \sum_i n_i \quad (3.6)$$

onde B também é uma constante, i é o nível de tensão (igual a 0 para a menor tensão referente ao evento de menor frequência) e n_i é o número de corpos de prova do evento de menor frequência no nível de tensão i .

3.6 Análise das Trincas de Fadiga

As análises das superfícies de fratura dos corpos de prova foram realizadas por MEV/EDS com os equipamentos já citados. Para um melhor entendimento da propagação da trinca de fadiga, foi feito um corte ao longo da seção longitudinal da superfície de fratura com disco de diamante em uma cortadeira de precisão Buehler Isomet 4000, após embutimento completo do corpo de prova em resina como uma tentativa de proteção da região da fratura contra a formação de rebarbas e arredondamento dos cantos. A seção de corte

foi então submetida aos procedimentos de preparação metalográfica descritos anteriormente e à observação por MO e/ou MEV.

A partir da observação por MEV das superfícies de fratura resultantes, foi possível estimar o comprimento da região de propagação estável da trinca de fadiga. Este valor foi utilizado para calcular a tenacidade à fratura do material com base no Código ASME, mais especificamente a seção FFS-1 (*Fitness for Service*). Este documento refere-se ao último publicado (em 2007) no que se refere a aplicações da Mecânica da Fratura em estruturas reais. Na Parte 9 e no Anexo C, diversas soluções são apresentadas para o cálculo conservativo do K_I para diferentes geometrias de estruturas e de trinca e carregamentos. Embora tenham sido originalmente desenvolvidas com foco nas indústrias de petróleo e processamento químico, as soluções para cada geometria e carregamento particulares podem ser aplicadas de maneira indistinta a qualquer estrutura metálica.

A Figura 3.9 mostra o desenho esquemático extraído da FFS-1 da solução utilizada para os cálculos neste trabalho. Esta solução diz respeito a uma barra com seção circular de raio R_0 , que é exatamente a geometria do corpo de prova de fadiga, com a trinca de comprimento a na superfície e com duas geometrias possíveis: semicircular (solução KBSCC – *Bar Surface Crack Circular*) ou frente plana (solução KBSCS – *Bar Surface Crack Straight*). Uma vez que não é possível definir com precisão o formato da zona estável da trinca de fadiga, o cálculo do K_I foi realizado para as duas geometrias de trinca. A equação principal empregada nos dois casos é a seguinte:

$$K_I = (M_m \sigma_m + M_b \sigma_b) \sqrt{\pi a} \quad (3.7)$$

onde σ_m é a componente da tensão de membrana (igual a tensão máxima em fadiga), σ_b é a componente da tensão de flexão (igual a 0) e M_m e M_b são os respectivos parâmetros geométricos, os quais variam em função da solução que está sendo considerada. Para a solução KBSCC, as equações para o

cálculo destes parâmetros dependem das constantes g , ζ e ψ , as quais se resumem aos valores de a e R_0 , conforme se segue:

$$M_m = g[0,752 + 2,02\zeta + 0,37(1 - \text{sen}\psi)^3] \quad (3.8)$$

$$M_b = g[0,923 + 0,199(1 - \text{sen}\psi)^4] \quad (3.9)$$

$$g = \frac{1,4 \left(\frac{\text{tg}\psi}{\psi} \right)^{0,5}}{\cos\psi} \quad (3.10)$$

$$\zeta = \frac{a}{2R_0} \quad (3.11)$$

$$\psi = \frac{\pi a}{4R_0} \quad (3.12)$$

No caso da solução KBSCS, as equações são dependentes somente da constante ζ , que, por sua vez, também se resume aos valores de a e R_0 :

$$M_m = 0,926 - 1,771\zeta + 26,421\zeta^2 - 78,481\zeta^3 + 87,911\zeta^4 \quad (3.13)$$

$$M_b = 1,04 - 3,64\zeta + 16,86\zeta^2 - 32,59\zeta^3 + 28,41\zeta^4 \quad (3.14)$$

$$\zeta = \frac{a}{2R_0} \quad 0,0625 \leq \zeta \leq 0,625 \quad (3.15)$$

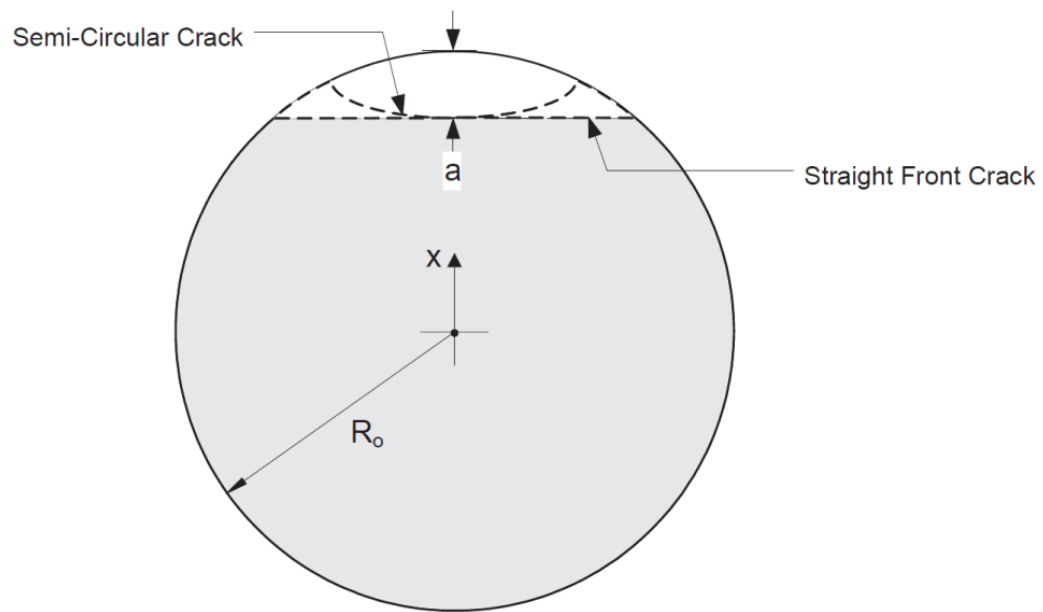


Figura 3.9 Desenho esquemático da solução usada para cálculo da tenacidade à fratura (extraído do Anexo C da seção FFS-1 do Código ASME).

4 RESULTADOS

4.1 Avaliação Microestrutural

Esta primeira seção de resultados apresenta os dados oriundos do processamento mecânico e do primeiro método de tratamento descrito na seção 3.3: encapsulamento do material em pequenas ampolas de quartzo de alta pureza com fechamento a vácuo para a realização dos dois tratamentos térmicos em estudo. Esta lógica segue o histórico de desenvolvimento do trabalho e, isolando-se a variável relacionada ao ambiente de tratamento que muda o teor de H do material, restringe por agora as comparações ao efeito dos dois tratamentos na microestrutura.

As micrografias da liga Ti-5553 nas condições recebida e submetida ao processo de forjamento a quente são trazidas respectivamente na Figura 4.1 e na Figura 4.2. A microestrutura inicial consiste de grãos grosseiros de fase beta constituídos de pequenos precipitados de fase alfa, sem uma definição clara dos contornos de grão. Por sua vez, o material forjado a quente e resfriado em água exibe somente grãos de fase beta, com evidências de recristalização pelo menor tamanho dos grãos e com diferentes tamanhos, sem a presença aparente de fase alfa. Como complementação, a composição química do material apresentou-se satisfatória em relação aos limites comerciais pra cada elemento, conforme os resultados que constam na Tabela 4.1.

Tabela 4.1 Análise química da liga Ti-5553 (% peso).

Ti	Al	V	Mo	Cr	Fe	O
Bal.	4,92	5,02	4,79	2,49	0,24	0,16

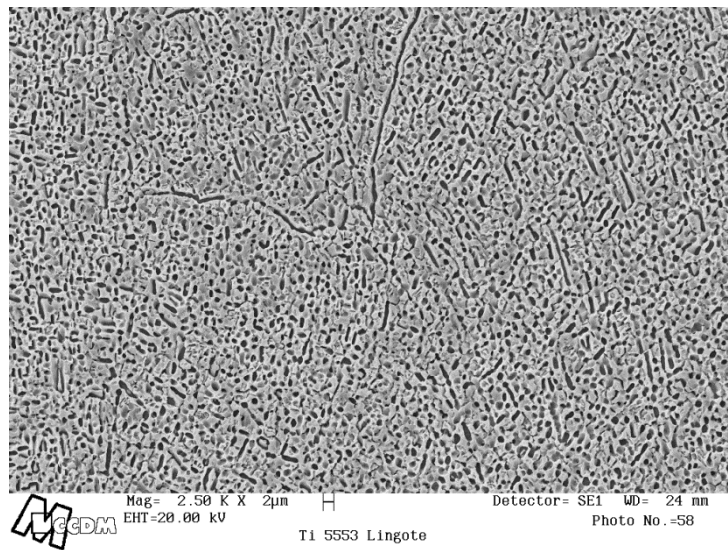


Figura 4.1 Microestrutura da liga Ti-5553 na condição recebida.

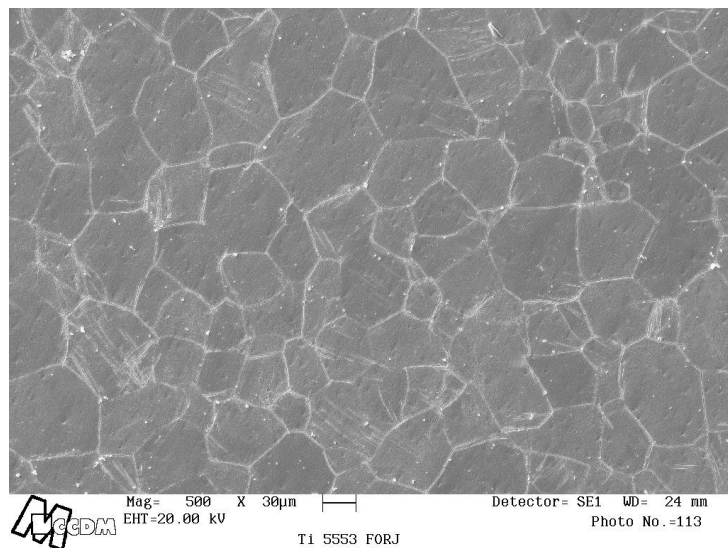


Figura 4.2 Microestrutura da liga Ti-5553 na condição forjada a quente.

No caso do material após a realização do tratamento BASCA, as micrografias são mostradas na Figura 4.3. A microestrutura consiste de uma grande fração volumétrica de agulhas de fase alfa secundária com orientações cristalográficas preferenciais no interior dos grãos de fase beta, como resultado da precipitação durante a etapa de envelhecimento no campo alfa+beta em diversos sítios de nucleação distribuídos na matriz. Pelas imagens de menor aumento, nota-se a presença de algumas grandes lamelas de fase alfa primária

que surgem durante o resfriamento lento após a etapa de solubilização no campo de fase beta.

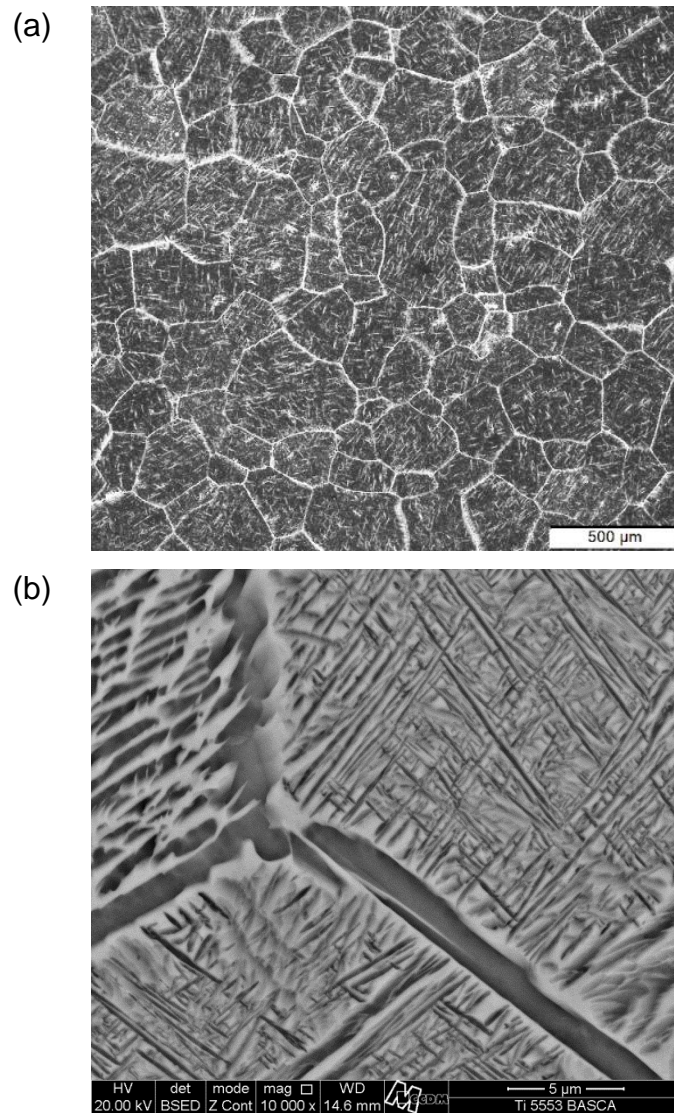


Figura 4.3 Microestrutura em diferentes aumentos da liga Ti-5553 após tratamento BASCA.

Para o melhor entendimento do processo de precipitação de fase alfa durante a etapa de resfriamento, o tratamento foi interrompido por meio de têmpera em água nas seguintes temperaturas durante o resfriamento: 850, 800, 750, 700, 650 e 607°C. Conforme apresenta a Figura 4.4, mesmo com a temperatura beta transus sendo próxima de 860°C, a precipitação passa a ser visível na resolução das micrografias somente abaixo de 750°C. A nucleação

preferencial dos contornos de grão da matriz beta é bem evidente, porém é possível observar já nesta temperatura a formação de precipitados no interior dos grãos, provavelmente em razão da segregação de elementos alfa estabilizadores.

Estes e os demais precipitados que surgem ainda durante o resfriamento crescem consideravelmente até o início da etapa de envelhecimento, tendo em vista que o longo tempo de exposição do material em alta temperatura (de 900 a 607°C a uma taxa de 2°C/min fornece um tempo de aproximadamente 2,5 horas) favorece o processo de difusão atômica. As demais agulhas de fase alfa formam-se durante o envelhecimento a 607°C com uma morfologia bem mais refinada, o que se deve a um processo difusivo de menor intensidade nesta temperatura e também ao menor teor de elemento alfa estabilizador disponível nas regiões remanescentes da matriz.

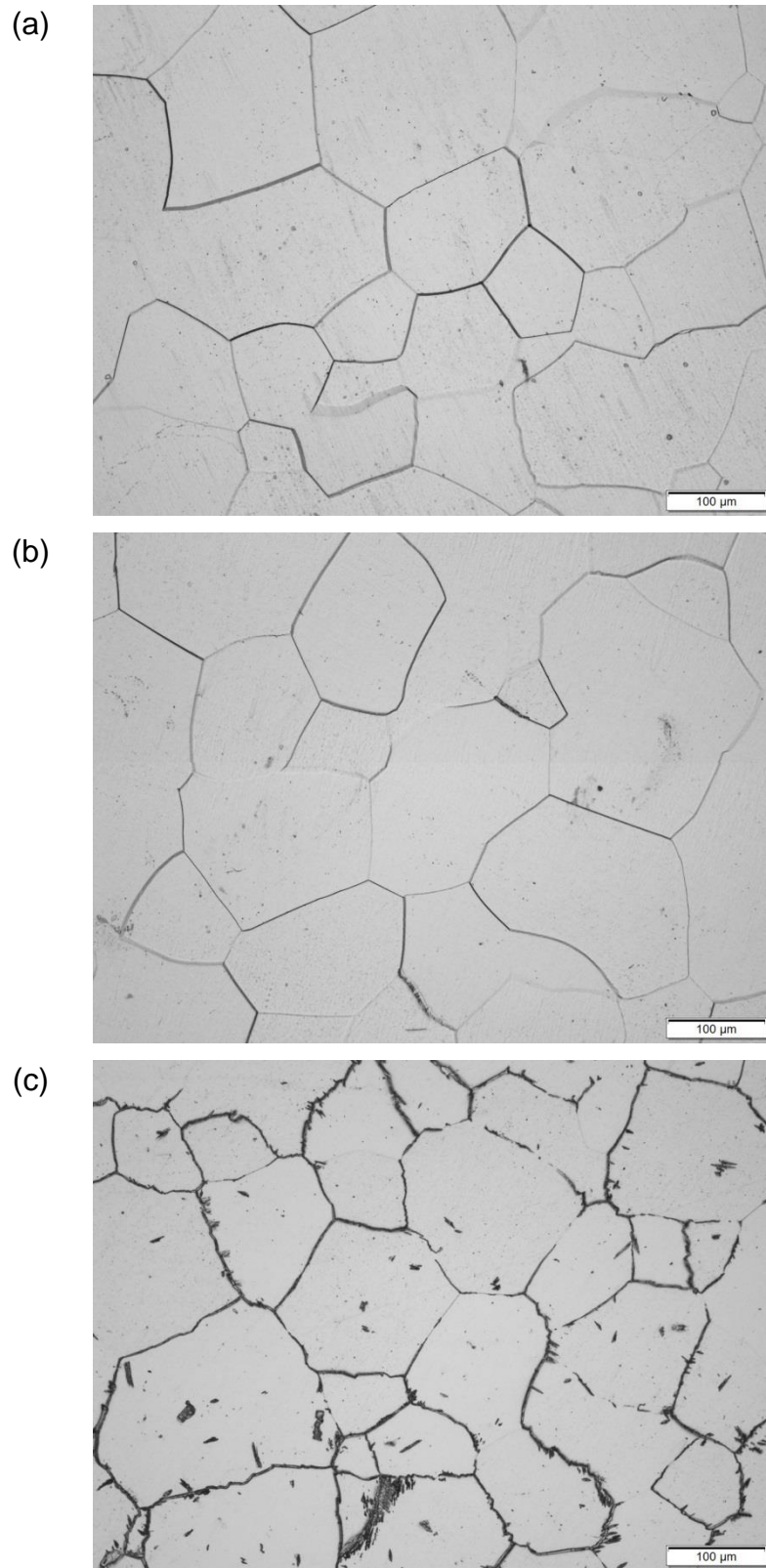


Figura 4.4 (continua).

