

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

George Guilherme Candido Nocchi²
Lioudmila Aleksandrovna Matlakhova³
Anatoliy Nikolaevich Matlakhov³
Herval Ramos Paes Junior⁴
Rodrigo Silva de Souza⁵

Resumo

Neste trabalho, a maior atenção foi dada para a análise das alterações nas propriedades elétricas e a estrutura das ligas temperadas de Ti-Nb-5%Al, em função do teor de nióbio, que varia de 15 a 40% (em peso). Estas ligas, de alta resistência a corrosão, podem sofrer transformações martensíticas reversíveis e revelar efeitos inelásticos. A análise estrutural e de fase foi realizadas através da difração de raios-X. A resistividade elétrica foi determinada pelo método de quatro pontas. Foi determinado que as alterações na estrutura das ligas de 15 a 40%Nb ocorrem em sentido de $\alpha' \rightarrow \alpha' + \alpha''(\omega) \rightarrow \alpha'' + \beta(\omega) \rightarrow \beta$ metaestável, devido à modificação da composição de Nb nas ligas investigadas. A resistividade elétrica sofre alterações de acordo com o aumento no teor de Nb nas ligas investigadas e dependem das fases presentes, mostrando assim uma relação entre a composição fásica, a microestrutura e a resistividade elétrica.

Palavras-chave: Ligas de Ti-Nb-Al; Análise estrutural; Resistividade elétrica.

ANALYSIS OF ELECTRIC PROPERTIES AND STRUCTURE OF THE TEMPERED Ti-Nb-5%Al ALLOYS

Abstract

In this work, the most attention was given to the analysis of changes in the electrical properties and the structure of the Ti-Nb-5%Al quenched alloys, according to the niobium content, which varies from 15 to 40% (on weight). These alloys, with high corrosion resistance, may suffer reversible martensitic transformations and reveal inelastic effects. The structural and phase analysis were realized by optical microscopy and x-rays diffraction. The electrical resistivity was determined by the four corners method. It was verified that the structure alterations in the Ti-(15-40)Nb-5%Al alloys occur in the direction $\alpha' \rightarrow \alpha' + \alpha''(\omega) \rightarrow \alpha'' + \beta(\omega) \rightarrow \beta$ metaestable, due to the modification of the niobium content as beta-stabilizer in these alloys. The electrical resistivity suffers alternations according to the increase of the niobium content on the alloys, thus showing an affinity between the chemical and phase compositions, the microstructure and the resistivity.

Key words: Alloys of Ti-Nb-Al; Structural analysis; Electric resistivity.

¹ Contribuição técnica ao 64º Congresso Anual da ABM, 13 a 17 de julho de 2009, Belo Horizonte, MG, Brasil.

² Aluno de Graduação em Engenharia e Ciências dos Materiais, Laboratório de Materiais Avançados (LAMAV) / Centro de Ciência e Tecnologia (CCT) / Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro (UENF). Av. Alberto Lamego 2000, Parque Califórnia, Campos dos Goytacazes, RJ, CEP: 28015-620., georgenocchi@yahoo.com.br

³ Eng.º Metalúrgico M. Sc., Ph. D., Professor Associado, LAMAV/CCT/UENF. lioudmila@uenf.br
anatoli@uenf.br

⁴ Eng.º Elétrico M. Sc., Ph. D., Professor Associado, LAMAV/CCT/UENF. herval@uenf.br

⁵ Eng.º Metalúrgico, LAMAV/CCT/UENF.

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.⁽¹⁻³⁾ 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.^(4,5) Entre estas, se destacam as ligas dos sistemas Ti-Nb e Ti-Nb-Al.⁽⁵⁻⁹⁾ 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.⁽¹⁻³⁾ 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.⁽⁵⁻⁷⁾

Neste trabalho, a atenção especial está sendo dada ao estudo da resistividade elétrica das ligas investigadas, levando em consideração que esta propriedade física é muito sensível a todas as alterações na estrutura e composição física, e tem sido muito aplicada em múltiplas pesquisas, na área de metalurgia física.^(2,4,10,11)

