

ANÁLISE DE ESTRUTURA DAS LIGAS DE Ti-Nb-5%Al TEMPERADAS¹

Rodrigo Silva de Souza²

Lioudmila Aleksandrovna Matlakhova³

Anatoliy Nikolaevich Matlakhov⁴

Resumo

As ligas de titânio, dependendo da composição e tratamento térmico, podem apresentar muitas variações na estrutura e propriedades, o que explica uma vasta gama de seu uso. Neste trabalho foi estudado o efeito do nióbio como elemento β -estabilizador sobre as características estruturais e microdureza das ligas de Ti-Nb-5%Al temperadas, variando o teor de Nb de 15 a 24% em peso e mantendo o de Al constante. A análise estrutural foi realizada por microscopia ótica, utilizando os microscópios metalográficos NEOPHOT-32 e JENAVERT, e por difração de raios-X, usando o difratômetro URD-65. Os ensaios de microdureza foram realizados por um dispositivo adaptado ao microscópio JENAVERT. Foi determinado que a estrutura da liga Ti-15%Nb-5%Al temperada é composta da fase predominante martensítica α' (HC) e traços da fase martensítica ortorrômbica α'' no interior dos grãos da fase β transformada (CCC). Variando o teor de Nb de 15 para 24%, pode ser encontrado um aumento da participação da fase α'' , substituindo a fase α' . Os valores da microdureza das fases α' e α'' aumentam com o acréscimo do Nb. Na liga onde as fases α' e α'' coexistem, a microdureza da fase α'' aparece menor que a da fase α' .

Palavras-chave: Ligas de Ti-Nb-5%Al temperadas; Análise estrutural; Microdureza.

STRUCTURE ANALYSIS OF TEMPERED Ti-Nb-5%Al ALLOYS

Abstract

Titanium alloys, depending of the composition and heat-treatment, can show plenty of variations on the structure and properties, what explains a vast range of its use. In this work was studied the effect of niobium as the β -stabilizer element on the structural characteristics and microhardness of the tempered Ti-Nb-5%Al alloys, changing the Nb purport from 15 to 24% in weight and maintaining the Al purport constant. Structural analysis has been realized by optical microscopy, using the metallographic microscopes NEOPHOT-32 and JENAVERT, and by X-ray diffraction, using the URD-65 diffractometer. Microhardness tests were realized by device adapted on the microscope JENAVERT. It was determined that the structure of the tempered Ti-15%Nb-5%Al alloy is compound of the predominant martensitic α' phase (HCP) and traces of the orthorhombic martensitic α'' phase inside the grains of the transformed β phase (BCC). Changing the Nb purport from 15 to 24%, can be found an increase of the participation of the α'' phase, replacing the α' phase. Microhardness values of the α' and α'' phases increase with the Nb's increasement. In the alloy where the α' and α'' phases coexist, the microhardness of the α'' phase appear smaller than the microhardness of the α' phase.

Key words: Tempered Ti-Nb-5%Al alloys; Structure analysis; Microhardness.

¹ Contribuição técnica ao 62º Congresso Anual da ABM – Internacional, 23 a 27 de julho de 2007, Vitória – ES, Brasil.

² Graduando do LAMAV/CCT/UENF <metalexpa@yahoo.com.br>

³ Eng.^a Metalúrgica, M.Sc., Ph.D., Professora Associada, LAMAV/CCT/UENF <lioudmila@uenf.br>

⁴ Eng.º Metalúrgico, M.Sc., Ph.D., Professor Associado, LAMAV/CCT/UENF <anatoli@uenf.br>

1 INTRODUÇÃO

As ligas de titânio, dependendo da composição e do tratamento térmico, podem apresentar estruturas e propriedades bastante variáveis, o que explica uma vasta gama de seu uso ⁽¹⁾. Além das altas propriedades mecânicas, resistência à temperatura e corrosão, em conjunto com seu baixo peso específico, as ligas de titânio com α e β estabilizadores podem possuir as fases metaestáveis e sofrer transformações martensíticas, incluindo as reversíveis, e executar o efeito de memória de forma.⁽¹⁾ Entre estas, se destacam as ligas dos sistemas Ti-Nb e Ti-Nb-Al.⁽¹⁻⁴⁾ As ligas do sistema ternário Ti-Nb-Al têm demonstrado grande interesse científico e aplicações práticas na medicina, indústria aeroespacial, química, marítima, metalúrgica, entre outras ⁽¹⁾. Nestas ligas, o alumínio, como elemento alfa estabilizador, acrescenta-se para estabilizar a fase α -Ti, aumentando propriedades mecânicas e resistência a altas temperaturas, enquanto o nióbio atua como estabilizador isomórfico de β -Ti, sensibilizando as ligas a tratamento térmico.⁽¹⁻⁴⁾ Nas ligas ternárias de Ti-Nb-Al, o alumínio, na presença do nióbio, pode dificultar a redistribuição dos elementos nas ligas de titânio, aumentando o efeito do beta estabilizador do nióbio.⁽³⁾

