

ANÁLISE DA DEFORMAÇÃO A FRIO DE LIGAS DE Ti35Nb2Sn*

Tiago Nunes Lima¹
Thiago Figueiredo Azevedo²
Emerson de Andrade Monteiro³
Sílvio Leonardo Valença⁴
Lucas Silva Fontes⁵
Sandro Griza⁶

Resumo

As propriedades mecânicas de ligas TiNbSn são dependentes do processamento termomecânico. O refinamento dos grãos das ligas é obtido através de processos de conformação a frio, atingindo valores de redução que podem estar acima de 80%. Esta deformação a frio permite o aumento das propriedades mecânicas, mas pode reduzir conseqüentemente a ductilidade e a tenacidade das ligas. Este estudo tem como objetivo observar o efeito da laminação e forjamento a frio nas propriedades mecânicas de ligas Ti35Nb2Sn com 80% de redução. Foram realizados ensaios de tração, dureza, metalografia e microscopia das fraturas. Ambas as ligas deformadas e envelhecidas apresentam as fases β , α'' e ω em suas microestruturas, porém, com algumas mudanças microestruturais. Foi notado que a liga forjada possui maior resistência máxima a tração e dureza que a liga laminada.

Palavras-chave: TiNbSn; Propriedades mecânicas; Laminação a frio; Forjamento livre.

ANALYSIS OF COLD DEFORMATION OF Ti35Nb2Sn ALLOYS

Abstract

The mechanical properties of TiNbSn alloys are dependent on the thermomechanical processing. The grain refining of TiNbSn alloys is obtained through cold forming processes, achieving reduction values which may be above 80%. This cold deformation allows an increase in the mechanical properties but can consequently reduce the ductility and toughness of the alloys. This study aims to observe the effect of rolling and cold forging on the mechanical properties of Ti35Nb2Sn alloy with 80% reduction. Tensile and hardness tests, metallography and fracture microscopy were performed. Both deformed and aged alloys show β , α'' and ω phases in their microstructures, however, with some microstructural changes. It was noted that the forged alloy has a higher ultimate tensile strength and hardness than the rolled alloy.

Keywords: TiNbSn; Mechanical properties; Cold rolling; Forging.

¹ Graduando Engenharia de Materiais, Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Sergipe, São Cristóvão, Sergipe, Brasil.

² Professor Instituto Federal do Sertão Pernambucano, Serra talhada, Pernambuco, Brasil; Doutorando em Ciência e Engenharia de Materiais, Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Sergipe, São Cristóvão, Sergipe, Brasil.

³ Mestrando em Ciência e Engenharia de Materiais, Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Sergipe, São Cristóvão, Sergipe, Brasil.

⁴ Gerente da Petrobrás na Unidade Operacional Sergipe/Alagoas. Doutor em Engenharia de Materiais, Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Sergipe, São Cristóvão, Sergipe, Brasil.

⁵ Graduando Engenharia de Materiais, Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Sergipe, São Cristóvão, Sergipe, Brasil.

⁶ Professor Dr. em Engenharia Mecânica, Orientador, Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Sergipe, São Cristóvão, Sergipe, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

Ligas de titânio do tipo α , $\alpha+\beta$ e β , podem fornecer uma grande variedade de propriedades mecânicas, tais como resistência, ductilidade e a tenacidade, controlando a composição da liga, fração de volume de fases constituintes e microestrutura [1]. Em ligas de titânio do tipo β , o tratamento termomecânico é fundamental para a determinação das transformações de fases e das propriedades finais, cujo efeito é função dos fatores tempo, temperatura de tratamento, condições de deformação, taxa de resfriamento e composição química. Numa condição fora do equilíbrio termodinâmico algumas fases metaestáveis podem precipitar nas ligas de titânio β metaestáveis. Dentre elas a fase ω e a fase martensítica α'' , a qual também pode ser induzida por deformação [2].