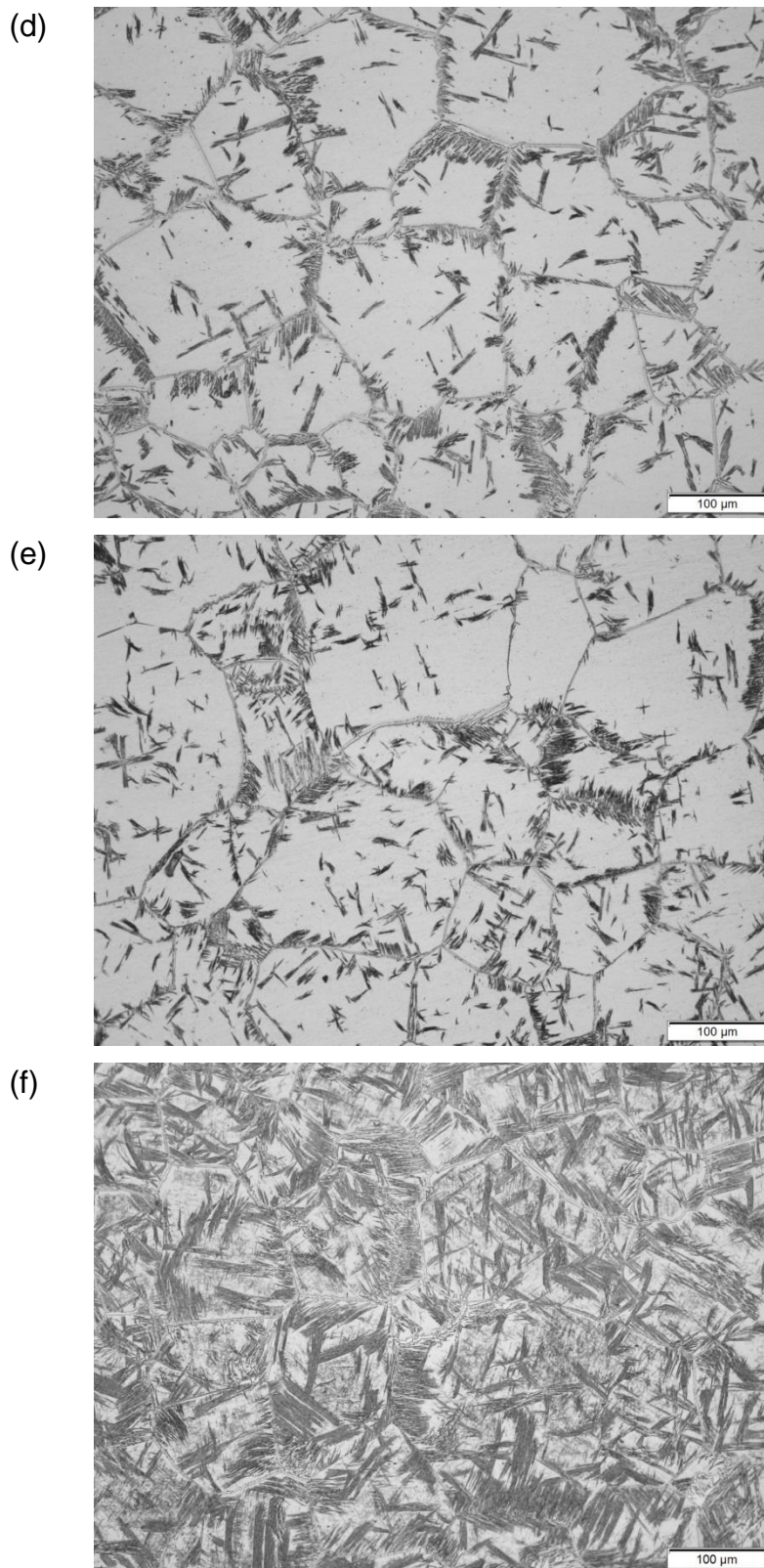


Figura 4.4 Microestrutura a partir da interrupção do tratamento BASCA nas seguintes temperaturas da etapa de resfriamento: (a) 850, (b) 800, (c) 750, (d) 700, (e) 650 e (f) 607°C (*continuação*).

Ainda em relação à microestrutura do tratamento BASCA, o resfriamento lento e a consequente cinética de precipitação favorável também são responsáveis pela formação nos contornos de grão de uma camada espessa de fase alfa (aproximadamente 2 μm de espessura), havendo uma competição entre um filme contínuo e regiões bastante segmentadas. Estas zonas de descontinuidade ocorrem quando algumas agulhas de fase alfa primária crescem a partir da precipitação existente no contorno em direção ao interior do grão, respeitando uma direção aproximadamente perpendicular ao respectivo contorno.

Além disso, é possível observar que um filme contínuo de fase beta (zona clara) é formado de maneira adjacente às regiões de contorno com precipitados também contínuos de fase alfa. Este filme de fase beta pode ser caracterizado como uma zona de amaciamento, ou de menor dureza, em relação à matriz justamente pela ausência de partículas endurecedoras de fase alfa. Conforme ilustrado no gráfico da Figura 4.5, esta evidência foi confirmada pela análise de EDS realizada em pontos próximos a contornos de grão. O fato de haver uma grande concentração de Al na fase alfa nos contornos gera uma região adjacente empobrecida deste elemento. O mesmo raciocínio é válido para os elementos estabilizadores de fase beta, os quais exibem um teor na região clara superior ao teor global.

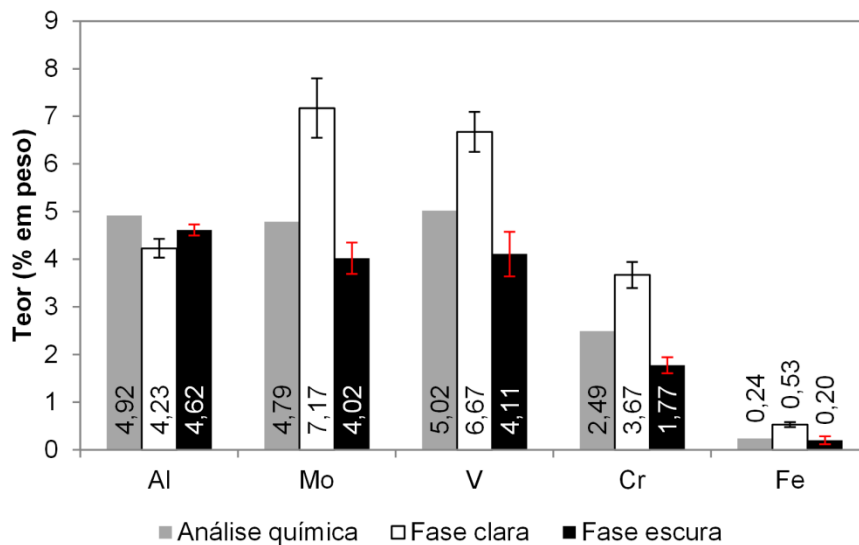


Figura 4.5 EDS comparativo das zonas clara e escura na região de contornos de grão da microestrutura BASCA.

Já para o tratamento de duplo envelhecimento, é possível perceber nas micrografias da Figura 4.6 que o propósito de refinamento dos precipitados de fase alfa foi atingido de maneira satisfatória. A microestrutura é constituída por uma dispersão homogênea de partículas de fase alfa bastante refinadas, com aspecto globular, além de se observar uma formação bem menos intensa de fase alfa ao longo dos contornos de grão da matriz beta (aproximadamente 0,2 μm de espessura, 90% inferior ao BASCA). O crescimento dos precipitados não é esperado uma vez que, nesse caso, o material não é exposto a altas temperaturas por longo tempo dentro do campo alfa+beta, tendo em vista o resfriamento em água que precede os dois patamares de envelhecimento.

É importante ressaltar que dois aspectos da microestrutura resultante do tratamento de duplo envelhecimento são similares à microestrutura oriunda do BASCA:

- i. Competição entre zonas contínuas e descontínuas de fase alfa nos contornos de grão;
- ii. Existência de um filme contínuo de fase beta na vizinhança da fase alfa com mesma morfologia nos contornos.

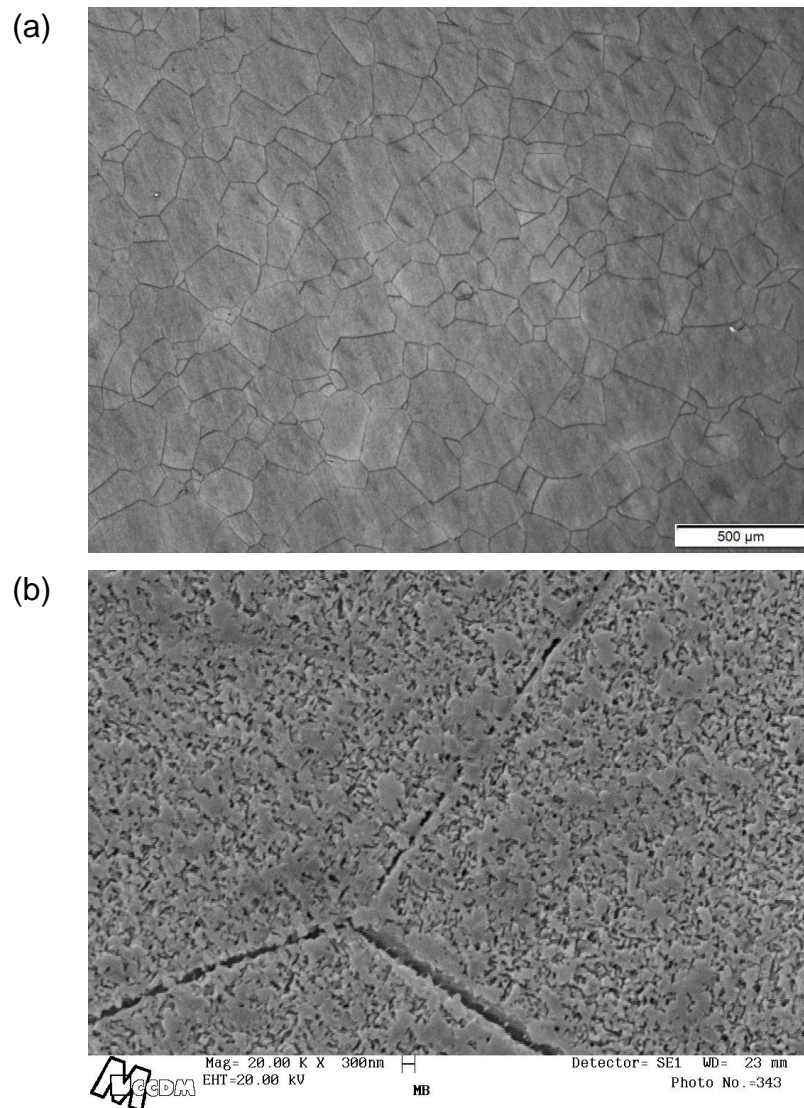


Figura 4.6 Microestrutura em diferentes aumentos da liga Ti-5553 após tratamento de duplo envelhecimento.

A Figura 4.7 contém os valores de dureza e tamanho médio de grão, juntamente com os respectivos dados de desvio padrão. O material forjado a quente possui grãos com tamanho médio bem inferior devido à recristalização, ao passo que não há uma diferença estatisticamente significativa neste parâmetro para os dois tratamentos, mesmo com o maior tempo de exposição em altas temperaturas no BASCA propiciado pelo resfriamento lento a partir do campo de fase beta. Ressalta-se, no entanto, que a matriz de fase beta nos dois casos é bastante grosseira em razão da etapa comum de tratamento acima da temperatura beta transus.

Quanto à dureza, o material forjado e resfriado em água apresenta um valor de 319 HV típico de fase beta, um pouco inferior à condição recebida, a qual possui partículas precipitadas de fase alfa. Os acréscimos na dureza média para 393 e 467 HV respectivamente após os tratamentos BASCA e de duplo envelhecimento resultam da precipitação controlada de fase alfa no interior dos grãos de fase beta. A dureza 19% maior no segundo caso deve-se ao maior refinamento das partículas, consistindo de uma maior fração em volume de precipitados finos no interior dos grãos e da ausência de partículas grandes. Não é possível estabelecer uma relação direta entre o tamanho de grão e a dureza em função do efeito endurecedor da fase alfa.

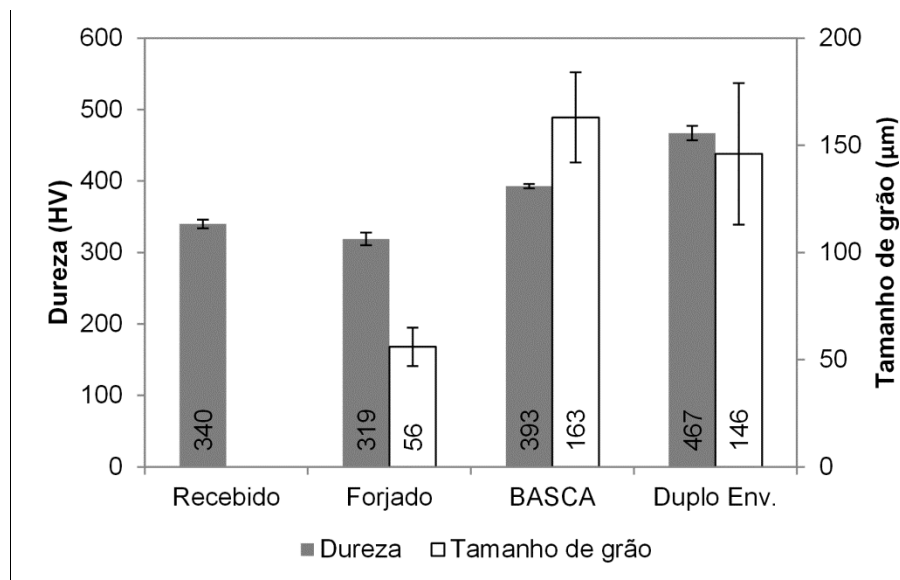


Figura 4.7 Gráficos de dureza Vickers e tamanho médio de grão nas diversas condições experimentais.

4.2 Avaliação do Comportamento em Fadiga

A Figura 4.8 apresenta um exemplo da curva extraída do ensaio de fadiga pelo método escalonado de tensões para o tratamento BASCA. O desvio da curva de deslocamento é repentino na tensão de 1000 MPa, diferentemente das curvas típicas para ligas de titânio mais dúcteis, nas quais há um sinal muito claro do momento de propagação da trinca de fadiga (quando a curva de deslocamento apresentava um desvio gradual ao longo dos ciclos no penúltimo

ou último nível de tensão antes da fratura). Essa diferença mostra que a propagação da trinca de fadiga para a liga Ti-5553 se processa em uma quantidade de ciclos bastante pequena, conduzindo rapidamente à fratura instável. A Tabela 4.2 resume os resultados extraídos para as três replicações, de onde se observa uma tensão de fratura entre 1000 e 1050 MPa.

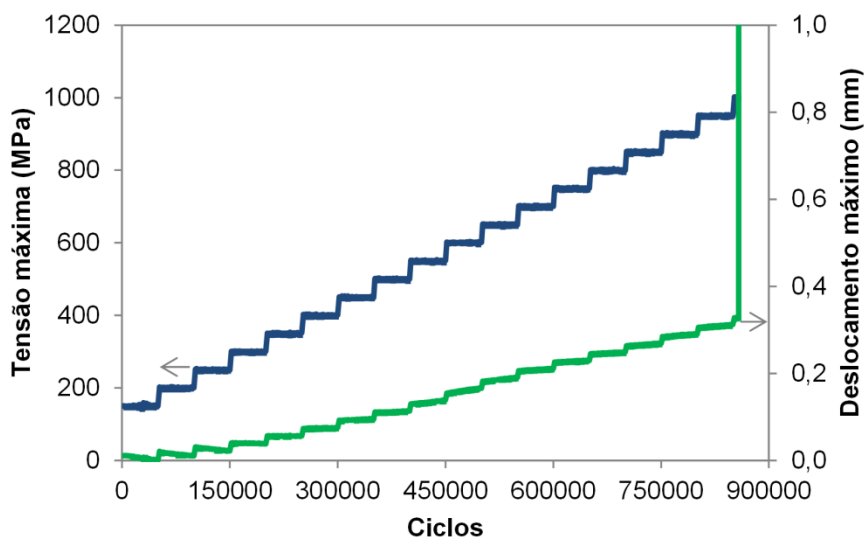


Figura 4.8 Curva de fadiga pelo método escalonado de tensões de uma replicação do tratamento BASCA.

Tabela 4.2 Resultados de fadiga pelo método escalonado de tensões para o tratamento BASCA.

Réplica	Tensão de fratura (MPa)	Ciclos na tensão de fratura	Total de ciclos
1	1050	36511	936511
2	1000	18607	868607
3	1000	8784	858784

Partindo-se então de uma tensão máxima de 1000 MPa, os ensaios foram conduzidos reduzindo-se o nível de tensão para cada novo corpo de prova, até se encontrar que o primeiro nível para o qual o material sobrevive aos 5×10^6 ciclos é de 650 MPa. A Figura 4.9 apresenta, portanto, os diagramas de fadiga resultantes do método *staircase* para os dois tratamentos térmicos.

Para as 7 replicações, o evento de menor frequência observado para o BASCA é a sobrevivência aos 5×10^6 ciclos (representada pelo símbolo "O"), ao passo que a fratura (representada pelo símbolo "X") corresponde ao de menor frequência para o duplo envelhecimento.

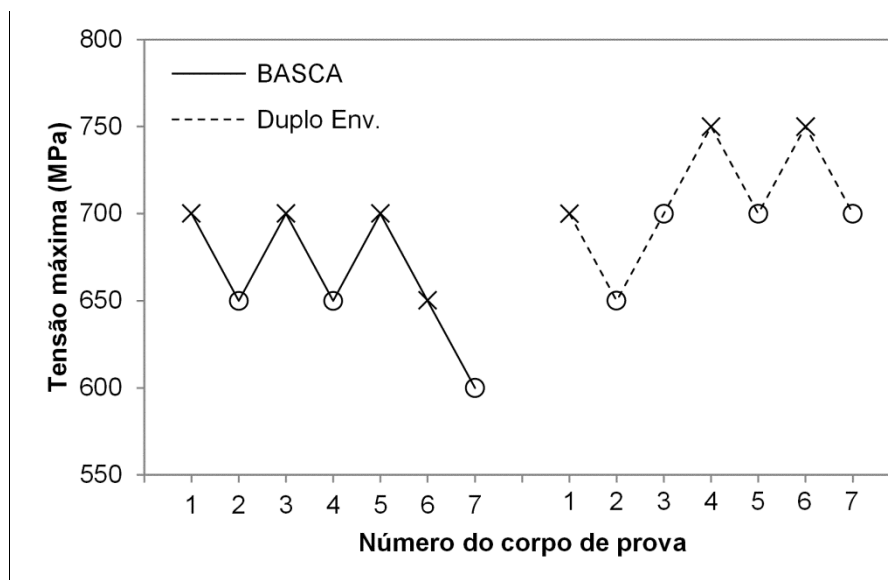


Figura 4.9 Diagramas de fadiga pelo método *staircase* para os dois tratamentos térmicos.

