

# ANÁLISE DE ESTRUTURA DAS LIGAS DE Ti-Nb-5%Al TEMPERADAS <sup>1</sup>

Rodrigo Silva de Souza <sup>2</sup>

Lioudmila Aleksandrovna Matlakhova <sup>3</sup>

Anatoliy Nikolaevich Matlakhov <sup>4</sup>

## 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  $\beta$ -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  $\alpha'$ (HC) e traços da fase martensítica ortorrômbica  $\alpha''$  no interior dos grãos da fase  $\beta$  transformada (CCC). Variando o teor de Nb de 15 para 24%, pode ser encontrado um aumento da participação da fase  $\alpha''$ , substituindo a fase  $\alpha'$ . Os valores da microdureza das fases  $\alpha'$  e  $\alpha''$  aumentam com o acréscimo do Nb. Na liga onde as fases  $\alpha'$  e  $\alpha''$  coexistem, a microdureza da fase  $\alpha''$  aparece menor que a da fase  $\alpha'$ .

**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  $\beta$ -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  $\alpha'$  phase (HCP) and traces of the orthorhombic martensitic  $\alpha''$  phase inside the grains of the transformed  $\beta$  phase (BCC). Changing the Nb purport from 15 to 24%, can be found an increase of the participation of the  $\alpha''$  phase, replacing the  $\alpha'$  phase. Microhardness values of the  $\alpha'$  and  $\alpha''$  phases increase with the Nb's increasement. In the alloy where the  $\alpha'$  and  $\alpha''$  phases coexist, the microhardness of the  $\alpha''$  phase appear smaller than the microhardness of the  $\alpha'$  phase.

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

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

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

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

<sup>4</sup> *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 <sup>(1)</sup>. Além das altas propriedades mecânicas, resistência à temperatura e corrosão, em conjunto com seu baixo peso específico, as ligas de titânio com  $\alpha$  e  $\beta$  estabilizadores podem possuir as fases metaestáveis e sofrer transformações martensíticas, incluindo as reversíveis, e executar o efeito de memória de forma.<sup>(1)</sup> Entre estas, se destacam as ligas dos sistemas Ti-Nb e Ti-Nb-Al.<sup>(1-4)</sup> 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 <sup>(1)</sup>. Nestas ligas, o alumínio, como elemento alfa estabilizador, acrescenta-se para estabilizar a fase  $\alpha$ -Ti, aumentando propriedades mecânicas e resistência a altas temperaturas, enquanto o nióbio atua como estabilizador isomórfico de  $\beta$ -Ti, sensibilizando as ligas a tratamento térmico.<sup>(1-4)</sup> 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.<sup>(3)</sup>

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.<sup>(2-4)</sup>

A preparação metalográfica das ligas de titânio embutidas a frio, foi feita por lixamento, polimento<sup>(7-8)</sup> e ataque químico com uma mistura de 25ml de HF, 25ml de HNO<sub>3</sub> 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.

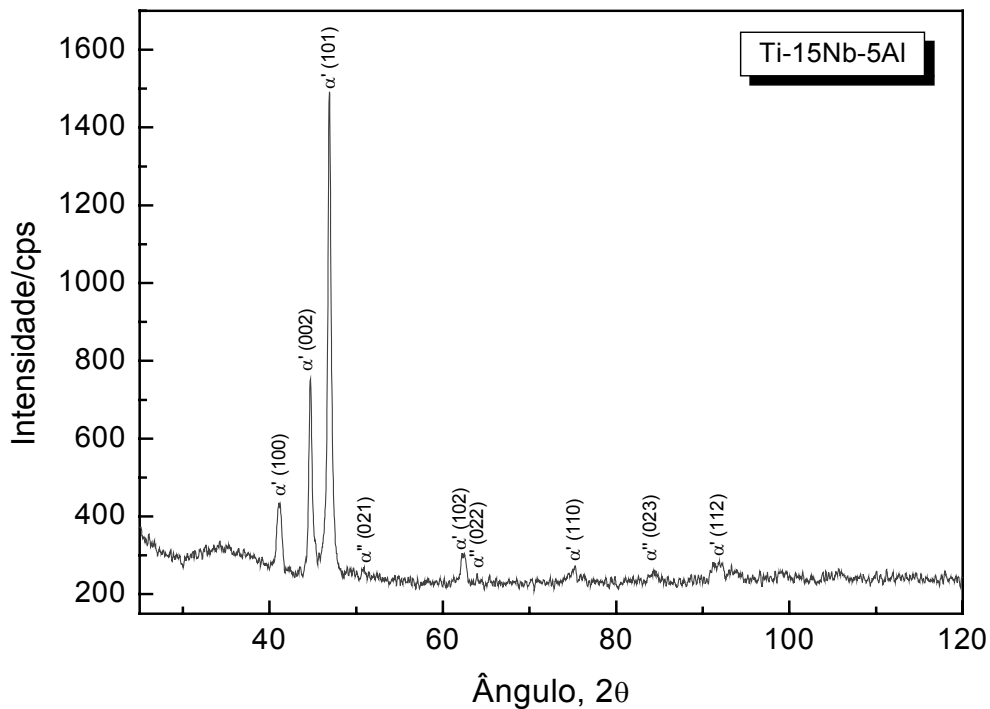
A análise das fases presentes foi realizada por meio de um difratômetro URD-65 com a radiação de Co-K $\alpha$  num intervalo dos ângulos de difração 2 $\theta$  de 25 a 120°, com um passo de varredura do goniômetro de 0,03 e tempo de exposição de 3s.

