

PROPRIEDADES MECÂNICAS DAS LIGAS Ti42Nb2Sn*

Tiago Nunes Lima¹
Emerson de Andrade Monteiro²
Thiago Figueiredo Azevedo³
Juan Garcia de Blas⁴
Luiz Carlos Pereira⁵
Sandro Griza⁶

Resumo

As ligas titânio beta têm sido desenvolvidas devido as suas excelentes combinações de boas propriedades mecânicas e alta resistência a ambientes corrosivos. Novas ligas de titânio ao nióbio estão em desenvolvimento e apresentam grande potencial de aplicação em diversas áreas da engenharia. O presente estudo tem como objetivo verificar propriedades mecânicas da liga Ti42Nb2Sn na condição deformada e também envelhecida. Um lote de amostras foi laminado a frio com 80% de encruamento e outro lote foi laminado e envelhecido na temperatura de 400 °C durante 48 horas. Foram realizados ensaios de tração, medidas de dureza, metalografia e microscopia das superfícies de fratura. Foi possível observar baixo valor de módulo de elasticidade e alta ductilidade para a amostra deformada e alta dureza e módulo de elasticidade para a amostra envelhecida.

Palavras-chave: TiNbSn, Propriedades Mecânicas, Laminação a frio, Tratamento térmico.

MECHANICAL PROPERTIES OF Ti42Nb2Sn ALLOYS

Abstract

The beta titanium alloys have been developed due to their excellent combination of good mechanical properties and high resistance to corrosive environments. New titanium and niobium alloys are under development and present great potential for applications in several areas of engineering. The present study aims to determine mechanical properties of Ti42Nb2Sn alloy in the deformed and also aged condition. A batch of samples were cold rolled with 80% of work hardening and the other batch were rolled and aged at 400 °C for 48 hours. Tensile tests, hardness measurements, metallography and microscopy of fracture surfaces were performed. It was observed low Young's modulus and high ductility for the deformed sample and high hardness and Young's modulus for the aged sample.

Keywords: TiNbSn, Mechanical properties, Cold rolling, heat treatment.

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

² Mestrando em Ciência e Engenharia de Materiais, Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Sergipe, São Cristóvão, Sergipe, Brasil.

³ 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.

⁴ Professor Dr. em Metalurgia, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, Brasil.

⁵ Professor Dr. em Metalurgia, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, Brasil.

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

1 INTRODUÇÃO

Novas ligas de titânio vêm sendo desenvolvidas para uso como biomaterial. A liga TiNbSn é uma delas. As pesquisas têm demonstrado que a combinação de propriedades da liga TiNbSn a torna um material de elevada potencialidade em outras aplicações como em estruturas e componentes automobilísticos e aeronáuticos. Ligas de titânio são amplamente usadas no campo aeronáutico e aeroespacial, e apesar de apresentarem custo elevado em relação às outras ligas leves, possuem certas relações de propriedades que são muito interessantes para aplicações estruturais nobres. Além disso, sendo o Brasil detentor de grandes reservas de nióbio, estudos que promovam a aplicação deste metal devem ser incentivados. 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 [1].

Matsumoto et al, investigaram o comportamento da liga Ti-35Nb-4Sn submetida à laminação a frio e subsequente tratamento térmico de solubilização e resfriamento rápido a zero graus. Os resultados mostraram que as amostras laminadas a frio e tratadas termicamente exibiram um tamanho de grão refinado devido à transformação da fase α'' para a fase β e α finamente dispersa. Foram obtidas ligas com módulo da ordem de 52 GPa e observaram ainda, que a resistência mecânica da liga aumentou com o aumento da redução a frio [2].