Aplicando-se a estatística de Dixon-Mood, o limite de fadiga em termos de tensão máxima equivale a 658 MPa para o BASCA e 708 MPa para o duplo envelhecimento, ambos com um desvio padrão de 27 MPa. Considerando-se estes valores de desvio padrão, é possível atestar que a diferença entre os valores médios possui uma diferença estatisticamente significativa. A resistência 7% superior do tratamento de duplo envelhecimento é esperada em função da maior resistência da matriz (vide os valores de dureza apresentados na Figura 4.7), possivelmente retardando a nucleação de uma trinca no regime de alto ciclo. Além disso, a minimização de sítios potenciais para a nucleação de uma trinca, como a ausência de partículas grosseiras de fase alfa no interior dos grãos e a menor espessura desta fase nos contornos, possivelmente contribuiu com a melhora da resistência à fadiga.

As micrografias da superfície de fratura típica resultante do tratamento BASCA são mostradas na Figura 4.10. A imagem de menor aumento (Figura

4.10(a)) revela uma aparência macroscópica bastante rugosa, com a linha pontilhada designando a transição aproximada entre as regiões de propagação estável e instável da trinca de fadiga, a qual foi definida por meio das observações por MEV em maiores ampliações. Os grandes planos que constituem a superfície, conforme exemplificado na Figura 4.10(b), e que poderiam induzir a uma impressão equivocada de fratura intergranular resultam do tamanho de grão grosseiro.

A análise metalográfica executada na seção longitudinal do corpo de prova fraturado no ensaio de fadiga mostrada na Figura 4.11 indica claramente que a propagação da trinca ocorreu majoritariamente de forma transgranular. Ressalta-se que a etapa de corte foi realizada tomando-se cuidado para que fosse realizado no centro da fratura e que a região de início de trinca correspondesse à parte esquerda da imagem. É interessante notar na Figura 4.12 a observação simultânea da superfície de fratura e da microestrutura imediatamente abaixo desta região, o que é possível através de uma inclinação conveniente de uma das metades da amostra seccionada longitudinalmente. A seta denota uma região onde o caminho de crescimento da trinca simbolizado pela linha pontilhada atingiu o precipitado localizado em um contorno de grão e procedeu ao redor do mesmo.

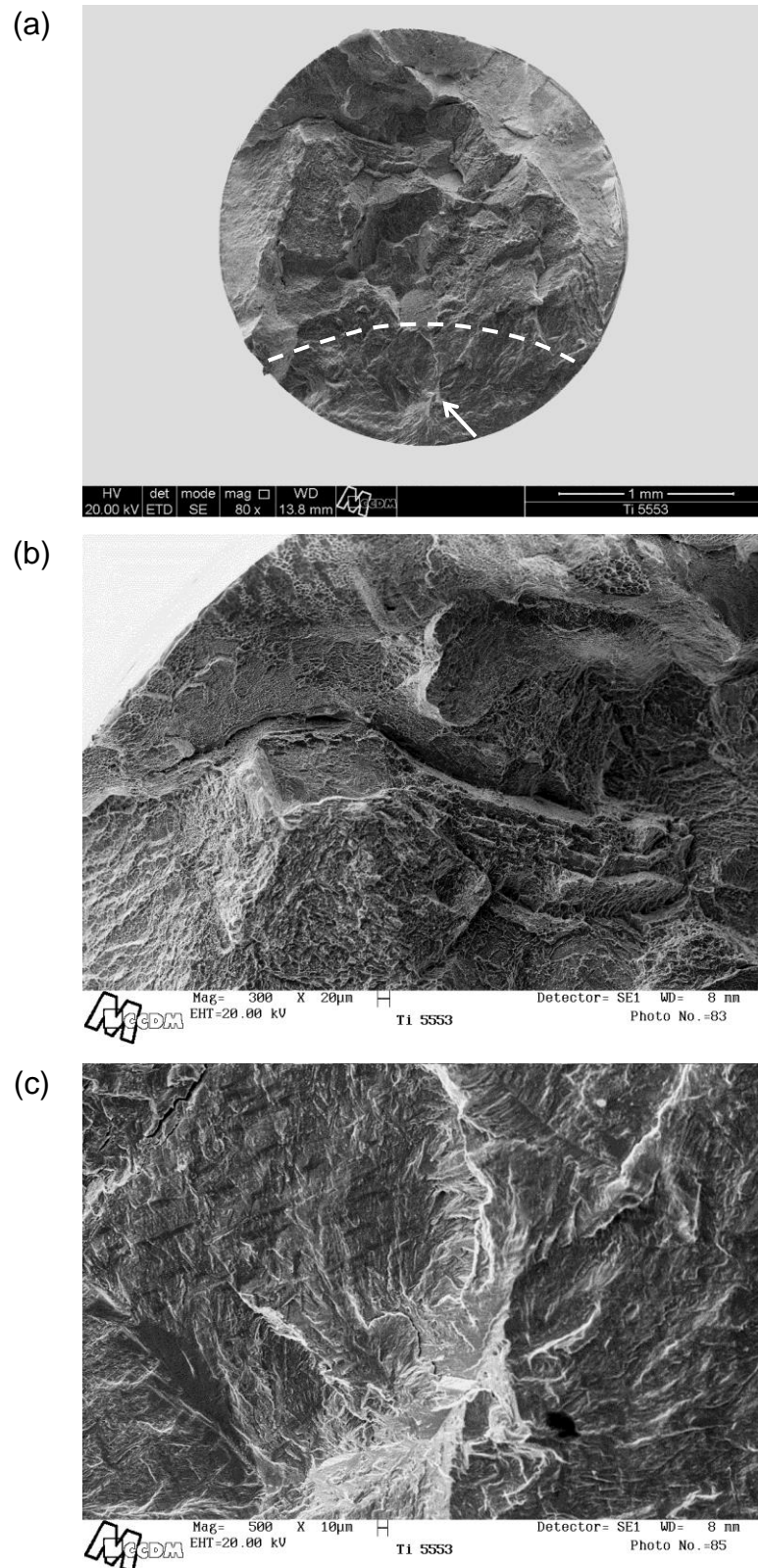


Figura 4.10 (continua).

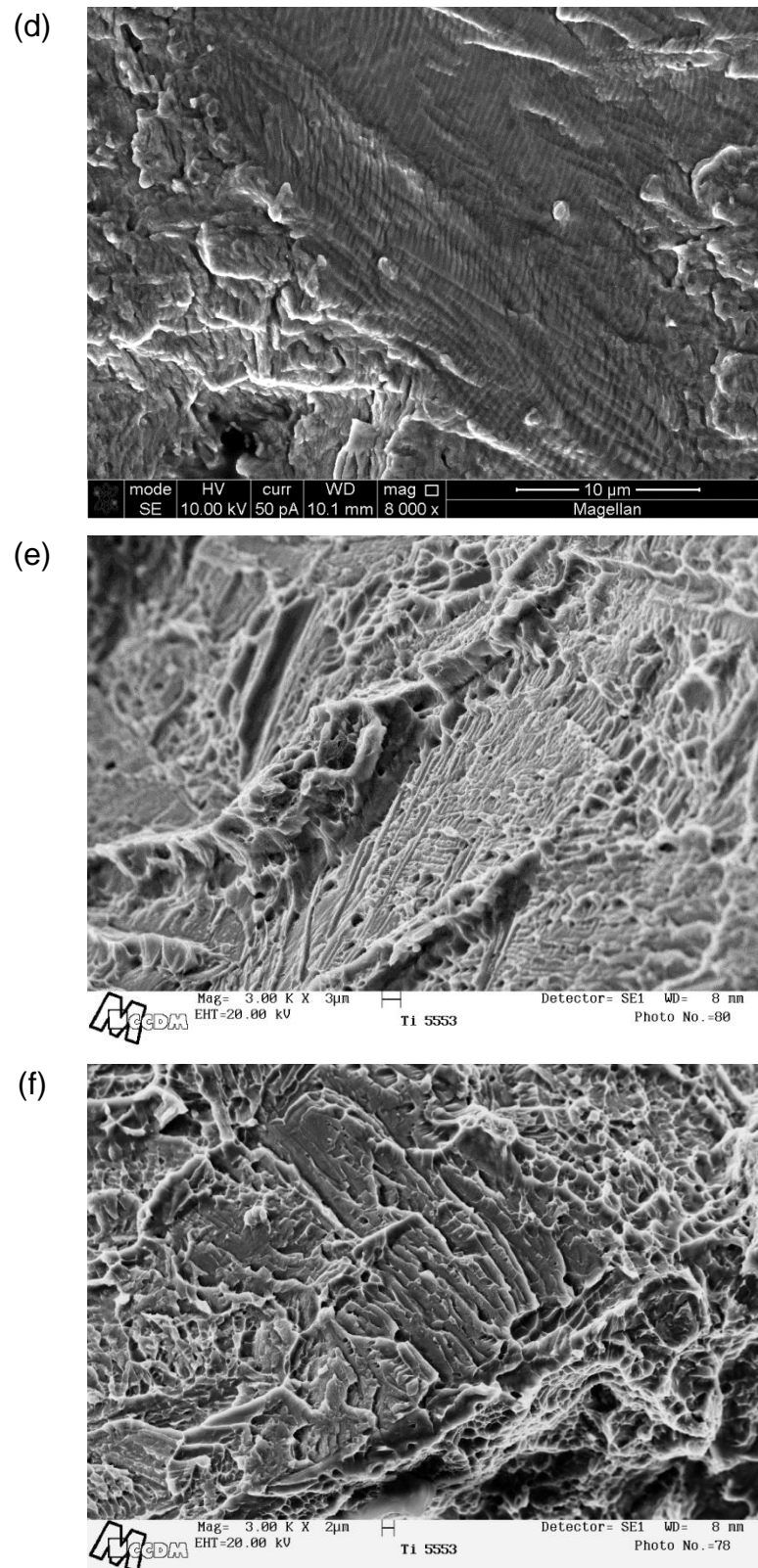


Figura 4.10 Fractografia típica do BASCA: (a) visão geral, (b) aparência rugosa de propagação instável, (c) região de início da trinca, (d) estrias de fadiga, (e)-(f) aspectos da zona de propagação instável (*continuação*).

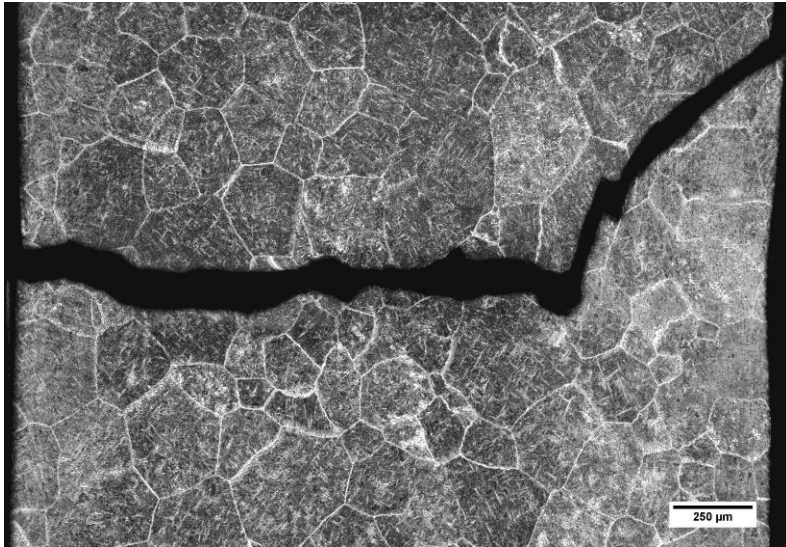


Figura 4.11 Microestrutura da seção longitudinal da fratura de fadiga com tratamento BASCA.

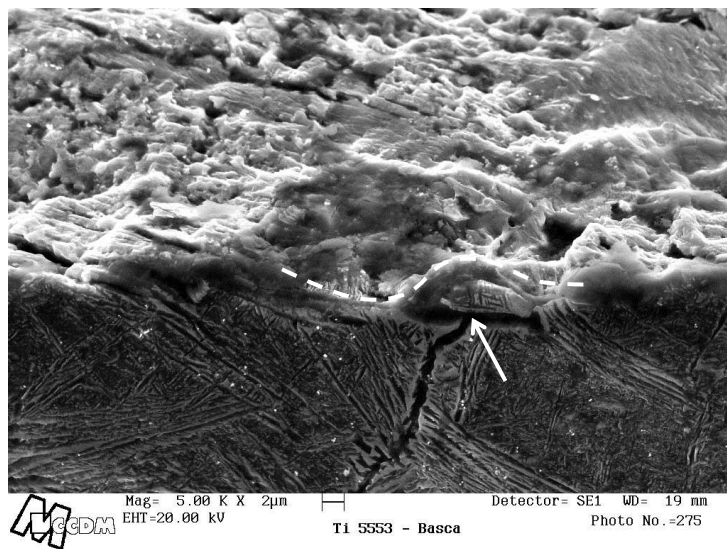


Figura 4.12 Transição fratura-microestrutura a partir do tratamento BASCA.

Retornando à análise da superfície de fratura do BASCA, a nucleação subsuperficial da trinca de fadiga é indicada por uma seta na micrografia de menor aumento (Figura 4.10(a)). Quando esta região é amplificada, observa-se um sítio de início de trinca extenso e brilhante com um aspecto facetado (Figura 4.10(c)). A análise de EDS realizada nesta região e mostrada na Figura 4.13 mostra um teor mais pronunciado de Al, o que, em adição à extensão do plano facetado, sugere que a nucleação da trinca ocorreu pela clivagem de

uma partícula de fase alfa no contorno de grão ao invés de uma lamela de fase alfa primária no interior de um grão. Destaca-se que, dos quatro corpos de prova fraturados da Figura 4.9, somente um testado a 700 MPa apresentou início de trinca na superfície.

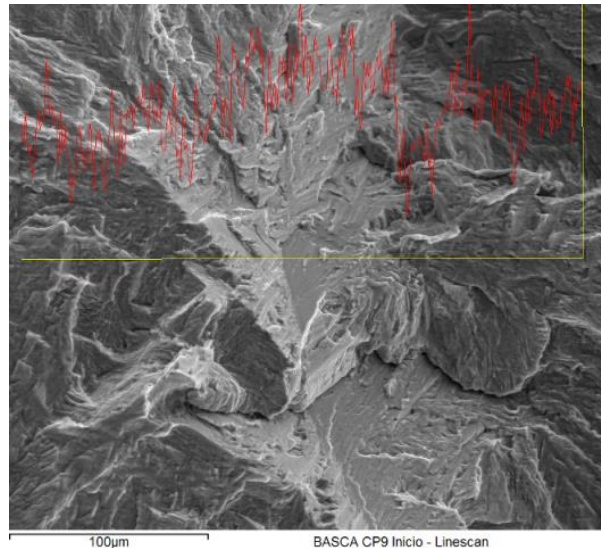


Figura 4.13 Linha de EDS do teor de Al no sítio de início da trinca de fadiga.

Uma vez nucleada, a trinca de fadiga se propaga radialmente a partir do ponto de início, de modo que aspectos convencionais de crescimento cíclico da trinca, tais como padrões de rios (*river patterns*) e estrias mostradas na Figura 4.10(d), aparecem gradualmente e tornam-se o principal mecanismo de propagação em um plano de fratura macroscópico aproximadamente perpendicular ao eixo de carregamento. Estas características, no entanto, concentram-se em uma região elíptica pequena na proximidade do ponto de nucleação e, portanto, a zona de propagação estável da trinca de fadiga restringe-se a uma pequena área da fratura total.

Os aspectos da zona de propagação instável como um todo são representados pelas micrografias da Figura 4.10(e) e Figura 4.10(f). A matriz exhibe um modo de fratura de quasi-clivagem das agulhas de fase alfa com a presença de alvéolos em prováveis regiões de fase beta, confirmando a propagação transgranular da trinca. A camada de fase alfa em contornos de grão, embora tenha favorecido o processo de nucleação da trinca, não

correspondeu ao caminho de menor energia para a propagação da trinca. Em algumas áreas, degraus constituídos exclusivamente por alvéolos limitando os planos de quasi-clivagem das agulhas de fase alfa sugerem a ocorrência de crescimento dúctil de trinca, possivelmente no filme contínuo de fase beta.

No caso do tratamento de duplo envelhecimento, as micrografias da superfície de fratura típica são mostradas na Figura 4.14. O sítio de nucleação de trincas não foi possível de ser identificado, porém espera-se que esteja na proximidade da seta na imagem de menor aumento (Figura 4.14(a)) em função da posição dos *shear lips*. Como a microestrutura neste caso apresentou uma precipitação intragranular mais homogênea e filmes mais finos de fase alfa nos contornos, a superfície mostra-se como a região preferencial de início de trinca, embora não se tenham encontradas estrias de fadiga e consequentemente a zona de propagação estável.

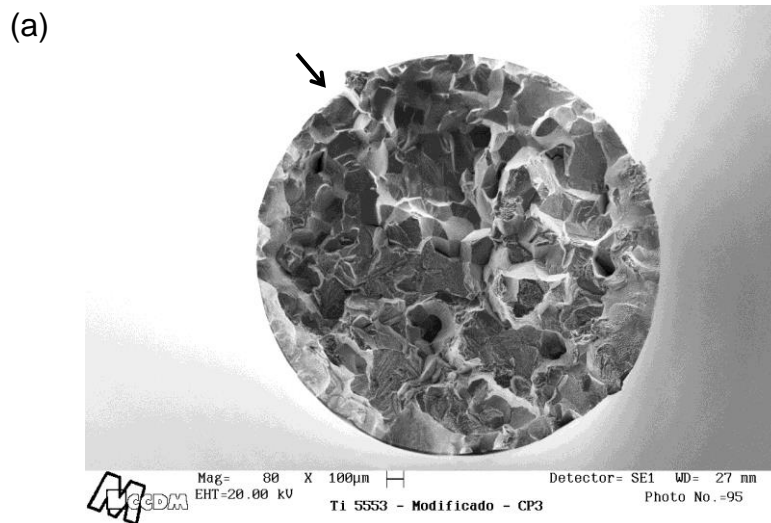


Figura 4.14 (*continua*).