O presente trabalho tem como objetivo analisar a estrutura e microdureza das ligas de Ti-Nb-5%Al temperadas, variando o teor de Nb de 15 a 24% em peso.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Foram analisadas três ligas do sistema Ti-Nb-5%Al, com 15, 22 e 24% de Nb em peso. Essas ligas investigadas foram fabricadas diretamente a partir de seus constituintes metálicos puros: titânio iodetado com 99,99% de pureza, nióbio refinado por feixe eletrônico com 99,9% de pureza e alumínio refinado eletronicamente com 99,999% de pureza. No processo de elaboração das ligas, utilizou-se a técnica de cinco fusões em um forno elétrico a arco. As ligas foram encapsuladas a vácuo em ampolas de quartzo e homogeneizadas a 1200°C por 5 horas, forjadas a quente na forma de barras até o diâmetro de 8 mm e usinadas até o diâmetro de aproximadamente 6 mm, e então cortadas para amostras. Para o tratamento térmico final, as amostras foram novamente encapsuladas a vácuo, recozidas a 1000°C, durante 5 horas, e temperadas em água.⁽²⁻⁴⁾

A preparação metalográfica das ligas de titânio embutidas a frio, foi feita por lixamento, polimento⁽⁷⁻⁸⁾ e ataque químico com uma mistura de 25ml de HF, 25ml de HNO₃ e 50ml de Glicerina.

A análise estrutural das ligas foi executada através da microscopia ótica, aplicando vários métodos de observação como campo claro, campo escuro, luz polarizada e interferência diferencial.

A análise das fases presentes foi realizada por meio de um difratômetro URD-65 com a radiação de Co-K α num intervalo dos ângulos de difração 2 θ de 25 a 120°, com um passo de varredura do goniômetro de 0,03 e tempo de exposição de 3s.

Os ensaios de microdureza Vickers foram realizados através de um dispositivo adaptado ao microscópio JENAVER, sendo aplicada sobre o mesmo uma carga (P) constante de 60 g. O valor da microdureza, em kgf/mm², foi calculado utilizando a expressão (1), onde d é a diagonal de impressão em μ m.

$$HV = \frac{1854 \cdot P}{d^2} \quad (1)$$

3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

A análise de estrutura por difração de raios-X, revelou que a liga Ti-15%Nb-5%Al temperada é constituída da fase martensítica α' (HC), contendo ainda traços da fase martensítica α'' (ortorrômbica), Figura 1. A fase martensítica α' foi identificada pelos picos $(100)_{\alpha'}$, $(002)_{\alpha'}$ e $(101)_{\alpha'}$ intensos, enquanto a fase α'' pelos picos $(021)_{\alpha''}$, $(022)_{\alpha''}$ e $(023)_{\alpha''}$ de baixa intensidade.