A literatura dispõe de alguns estudos, onde foram avaliadas as propriedades mecânicas de ligas do tipo β TiNbSn laminadas a frio, em função da adição de nióbio e estanho. Foi observado que a adição de estanho em ligas TiNb suprime a ocorrência da fase ω , e reduz o módulo de elasticidade. Verificou-se ainda, que através de processos termomecânicos podem-se obter valores mais baixos de módulo de elasticidade, e melhores propriedades mecânicas dessas ligas. Hanada et al. [3] desenvolveram uma rota termomecânica da liga Ti33.6Nb4Sn e obtiveram a seguinte combinação de propriedades: resistência a tração de 1200 MPa e limite de fadiga de 850 MPa, além de baixo módulo de elasticidade de 40 GPa [3].

Este trabalho tem como objetivo observar o efeito do processo de conformação mecânica por laminação e forjamento a frio nas propriedades mecânicas de ligas Ti35Nb2Sn com 80% de encruamento.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

O desenvolvimento para a preparação da liga Ti35Nb2Sn foi realizado através da fusão dos elementos em forno a arco voltaico, com base na rota de processo a seguir:

2.1 Preparação e Obtenção da Liga

Para preparação da liga, inicialmente uma seleção das matérias-primas foi feita. O Titânio, Estanho e Nióbio, em pequenos fragmentos foram classificados para melhor distribuição no cadinho de cobre do forno de fusão. O grau de pureza do Ti, Sn e Nb é de 99,9%.

A próxima etapa foi realizar a obtenção das ligas através de fusão dos elementos. O forno utilizado foi o *Analógica Instrumental e Controle modelo AN9270*, composto de um cadinho de cobre no interior de uma câmara de aço inoxidável austenítico de parede dupla para refrigeração com água e uma abertura em forma de janela que permite a visualização do lingote durante o processo. Para ignição do arco o forno dispõe de um eletrodo não consumível de tungstênio, submetido a uma atmosfera de argônio puro (99,99%).

Para uma melhor homogeneização das ligas, foram preparados lingotes de 70g cada, pesados em balança analítica, seguindo o critério em massa das composições dos elementos, sendo Ti = 44,1g, Nb = 24,5 e Sn = 1,4g.

Estes lingotes foram homogeneizados em fusão a arco voltaico por seis vezes até a completa mistura dos elementos selecionados. Seis lingotes com 70g foram fundidos e encaminhados para tratamento térmico de homogeneização e solubilização.

2.2 Tratamentos Térmico de Homogeneização e Solubilização

O objetivo do tratamento térmico realizado nos lingotes foi eliminar as heterogeneidades resultantes do processo de solidificação da liga fundida.

A homogeneização dos lingotes se deu em uma temperatura de 1000 °C durante 4 horas resfriado ao forno. A solubilização dos lingotes foi realizada após a homogeneização a 850 °C durante 15 minutos, seguido de têmpera em gelo a 0 °C, na tentativa de manter a fase β . O forno utilizado para este processo foi o JUNG modelo 7013 tipo Mufla.

O processo de deformação mecânica, com o objetivo de observar as diferenças entre os processos mecânicos causados pela deformação a frio, foi realizado de duas maneiras:

- a) Laminação a frio. Este procedimento de laminação foi realizado em duas etapas. Primeiramente foi aplicada uma laminação a quente a 850 °C para uniformizar a espessura da chapa retangular de 14 mm para 10 mm, seguida de um tratamento térmico de solubilização resfriando em gelo a 0 °C, com o objetivo novamente de manter a fase β . Em seguida, foi realizada uma laminação a frio com redução verdadeira de 80%, com passes de 8, 6 e finalmente 4,5 mm de espessura, com o objetivo de refino de grão.
- b) Forjamento livre. O processo de deformação mecânica a frio foi condicionado a uma conformação de forjamento livre por esboçamento dos lingotes aplicando 140 toneladas que resultaram em 80% de redução da espessura. Foram utilizadas duas matrizes planas de aço de alta dureza e os lingotes foram envolvidos com uma espessa camada de teflon para reduzir o atrito e favorecer a deformação homogênea.

2.3 Análise por Difratomia de Raios-X

A determinação das fases presentes foi feita através da análise por difração de raios-X. Foi utilizado um difratômetro da Shimadzu modelo XRD-6000. Foram atribuídos os seguintes parâmetros: tensão de 40kV, corrente de 30mA e uma varredura angular no intervalo entre $30^\circ \leq 2\theta \leq 90^\circ$, com alvo de Cu-K α ($\lambda = 1,54 \text{ \AA}$). A identificação das fases foi feita com base nos dados do JCPDS (*Joint Committee of Powder Diffraction Standards*).