O objetivo do estudo é avaliar as propriedades mecânicas das ligas Ti42Nb2Sn, em relação a rotas diferentes de fabricação, buscando obter material de elevada resistência mecânica, boa ductilidade, reduzido módulo de elasticidade, dentre outras propriedades atraentes para o uso da liga em setores que demandam alta confiabilidade dos materiais, tais como médico-hospitalar, odontologia, aeronáutica, energia.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

O desenvolvimento para a preparação da liga Ti42Nb2Sn foi realizado através da fusão dos elementos em forno a arco voltaico, como base na rota de processo a seguir:

2.1 Preparação e Obtenção das Ligas

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

A próxima etapa foi realizada 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 e dentro dele uma câmara de parede dupla para refrigeração com água feita de aço inoxidável austenítico 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 em uma atmosfera de argônio puro (99,99%).

Para uma melhor homogeneização das ligas, foram preparados 6 lingotes de 70 g cada, pesados em balança analítica, seguindo o critério em massa das composições dos elementos de cada tipo de liga, sendo Ti = 39,2g, Nb = 29,4 e Sn = 1,4g. Estes lingotes são homogeneizados em fusão a arco voltaico por seis vezes até a completa mistura dos elementos selecionados. De posse de seis lingotes com 70 g segue 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 das ligas fabricadas.

A homogeneização dos lingotes se deu em uma temperatura de 1000°C durante 4 horas e resfriamento no forno. A solubilização dos lingotes foi realizada a 850°C durante 15 minutos, seguido de um choque térmico em gelo a 0°C, garantindo a presença de fase β . O forno utilizado para este processo foi o JUNG modelo 7013 tipo Mufla.

O processo de deformação mecânica foi realizado em duas etapas. Primeiramente uma laminação a quente a 850°C para uniformizar a espessura da chapa em 10 mm, seguida de um tratamento térmico de solubilização e resfriamento em gelo a 0°C, com o objetivo de garantir a presença de fase β .

Na outra etapa, foi realizada uma laminação a frio com um grau de redução de 80%, chegando aos 4,5 mm de espessura, com o objetivo de refino de grão e o aumento da tenacidade da fase β . A explicação disso é que a microestrutura com grão mais finos possuem mais contornos de grão. Assim, para que a trinca ultrapasse os contornos é necessária mais energia e isso determina maior tenacidade.

Em seguida, metade do material laminado foi submetida a um processo de envelhecimento. Este processo foi condicionado no mesmo forno tipo Mufla utilizado anteriormente em 400°C durante 48 horas, com o objetivo de precipitação de novas fases.

2.3 Caracterização Microestrutural

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

A análise metalográfica foi realizada de acordo com o procedimento descrito pela ASM Handbook Metals Vol.9 [3]. Para preparação, as amostras foram selecionadas, cortadas na cortadeira de disco e embutidas em resinas a quente de baquelite, em seguida, foram lixadas com lixas de SiC de grana 120, 220, 320, 400, 600, 800, 1200 e 1500, nesta ordem. Desse modo, o polimento mecânico se deu em uma politriz da Arotec modelo Aropol-V2 em panos da Bühler com pasta de diamante abrasiva nas granulometrias de 6 μm , 3 μm e 1 μm nesta ordem, com lubrificação em álcool etílico. Para revelação da microestrutura, o ataque químico realizado foi empregado o Kroll (de 6 mL de HNO₃, 3 mL de HF e 91 mL de H₂O). Em seguida, para análise microestrutural das amostras e aquisição das imagens em um microscópio óptico modelo Leica DM 2500 M.

2.4 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, seção útil de 4 mm x 4 mm, base de medida de 8 mm, raio de concordância de 12,5 mm (Figura 1). Foram usinados 5 corpos de provas para os ensaios de tração em cada condição (laminado e laminado seguido de envelhecimento). Os ensaios mecânicos foram realizados utilizando-se um equipamento INSTRON 3367, com célula de carga de 30 kN, à temperatura ambiente e seguindo a norma ASTM E8/E8M [4]. A velocidade de deslocamento foi de 1 mm/min.