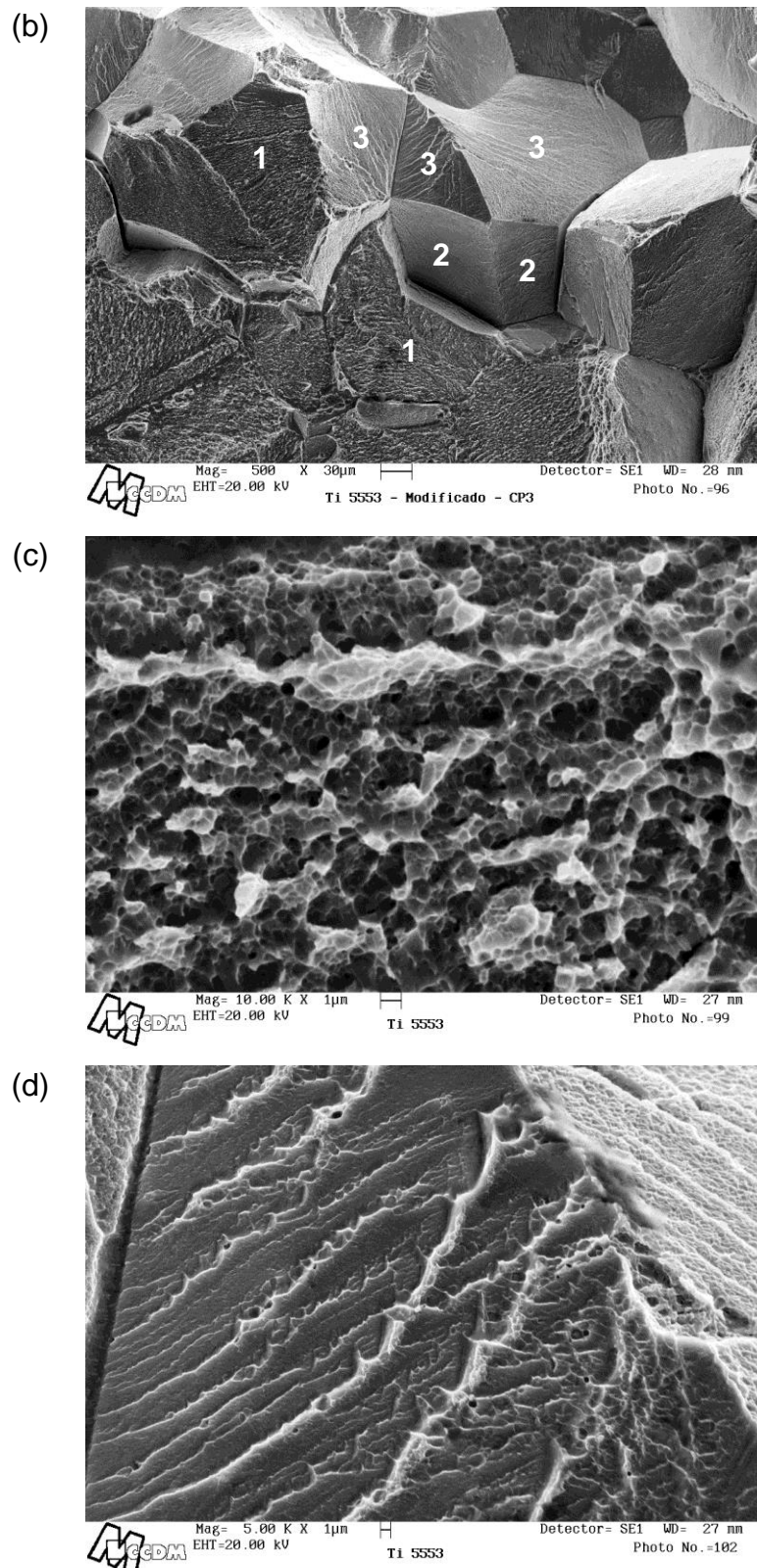


Figura 4.14 Fractografia típica do duplo envelhecimento: (a) visão geral, (b) aparência rugosa de propagação instável, (c)-(d) aspectos da zona de propagação instável (*continuação*).

É interessante notar que a aparência macroscópica da superfície de fratura sugere novamente a ocorrência de fratura intergranular, o que uma vez mais se deve ao fato de que os grãos grosseiros acabam por gerar zonas (ou planos) de propagação extensas e aproximadamente planas. No entanto, uma preponderância de fratura transgranular é garantida pelas micrografias obtidas com maiores aumentos. Na Figura 4.14(b), três aspectos típicos podem ser distinguidos, o que justifica a propagação mista. O aspecto 1 compreende uma fratura por quasi-clivagem com alvéolos, conforme observado na Figura 4.14(c), a qual foi similarmente obtida na zona de propagação instável da trinca de fadiga na microestrutura BASCA, apesar do diferente tamanho das facetas de clivagem em razão do refinamento da estrutura.

O aspecto 2, por sua vez, é constituído por planos mais lisos que correspondem a regiões de fratura intergranular propriamente dita. Tal aspecto, entretanto, é de ocorrência esporádica uma vez que a maior parte dos planos da superfície de fratura é tipicamente composta por gumes de arrancamento (*tear ridges*), como destacado na Figura 4.14(d), confirmando a propagação transgranular da trinca de fadiga. É possível dizer que os gumes possuem as mesmas características de quasi-clivagem identificadas no aspecto 1, porém apresentando diferentes orientações espaciais.

A análise metalográfica na seção longitudinal da fratura trazida na Figura 4.15 comprova a propagação transgranular da trinca de fadiga. Isto também pode ser observado na micrografia da Figura 4.16 correspondente à transição entre a superfície de fratura e a microestrutura abaixo da mesma, não havendo qualquer evidência de propagação ao longo de contornos. Conforme indicado por uma seta, nota-se a presença de um contorno de grão aproximadamente perpendicular ao caminho da trinca.

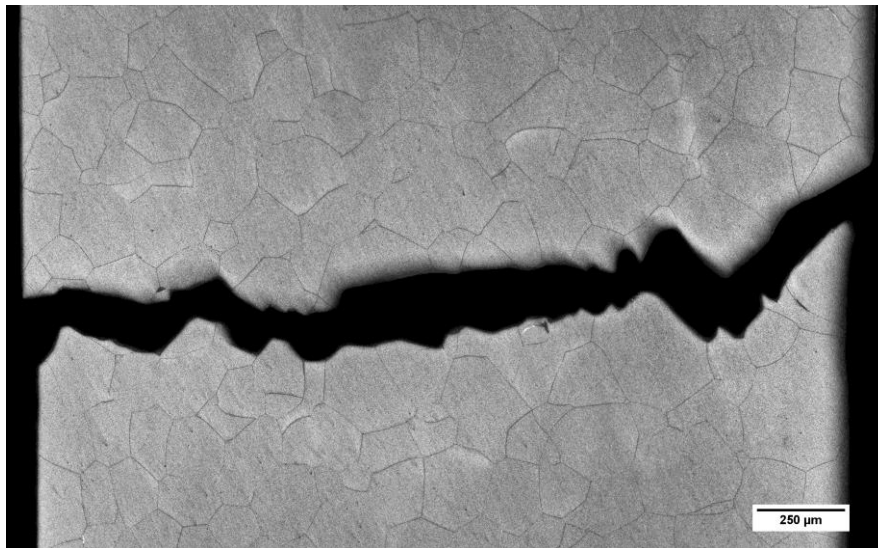


Figura 4.15 Microestrutura da seção longitudinal da fratura de fadiga com tratamento de duplo envelhecimento.

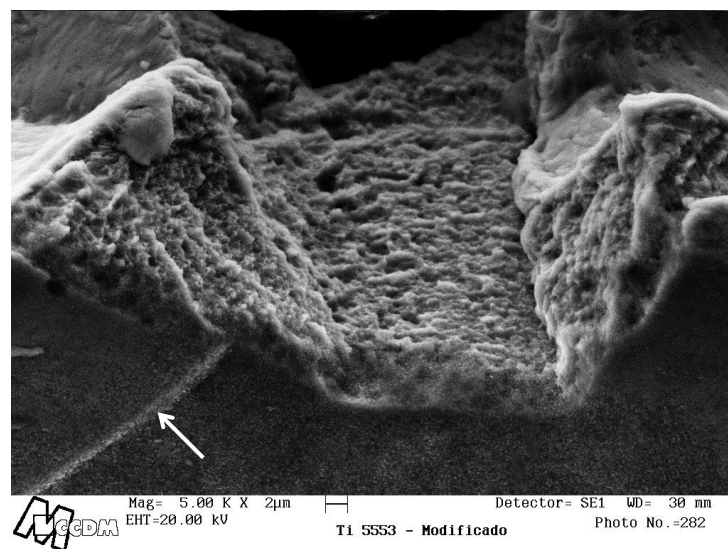


Figura 4.16 Transição fratura-microestrutura a partir do tratamento de duplo envelhecimento.

4.3 Relação Hidrogênio-Microestrutura

Em vista da sensibilidade mencionada na literatura das propriedades mecânicas em fadiga de ligas de Ti com o H, os teores deste elemento para todas as condições de processamento e após tratamentos térmicos foram determinados e estão resumidos na Tabela 4.3. O acréscimo de H durante o

processo de forjamento foi bastante significativo, o que é esperado uma vez que o processo foi realizado em temperatura elevada e sem controle da atmosfera. Quando o material é submetido aos tratamentos térmicos em pequenas ampolas de quartzo com fechamento a vácuo, a diferença na pressão parcial de H força a saída deste elemento do material até se atingir uma situação de equilíbrio. Este fenômeno é ainda mais pronunciado pelo fato de ambos os tratamentos possuírem uma etapa de recozimento a 900°C, quando a difusividade do H é altíssima. Portanto, os teores resultantes dos tratamentos em ampolas isoladas são da ordem de 100 ppm.

Tabela 4.3 Resultados dos teores de H nas condições iniciais e após tratamentos em ampolas de quartzo.

Condição	H (ppm)
Chapa recebida	80 ± 13
Barra forjada	135 ± 0
Após BASCA	99 ± 13
Após duplo envelhecimento	103 ± 4

Várias tentativas foram então realizadas com o intuito de reduzir esse teor. Para isso, a câmara de aço inoxidável mostrada na Figura 3.6 foi de fundamental importância por permitir a geração contínua de vácuo durante todo o ciclo térmico, evitando a saturação da atmosfera possivelmente ocorrida nas pequenas ampolas de quartzo. Como o H possui um efeito beta estabilizador, podendo causar modificações na distribuição de fases, a primeira opção foi trabalhar com o material tratado por BASCA. A temperatura foi então elevada a 500°C, a fim de evitar alterações na microestrutura por efeito térmico, variando-se o tempo de permanência nesta temperatura (4, 20 e 24 horas), com posterior resfriamento ao forno. Conforme ilustrado na Figura 4.17, que apresenta todos os testes executados, não houve uma grande variação a 500°C. Prosseguiu-se, portanto, aumentando a temperatura de tratamento, porém mantendo um tempo relativamente baixo para evitar um crescimento excessivo dos grãos, cujos valores também estão na Figura 4.17.

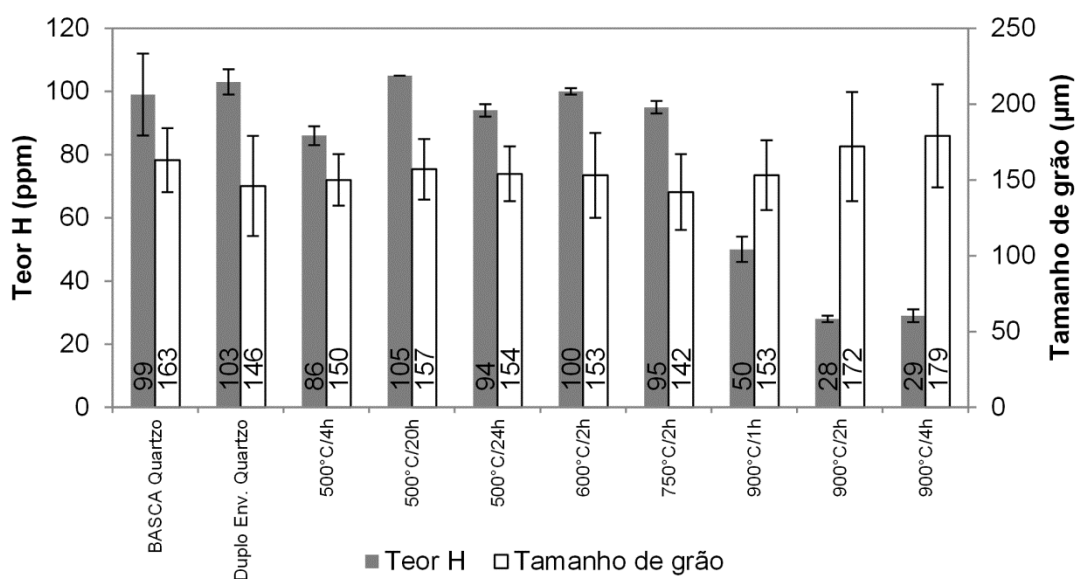


Figura 4.17 Dados dos teores de H e tamanho médio de grãos resultantes de diferentes combinações de temperatura e tempo em vácuo contínuo.

É possível notar que as tentativas realizadas a 600 e 750°C também não obtiveram sucesso, mantendo o teor de H por volta de 100 ppm. Assim, optou-se por elevar a temperatura para um valor acima da temperatura beta transus do material, descaracterizando a microestrutura inicial. Como a etapa de recozimento dos tratamentos é realizada a 900°C e já havia permitido alguma redução usando as ampolas de quartzo (135 para ~100 ppm), as demais tentativas foram conduzidas nessa temperatura.

Para um tempo de permanência de 1 hora, o teor foi finalmente reduzido para cerca de 50 ppm, mantendo-se inclusive o tamanho médio dos grãos. Aumentando-se ainda o tempo para 2 e 4 horas, os teores atingiram níveis de 25 ppm, sem prejuízo ao tamanho de grão, como indicado pela sobreposição das barras de desvio padrão. Portanto, definiu-se a combinação de 900°C e 2 horas para a etapa de recozimento dos tratamentos térmicos nos corpos de prova de fadiga, o que não difere muito do que foi empregado anteriormente, com exceção da operação contínua do vácuo que efetivamente permite a remoção de H.

Para confirmação, as amostras submetidas ao ciclo completo dos tratamentos BASCA e de duplo envelhecimento em vácuo contínuo geraram

teores de H respectivamente de 25 e 45 ppm. Essa diferença do segundo tratamento em relação aos testes e também ao BASCA deve-se ao resfriamento rápido logo após o tempo de residência na temperatura de 900°C. Nos outros casos, o resfriamento lento após esta etapa ainda contribui com o processo de saída de H da estrutura. Com o H sendo retirado quando o material encontra-se no campo de fase beta, o desenvolvimento das microestruturas nas etapas subsequentes dos tratamentos se sucede já com o teor bem mais baixo. Em razão do efeito beta estabilizador do elemento, a caracterização das microestruturas foi novamente realizada para verificar se houve alguma variação significativa na distribuição das fases.

A Figura 4.18 apresenta comparações das microestruturas resultantes do tratamento BASCA para os diferentes teores de H. Através de uma análise qualitativa sugere-se que não houve grandes variações na distribuição das fases dentre os níveis de H. O aumento de 2500 vezes escolhido para a estimativa da porcentagem de fase alfa permitia representar a microestrutura como um todo, incluindo a precipitação nos contornos de grão, assim como as agulhas grosseiras e finas de fase alfa primária e secundária respectivamente. Como visto no gráfico da Figura 4.19, as duas ferramentas de tratamento de imagem forneceram valores similares e, considerando os dados de desvio padrão, não é possível atestar diferença entre os teores de H.

De fato, a microestrutura resultante do material com 25 ppm de H apresentou as mesmas características da estrutura lamelar com um filme grosseiro de fase alfa nos contornos de grão. A seta na Figura 4.18(b) mostra claramente uma região com a presença de um filme contínuo de fase beta de modo adjacente a um contorno também contínuo de fase alfa. Outras regiões mantêm a característica de segmentação ocasionada pelo crescimento da fase alfa a partir do contorno em direção aproximadamente perpendicular ao interior do grão. Estas observações sugerem que, na faixa de teores em avaliação, o H não exerce um efeito expressivo sobre o desenvolvimento da microestrutura no tratamento BASCA que ao menos possa ser diagnosticado por MEV.

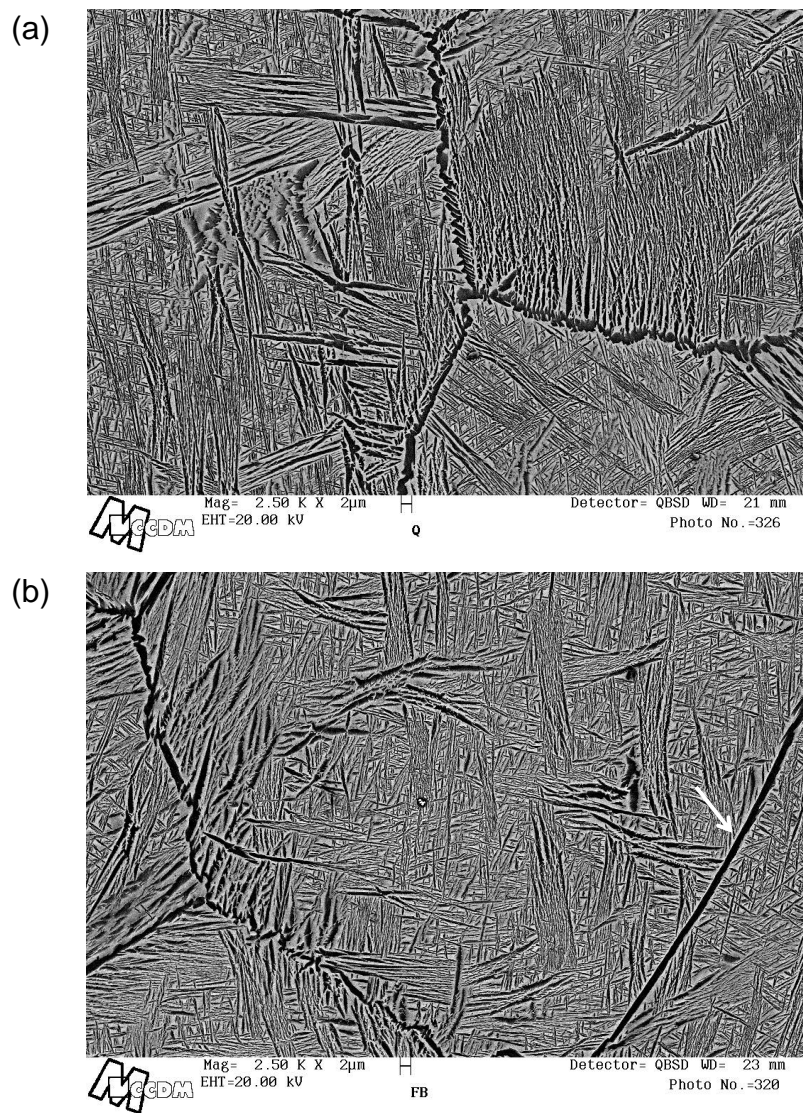


Figura 4.18 Microestrutura após o tratamento BASCA para os diferentes teores de H: (a) 100 ppm e (b) 25 ppm.