2.4 Análise por Microscopia Óptica (MO)

A análise metalográfica foi realizada de acordo com o procedimento descrito pela ASM Handbook Metals Vol.9 [4]. As amostras foram selecionadas na direção longitudinal de trabalho a frio e no plano da espessura das chapas. As amostras foram cortadas em disco abrasivo refrigerado e embutidas em resinas a quente de baquelite, lixadas com lixas de SiC de grana 120 até 1500 Mesh. O polimento foi feito em politriz Arotec modelo Aropol-V2 utilizando pasta de diamante abrasiva nas granulometrias de 6 μm a 1 μm , com lubrificação em álcool etílico. Para revelação da microestrutura, o ataque químico realizado foi o Kroll (6 mL de HNO₃, 3 mL de HF e 91 mL de H₂O). Para análise microestrutural das amostras e aquisição das imagens foi utilizado microscópio óptico modelo Leica DM 2500 M.

2.5 Ensaios Mecânicos

Através dos ensaios de tração é possível obter as propriedades mecânicas de limite de escoamento, limite de resistência à tração, alongamento percentual e redução de área. As dimensões do corpo de prova foram 40 mm de comprimento, raio de concordância de 12,5 mm, seção útil de 4 mm por 4 mm e base de medida de 8 mm (Figura 1). Foram usinados 5 corpos de provas no sentido longitudinal à laminação e 5 corpos de prova no sentido perpendicular ao eixo de aplicação do forjamento. Para a realização dos ensaios mecânicos utilizou-se um equipamento INSTRON 3367, com célula de carga de 30 kN, à temperatura ambiente e seguindo o descrito na norma ASTM E8/E8M [5]. A velocidade de deslocamento foi de 1 mm/min.

Para a obtenção do módulo de elasticidade foram colocados extensômetros de resistência elétrica “Strain Gages” nos corpos-de-prova de tração na direção axial. Na etapa de colagem dos strain gages, as seções úteis dos corpos-de-prova foram lixadas até 600 Mesh. O procedimento de ensaio consistiu em aplicar carga equivalente a 100 MPa e adquirir a deformação resultante em um aquisitor de dados LINX - modelo ADS 2000. Utilizou-se $\frac{1}{4}$ de ponte, 120 Ω e 60Hz como parâmetros para aquisição. O módulo então foi adquirido através da relação entre a tensão de 100 MPa e a deformação medida. O valor de 100 MPa foi selecionado porque encontra-se abaixo do escoamento da liga.

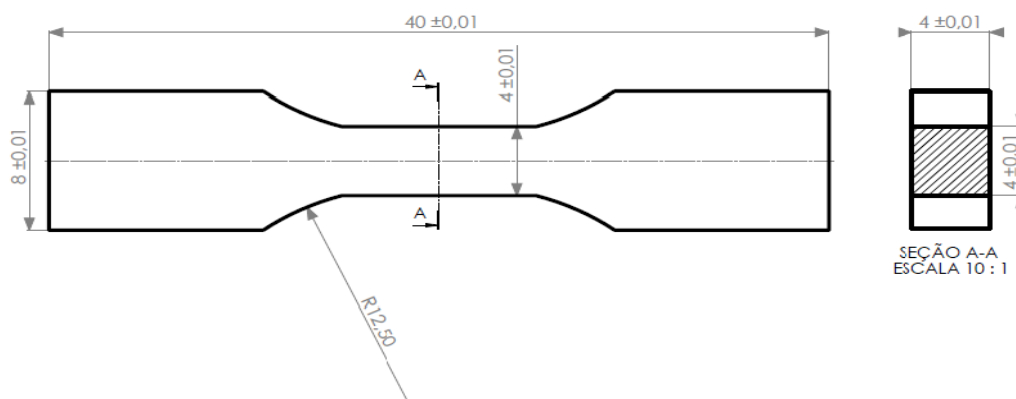


Figura 1. Dimensões do corpo de prova de tração.

2.6 Análise da Superfície de Fratura

As análises dos micromecanismos de fratura encontradas nas superfícies de fraturas dos corpos de prova de tração ensaiados foram realizadas em microscópio eletrônico de varredura da JEOL modelo JCM-5700 Carry Scope e a análise macroscópica de fratura foi feita em lupa Zeiss Stemi 2000-C.