O módulo de elasticidade foi medido através de aplicação de carga de tração abaixo da tensão de escoamento do material e medição de deformação localizada através de técnica de extensometria por resistência elétrica (*strain gauge*). Um *strain gauge* axial 0,2mm (Kyowa KFG02120C111) foi colado em cada corpo de prova. O procedimento padrão de colagem foi utilizado. Os corpos de prova foram então individualmente submetidos a uma carga de tração no regime elástico, correspondente a uma tensão de 100 MPa. A leitura da deformação a 100 MPa permite obter o módulo de elasticidade pela relação entre tensão e deformação. Para cada condição foram utilizadas três amostras para aferição do módulo de elasticidade.

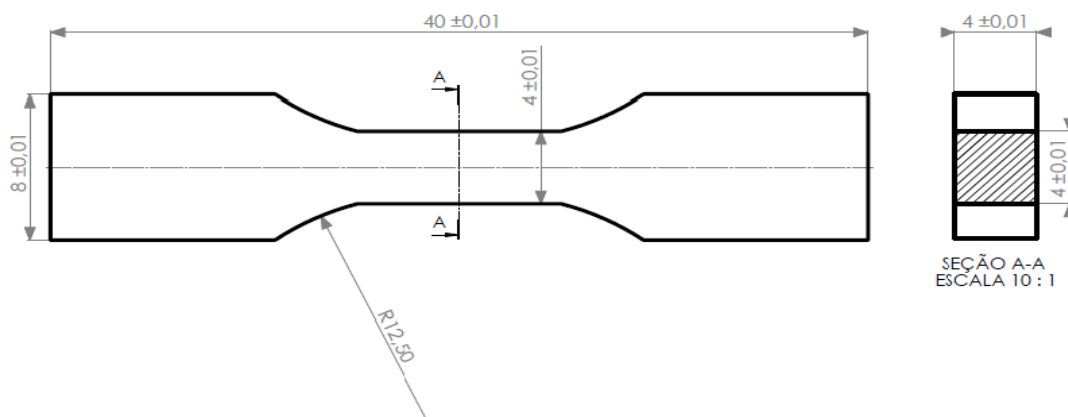


Figura 1. Dimensões do corpo de prova de tração.

2.5 Análises das Superfícies de Fratura

As análises macro e micro das superfícies de fratura dos corpos de prova de tração ensaiados foram realizados em uma lupa Zeiss Stemi 2000-C e em um microscópio eletrônica de varredura da JEOL modelo JCM-5700 *Carry Scope*, respectivamente.

2.6 Ensaios de Microdureza Vickers

Os ensaios de microdureza Vickers foram realizados em amostras previamente embutidas, lixadas e polidas conforme os procedimentos que regem pela norma ASTM E92 [5]. Na determinação da microdureza Vickers foram feitos 5 indentações de forma aleatória com 1000 gf de carga durante 15 segundos e tirado a média e desvio padrão das indentações. O equipamento utilizado para medição da dureza foi o Microdurômetro Vickers Tester FM-800.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Caracterização Microestrutural

As caracterizações microestruturais respectivas das ligas Ti42Nb2Sn laminadas e envelhecidas podem ser observadas nas figuras 2 e 3. A análise de difração mostrou a presença das fases β , α'' e ω , sendo esta última através de picos de pequena intensidade. Não foi verificada grande diferença microestrutural entre a liga bruta de laminação e a liga após envelhecimento. Na micrografia da figura 2a, podemos observar grãos alongados no sentido da laminação, devido à severidade do encruamento a frio.

O efeito do Nb na liga ao Ti é de estabilizar a fase beta. Diversos estudos anteriores mostram que o Nb em teores de 35% já permite estabilizar a fase beta a depender do processo termomecânico. O histórico microestrutural esperado para essa liga é a formação preponderante de alfa e beta após a solidificação e resfriamento lento após homogeneização, retenção preponderante de beta devido ao resfriamento rápido da solubilização e a formação de fases metaestáveis tais como α'' e ω durante a deformação a frio. Eventualmente as fases metaestáveis também podem ocorrer na solubilização. Os resultados do estudo mostram que as fases α'' e ω foram observadas na liga após a laminação e foram mantidas no envelhecimento. No estudo feito por Patrícia et al. [8], observou que a baixa intensidade dos picos na liga Ti35Nb2,5Sn está associada com a presença do Sn, que é um elemento estabilizador da fase beta.