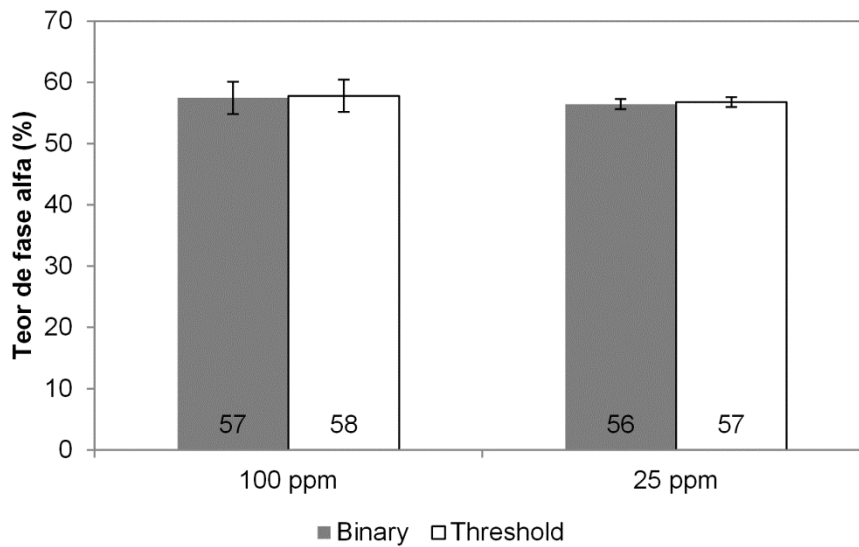


Figura 4.19 Teor de fase alfa na microestrutura BASCA para os diferentes níveis de H.

As micrografias de campo claro das amostras provenientes do tratamento BASCA para os diferentes teores de H são mostradas na Figura 4.20, juntamente com os respectivos mapas de fases. Enquanto a condição de 25 ppm de H apresenta somente as fases alfa e beta do titânio considerando a resolução da técnica, a condição de 100 ppm apresenta também o TiH_2 (destacado em amarelo no mapa de fases) com estrutura tetragonal de face centrada. É esperado que as partículas de hidreto formem-se na interface entre as fases alfa e beta em função da segregação do H com a formação da fase alfa. No caso específico da região em análise, uma quantidade de 1,9% em peso de hidreto é identificada.

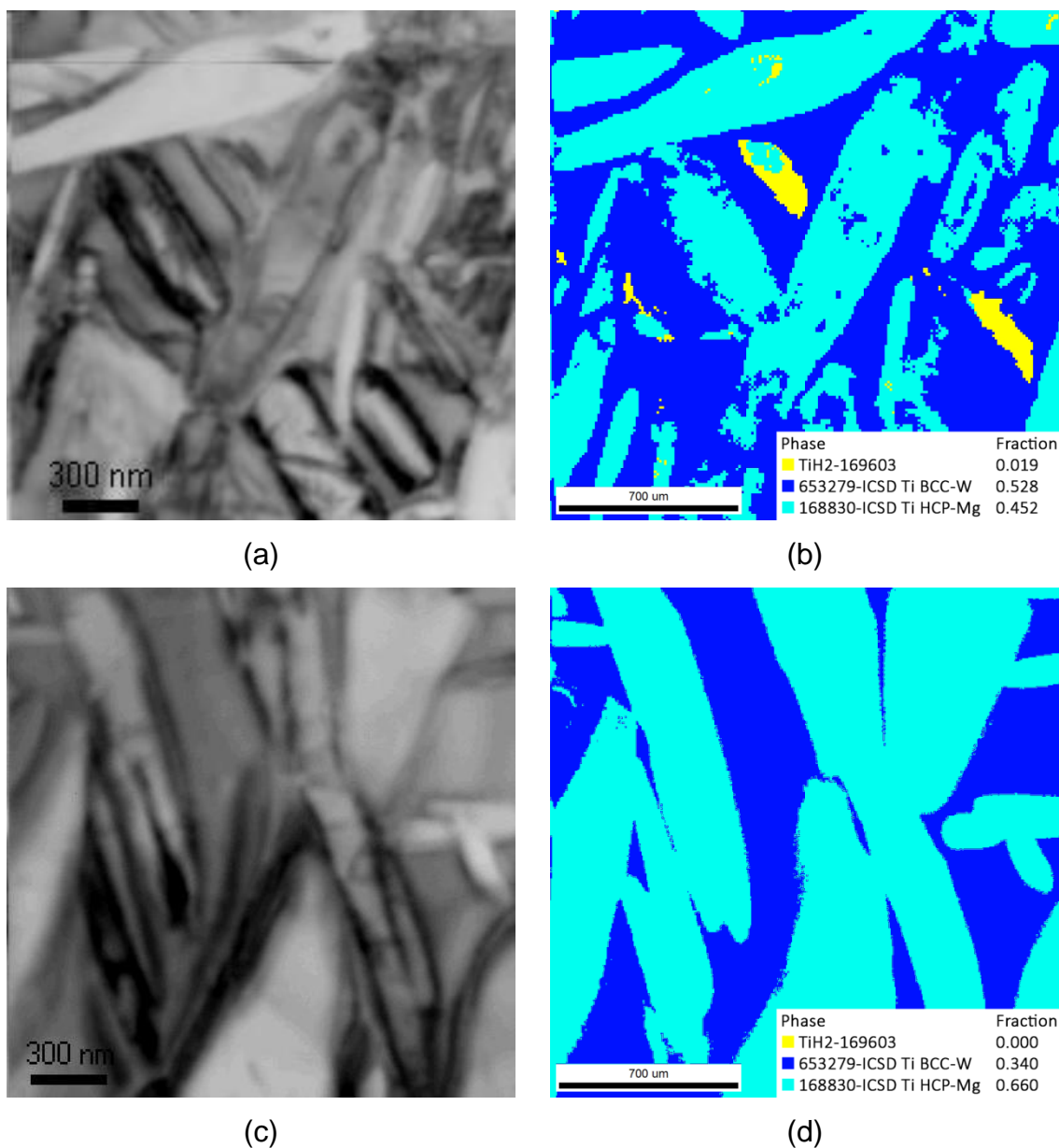


Figura 4.20 Micrografias de campo claro e mapa de fases obtidas pelo sistema ASTAR após BASCA para os diferentes teores de H: (a)-(b) 100 ppm e (c)-(d) 25 ppm.

Em relação ao tratamento de duplo envelhecimento, uma avaliação qualitativa das microestruturas para os diferentes teores de H apresentadas na Figura 4.21 também sugere pouca variação na estrutura de fase alfa refinada e nos contornos de grão. Neste caso, a quantificação de fase não foi possível, tendo em vista que o refinamento da estrutura exigiria a aquisição de uma grande quantidade de imagens de alta resolução em aumentos elevados

(provavelmente superiores a 50 mil vezes), de modo a se quantificar com confiabilidade. Para ambas as microestruturas, esta questão da quantidade de fase alfa é confirmado pelos resultados de dureza Vickers mostrados na Figura 4.22. Além da similaridade entre as médias, a sobreposição dos desvios descarta uma possível diferença estatística entre as mesmas.

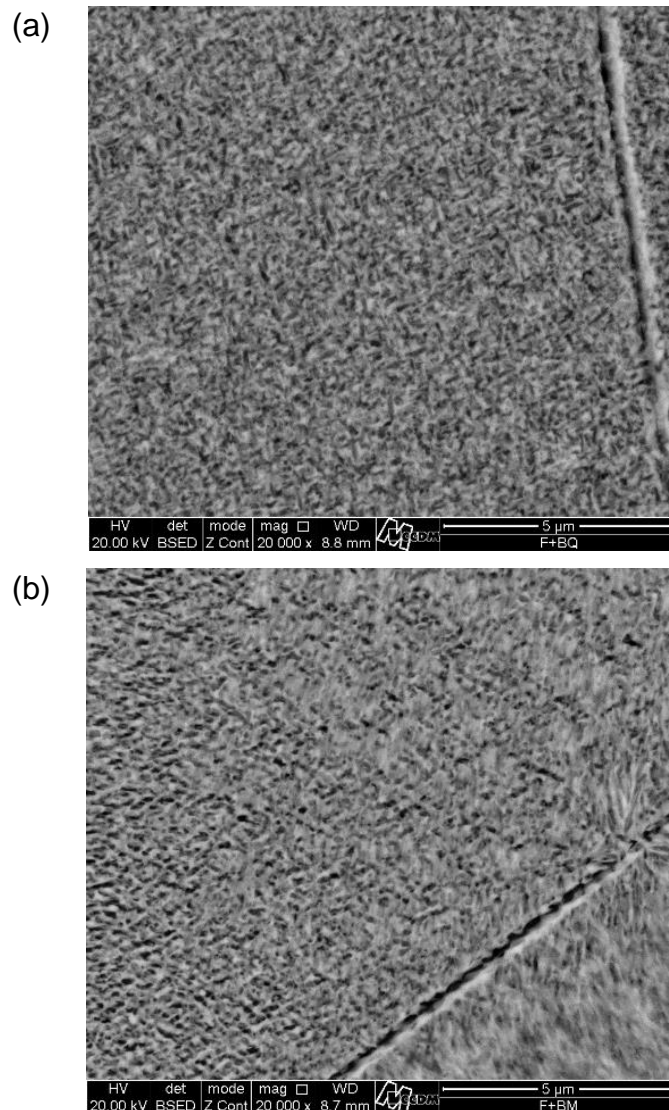


Figura 4.21 Microestrutura após tratamento de duplo envelhecimento para os diferentes teores de H: (a) 100 ppm e (b) 45 ppm.

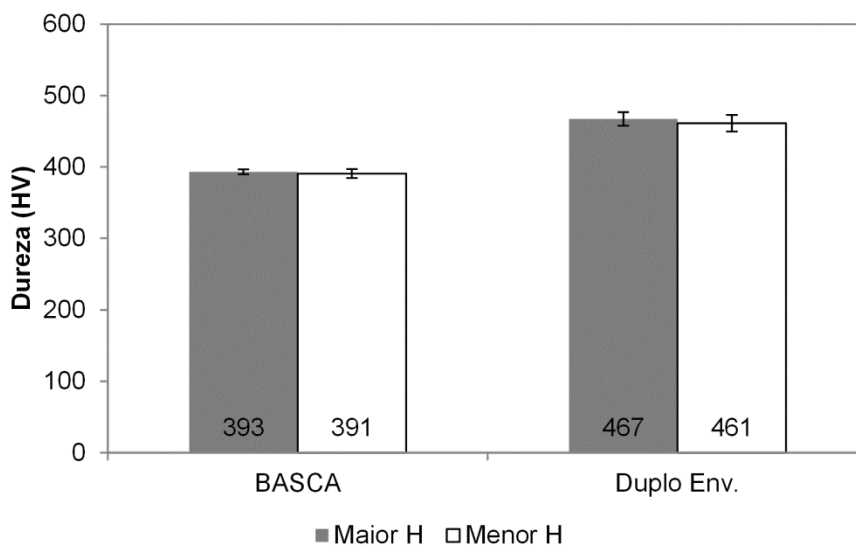


Figura 4.22 Resultados de dureza Vickers para os diferentes tratamentos e níveis de H.

4.4 Relação Hidrogênio-Fadiga

O diagrama de fadiga resultante do método *staircase* para o tratamento BASCA com 25 ppm de H é comparado na Figura 4.23 ao diagrama obtido com 100 ppm. Pela estatística de Dixon-Mood, o limite de fadiga para 25 ppm equivale a 758 MPa, com um desvio padrão de 27 MPa. Tal redução no teor de H foi suficiente para elevar o limite de fadiga em 15% em relação ao calculado anteriormente (658 ± 27 MPa para 100 ppm). Essa melhoria foi inclusive capaz de superar o limite de fadiga resultante do tratamento de duplo envelhecimento (708 ± 27 MPa para 100 ppm), que possui uma matriz bem mais resistente (vide os valores de dureza na Figura 4.22) e, portanto, é capaz de dificultar a nucleação de uma trinca de fadiga em regime de alto ciclo.

Os dados oriundos do método *staircase* permitiram o levantamento de curvas S-N, as quais, embora simplificadas, possibilitam a análise comparativa ao longo da vida em fadiga para os dois teores de H. Estas curvas são apresentadas na Figura 4.24. É possível notar um paralelismo aproximado das retas de tendência, sugerindo que o efeito benéfico resultante do teor reduzido de H pode ocorrer também para a região de fadiga de baixo ciclo.

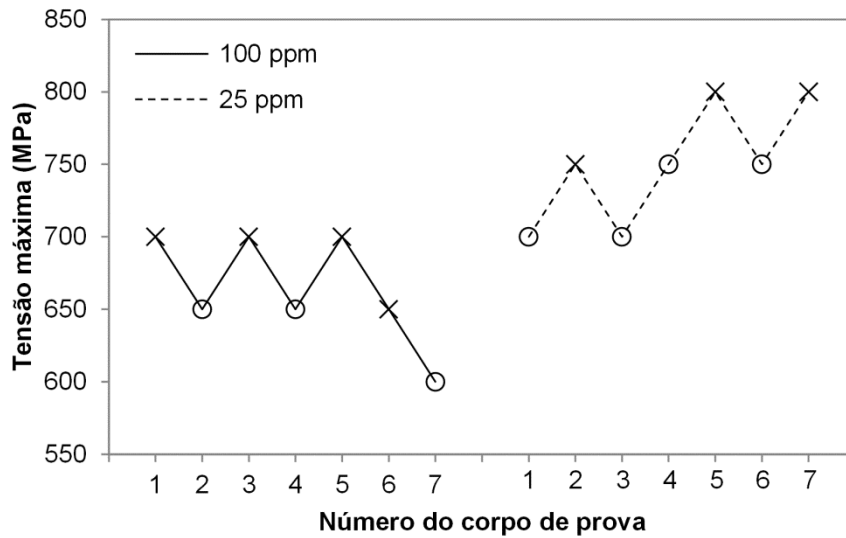


Figura 4.23 Diagramas de fadiga pelo método *staircase* do tratamento BASCA para os diferentes teores de H.

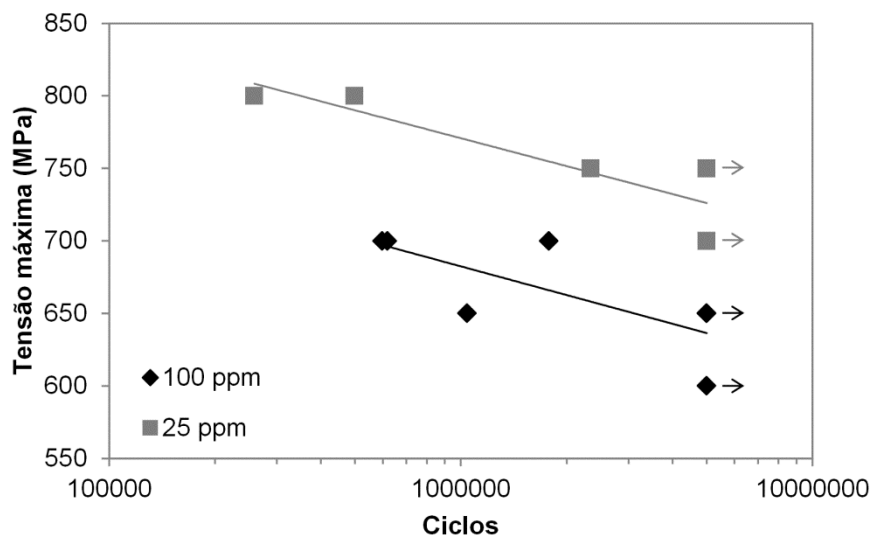


Figura 4.24 Curvas S-N do tratamento BASCA para os diferentes teores de H.

A Figura 4.25 traz as micrografias da superfície de fratura típica obtida com 25 ppm de H após o tratamento BASCA. Novamente, pela imagem do aspecto geral da fratura na Figura 4.25(a) e também da região de propagação exemplificada na Figura 4.25(b), um aspecto rugoso que poderia sugerir a ocorrência de uma fratura intergranular é evidente. A seta vermelha na Figura 4.25(a) indica a nucleação na superfície da trinca de fadiga, que foi nesse caso

observada com maior frequência nos corpos de prova fraturados. O único corpo de prova que apresentou nucleação subsuperficial foi o fraturado em 750 MPa, conforme mostrado na Figura 4.25(c), em que se observa um aspecto facetado extenso oriundo da clivagem da fase alfa. Há, portanto, um indício de efeito do H sobre a etapa de nucleação.

A região de propagação estável da trinca de fadiga na Figura 4.25(d) exhibe aspectos convencionais de estrias e padrões de rios (*river patterns*), concentrando-se em uma área elíptica pequena na proximidade ao ponto de nucleação. Por sua vez, assim como observado para 100 ppm de H (Figura 4.10), a zona de propagação instável apresenta o mecanismo de quasi-clivagem das agulhas de fase alfa e alvéolos em regiões de fase beta na vizinhança destas agulhas e também em filmes contínuos próximos a contornos de grão. No entanto, há uma forte predominância de alvéolos rasos de baixa ductilidade, com uma menor frequência de ocorrência de facetas de quasi-clivagem. Isso indica a ocorrência de mecanismos de propagação mais dúcteis para o material com menor teor de H.