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/mm<sup>2</sup>, foi calculado utilizando a expressão (1), onde d é a diagonal de impressão em  $\mu$ 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  $\alpha'$  (HC), contendo ainda traços da fase martensítica  $\alpha''$  (ortorrômbica), Figura 1. A fase martensítica  $\alpha'$  foi identificada pelos picos  $(100)_{\alpha'}$ ,  $(002)_{\alpha'}$  e  $(101)_{\alpha'}$  intensos, enquanto a fase  $\alpha''$  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  $\alpha'$  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  $\alpha''$ . A fase  $\alpha''$  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:  $\alpha'$  e  $\alpha''$ .

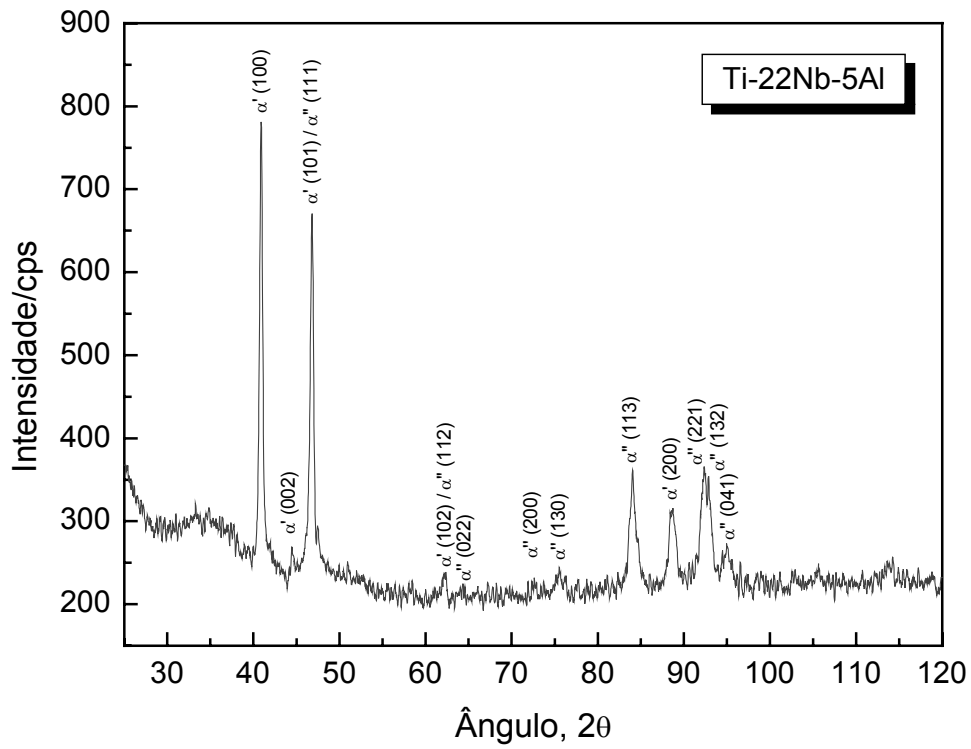


Figura 2. Difratoograma da liga Ti-22%Nb-5%Al temperada.