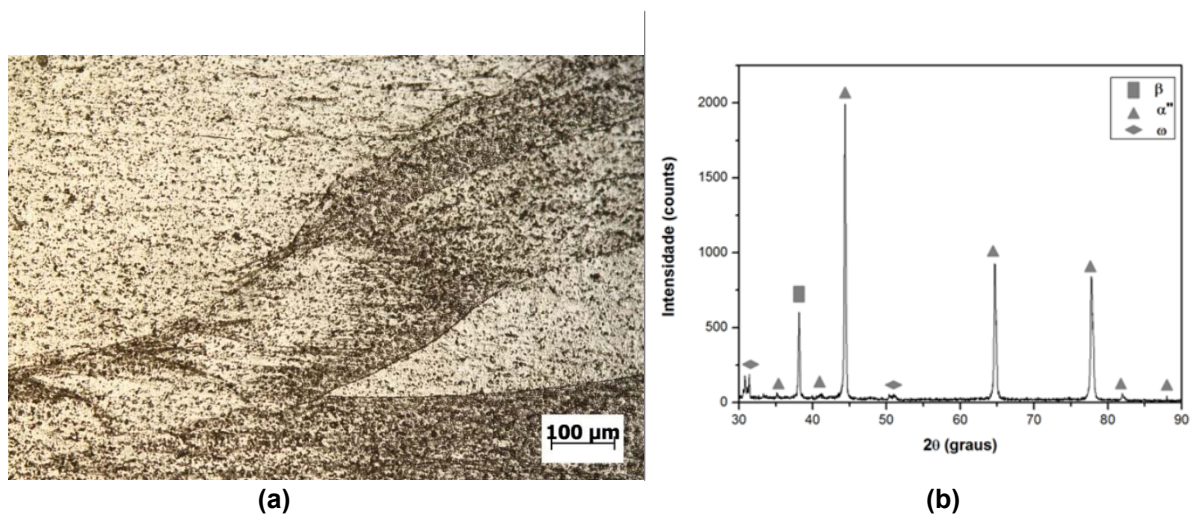


Figura 2. Micrografia (a) e difratograma de raios-X (b) da liga Ti42Nb2Sn laminada.

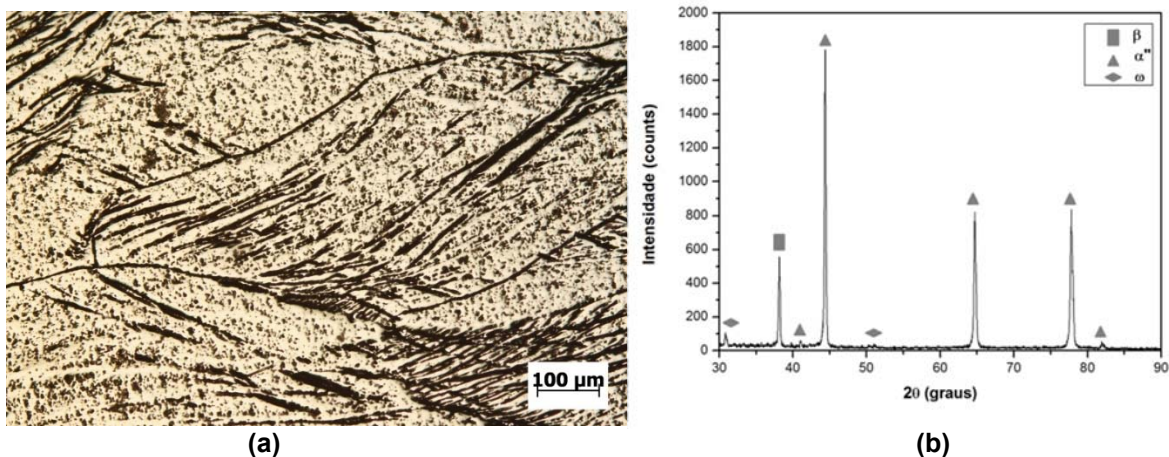


Figura 3. Micrografia (a) e difratograma de raios-X (b) da liga Ti42Nb2Sn envelhecida.