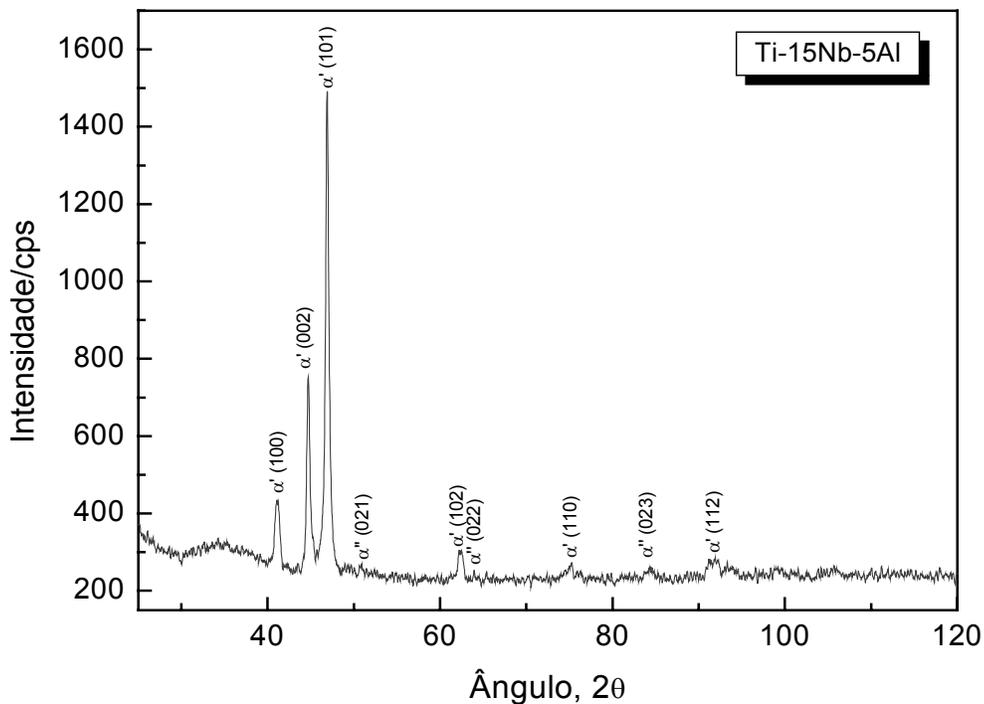


Figura 1. Difratograma da liga Ti-15%Nb-5%Al temperada.

No difratograma da liga Ti-22%Nb-5%Al, Figura 2, a fase α' foi identificada pelos picos $(100)_{\alpha'}$ e $(200)_{\alpha'}$. A intensidade do pico $(002)_{\alpha'}$ é baixa, enquanto que a posição do pico $(101)_{\alpha'}$ se aproxima ao pico $(111)_{\alpha''}$ da fase α'' . A fase α'' é determinada pelos picos $(200)_{\alpha''}$, $(130)_{\alpha''}$, $(113)_{\alpha''}$, $(221)_{\alpha''}$, $(132)_{\alpha''}$ e $(041)_{\alpha''}$, além de outros menos intensos. Determina-se que a estrutura da liga Ti-22%Nb-5%Al temperada é composta de duas fases martensíticas: α' e α'' .

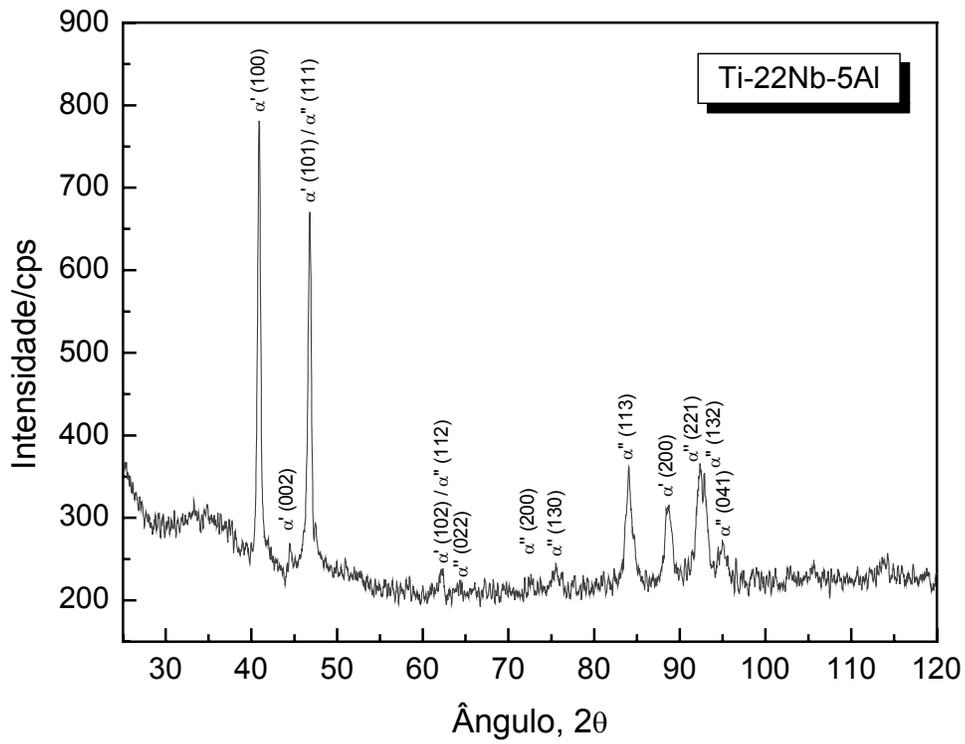


Figura 2. Difratoograma da liga Ti-22%Nb-5%Al temperada.