O presente trabalho tem como objetivo analisar a estrutura e a resistividade elétrica das ligas de Ti-Nb-5%Al temperadas, variando o teor de Nb de 15 a 40% em peso.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Foram analisadas onze ligas do sistema Ti-Nb-5%Al, com 15%, 22%, 24%, 26%, 28%, 30%, 32%, 34%, 36%, 38% e 40% 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 ao vácuo em ampolas de quartzo e homogeneizadas a 1.200°C por 5 horas, forjadas à 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 1.000°C, durante 5 horas, e temperadas em água.⁽⁵⁻⁷⁾

Na preparação das amostras das ligas de titânio, para análise estrutural, foram tomados cuidados especiais, descritas nos trabalhos de Taylor e Weidmann⁽¹²⁾ e Oliveira et al.⁽¹³⁾

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

Os ensaios de resistividade elétrica foram realizados através de uma fonte programável Tektronix PS 2520G, um multímetro HP 34401A e fazendo uso do sistema de ponteiras de quatro pontas colineares, modelo Cascade Microtech C4s

44/5 SN 2333. O valor da resistividade ρ , em ($\mu\Omega\text{m}$), foi calculado utilizando a expressão (1), presente no artigo de Giroto e Santos,⁽¹⁴⁾ onde s é a distancia entre as ponteiros, 1,25mm, w a espessura em (mm), V é a tensão em (μV), i a corrente em (mA), e os fatores de correção F_2 e F_4 expressas em (2) e (3) respectivamente.

$$\rho = \frac{V \cdot w \cdot F_2 \cdot F_4}{i} \quad (1)$$

$$F_2 = \frac{\pi}{\left[\ln 2 + \ln \left\{ \frac{(d/s)^2 + 3}{(d/s)^2 - 3} \right\} \right]} \quad (2)$$

$$F_4 = \frac{2 \cdot s \cdot \ln 2}{\left[w + 4s \left\{ \sum_{n=1}^{\infty} \left(\frac{1}{\sqrt{(s/2)^2 + (2n)^2}} - \frac{1}{\sqrt{(2s/w)^2 + (2n)^2}} \right) \right\} \right]} \quad (3)$$

3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

A análise da 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 $(100)_{\alpha'}$, $(002)_{\alpha'}$, $(101)_{\alpha'}$, $(102)_{\alpha'}$, $(110)_{\alpha'}$ intensos, enquanto a fase α'' pelos picos $(112)_{\alpha''}$, $(023)_{\alpha''}$ e $(004)_{\alpha''}$ de baixa intensidade.

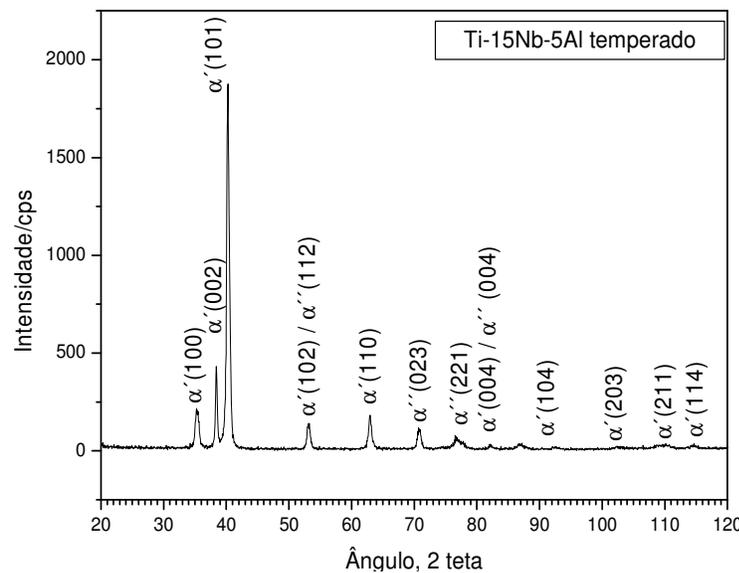


Figura 1. Difratograma da liga Ti-15%Nb-5%Al temperada.

No difratograma da liga Ti-22%Nb-5%Al, Figura 2, a fase α' foi identificada pelos picos $(100)_{\alpha'}$, $(002)_{\alpha'}$, $(101)_{\alpha'}$, $(110)_{\alpha'}$, $(103)_{\alpha'}$ e $(114)_{\alpha'}$, A fase α'' é determinada pelos picos $(110)_{\alpha''}$, $(020)_{\alpha''}$, $(130)_{\alpha''}$, $(023)_{\alpha''}$, $(132)_{\alpha''}$ e $(221)_{\alpha''}$, além de outros menos

intensos. Determinou-se que a estrutura da liga Ti-22%Nb-5%Al temperada é composta de duas fases martensíticas: α' , como a principal, e α'' .