Uma vez que as superfícies de fratura provenientes do tratamento BASCA para os dois teores de H permitiram estimar o comprimento da região estável da trinca de fadiga, realizou-se o cálculo com base na FFS-1 da tenacidade à fratura do material nesta condição. A Tabela 4.4 e a Tabela 4.5 trazem estes resultados respectivamente para 100 e 25 ppm de H, juntamente com os dados utilizados para o cálculo em cada corpo de prova. Ressalta-se que outros corpos de prova testados em níveis de tensão que não entraram no diagrama do *staircase* foram aqui considerados. Para uma melhor precisão, os valores de a foram medidos diretamente no MEV. O gráfico da Figura 4.26 ilustra os resultados encontrados para as duas condições.

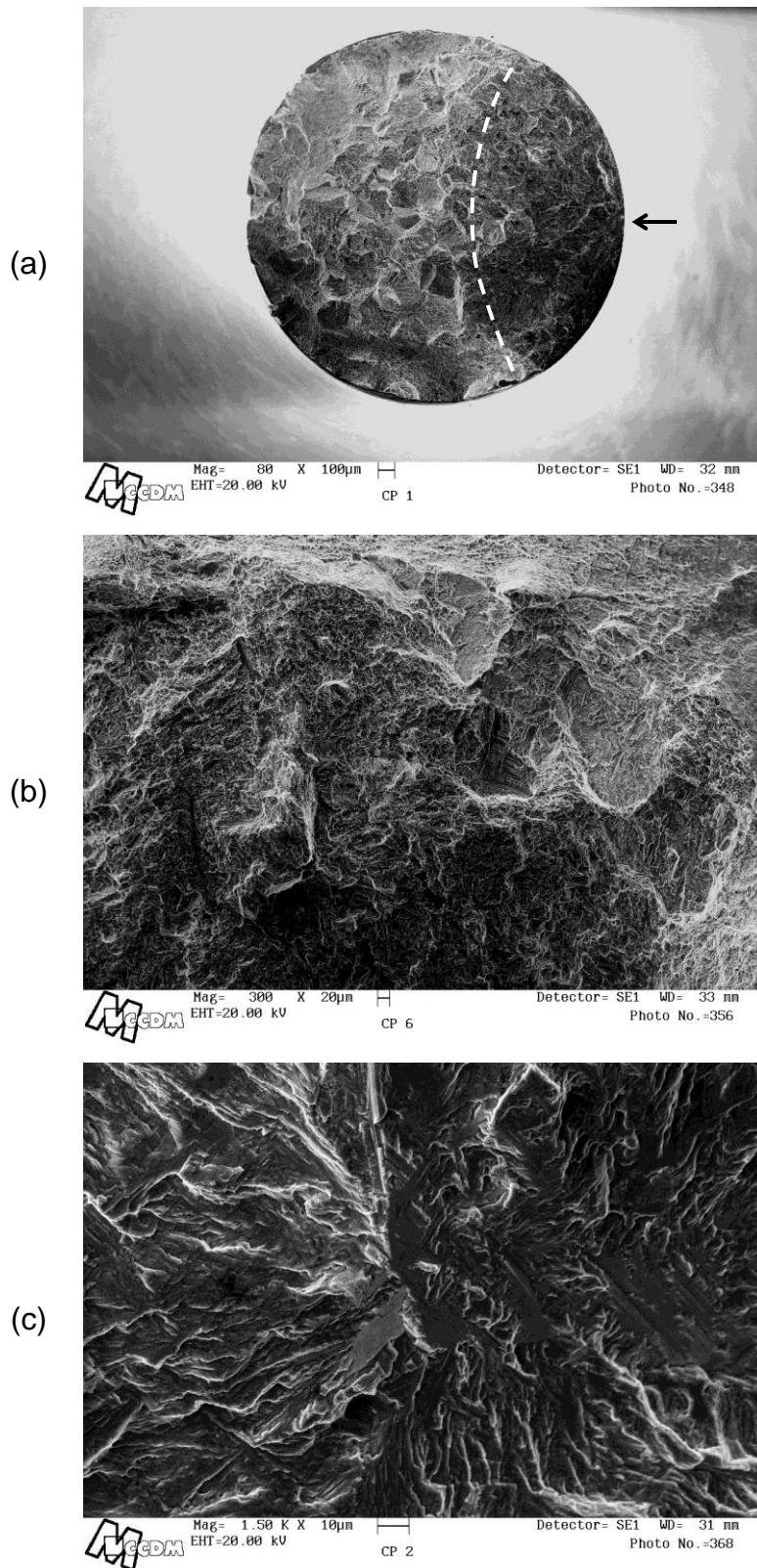


Figura 4.25 (continua).

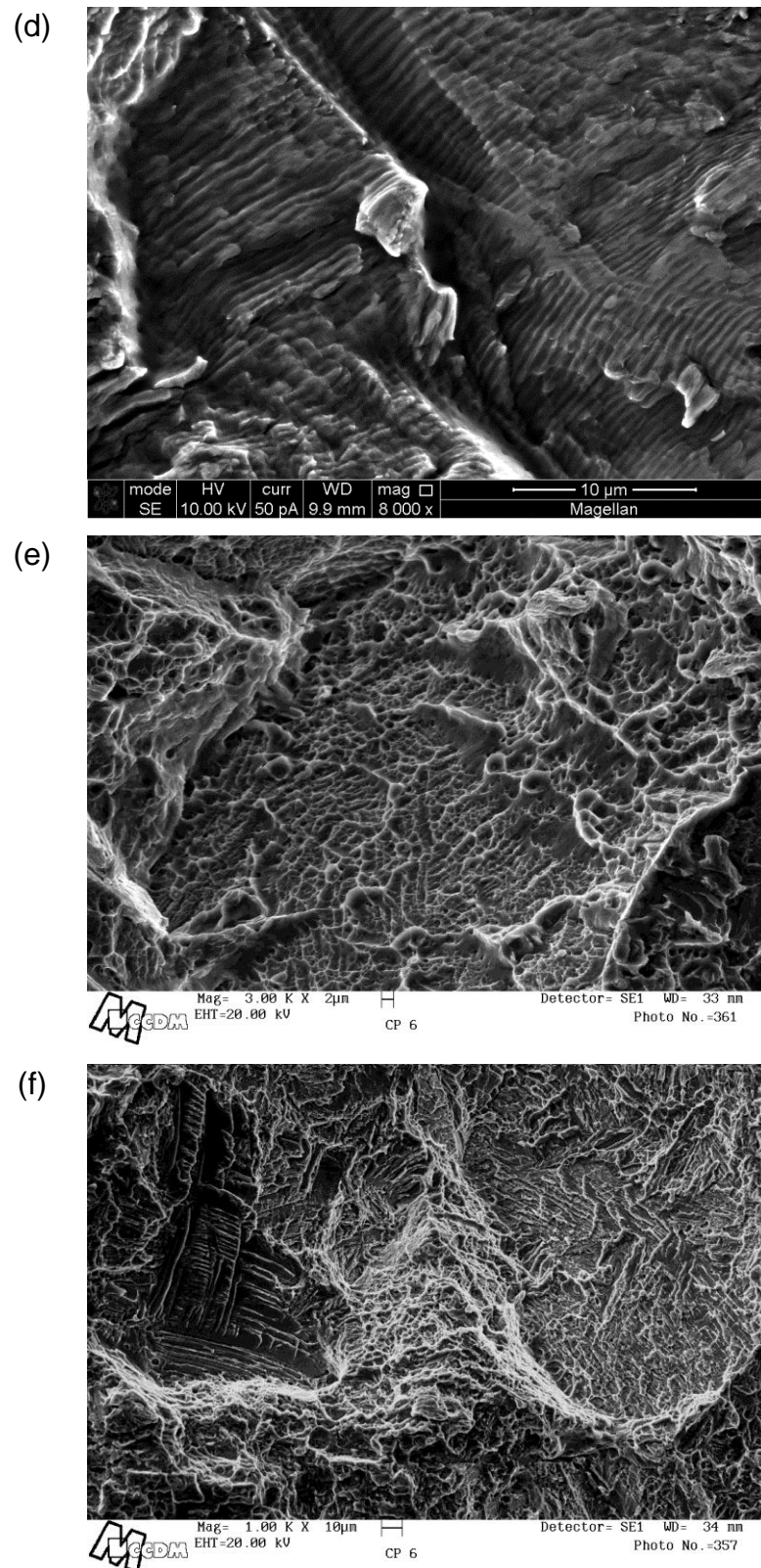


Figura 4.25 Fractografia típica do BASCA com 25 ppm de H: (a) visão geral, (b) aparência rugosa de propagação instável, (c) região de início da trinca, (d)

estrias de fadiga, (e)-(f) aspectos da zona de propagação instável
(continuação).

Tabela 4.4 Parâmetros de cálculo e resultados de tenacidade à fratura para a microestrutura BASCA com 100 ppm de H.

σ_m (MPa)	R_0 (mm)	a (mm)	KBSCC (MPa.m ^{1/2})	KBSCS (MPa.m ^{1/2})
800	1,23	0,636	31,82	45,44
700	1,22	0,674	29,69	42,21
700	1,22	0,743	33,11	46,55
700	1,20	0,679	30,3	42,95
650	1,22	0,925	40,96	55,97
Média			33,18	46,62

Tabela 4.5 Parâmetros de cálculo e resultados de tenacidade à fratura para a microestrutura BASCA com 25 ppm de H.

σ_m (MPa)	R_0 (mm)	a (mm)	KBSCC (MPa.m ^{1/2})	KBSCS (MPa.m ^{1/2})
800	1,18	0,971	56,53	76,49
800	1,13	0,881	50,58	68,67
750	1,16	1,080	65,35	89,70
700	1,16	0,938	47,46	64,26
Média			54,98	74,78

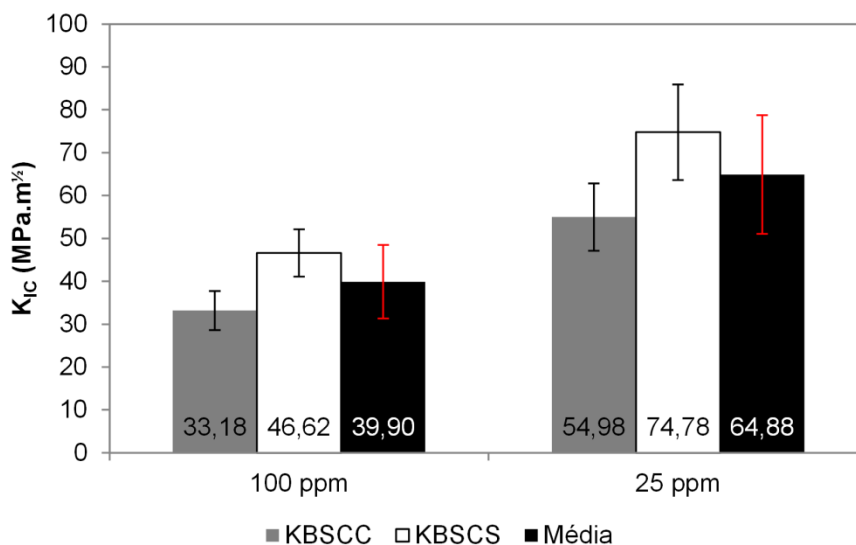


Figura 4.26 Resultados de tenacidade à fratura da microestrutura BASCA para os diferentes níveis de H.

Na realidade, a zona estável de propagação da trinca de fadiga possui uma geometria intermediária a uma semicircular e a uma com frente plana, sendo então coerente adotar a média dos valores de KBSCS e KBSCC para a tenacidade à fratura do material: 40 ± 9 MPa.m^{1/2} para 100 ppm de H e 65 ± 14 MPa.m^{1/2} para 25 ppm de H. Existe, portanto, uma diferença estatisticamente significativa na tenacidade à fratura do material com microestrutura BASCA em favor do teor mais baixo de H. Este resultado corrobora com a diferença obtida a partir dos ensaios de fadiga e sugere novamente que a diferença estudada no teor de H influencia o comportamento mecânico do material na condição de tratamento BASCA. A maior tenacidade para 25 ppm de H se reflete nos aspectos de maior quantidade de mecanismos dúcteis (alvéolos) observados na superfície de fratura.

Em relação ao tratamento de duplo envelhecimento, os diagramas de fadiga resultantes do método *staircase* para os teores de 100 e 45 ppm de H são comparados na Figura 4.27. O limite de fadiga calculado pela estatística de Dixon-Mood para o menor teor de H equivale a 692 MPa, com um desvio padrão de 27 MPa. O valor apresentado anteriormente para a condição com 100 ppm de H é de 708 ± 27 MPa. Isso significa que a redução para 45 ppm não promoveu qualquer mudança estatisticamente significativa para melhor ou

para pior do desempenho em fadiga. Tal fato pode ser visualmente constatado pela sobreposição das curvas S-N trazidas na Figura 4.28.

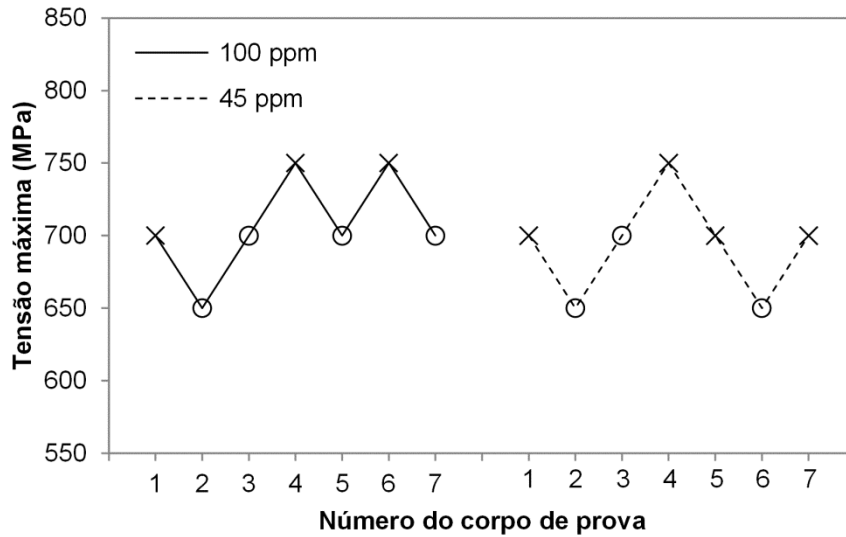


Figura 4.27 Diagramas de fadiga pelo método *staircase* do tratamento de duplo envelhecimento para os diferentes teores de H.

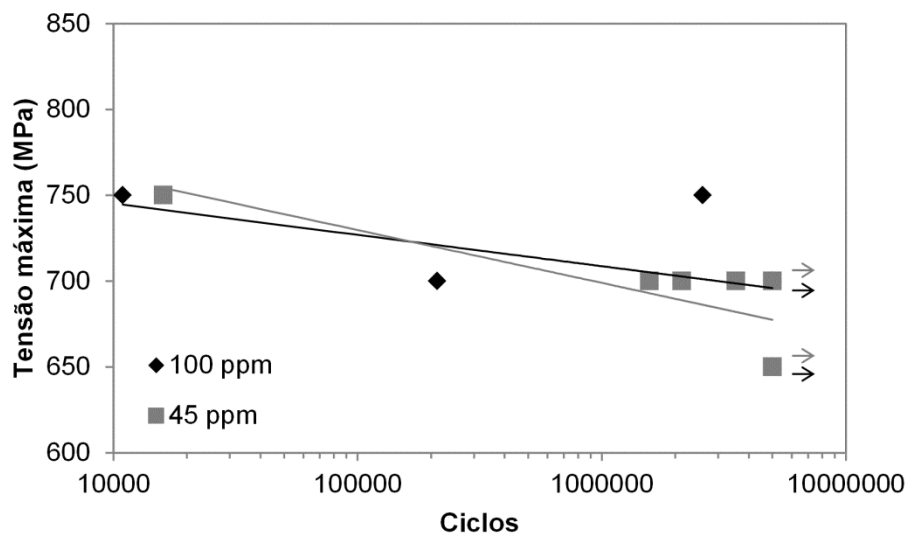


Figura 4.28 Curvas S-N do tratamento de duplo envelhecimento para os diferentes teores de H.

A Figura 4.29 mostra as micrografias da superfície de fratura típica obtida com 45 ppm de H após o tratamento de duplo envelhecimento. As

características são as mesmas daquelas observadas para o teor de 100 ppm de H, incluindo uma aparência intergranular muito evidente, porém com indícios claros de propagação transgranular, como é o caso da presença de pequenas facetas de clivagem, alvéolos e gumes de arrancamento (*tear ridges*). Embora a redução do teor de H tenha sido menor em relação ao tratamento BASCA, é possível dizer que, em função da grande dureza e fragilidade da microestrutura resultante do duplo envelhecimento, a sensibilidade à presença do H em teores próximos aos estudados não é relevante.

Neste caso, em um único corpo de prova foi possível distinguir a zona estável de propagação, embora não tenham sido identificadas estrias na resolução permitida por MEV. Esta zona de propagação, que é vista na parte inferior da micrografia da Figura 4.29(a), possui um comprimento a de aproximadamente 0,180 mm. Considerando os valores de σ_m e R_0 respectivamente iguais a 750 MPa e 1,12 mm, calcularam-se os seguintes valores de tenacidade à fratura: 12,27 MPa.m^{1/2} para o KBSCC e 16,37 MPa.m^{1/2} para o KBSCS, fornecendo um valor médio de 14,32 MPa.m^{1/2}. Este valor é consideravelmente inferior aos levantados anteriormente para o tratamento BASCA, mesmo quando se considera o teor de H mais elevado.

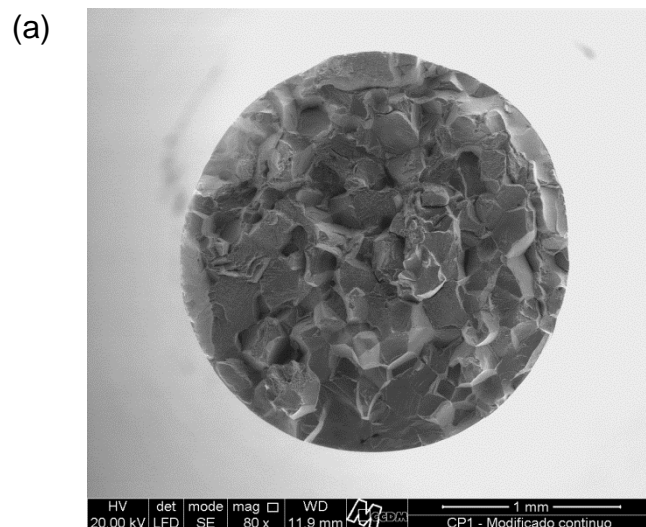


Figura 4.29 (*continua*).