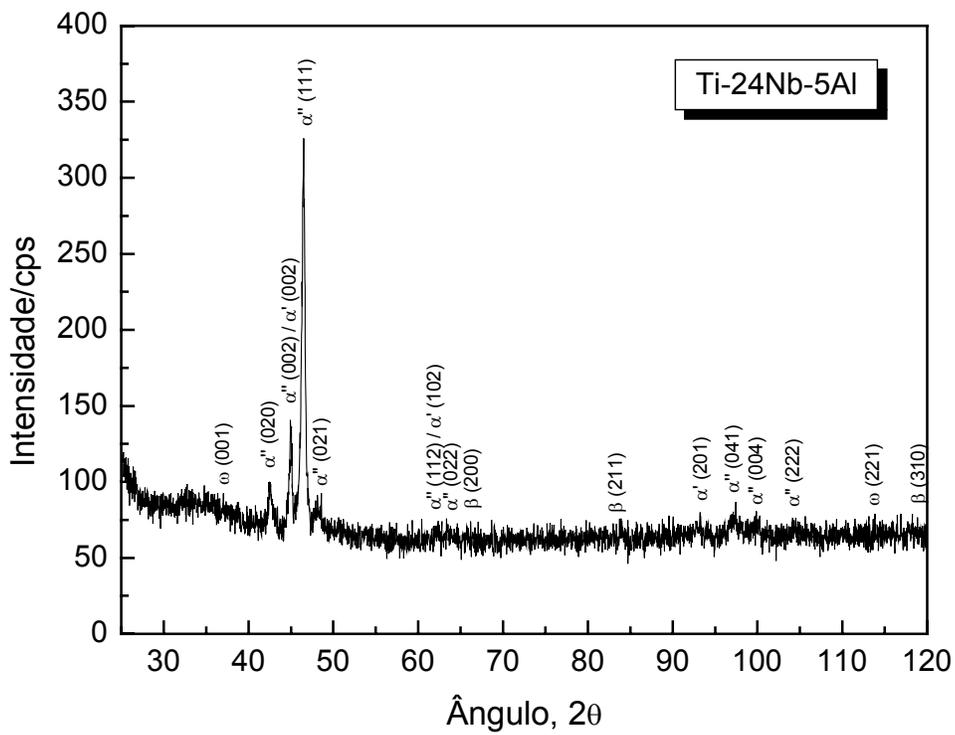


Figura 3. Difratoograma da liga Ti-24%Nb-5%Al temperada.

Na estrutura da liga Ti-24%Nb-5%Al, Figura 3, é comprovada a presença majoritária da fase α'' com pouca participação da fase α' , na presença de traços da fase β/ω . A fase α'' é identificada por seus picos $(020)_{\alpha''}$, $(111)_{\alpha''}$, $(002)_{\alpha''}$ e $(021)_{\alpha''}$ de maior intensidade. A presença da fase α' foi comprovada pelo pico $(002)_{\alpha'}$, entretanto a sua posição fica próxima a do pico $(002)_{\alpha''}$. De fato, isso mostra a fraca participação da fase α' e a grande maioria representada pela fase α'' nesse tipo de liga. Traços da fase β são verificados pelos picos $(200)_{\beta}$, $(211)_{\beta}$ e $(310)_{\beta}$ de baixa intensidade, onde também se comprovam evidências da fase ω nos picos dos planos $(001)_{\omega}$ e $(221)_{\omega}$.

Um desdobramento do pico $(102)_{\alpha'}$ da fase α' (HC) com a formação de dois picos $(112)_{\alpha''}$ e $(022)_{\alpha''}$, que pertencem a fase α'' (ortorrômbica), é um exemplo que evidencia uma distorção rômbrica que sofreu a fase α' (HC) conforme o aumento do elemento nióbio nas respectivas ligas, Figuras 1-3.