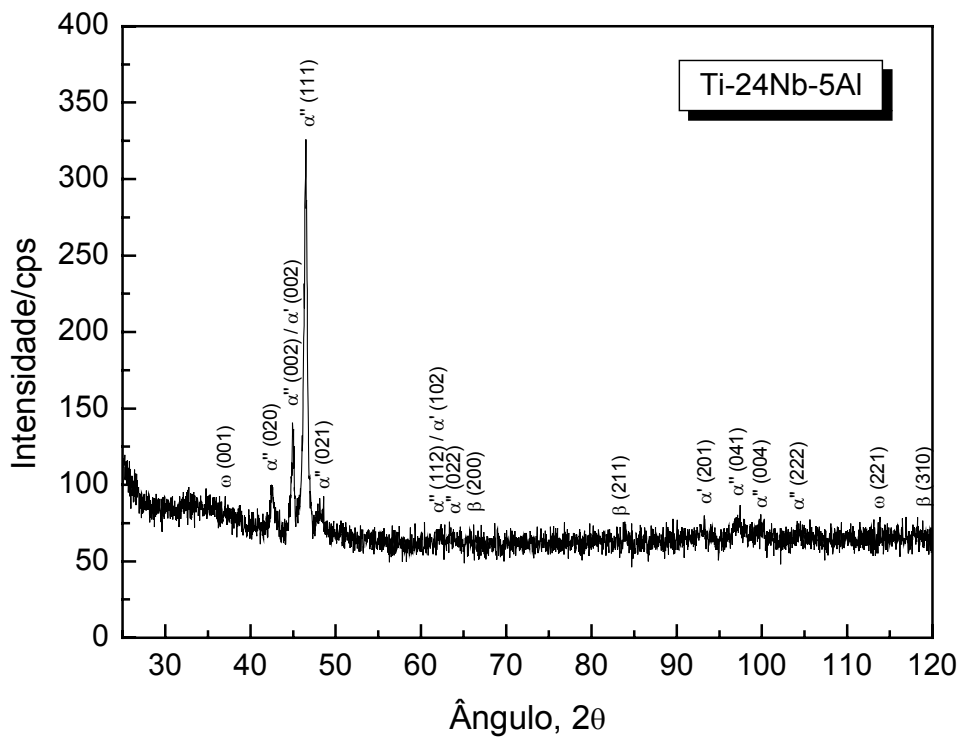
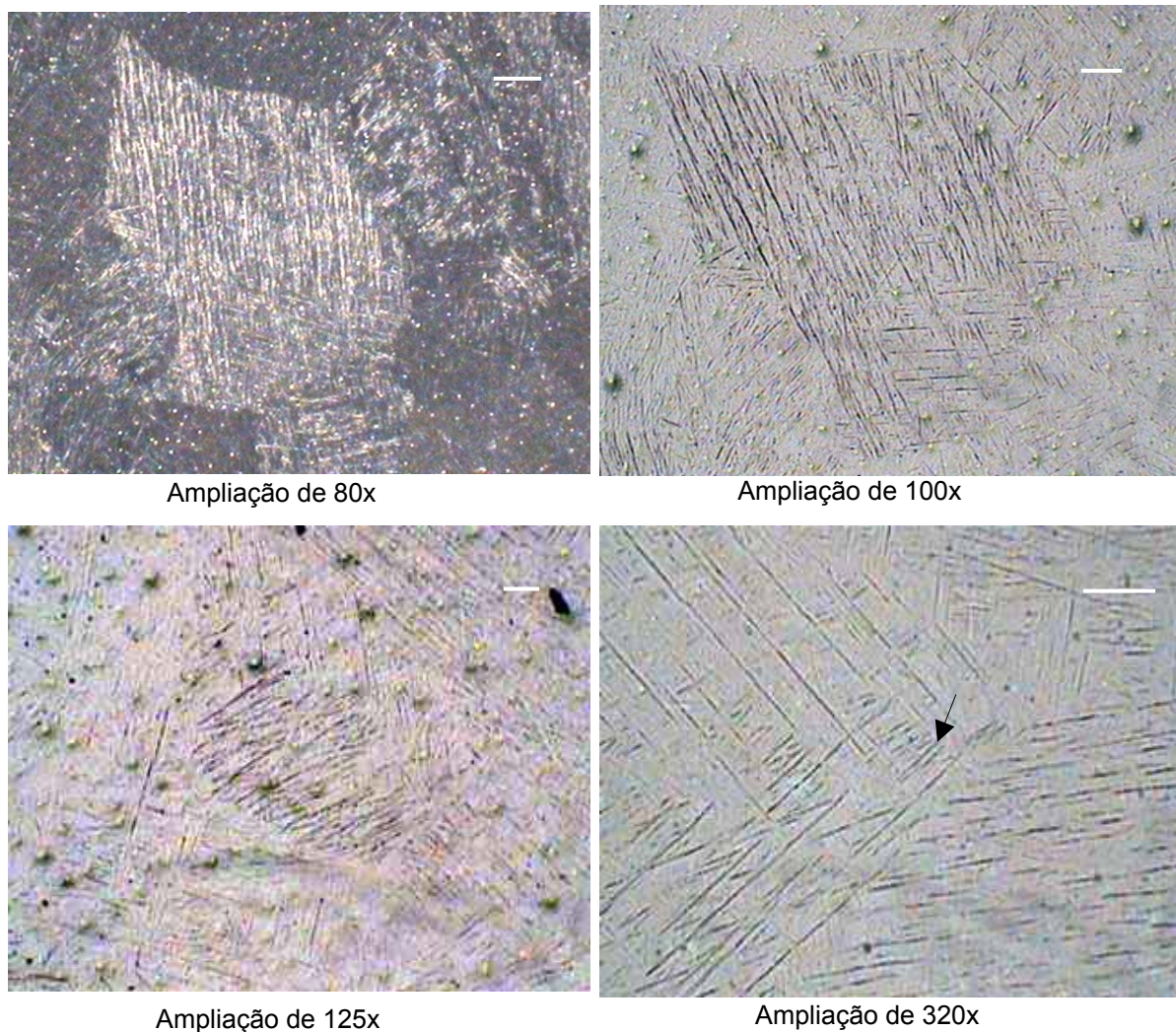