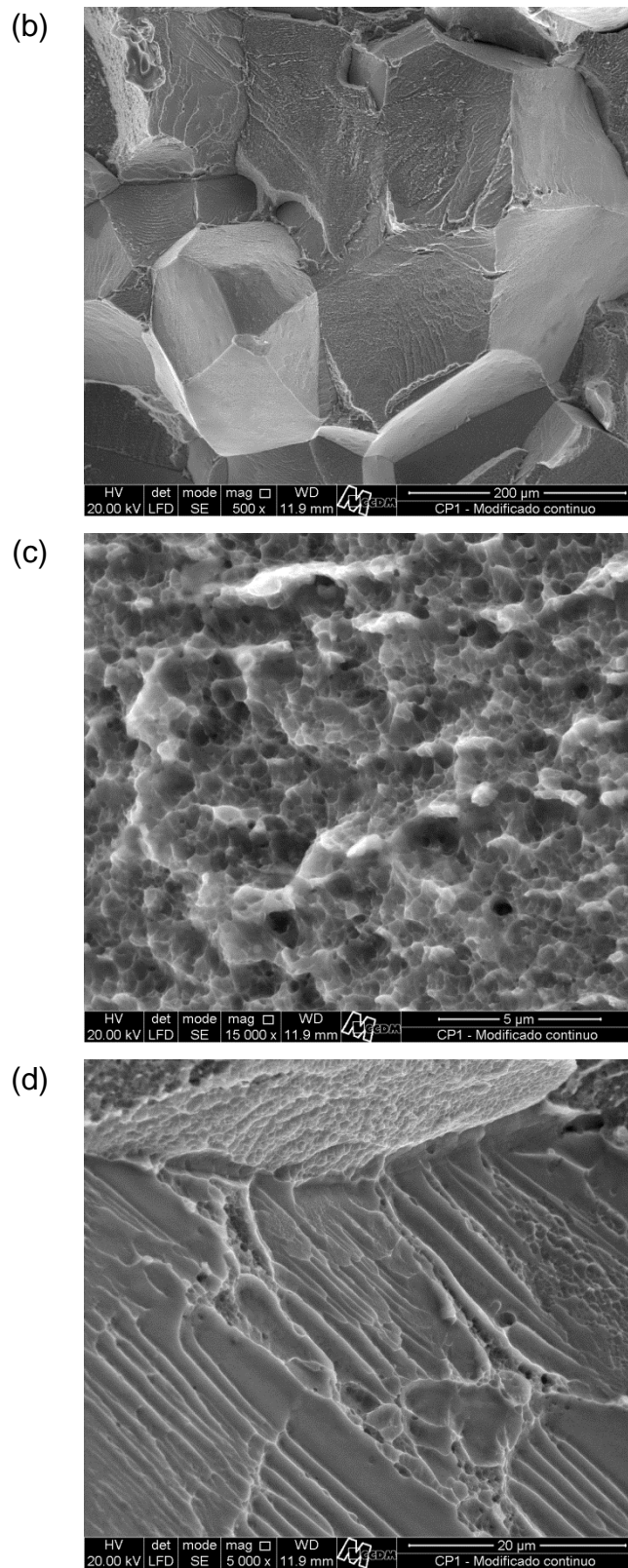


Figura 4.29 Fractografia típica do duplo envelhecimento com 45 ppm de H: (a) visão geral, (b) aparência rugosa de propagação instável, (c)-(d) aspectos da zona de propagação instável (*continuação*).

5 DISCUSSÕES

Durante o tratamento BASCA, as agulhas de fase alfa primária que se formam no interior dos grãos mostraram um papel importante tendo em vista que podem atingir espessuras bastante grosseiras, podendo inclusive induzir à nucleação de uma trinca de fadiga por clivagem. A precipitação destas agulhas mostrou uma distribuição aleatória, podendo ser atribuída à segregação de elementos alfa estabilizadores. Shi et al. [74] discutem que esta segregação resulta de um processo de difusão não-homogêneo que ocorre durante o processamento mecânico a quente e o tratamento térmico do material, favorecendo a precipitação e a estabilização da fase alfa. Uma vez que a segregação composicional é um evento aleatório, a distribuição da fase alfa no interior dos grãos segue esta aleatoriedade.

Assim como estas partículas no interior da matriz beta, os contornos de grão também apresentaram um filme grosseiro de fase alfa que se forma na etapa de resfriamento a partir do campo de fase beta. A precipitação em contornos de grão é intuitivamente preferencial em razão da menor energia de ativação necessária para tal. Mostrou-se, no entanto, uma competição entre regiões com um filme contínuo e outras bastante segmentadas. O crescimento de partículas em direção ao interior dos grãos a partir da fase nos contornos em ligas de Ti resfriadas de altas temperaturas foi estudado por Sun et al. [89]. Este fenômeno é atribuído a instabilidades na interface durante o crescimento da fase alfa nos contornos e a consequente formação de protuberâncias, que devem atingir um valor crítico para que o desenvolvimento ocorra.

O fato de haver regiões seletivas para o crescimento de agulhas a partir da fase alfa precipitada nos contornos deve estar relacionado à orientação cristalográfica na vizinhança. Ghosh et al. [72] menciona que a continuidade do filme de fase alfa nos contornos é uma função complexa da desorientação entre os grãos adjacentes de fase beta e da orientação dos contornos propriamente ditos, algo extremamente difícil de ser controlado por meio de processamento. Para as microestruturas em estudo, é fato que a segmentação pode ter interferido no caminho de crescimento da trinca de

fadiga e evitado a propagação ao longo dos contornos. Conforme sugerido por Lütjering e Williams [2], uma morfologia parcialmente descontínua deve reduzir a distância de deslizamento (*slip length*) e prevenir a deformação plástica preferencial.

Em contornos nos quais a precipitação da fase alfa procedeu como um filme contínuo perfeito, a presença de um filme também contínuo de fase beta adjacente foi evidenciada. Para a microestrutura BASCA, a superfície de fratura mostrou regiões sobressalentes plenamente constituídas por alvéolos, como uma fronteira de áreas de clivagem das agulhas de fase alfa. Isto sugeriu a propagação da trinca no filme dúctil de fase beta, envolvendo a fase alfa dos contornos adjacentes. De fato, a presença de microcavidades na vizinhança de contornos fragilizados pela precipitação intragranular foi tratado por Osovski et al. [90] como um problema que reduz o desempenho em termos de propagação de trinca em ligas de Ti metaestáveis. Uma vez que regiões segmentadas foram obtidas neste trabalho, este problema pode ter sido minimizado, embora não seja menos crítico do que uma fase frágil grosseira nos contornos.

Em face dos problemas que são tipicamente oriundos da precipitação de partículas grosseiras tanto nos contornos quanto no interior dos grãos, o tratamento de duplo envelhecimento foi modelado. É conhecido que a fase metaestável ômega atérmica, a qual aparece mediante o resfriamento brusco a partir do campo beta, atua como uma precursora da fase alfa. Wain et al. [24] indicam que uma etapa de envelhecimento em temperatura mais baixa após a solubilização é capaz de promover o refinamento das partículas de fase alfa em função da precipitação efetiva da fase ômega precursora. A ausência, portanto, de precipitados grosseiros dificultou a nucleação da trinca de fadiga, ocorrendo sempre na superfície. Segundo Lütjering e Williams [2], partículas grosseiras de fase alfa apresentam uma deformação plástica preferencial análoga a um empilhamento de discordâncias em um ponto triplo de contornos, levando à concentração de tensão e abertura de uma trinca.

Os limites de fadiga inicialmente encontrados de 658 ± 27 MPa para o BASCA e 708 ± 27 MPa para o duplo envelhecimento foram relacionados às diferenças de homogeneidade e refinamento da fase alfa. Shi et al. [73] obteve

para uma microestrutura similar ao BASCA da liga Ti-55511 um limite de fadiga entre 750 e 875 MPa para 5×10^6 ciclos, dependendo da morfologia e fração em volume das partículas de fase alfa. A grande diferença em relação ao presente trabalho foi a redução de partículas grosseiras de fase alfa nos contornos, o que evitou a formação de sítios de nucleação mais severos do que os precipitados maiores no interior dos grãos. É importante ressaltar que a fadiga é uma propriedade de grande variabilidade. Conforme mostrado por Wu et al. [91] para a tradicional Ti-64, mesmo quando a microestrutura é similar, valores distintos podem ser levantados em função de outros parâmetros.

Nesse sentido, observou-se para a microestrutura BASCA uma grande diferença no comportamento em fadiga como consequência do teor de H. Com a formação da fase alfa, o H é possivelmente segregado a fase beta adjacente, elevando neste local o teor deste elemento para valores maiores do que o médio, efeito este pronunciado para a condição de 100 ppm. Esta região, segundo o mecanismo PLAH, pode sofrer um amaciamento localizado e facilitar a ocorrência de trincas, induzindo à clivagem de lamelas de fase alfa ao redor. Isto pode justificar a predominância de início de trinca subsuperficial para 100 ppm de H, que foi mostrado ocorrer na fase alfa, contra o início na superfície para 25 ppm de H. Como outro possível mecanismo induzido pelo teor mais alto de H, verificou-se a precipitação de hidretos somente na condição de 100 ppm de H, que deve ocorrer preferencialmente na interface entre as fases alfa e beta, podendo o hidreto fraturar por clivagem e induzir a clivagem da fase alfa adjacente. Provavelmente ambos os mecanismos atuam, sendo difícil avaliar a contribuição de cada um.

Tendo em vista os altos valores de dureza, espera-se que a tenacidade do material seja baixa, afetando a resistência à fadiga. Com efeito, o cálculo da tenacidade à fratura para 100 ppm de H (aproximadamente $40 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$) revelou um valor baixo quando comparado aos valores tipicamente encontrados para ligas de Ti (por volta de $100 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$). O estudo realizado por Cotton et al. [82] na liga Ti-5553 já apontava a sensibilidade da microestrutura BASCA ao teor de H mesmo em níveis consideravelmente baixos. A Figura 5.1 compara os valores encontrados e os da literatura (unidades de $\text{ksi} \cdot \text{pol}^{1/2}$).

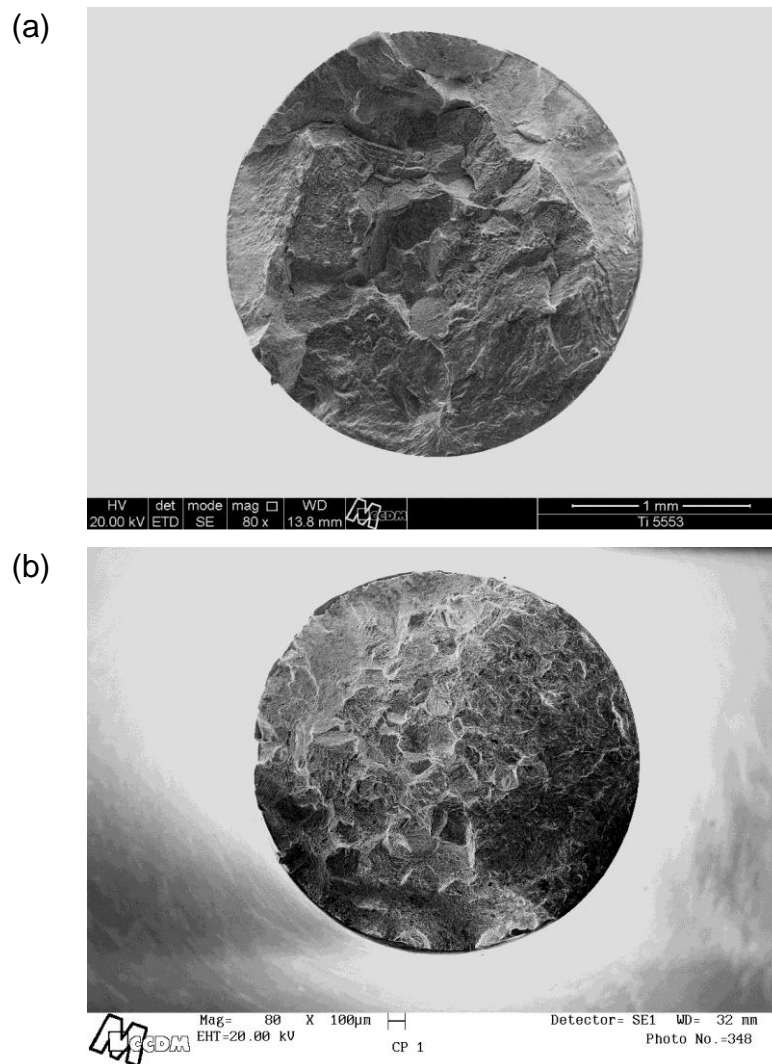


Figura 5.2 Macrografia das superfícies de fratura do BASCA para os diferentes níveis de H: (a) 100 ppm e (b) 25 ppm.

Portanto, há indícios do efeito do teor reduzido de H tanto na etapa de nucleação da trinca quanto na de propagação. Isto explica o aumento do limite de fadiga da mesma microestrutura BASCA para 758 ± 27 MPa, que é inclusive superior ao da matriz refinada oriunda do duplo envelhecimento (708 ± 27 MPa), mesmo mantendo-se as características microestruturais grosseiras de fase alfa. Existe, assim, uma competição entre os efeitos. Em um primeiro momento, o refinamento dos precipitados de fase alfa e o consequente endurecimento da matriz dificulta a nucleação de uma trinca de fadiga, o que levou à nucleação exclusivamente na superfície para a microestrutura de duplo envelhecimento. No entanto, quando o teor de H é baixo o suficiente pra

promover uma melhora significativa na tenacidade do material, este efeito se sobrepõe aos anteriores.

A grande fragilidade oriunda do duplo envelhecimento torna esta microestrutura muito pouco sensível ao teor de H. Após o processo de nucleação, que corresponde ao maior percentual da vida em fadiga, a trinca se propaga catastroficamente em razão da baixíssima tenacidade e da ausência de um caminho de propagação tortuoso. Isto pode estar relacionado à ocorrência de precipitação ordenada das partículas refinadas de fase alfa, similar à formação de um domínio de antifase, que possui pouca eficiência frente ao processo de movimento de discordâncias. Como consequência, é importante ressaltar a dificuldade em se aplicar este tratamento em um projeto somente em função do maior limite de fadiga, tendo em vista a sensibilidade à presença de uma trinca, levando à fratura com pouca ou nenhuma propagação estável mesmo para teores reduzidos de H.

6 CONCLUSÕES

Os principais resultados obtidos neste estudo com a liga Ti-5553 podem ser concluídos como se segue:

- O tratamento BASCA forneceu uma microestrutura constituída por grandes lamelas de fase alfa primária e uma estrutura de finas agulhas de fase alfa secundária, ao passo que o tratamento de duplo envelhecimento gerou uma distribuição homogênea de partículas globulares e bastante finas de fase alfa. Em ambos os casos, observou-se a existência simultânea de precipitados contínuos e precipitados segmentados de fase alfa nos contornos de grão, além de um filme fino de fase beta adjacente à precipitação contínua.
- A espessura média da fase alfa nos contornos da microestrutura de duplo envelhecimento foi 90% menor. A predominância da nucleação subsuperficial na microestrutura BASCA ocorreu uma vez que a grande espessura da fase alfa nos contornos de grão tornou-a um sítio prioritário de início de trinca. No caso do duplo envelhecimento, a ausência de sítios potenciais de início da trinca de fadiga resultou na nucleação superficial, embora a zona de propagação estável da trinca não tenha sido facilmente identificada.
- Para 100 ppm de H, a maior resistência da matriz resultante de uma microestrutura mais fina e homogênea, com a ausência de partículas grosseiras de fase alfa que pudessem induzir à nucleação de uma trinca, justificou o maior limite de fadiga oriundo do duplo envelhecimento. A propagação da trinca nas duas microestruturas foi preponderantemente transgranular, e uma mistura de quasi-clivagem e regiões alveolares foram identificadas nas zonas de propagação instável. O aspecto rugoso e intergranular foi atribuído ao tamanho grosseiro dos grãos, que resultou da longa exposição no campo de fase beta.

- A diminuição do teor de H não ocasionou uma mudança aparente na quantidade e distribuição das fases alfa e beta nos dois tratamentos. No entanto, no caso do BASCA, a redução de 100 para 25 ppm de H promoveu um acréscimo significativo no limite de fadiga. Isto foi atribuído à ausência dos hidretos evidenciados em 100 ppm e à maior tenacidade do material em 25 ppm, como foi confirmado pelo cálculo da tenacidade à fratura a partir do comprimento da zona estável de propagação da trinca de fadiga. O início de trinca mais frequente na superfície e a presença maciça de alvéolos rasos na superfície de fratura em 25 ppm de H corroboram esta afirmação.
- Para a microestrutura de duplo envelhecimento, a grande resistência e a consequente fragilidade da matriz resultaram na baixa sensibilidade ao teor de H na faixa em estudo. O limite de fadiga intermediário às duas condições do tratamento BASCA foi atribuído à dificuldade de nucleação de uma trinca. No entanto, o processo de propagação catastrófico decorrente da baixa tenacidade à fratura alertou ser improvável a utilização desta morfologia microestrutural em componentes estruturais, independentemente do teor de H.

7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Estudar o efeito da orientação cristalográfica principalmente no estágio de início da trinca de fadiga.
- Estudar alterações no ciclo térmico com o intuito de reduzir o tamanho de grão e precipitar a fase alfa com morfologia globular.
- Estudar mecanismos de fadiga resultantes do H utilizando-se técnicas avançadas de caracterização (por exemplo, FIB).