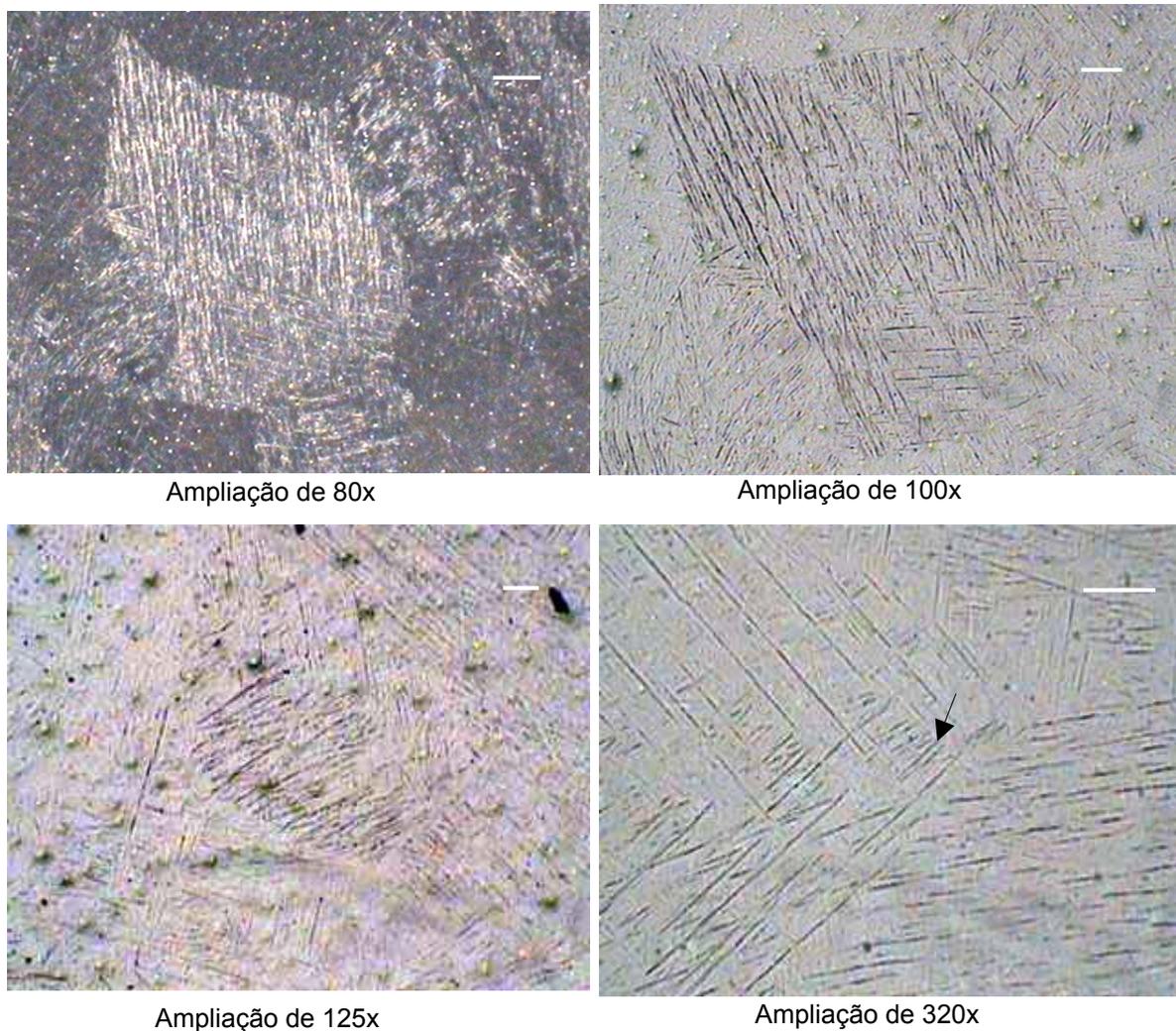


Figura 4. Estrutura da liga Ti-15%Nb-5%Al observada por: (a) campo escuro, (b) campo claro, (c) interferência da luz polarizada, (d) luz polarizada. NEOPHOT 32.

A Figura 4 apresenta as micrografias da liga Ti-15%Nb-5%Al temperada, com a estrutura de fase martensítica α' com traços da fase α'' . Revelam-se grãos aleatoriamente orientados da fase β transformada (Figura 4-a,b), com uma morfologia martensítica no interior dos grãos. As agulhas e linhas de deslizamento são preferencialmente orientadas e inclinadas uma das outras de 0, 30, 60 ou 90°, como resultado da ocorrência da transformação martensítica do tipo $\beta(\text{CCC}) \rightarrow \alpha'(\text{HC})$. Este padrão de resposta está relacionado com o conteúdo de nióbio estabilizador da fase β . Pode se dizer que durante a têmpera, a que foi submetida à liga Ti-15%Nb-5%Al, a transformação da fase β para a fase α ocorreu em condições de não equilíbrio, favorecendo a formação da martensita α' com seu relevo típico onde as agulhas martensíticas, com linhas de deslizamento bem orientadas, tomam todo volume de grão da fase β transformada.

Esse tipo de morfologia foi observado nas ligas temperadas do sistema Ti-Nb-2%Al^(4,6), nas composições onde a estrutura foi determinada como a fase α' . A mesma morfologia da fase α' foi revelada nas outras ligas de titânio com beta estabilizadores.^(1,5)