2.7 Ensaios de Microdureza Vickers

Os ensaios de microdureza Vickers foram realizados nas amostras previamente preparadas para metalografia. Os ensaios foram feitos conforme os procedimentos da norma ASTM E92 [6]. Na determinação da microdureza Vickers foram realizados 5 indentações com 1000g de carga durante 15 segundos e tirada a média e desvio padrão. Os ensaios foram realizados em duas amostras de cada condição de processo. O equipamento utilizado para medição da dureza foi o Microdurômetro Vickers Tester FM-800.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Caracterização Microestrutural

As Figuras 2 e 3 mostram as caracterizações microestruturais das ligas Ti35Nb2Sn laminada e forjada, respectivamente. A análise de DRX revela a presença das fases β , α'' e ω para ambas as ligas. Estas mesmas fases foram encontradas também no estudo de Cremasco [7], que analisou a mesma liga laminada a frio. A análise metalográfica mostra uma mudança na microestrutura em função do tipo de conformação da liga (laminada e forjada). A liga laminada apresenta o aspecto de uma liga severamente deformada, com a presença de grãos alongados, bandas de deformação e agulhas da fase α'' distribuídas e alongadas. A liga forjada apresentou grãos beta mais equiaxiais, menos direcionados, além de agulhas α'' distribuídas nos grãos beta. Apesar de ambas terem sofrido o mesmo nível de redução, a laminação provocou deformação mais direcionada. No forjamento livre de esboçamento o fluxo do material ocorre tanto no sentido da compressão quanto no sentido perpendicular, o que resulta em menor direcionamento da microestrutura. A fase ω identificada nos difratogramas não é vista nas metalografias pois esta fase é reconhecidamente muito fina para ser resolvida em microscopia ótica.

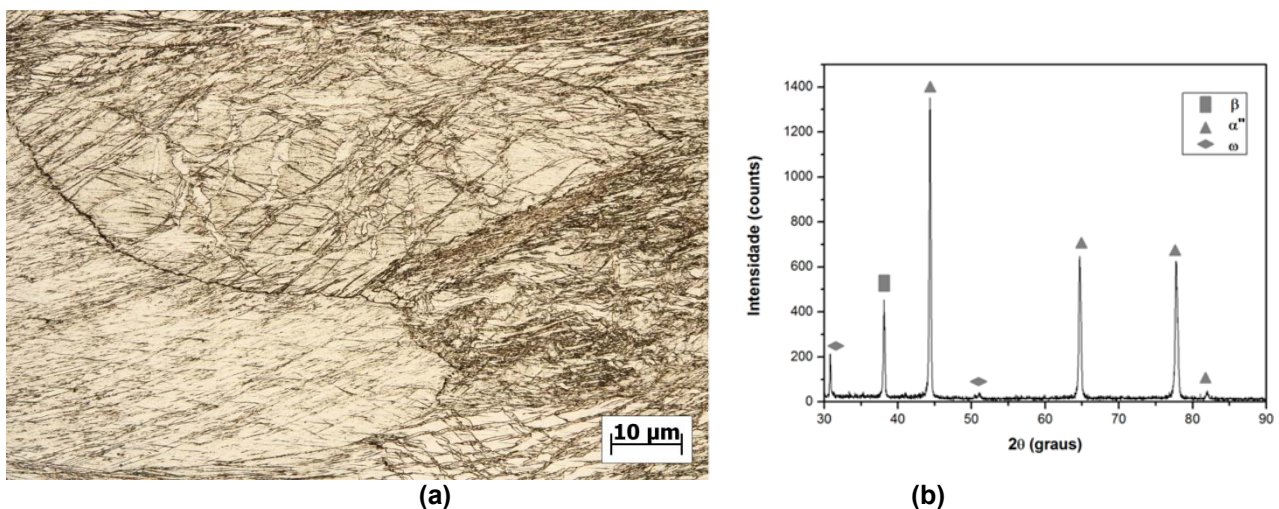


Figura 2. Micrografia (a) e difratograma de raios-X (b) da liga Ti35Nb2Sn laminada.