Figura 3. Difratoograma da liga Ti-24%Nb-5%Al temperada.

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

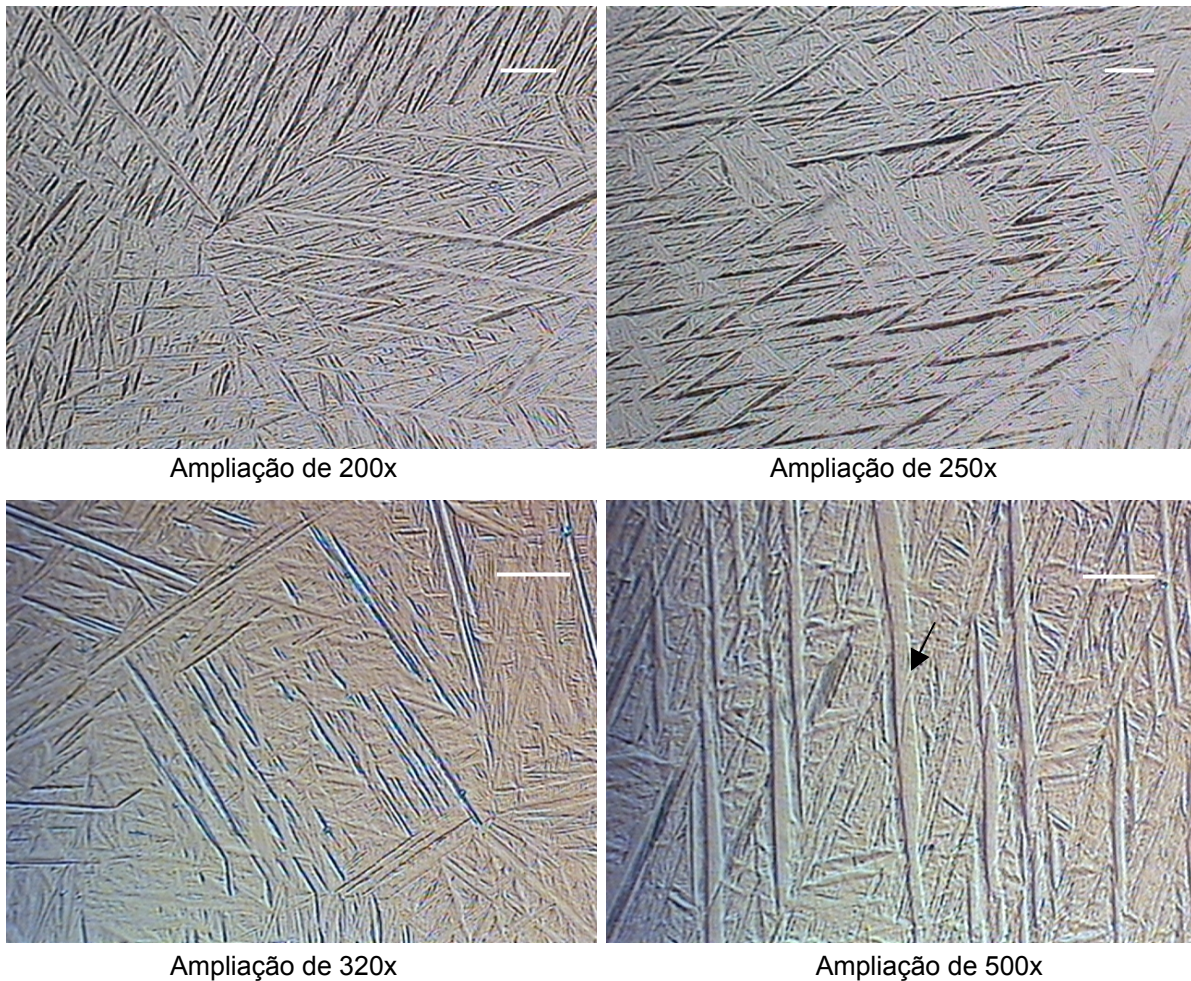
Um desdobramento do pico  $(102)_{\alpha'}$  da fase  $\alpha'$  (HC) com a formação de dois picos  $(112)_{\alpha''}$  e  $(022)_{\alpha''}$ , que pertencem a fase  $\alpha''$  (ortorrômbica), é um exemplo que evidencia uma distorção rômbrica que sofreu a fase  $\alpha'$  (HC) conforme o aumento do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