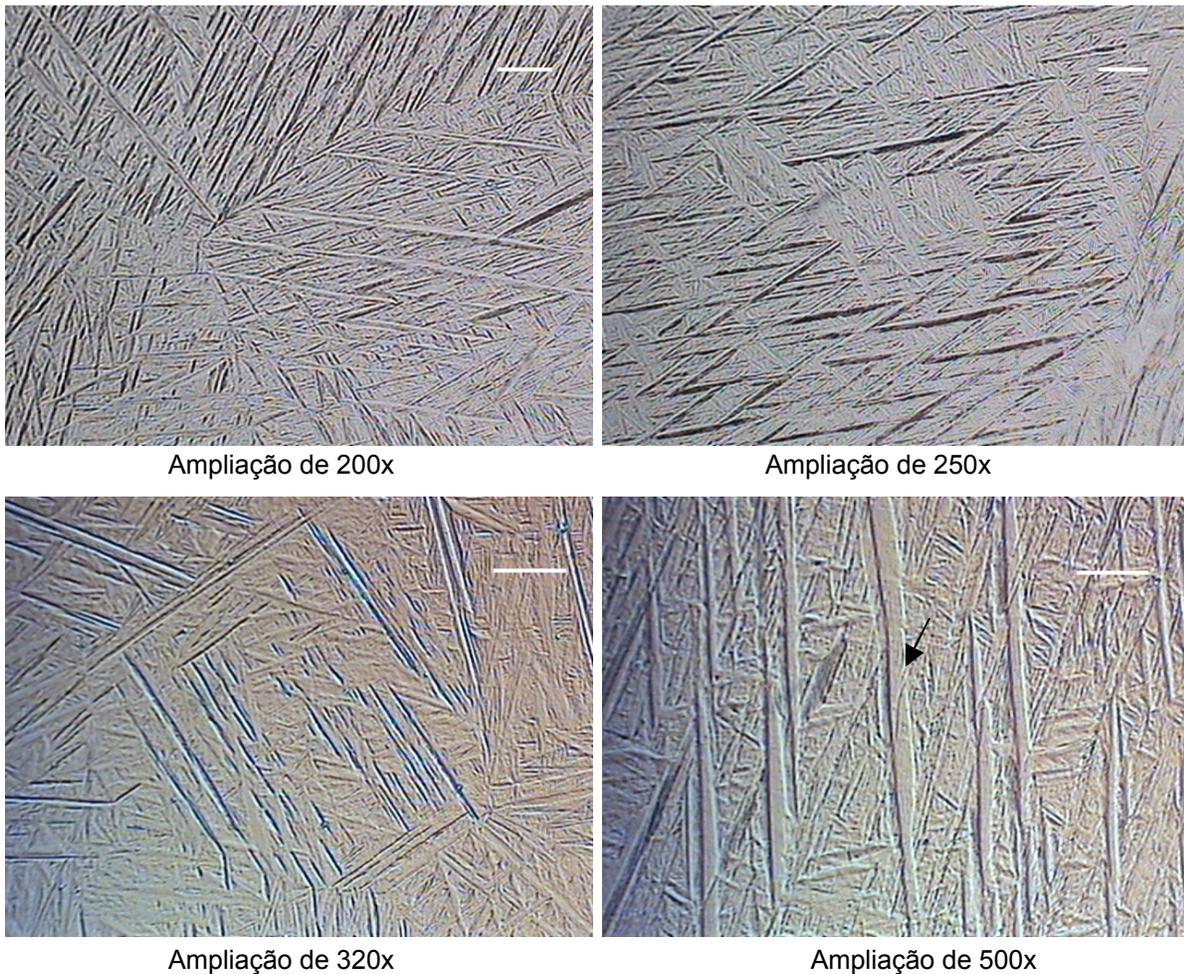


Figura 5. Estrutura da liga de Ti-22%Nb-5%Al observada por: (a) campo claro, (b) luz polarizada, (c,d) interferência da luz polarizada. NEOPHOT 32.

As micrografias da liga Ti-22%Nb-5%Al temperada, na Figura 5, revelam uma morfologia mais complexa. Pela análise por difração de raios-X, esta liga é composta de duas fases martensíticas: α' (HC) e α'' (ortorrômbica). Em determinados grãos da fase β transformada, as agulhas martensíticas formam uma morfologia típica para a fase α' (HC) (Figura 5-a,c), enquanto que em outros grãos aparece uma morfologia diferente, onde as agulhas se cruzam em V com linhas de deslizamento mais largas (Figura 5-a,b,d). Este tipo de morfologia é típico para a fase martensítica α'' , como foi descrito nos trabalhos⁽⁵⁻⁶⁾.