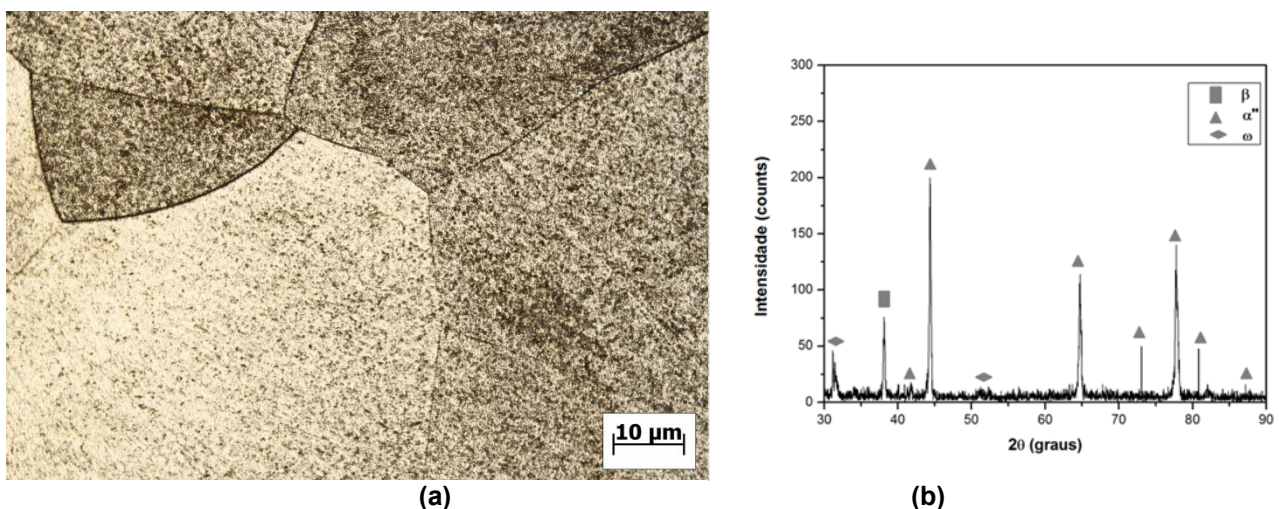


Figura 3. Micrografia (a) e difratograma de raios-X (b) da liga Ti35Nb2Sn forjada.

3.2 Ensaios Mecânicos

As propriedades mecânicas obtidas através do ensaio de tração na liga Ti35Nb2Sn foram o Módulo de Elasticidade (E), alongamento percentual (%Al), redução percentual da área (%Ra), coeficiente de encruamento (n), limite de resistência à tração ($\sigma_{\text{máx}}$), limite de escoamento (σ_{y1} e σ_{y2}) ambos determinados através da ASTM E8 pelo método offset (0,5%), Tabela 1. Para estas ligas é observado duplo limite de escoamento, o primeiro limite de escoamento (σ_{y1}) está correlacionado à transformação martensítica induzida por deformação e o segundo limite de escoamento (σ_{y2}) está associado ao início do movimento das discordâncias [8]. O método offset para σ_{y1} foi realizado traçando uma reta paralela a curva de tração e defasada em 0,5% da deformação total até a fratura, obtendo o primeiro valor da tensão de escoamento. Para σ_{y2} partiu-se do mesmo princípio, só que tomando como origem o primeiro limite de escoamento [8]. O coeficiente de encruamento foi obtido selecionando a porção da curva entre a segunda tensão de escoamento e a tensão máxima. Então esta parte da curva foi transformada em curva dos logaritmos de tensão pela deformação verdadeira. A inclinação da curva é o coeficiente de encruamento. As figuras 4 e 5 apresentam os resultados das curvas de tração das ligas Ti3Nb2Sn forjada e laminada, respectivamente.

Tabela 1. Resultados dos ensaios mecânicos.