3.2 Ensaio Mecânicos

As propriedades mecânicas obtidas através do ensaio de tração na liga Ti42Nb2Sn foram o Módulo de Elasticidade (E), alongamento percentual (%Al), redução percentual da área (%Ra), expoente de encruamento (n), limite de resistência à tração ($\sigma_{m\acute{a}x}$), limite de escoamento (σ_{y1} e σ_{y2}) ambos determinados através da ASTM E8 pelo método offset (0,5%). A liga Ti42Nb2Sn laminada apresentou uma ductilidade três vezes maior do que a liga Ti42Nb2Sn envelhecida. Entretanto, para a liga envelhecida, podemos observar um valor superior da resistência à tração bem como da dureza. Embora a análise por difração de raios X não mostrou grande diferença na formação de fases entre as duas condições de processamento, acredita-se que o envelhecimento tenha formado finos precipitados coerentes de fase ω a partir da fase metaestável α'' . A pequena fração volumétrica de ω formada não é suficiente para ser percebida na difração. No entanto, finos precipitados dispersos podem provocar endurecimento da matriz devido à barreira ao movimento das discordâncias. Também chama a atenção o módulo de elasticidade de 54 GPa da liga laminada. A laminação a frio com redução de 80 % provoca a texturização da liga e permite reduzir o módulo. Isto é uma característica importante para tais ligas de TiNb, pois é possível manipular o módulo de elasticidade através de procedimentos relativamente simples como deformação e tratamento térmico. Mesmo após a laminação, têmpera e porcentagem de Sn presente na liga, não foi possível a supressão por completo da fase ω , o que influenciou nos valores do módulo de elasticidade. Outro resultado importante é o expoente de encruamento. Este expoente foi obtido através da conversão da porção da curva tensão x deformação desde a última tensão de escoamento até a tensão máxima para a escala logarítmica e posteriormente foi obtida a inclinação da reta. O alto expoente de encruamento verificado nas duas condições é comum para essas ligas beta e aparentemente independe da rota de fabricação. Griza et al. verificaram altos valores de expoente de encruamento para ligas TiNbSn laminadas a quente, esta propriedade é importante para materiais utilizados para estampagem por estiramento ou repuxo [7].

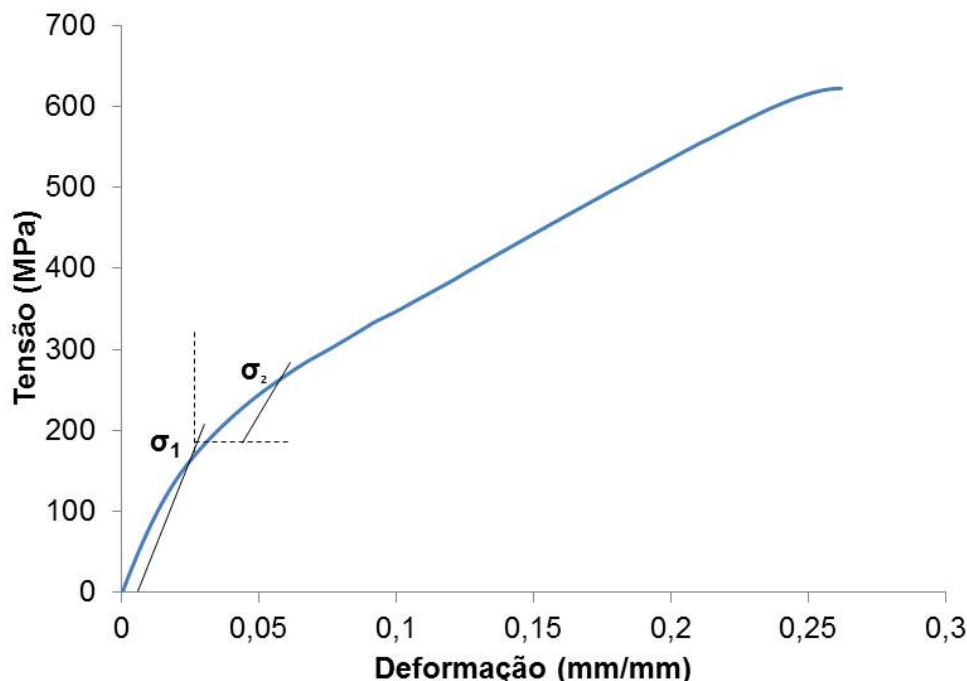
Tabela 1. Resultados dos ensaios mecânicos.