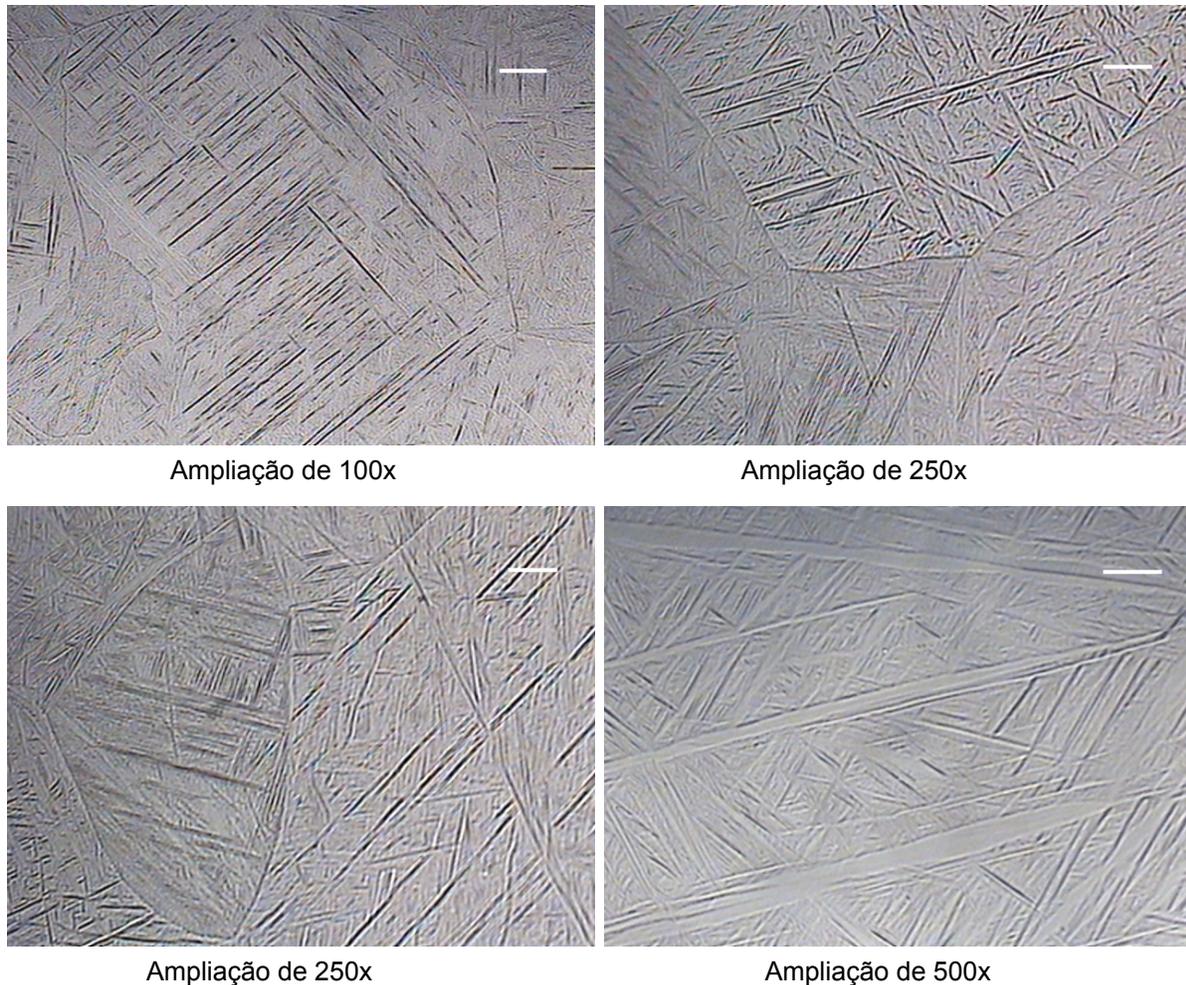


Figura 6. Estrutura da liga de Ti-24%Nb-5%Al observada por: (a,d) campo claro, (b,c) interferência da luz polarizada. JENAVERT e NEOPHOT 32.

A Figura 6 apresenta a microestrutura da liga Ti-24%Nb-5%Al temperada. Pela análise por difração de raios-X, esta liga possui a fase martensítica α'' como a principal e traços da fase α' e β/ω . Revelam-se os grãos da fase β transformada, tomados pela morfologia martensítica bastante variável de acordo com o caráter e forma das agulhas martensíticas. Nesta liga, encontram-se os grãos com linhas de deslizamento paralelas e mais próximas umas das outras (Figura 6-a) do que foi notado na liga Ti-15%Nb-5%Al (Figura 4). A maioria dos grãos apresenta uma morfologia fina com agulhas

martensíticas entrelaçadas (Figura 6-b,c). Em certas regiões notam-se bandas de deslizamento largas, que de acordo com Qazi ⁽⁵⁾ pertencem à fase α'' , entre as quais aparecem agulhas mais finas (Figura 6-d) provavelmente também da fase α'' .

Tabela 1. Microdureza das fases presentes nas ligas de Ti-Nb-5%Al temperadas.

Nb (% em peso)	Fase	HV (kgf/mm ²)	σ (kgf/mm ²)	ε (kgf/mm ²)
15	α'	253,79	20,17	39,53
22	α'	257,83	16,04	31,44
	α''	216,82	14,10	27,64
24	α''	242,28	22,12	43,36

A partir dos valores obtidos para cada fase presente nas ligas de Ti-Nb-5%Al, foram calculados os valores da microdureza média (HV), desvio padrão (σ) e erro absoluto (ε), apresentados na Tabela 1.