Liga	Al (%)		RA (%)		E (GPa)		Dureza (HV)	
	Média	D.P.	Média	D.P.	Média	D.P.	Média	D.P.
F	15,41	1,30	10,38	3,07	38,30	3,72	291,00	9,08
L	13,75	2,96	26,23	4,67	43,80	2,97	231,60	9,45

Liga	σ_1 (MPa)		σ_2 (MPa)		$\sigma_{\text{máx}}$ (MPa)		N	
	Média	D.P.	Média	D.P.	Média	D.P.	Média	D.P.
F	129,50	53,26	183,34	33,80	712,37	0,60	0,67	0,04
L	162,84	22,47	256,00	50,08	678,08	10,44	0,60	0,05

F = Forjado; E = Laminado; D. P. = Desvio Padrão

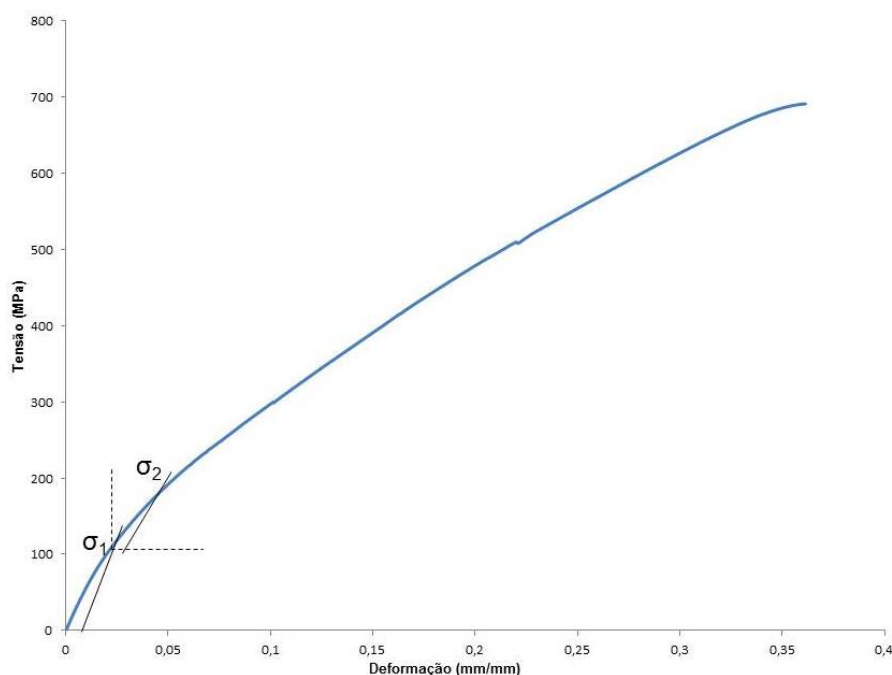


Figura 4. Curva de Tração da liga Ti35Nb2Sn forjada.