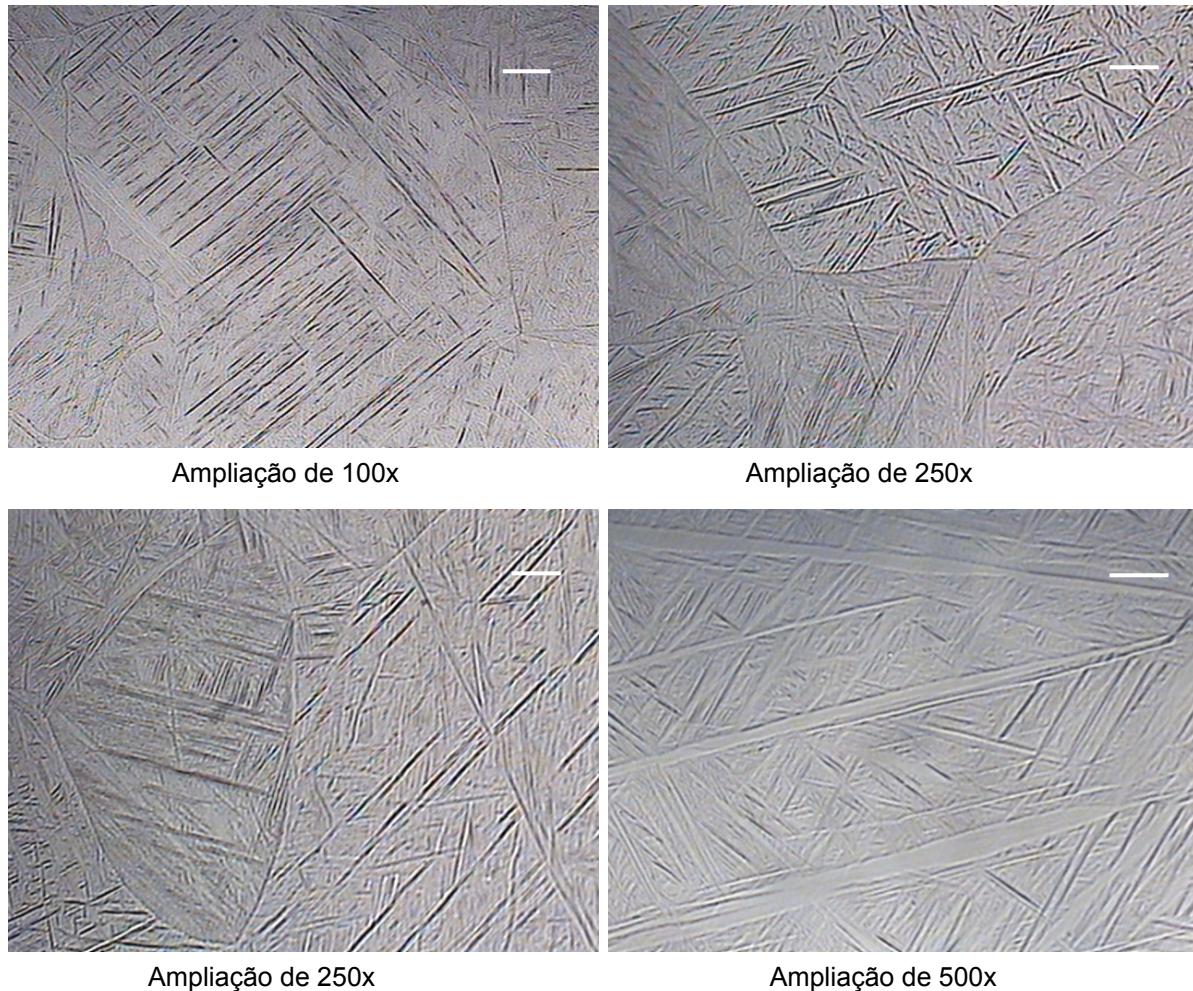
A Figura 4 apresenta as micrografias da liga Ti-15%Nb-5%Al temperada, com a estrutura de fase martensítica  $\alpha'$  com traços da fase  $\alpha''$ . Revelam-se grãos aleatoriamente orientados da fase  $\beta$  transformada (Figura 4-a,b), com uma morfologia martensítica no interior dos grãos. As agulhas 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  $\beta$ . Pode se dizer que durante a têmpera, a que foi submetida à liga Ti-15%Nb-5%Al, a transformação da fase  $\beta$  para a fase  $\alpha$  ocorreu em condições de não equilíbrio, favorecendo a formação da martensita  $\alpha'$  com seu relevo típico onde as agulhas martensíticas, com linhas de deslizamento bem orientadas, tomam todo volume de grão da fase  $\beta$  transformada.