Liga	Al (%)		RA (%)		E (GPa)		Dureza (HV)	
	Média	D.P.	Média	D.P.	Média	D.P.	Média	D.P.
L	26,50	2,21	32,74	15,45	53,60	2,42	209,40	4,39
E	7,50	2,29	2,02	1,18	69,30	5,14	304,80	12,17

Liga	σ_1 (MPa)		σ_2 (MPa)		$\sigma_{\text{máx}}$ (MPa)		n	
	Média	D.P.	Média	D.P.	Média	D.P.	Média	D.P.
L	165,02	16,48	250,00	30,20	589,34	38,37	0,56	0,03
E	148,68	32,80	229,00	48,65	742,44	33,97	0,65	0,06

L = Laminado; E = Envelhecido; D. P. = Desvio Padrão

Através das figuras 4 e 5, podemos observar o comportamento das curvas de tração das ligas Ti42Nb forjada e envelhecida. Como foi protocolada na Tabela 1, a liga forjada apresentou-se mais dúctil em comparação a liga envelhecida, consequentemente, a liga envelhecida apresentou maior resistência mecânica e dureza. Entretanto, podemos visualizar as tensões (σ_{y1} e σ_{y2}) obtidas pelo método offset (0,5%). O presente método consiste basicamente em plotar uma reta paralela a 0,5% da curva de tração, encontrando o valor coincidente entre a reta plotada e a curva de tração, consequentemente, aferir-se o valor de σ_{y1} . Para o valor de σ_{y2} segue o mesmo princípio, só que agora tomando como ponto de origem o primeiro limite de escoamento.

**Figura 4.** Curva de tração da liga Ti42Nb2Sn laminada.

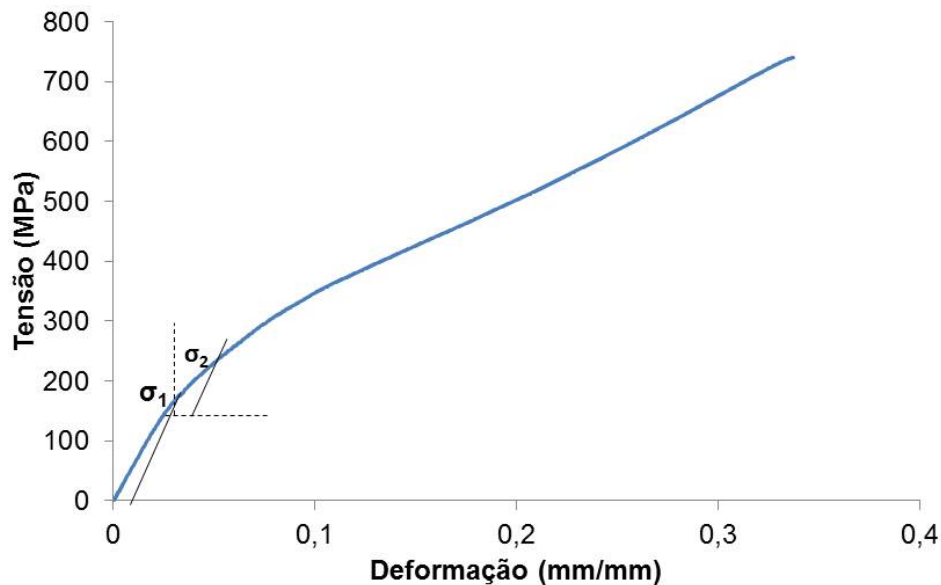


Figura 5. Curva de tração da liga Ti42Nb2Sn envelhecida.