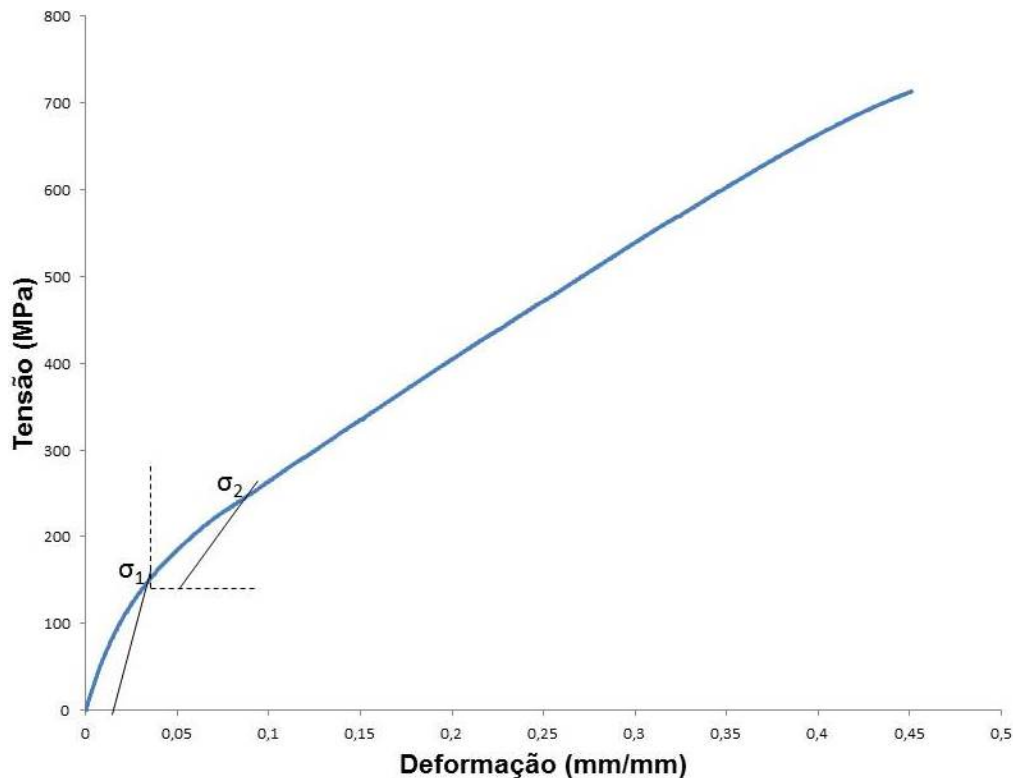


Figura 5. Curva de Tração da liga Ti35Nb2Sn laminada.

A liga forjada apresentou maior redução de área percentual em comparação com a liga laminada. De forma coerente, o coeficiente de encruamento da liga forjada foi menor. A liga forjada também apresentou maior dureza e maior resistência à tração.

3.3 Ensaios de Microdureza Vickers

Os resultados de microdureza Vickers nas ligas de Ti35Nb2Sn deformadas a frio por laminação e por forjamento livre estão apresentados na tabela 1. Foi possível perceber através dos ensaios de microdureza obtidos na tabela um aumento significativo da dureza da liga conformada por forjamento livre do que em relação à laminação. Isso se deve ao fato do processo de laminação provocar um alongamento nos grãos e texturização no sentido de laminação. A dureza medida no plano longitudinal a deformação pode apresentar, portanto, valor inferior no material mais texturizado [8].

3.4 Análise da Superfície de Fratura

As análises realizadas nas superfícies de fratura dos corpos-de-prova após os ensaios de tração possibilitaram observar o mecanismo de fratura predominante nos dois casos. Nas figuras 6(a) e 7(a), estão representadas as superfícies de fratura macroscópica das ligas laminadas e forjadas, respectivamente. Foi observada a formação de coalescimento de microcavidades na zona fibrosa de fratura nos dois casos.

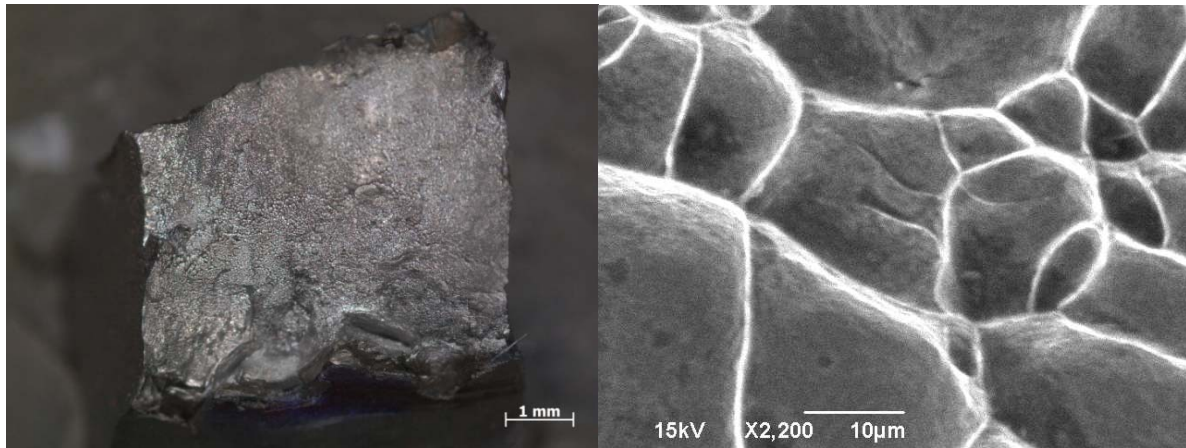


Figura 6. Imagem da Lupa (a) e do MEV (b) da liga Ti35Nb2Sn laminada.