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



**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:  $\alpha'$ (HC) e  $\alpha''$ (ortorrômbica). Em determinados grãos da fase  $\beta$  transformada, as agulhas martensíticas formam uma morfologia típica para a fase  $\alpha'$ (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  $\alpha''$ , como foi descrito nos trabalhos<sup>(5-6)</sup>.



**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  $\alpha''$  como a principal e traços da fase  $\alpha'$  e  $\beta/\omega$ . Revelam-se os grãos da fase  $\beta$  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 <sup>(5)</sup> pertencem à fase  $\alpha''$ , entre as quais aparecem agulhas mais finas (Figura 6-d) provavelmente também da fase  $\alpha''$ .

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

Nb (% em peso)	Fase	HV (kgf/mm <sup>2</sup> )	$\sigma$ (kgf/mm <sup>2</sup> )	$\varepsilon$ (kgf/mm <sup>2</sup> )
15	$\alpha'$	253,79	20,17	39,53
22	$\alpha'$	257,83	16,04	31,44
	$\alpha''$	216,82	14,10	27,64
24	$\alpha''$	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 ( $\sigma$ ) e erro absoluto ( $\varepsilon$ ), 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  $\alpha'$  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  $\alpha''$  quando o teor de nióbio variou de 22 para 24%. Assim, podemos notar que os valores da microdureza das fases  $\alpha'$  e  $\alpha''$  aumentam com o acréscimo do nióbio na liga ternária.

Entretanto, na liga Ti-22%Nb-5%Al onde as fases  $\alpha'$  e  $\alpha''$  coexistem, a microdureza da fase  $\alpha''$  se apresenta com um valor menor que o da fase  $\alpha'$ . Esse resultado pode ser também comparado com o obtido para as ligas binárias de Ti-Nb <sup>(9)</sup>. Nestas ligas com o Nb variando de 5 a 10% e onde se predomina a fase  $\alpha'$ , os valores de microdureza também são elevados. Já nas ligas com 17,5 e 20% de Nb, onde a fase  $\alpha''$  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  $\alpha'$  apresenta o valor de microdureza mais elevado quando comparado com a fase  $\alpha''$ , 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  $\alpha'$ (HC) e uma quantidade menor da martensita ortorrômbica  $\alpha''$ .

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



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

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

O valor da microdureza das fases  $\alpha'$  e  $\alpha''$  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, 2<sup>nd</sup> 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<sup>o</sup> 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<sup>o</sup> 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.