As transformações de fases nas ligas de Ti-Nb-5%Al são responsáveis por mudanças relevantes nas propriedades investigadas. A Tabela 1 mostra os valores de microdureza que as fases presentes apresentaram em cada composição. Nota-se que a microdureza da fase α' na liga contendo 22% de Nb, apresentou um valor pouco maior do que aquele obtido para a liga com 15% de Nb. O aumento na microdureza também ocorreu na fase α'' quando o teor de nióbio variou de 22 para 24%. Assim, podemos notar que os valores da microdureza das fases α' e α'' aumentam com o acréscimo do nióbio na liga ternária.

Entretanto, na liga Ti-22%Nb-5%Al onde as fases α' e α'' coexistem, a microdureza da fase α'' se apresenta com um valor menor que o da fase α' . Esse resultado pode ser também comparado com o obtido para as ligas binárias de Ti-Nb ⁽⁹⁾. Nestas ligas com o Nb variando de 5 a 10% e onde se predomina a fase α' , os valores de microdureza também são elevados. Já nas ligas com 17,5 e 20% de Nb, onde a fase α'' é predominante, são mostrados valores de microdureza menores. Uma análise comparativa de microdureza dos resultados mostrados nesse trabalho com os dados da literatura apresentada permite dizer que a fase α' apresenta o valor de microdureza mais elevado quando comparado com a fase α'' , para as ligas com teores de Nb entre 15 e 24% em peso.

4 CONCLUSÕES

A estrutura da liga temperada de Ti-15%Nb-5%Al apresenta a fase martensítica α' (HC) e uma quantidade menor da martensita ortorrômbica α'' .

Na estrutura da liga Ti-22%Nb-5%Al, coexistem duas fases martensíticas, α' e α'' . No entanto, na liga com maior teor de nióbio, Ti-24%Nb-5%Al, aparece a fase α'' como a principal, com pouca participação da fase α' e evidências da fase β/ω .

As linhas de deslizamento, como resultado de transformações martensíticas, desenvolvem-se no interior dos grãos de fase β transformada, aleatoriamente orientadas e com seus contornos não coerentes.

A microdureza medida nas regiões provavelmente da fase α' , apresenta o valor de microdureza mais elevado quando comparado com a fase α'' , para as ligas com teores de Nb entre 15 e 24%.

O valor da microdureza das fases α' e α'' aumenta com o acréscimo do elemento nióbio na liga ternária com teores de Nb entre 15 e 24%.

Agradecimentos

Os autores agradecem o apoio do CNPq, CAPES, FAPERJ e PIBIC/UENF pelo financiamento da pesquisa.

REFERÊNCIAS

- 1 Donachie, M.J., Jr. TITANIUM – A Technical Guide, 2nd ed., USA, ASM Internacional, 2000.
- 2 Matlakhova, L.A.; Fedotov, S.G.; Matlakhov, A.N.; Monteiro, S.N. Propriedades físico mecânicas e estrutura de ligas de Titânio-Nióbio-Alumínio. Anais de 51^o Congresso Anual da ABM. 05 a 09 de Agosto de 1996. Porto Alegre – RS.
- 3 Matlakhova, L. A.; Matlakhov, A. N.; Monteiro, S. N.; Fedotov, S. G.; Goncharenko, B.A. Properties and structural characteristics of Ti-Nb-Al alloys. Materials Science & Engineering. A. 393, p. 320-325. 2005.
- 4 Matlakhova, L. A.; Matlakhov, A. N.; Monteiro, S. N. ; Fedotov, S. G. Influence of Temperature on the Properties and Phase Transformations in Ti-Nb Alloys with 2%Al. Revista Matéria, v. 11, n. 1, p. 41-47. 2006.
- 5 Qazi, J.I.; Senkov, O.N.; Rahim, J.; Froes (Sam), F.H. (2003). Kinetics of martensite decomposition in Ti-6Al-4V-xH alloys, Materials Science & Engineering. A. 359, p.137-149. USA. 2003.
- 6 Santos, L.C.O.; Matlakhova, L.A.; Matlakhov, A.N.; Toledo, R. Efeito da têmpera na estrutura das ligas de Ti-Nb-2%Al. 17^o CBECIMAT – Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais. 15 a 19 de Novembro de 2006. Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN). Foz de Iguaçu - PR.
- 7 Taylor, B.; Weidmann, E. Metallographic preparation of titanium. STRUERS A/S (Boletim técnico). 2002.
- 8 V. Oliveira, R.R.; Chaves, R.; Bertazzoli; R. Caram. Preparation and characterization of Ti-Nb-Al alloys for orthopedic implants. Brazilian Journal of Chemical Engineering. v. 15, n. 4. São Paulo Dec. 1998.
- 9 Lee, C.M.; Ju, C.P. e Chern Lin, J.H. Structure-property relationship of cast Ti-Nb alloys. Journal of Oral Rehabilitation. 29, p. 314-322. 2002.