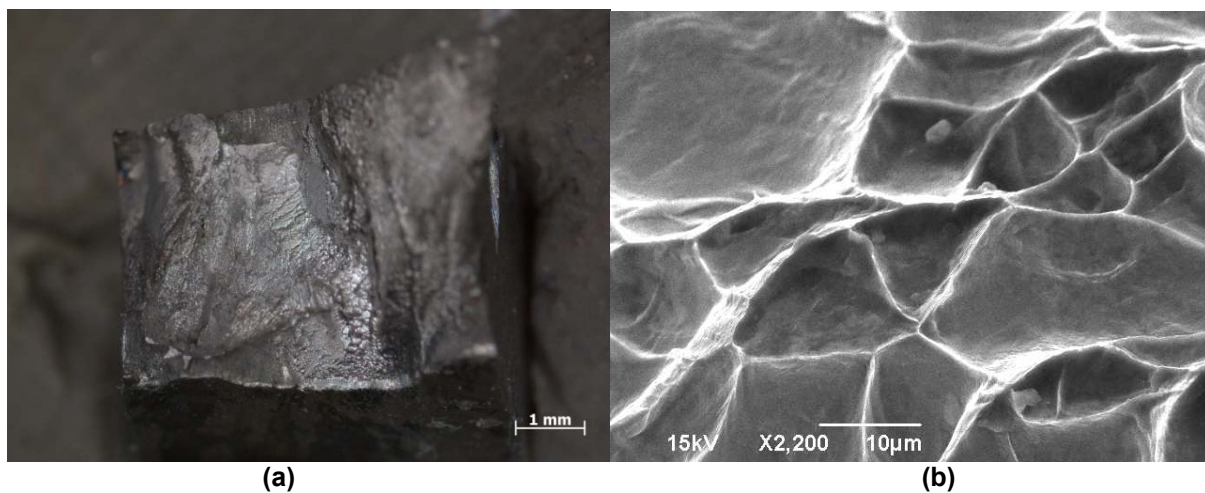


Figura 7. Imagem da Lupa (a) e do MEV (b) da liga Ti35Nb2Sn forjada.

4. CONCLUSÃO

Este estudo teve como objetivo observar o efeito do tipo de conformação mecânica nas propriedades mecânicas da liga Ti35Nb2Sn. A laminação a frio e o forjamento livre por esboçamento foram aplicados, ambos provocando 80 % de redução. A conformação mecânica por forjamento proporcionou aumento da resistência máxima e dureza, além de menor coeficiente de encruamento e maior estrição.

Agradecimentos

Os autores deste trabalho agradecem as agências de financiamento CAPES, CNPq, FINEP e FAPITEC e a CBMM pelo fornecimento do Nióbio.

REFERÊNCIAS

- 1 Tomomichi Ozaki, Hiroaki Matsumoto, Sadao Watanabe and Shuji Hanada - *Beta Ti Alloys with Low Young's Modulus* - Institute for Materials Research, Tohoku University, Sendai 980-8577, Japan – Julho 2004.
- 2 Afonso, C.R.M. Influence of cooling rate on microstructure of Ti-Nb alloy for orthopedic implants. *Materials Science Engineering, C*, v.27, p. 908-913, 2007.

- 3 Hanada, S.. Mechanical compatibility of titanium implants in hard tissues. International Congress Series, v.1284, p. 239-247, 2005.
- 4 ASM Handbook Metals vol. 9, Metallography and Microstructures, ASM International, 10th Edition Metals Handbook, published in 1991.
- 5 ASTM E 8M: American Society for Testing Materials. Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials , 2001.
- 6 ASTM E92: American Society for Testing Materials, Philadelphia. E92; Standard Test Method for Vickers Hardness of Metallic Materials, 2003.
- 7 Alessandra Cremasco. Deformação plástica a frio, transformações de fases e propriedades mecânicas de ligas Ti-Nb-Sn para uso biomédico. Tese de doutorado apresentado à Faculdade de Engenharia Mecânica da Universidade Estadual de Campinas, para obtenção do título de Doutora em Engenharia Mecânica na área de Materiais e Processos de Fabricação. Campinas, 20 de Julho de 2012.
- 8 Griza S., de Souza Sá D. H. G., Batista W.W., de Blas J. C. G., Pereira L., C., Microstructure and mechanical properties of hot rolled TiNbSn alloys - Materials and Design V.56 pp. 200–208, 2014;