8 REFERÊNCIAS

- [1] BANERJEE, D.; WILLIAMS, J. C. Perspectives on Titanium Science and Technology. **Acta Materialia**, v. 61, n. 3, p. 844-879, 2013.
- [2] LÜTJERING, G.; WILLIAMS, J. C. **Titanium – Engineering Materials and Processes**. 2. ed. Berlin: Springer, 2007. 379 p.
- [3] LEYENS, C.; PETERS, M. **Titanium and Titanium Alloys – Fundamentals and Applications**. Weinheim: Wiley-VCH, 2003. 513 p.
- [4] ABDEL-HADY, M.; HINOSHITA, K.; MORINAGA, M. General approach to phase stability and elastic properties of β -type Ti-alloys using electronic parameters. **Scripta Materialia**, v. 55, n. 5, p. 477-480, 2006.
- [5] OZAKI, T. et al. Beta Ti Alloys with Low Young's Modulus. **Materials Transactions**, v. 45, n. 5, p. 2776-2779, 2004.
- [6] HICKMAN, B. S. The formation of omega phase in titanium and zirconium alloys: A review. **Journal of Materials Science**, v. 4, n. 6, p. 554-563, 1969.
- [7] NAG, S. **Influence of Beta Instabilities on the Early Stages of Nucleation and growth of Alpha in Beta Titanium Alloys**. 2008. 282 f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – The Ohio State University, Ohio, 2008.
- [8] SHAO, G.; TSAKIROPOULOS, P. Prediction of ω phase formation in Ti-Al-X alloys. **Materials Science and Engineering A**, v. 329-331, p. 914-919, 2002.
- [9] BALAZIC, M. et al. Review: titanium and titanium alloy applications in medicine. **International Journal of Nano and Biomaterials**, v. 1, n. 1, p. 3-34, 2007.
- [10] LONG, M.; RACK, H. J. Titanium alloys in total joint replacement – a materials science perspective. **Biomaterials**, v. 19, n. 18, p. 1621-1639, 1998.
- [11] DONACHIE JR., M. J. **Titanium – A Technical Guide**. Metals Park: ASM

International, 1988. 469 p.

- [12] ASTM. **F620**: Standard Specification for Titanium Alloy Forgings for Surgical Implants in the Alpha Plus Beta Condition. West Conshohocken: ASTM International, 2011. 4 p.
- [13] COSTA, M. Y. P. et al. Effect of WC-10%Co-4%Cr coating on the Ti-6Al-4V alloy fatigue strength. **Materials Science and Engineering A**, v. 507, n. 1-2, p. 29-36, 2009.
- [14] BOYER, R. R. Design Properties of a High Strength Titanium Alloy, Ti-10V-2Fe-3Al. **Journal of Metals**, v. 32, n. 3, p. 61-65, 1980.
- [15] BOYER, R. R. Attributes, characteristics and application of titanium and its alloys. **Journal of Metals**, v. 62, n. 5, p. 21-24, 2010.
- [16] BOYER, R. R.; BRIGGS, R. D. The Use of β Titanium Alloys in the Aerospace Industry. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 14, n. 6, p. 681-685, 2005.
- [17] FANNING, J. C. Properties of TIMETAL 555 (Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr-0.6Fe). **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 14, n. 6, p. 788-791, 2005.
- [18] MUSI, D. An Update on Properties and Applications for Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr. In: The 21st Annual ITA Conference & Exhibition, 2005, Scottsdale.
- [19] COTTON, J. D. et al. State of the Art in Beta Titanium Alloys for Airframe Applications. **Journal of Metals**, v. 67, n. 6, p. 1281-1303, 2015.
- [20] ORLOVA, L. M. et al. Metallographic study of β -solid solution decomposition for Titanium alloy VT22. **Metallovedenie i Termicheskaya Obrabotka Metallov**, n. 1, p. 56-58, 1986.
- [21] MOISEEV, V. N. et al. Heat Treatment of Titanium Alloy VT22. **Metallovedenie i Termicheskaya Obrabotka Metallov**, n. 3, p. 46-49, 1990.
- [22] SHEVEL'KOV, V. V. Structural conversions in VT22 titanium alloy during aging. **Metallovedenie i Termicheskaya Obrabotka Metallov**, n. 8, p. 33-37, 1992.

- [23] CLÉMENT, N.; LENAIN, A.; JACQUES, P. J. Mechanical Property Optimization via Microstructural Control of New Metastable Beta Titanium Alloys. **Journal of Metals**, v. 59, n. 1, p. 50-53, 2007.
- [24] WAIN, N. et al. The influence of carbon on precipitation of α in Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr. **Materials Science and Engineering A**, v. 527, n. 29-30, p. 7673-7683, 2010.
- [25] BETTAIEB, M. B.; LENAIN, A.; HABRAKEN, A. M. Static and fatigue characterization of the Ti5553 titanium alloy. **Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures**, v. 36, n. 5, p. 401-415, 2013.
- [26] SHEKHAR, S. et al. Effect of solution treatment and aging on microstructure and tensile properties of high strength β titanium alloy, Ti-5Al-5V-5Mo-3Cr. **Materials and Design**, v. 66, p. 596-610, 2015.
- [27] KAR, S. K. et al. Processing-microstructure-yield strength correlation in a near β Ti alloy, Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr. **Materials Science and Engineering A**, v. 610, p. 171-180, 2014.
- [28] GHOSH, A. et al. Microstructure-fracture toughness correlation in an aircraft structural component alloy Ti-5Al-5V-5Mo-3Cr. **Materials Science and Engineering A**, v. 568, p. 61-67, 2013.
- [29] COTTON, J. D.; MERRICK, W. L.; WATTS, M. L. **Thermal processing method for improved machinability of titanium alloys**. US Patent 8,500,929 B2, 6 Agosto 2013.
- [30] GAGG, C. R.; LEWIS, P. R. In-service fatigue failure of engineered products and structures - Case study review. **Engineering Failure Analysis**, v. 16, n. 6, p. 1775-1793, 2009.
- [31] GUILHEM, Y. et al. Investigation of the effect of grain clusters on fatigue crack initiation in polycrystals. **International Journal of Fatigue**, v. 32, n. 11, p. 1748-1763, 2010.
- [32] CHAN, K. S. Roles of microstructure in fatigue crack initiation. **International Journal of Fatigue**, v. 32, n. 9, p. 1428-1447, 2010.
- [33] ROKHLIN, S. I. et al. Nondestructive sizing and localization of internal

- microcracks in fatigue samples. **NDT&E International**, v. 40, n. 6, p. 462-470, 2007.
- [34] GUPTA, S.; SINGH, D. S.; RAY, A. Statistical pattern analysis of ultrasonic signals for fatigue damage detection in mechanical structures. **NDT&E International**, v. 41, n. 7, p. 491-500, 2008.
- [35] FAN, H.; KEER, L. M. The early stage of fatigue crack propagation. **Engineering Fracture Mechanics**, v. 42, n. 5, p. 789-796, 1992.
- [36] WEIDNER, A. et al. Formation of slip steps and growth of extrusions within persistent slip bands in cyclically deformed polycrystals. **Materials Science and Engineering A**, v. 479, n. 1-2, p. 181-190, 2008.
- [37] SURESH, S. **Fatigue of Materials**. 2. ed. Cambridge : Cambridge University Press, 1998.
- [38] SCHIJVE, J. Fatigue of Structures and Materials in the 20th Century and the State of the Art. **Materials Science**, v. 39, n. 3, p. 307-333, 2003.
- [39] TOTTEN, G. E. Fatigue crack propagation. **Advanced Materials & Processes**, v. 166, p. 39-41, 2008.
- [40] MUGHRABI, H. Introduction to the viewpoint set on: Surface effects in cyclic deformation and fatigue. **Scripta Metallurgica et Materialia**, v. 26, n. 10, p. 1499-1504, 1992.
- [41] VEHOFF, H.; NYKYFORCHYN, A.; R., M. Fatigue crack nucleation at interfaces. **Materials Science and Engineering A**, v. 387-389, p. 546-551, 2004.
- [42] SANGID, M. D.; MAIER, H. J.; SEHITOGLU, H. A physically based fatigue model for prediction of crack initiation from persistent slip bands in polycrystals. **Acta Materialia**, v. 59, n. 1, p. 328-341, 2011.
- [43] MUGHRABI, H. et al. Fatigue crack initiation by cyclic slip irreversibilities in high-cycle fatigue. In: LANKFORD, J., et al. **Fatigue Mechanisms, ASTM STP 811**. Filadélfia: American Society for Testing and Materials, 1983. p. 5-45.
- [44] CARPINTERI, A.; PAGGI, M. A unified interpretation of the power laws in

- fatigue and the analytical correlations between cyclic properties of engineering materials. **International Journal of Fatigue**, v. 31, n. 10, p. 1524-1531, 2009.
- [45] LADOS, D. A.; APELIAN, D. Fatigue crack growth characteristics in cast Al-Si-Mg alloys: Part II. Life predictions using fatigue crack growth data. **Materials Science and Engineering A**, v. 385, n. 1-2, p. 187-199, 2004.
- [46] PLOEG, H.-L.; BÜRGI, M.; WYSS, U. P. Hip stem fatigue test prediction. **International Journal of Fatigue**, v. 31, n. 5, p. 894-905, 2009.
- [47] RACK, H. J.; QAZI, J. I. Titanium alloys for biomedical applications. **Materials Science and Engineering C**, v. 26, n. 8, p. 1269-1277, 2006.
- [48] PLEKHOV, O. et al. A dimensional analysis interpretation to grain size and loading frequency dependencies of the Paris and Wöhler curves. **International Journal of Fatigue**, v. 33, n. 3, p. 477-483, 2011.
- [49] ZHANG, J.-K.; CHENG, X.-Q.; LI, Z.-N. Total fatigue life prediction for Ti-alloys airframe structure based on durability and damage-tolerant design concept. **Materials and Design**, v. 31, n. 9, p. 4329-4335, 2010.
- [50] PARIS, P.; GOMEZ, M.; ANDERSON, W. A Rational Analytic Theory of Fatigue. **The Trend in Engineering**, v. 13, p. 9-14, 1961.
- [51] JONES, R.; MOLENT, L.; PITT, S. Similitude and the Paris crack growth law. **International Journal of Fatigue**, v. 30, p. 1873-1880, 2008.
- [52] HALL, J. A. Fatigue crack initiation in alpha-beta titanium alloys. **International Journal of Fatigue**, v. 19, n. 93, p. 23-37, 1997.
- [53] MAHAJAN, Y.; MARGOLIN, H. Low Cycle Fatigue Behavior of Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo: Part I. The Role of Microstructure in Low Cycle Crack Nucleation and Early Crack Growth. **Metallurgical Transactions A**, v. 13, n. 2, p. 257-268, 1982.
- [54] LE BIAVANT, K.; POMMIER, S.; PRIOUL, C. Local texture and fatigue crack initiation in a Ti-6Al-4V titanium alloy. **Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures**, v. 25, n. 6, p. 527-545, 2002.
- [55] SINHA, V.; MILLS, M. J.; WILLIAMS, J. C. Crystallography of fracture

- facets in a near-alpha titanium alloy. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 37, n. 6, p. 2015-2026, 2006.
- [56] BRIDIER, F.; VILLECHAISE, P.; MENDEZ, J. Slip and fatigue crack formation processes in an α/β titanium alloy in relation to crystallographic texture on different scales. **Acta Materialia**, v. 56, n. 15, p. 3951-3962, 2008.
- [57] SZCZEPANSKI, C. J. et al. Microstructural Influences on Very-High-Cycle Fatigue-Crack Initiation in Ti-6246. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 39, n. 12, p. 2841-2851, 2008.
- [58] NEAL, D. F.; BLENKINSOP, P. A. Internal fatigue origins in α - β titanium alloys. **Acta Metallurgica**, v. 24, n. 1, p. 59-63, 1976.
- [59] BACHE, M. R.; EVANS, W. J.; DAVIES, H. M. Electron back scattered diffraction (EBSD) analysis of quasi-cleavage and hydrogen induced fractures under cyclic and dwell loading in titanium alloys. **Journal of Materials Science**, v. 32, n. 3, p. 3435-3442, 1997.
- [60] JHA, S. K. et al. Characterization of fatigue crack-initiation facets in relation to lifetime variability in Ti-6Al-4V. **International Journal of Fatigue**, v. 42, p. 248-257, 2012.
- [61] PILCHAK, A. L.; WILLIAMS, R. E. A.; WILLIAMS, J. C. Crystallography of Fatigue Crack Initiation and Growth in Fully Lamellar Ti-6Al-4V. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 41, n. 1, p. 106-124, 2010.
- [62] BANTOUNAS, I.; DYE, D.; LINDLEY, T. C. The role of microtexture on the faceted fracture morphology in Ti-6Al-4V subjected to high-cycle fatigue. **Acta Materialia**, v. 58, n. 11, p. 3908-3918, 2010.
- [63] RUPPEN, J. A.; EYLON, D.; MCEVILY, A. J. Subsurface Fatigue Crack Initiation of β -Annealed Ti-6Al-4V. **Metallurgical Transactions A**, v. 11, n. 6, p. 1072-1075, 1980.
- [64] PILCHAK, A. L.; WILLIAMS, J. C. Observations of Facet Formation in Near- α Titanium and Comments on the Role of Hydrogen. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 42, n. 4, p. 1000-1027, 2011.

- [65] HU, Y. M. et al. Microstructurally short fatigue crack initiation and growth in Ti-6.8Mo-4.5Fe-1.5Al. **Materials Science and Engineering A**, v. 278, n. 1-2, p. 170-180, 2000.
- [66] FOLTZ, J. W. et al. Formation of Grain Boundary α in β Ti Alloys: Its Role in Deformation and Fracture Behavior of These Alloys. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 42, n. 3, p. 645-650, 2011.
- [67] TOKAJI, K.; KARIYA, H. Mean stress dependence of fatigue strength and subsurface crack initiation in Ti-15Mo-5Zr-3Al alloy. **Materials Science and Engineering A**, v. 281, n. 1-2, p. 268-274, 2000.
- [68] TOKAJI, K.; OHYA, K.; KARIYA, H. Subsurface fatigue crack initiation in beta titanium alloys. **Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures**, v. 23, n. 9, p. 759-766, 2000.
- [69] JHA, S. K.; RAVICHANDRAN, K. S. An unusual fatigue phenomenon: duality of the S-N fatigue curve in the β -titanium alloy Ti-10V-2Fe-3Al. **Scripta Materialia**, v. 48, n. 8, p. 1207-1212, 2003.
- [70] KAR, S. K. et al. Processing-microstructure-yield strength correlation in anear β Ti alloy, Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr. **Materials Science and Engineering A**, v. 610, p. 171-180, 2014.
- [71] SHEKHAR, S. et al. Effect of solution treatment and aging on microstructure and tensile properties of high strength β titanium alloy, Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr. **Materials and Design**, v. 66B, p. 596-610, 2015.
- [72] GHOSH, A. et al. Microstructure-fracture toughness correlation in an aircraft structural component alloy Ti-5Al-5V-5Mo-3Cr. **Materials Science and Engineering A**, v. 568, p. 61-67, 2013.
- [73] SHI, X. et al. The fracture toughness and its prediction model for Ti-5Al-5Mo-5V-1Cr-1Fe titanium alloy with basket-weave microstructure. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 632, p. 748-755, 2015.
- [74] SHI, X. et al. The crack initiation behavior and the fatigue limit of Ti-5Al-5Mo-5V-1Cr-1Fe titanium alloy with basket-weave microstructure. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 631, p. 340-349, 2015.

- [75] WU, G. Q. et al. Microstructure and high cycle fatigue fracture surface of a Ti-5Al-5Mo-5V-1Cr-1Fe titanium alloy. **Materials Science and Engineering A**, p. 111-118, 2013.
- [76] BETTAIEB, M. B. et al. Micromechanics-based damage analysis of fracture in Ti5553 alloy with application to bolted sectors. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 24, n. 3, p. 1262-1278, 2015.
- [77] TAL-GUTELMACHER, E.; ELIEZER, D. Hydrogen-Assisted Degradation of Titanium Based Alloys. **Materials Transactions**, v. 45, n. 5, p. 1594-1600, 2004.
- [78] MARMY, P.; LUPPO, M. Effect of Hydrogen on the Fracture Toughness of the Titanium Alloys Ti6Al4V and Ti5Al2.5Sn Before and After Neutron Irradiation. **Plasma Devices and Operations**, v. 11, n. 2, p. 71-79, 2003.
- [79] SHIH, D. S.; ROBERTSON, I. M.; BIRNBAUM, H. K. Hydrogen embrittlement of α titanium: in situ TEM studies. **Acta Metallurgica**, v. 36, n. 1, p. 111-124, 1988.
- [80] TROIANO, A. R. The role of hydrogen and other interstitials in the mechanical behavior of metals. **Transactions ASM**, v. 52, p. 54-80, 1960.
- [81] BEACHEM, C. D. A new model for hydrogen-assisted cracking (hydrogen "embrittlement"). **Metallurgical Transactions**, v. 3, n. 2, p. 441-455, 1972.
- [82] COTTON, J. D. et al. The effect of hydrogen on the fracture toughness of Ti-5Mo-5V-5Al-3Cr. In: TMS 143rd Annual Meeting and Exhibition, 2014, San Diego. **Proceedings...** Hoboken: John Wiley & Sons, Inc., 2014. p. 73-78.
- [83] ASTM. **E466**: Standard Practice for Conducting Force Controlled Constant Amplitude Axial Fatigue Tests of Metallic Materials. West Conshohocken: ASTM International, 2007.
- [84] ASTM. **E3**: Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens. West Conshohocken: ASTM International, 2011.
- [85] ASTM. **E112**: Standard Test Methods for Determining Average Grain Size. West Conshohocken: ASTM International, 2013.

- [86] ASTM. **E384**: Standard Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials. West Conshohocken: ASTM International, 2011.
- [87] ISO. **12107**: Metallic materials - Fatigue testing - Statistical planning and analysis of data. Geneva: ISO, 2012.
- [88] DIXON, W. J.; MOOD, A. M. A Method for Obtaining and Analyzing Sensitivity Data. **Journal of the American Statistical Association**, v. 43, p. 109-126, 1948.
- [89] SUN, Z.; GUO, S.; YANG, H. Nucleation and growth mechanism of α -lamellae of Ti alloy TA15 cooling from an $\alpha+\beta$ phase field. **Acta Materialia**, v. 61, n. 6, p. 2057-2064, 2013.
- [90] OSOVSKI, S. et al. Grain boundary crack growth in metastable titanium β alloys. **Acta Materialia**, v. 82, p. 167-178, 2015.
- [91] WU, G. Q. et al. Effect of microstructure on the fatigue properties of Ti-6Al-4V titanium alloys. **Materials and Design**, v. 46, p. 668-674, 2013.