3.3 Ensaios de Microdureza Vickers

Os ensaios de microdureza Vickers estão representados na Tabela 1, onde podemos conferir o maior valor de dureza da amostra envelhecida, em comparação com a amostra laminada, devido à precipitação de partículas de segunda fase, que funcionam como obstáculos ao movimento das discordâncias, conseqüentemente, aumento da resistência e dureza. Neste caso, quanto maior for à quantidade de precipitados, maior será sua dureza [6].

3.4 Análises das Superfícies de Fratura

A fratura da liga bruta de laminação apresentou maior ductilidade, como pode ser observado na Figura 6 e na Tabela 1. Esta liga apresentou maior estricção. A análise em MEV mostra a predominância de coalescimento de microcavidades como micromecanismo de fratura da região fibrosa de fratura. A liga envelhecida apresentou menor ductilidade. Com efeito, coalescimento de microcavidades mais rasos foram percebidos nesta liga envelhecida (Figura 7).

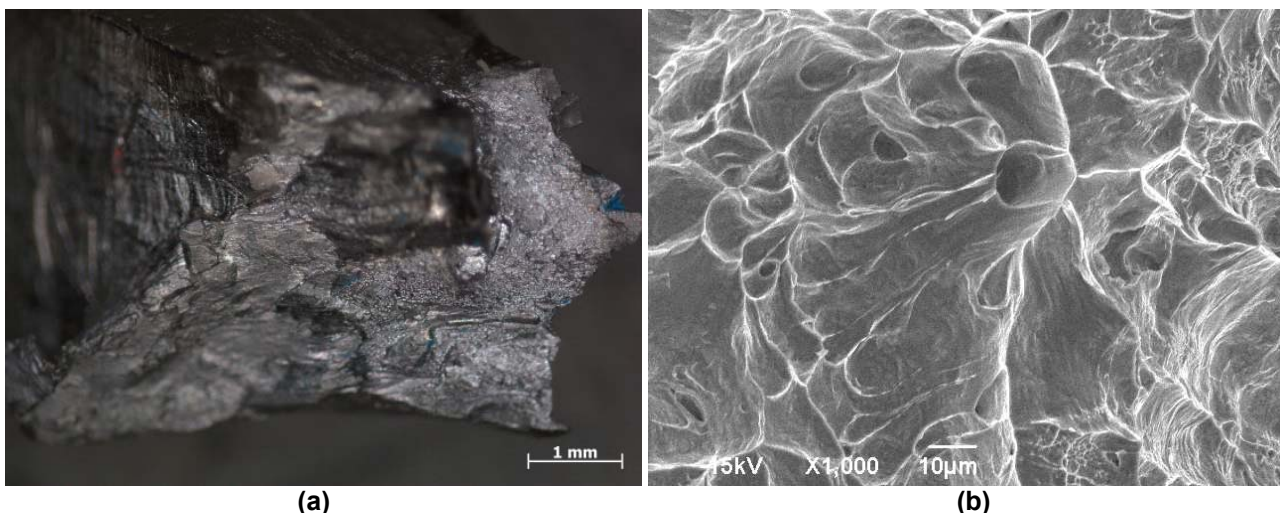


Figura 6. Fractografia da lupa (a) e do MEV (b) da liga Ti42Nb2Sn laminada.

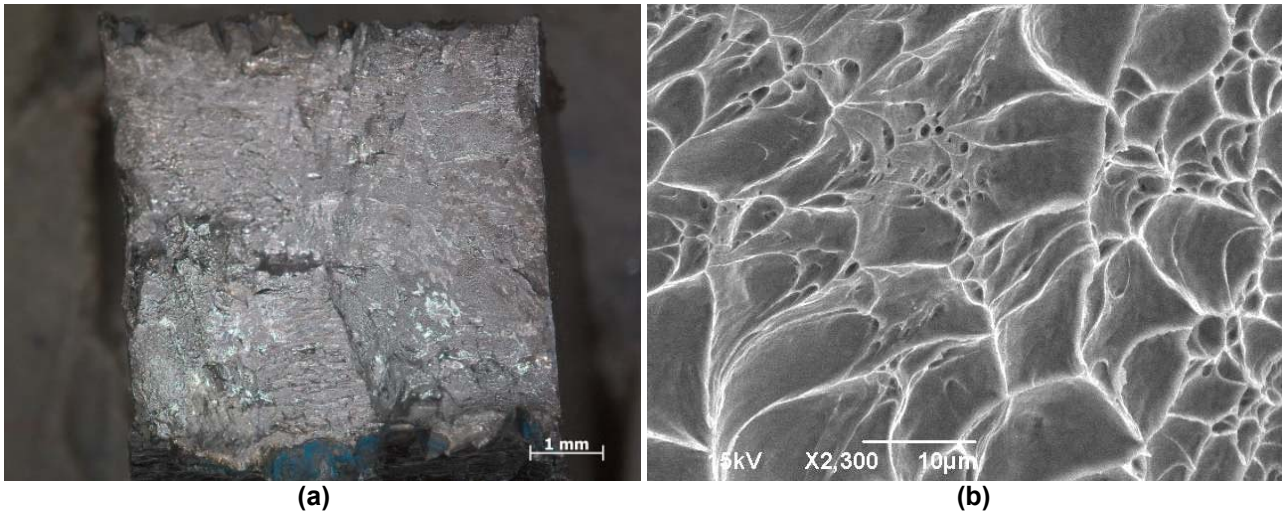


Figura 7. Fractografia da lupa (a) e do MEV (b) da liga Ti42Nb2Sn envelhecida.

4 CONCLUSÃO

No presente estudo foram analisadas as propriedades mecânicas da liga Ti42Nb2Sn na condição deformada (80% de encruamento) e também envelhecida. A liga Ti42Nb2Sn laminada apresentou ductilidade três vezes maior em relação à liga Ti42Nb2Sn envelhecida, entretanto, a liga envelhecida apresentou maior resistência máxima e dureza, devido ao processo de endurecimento por precipitação (envelhecimento), onde partículas de segunda fase (ω) foram precipitadas nos grãos β , a fim de promover o não movimento das discordâncias. De uma forma geral, é uma liga promissora, onde são necessários mais estudos, devido a sua recente pesquisa.

Agradecimentos

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

REFERÊNCIAS

- 1 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.
- 2 Matsumoto, H. Microstructures and mechanical properties of metastable β TiNbSn alloys cold rolled and heat treated. *Journal of alloys and compounds*, v. 439, p. 145-155, 2007.
- 3 ASM Handbook Metals vol. 9, Metallography and Microstructures, ASM International, 10th Edition Metals Handbook, published in 1991.
- 4 ASTM E 8M: American Society for Testing Materials. Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials, 2001.
- 5 ASTM E92: American Society for Testing Materials, Philadelphia. E92; Standard Test Method for Vickers Hardness of Metallic Materials, 2003.
- 6 Resende G. Dos Santos – *Transformação de fases em materiais metálicos* – São Paulo: Editora Unicamp – 2006.
- 7 Sandro Griza, Dárcio Hersch Gomes de Souza Sá, Wilton Walter Batista, Juan Carlos Garcia de Blas, Luiz Carlos Pereira - Microstructure and mechanical properties of hot rolled TiNbSn alloys - *Materials and Design* v.56, p. 200–208, 2014

- 8 Patrícia Gomes de Andrade Borges, Carlos Eduardo Celestino de Andrade, Helton Jose Rodriguez Cabral, Sandro Griza, Wilton Walter Batista - Estudo das transformações de fases das ligas Ti-Nb-Sn – VII Congresso Norte Nordeste de Pesquisa e Inovação (CONNEPI). Palmas, Tocantins. 2012.