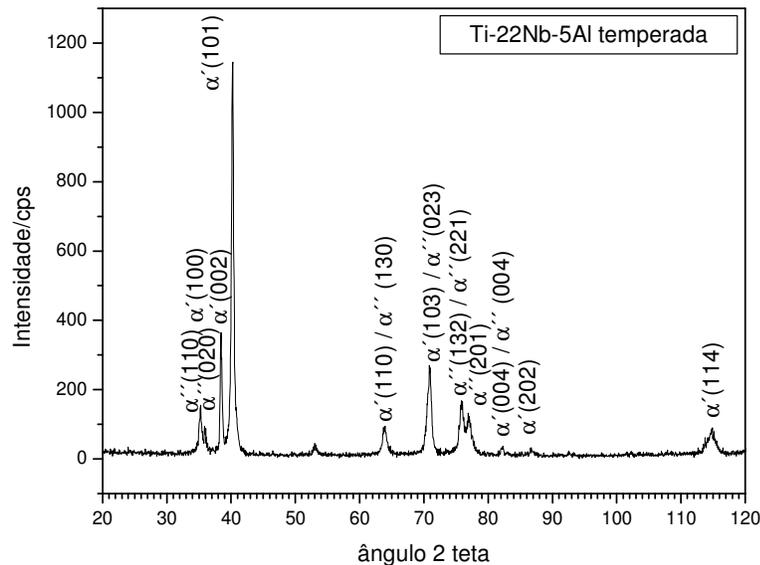


Figura 2. Difratograma da liga Ti-22%Nb-5%Al temperada.

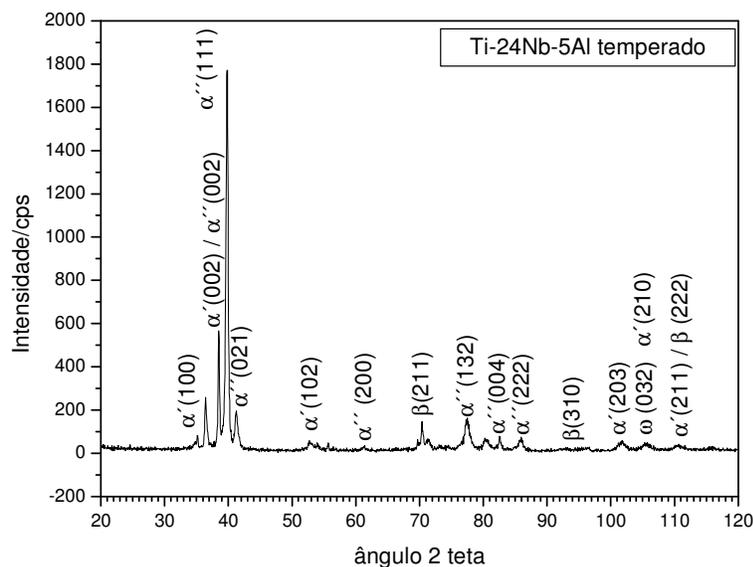


Figura 3. Difratograma da liga Ti-24%Nb-5%Al temperada.

Na estrutura da liga Ti-24%Nb-5%Al (Figura 3), é comprovada a presença majoritária da fase α'' , menor participação da fase α' , com traços de fases β (CCC) e ω (HCC). A fase α'' foi identificada por seus picos $(020)_{\alpha''}$, $(111)_{\alpha''}$, $(002)_{\alpha''}$, $(021)_{\alpha''}$, $(132)_{\alpha''}$, $(004)_{\alpha''}$, $(222)_{\alpha''}$, de maior intensidade. A presença da fase α' foi comprovada pelos picos $(100)_{\alpha'}$, e $(102)_{\alpha'}$. Traços da fase β são verificados pelos picos $(211)_{\beta}$, $(310)_{\beta}$ e $(222)_{\beta}$ de baixa intensidade. Ainda, comprovam-se evidências da fase ω , pelo pico de plano $(032)_{\omega}$.

A estrutura da liga Ti-26%Nb-5%Al revelou a fase martensítica α'' , como a principal, a fase martensítica α' , e traços das fases β e ω (Figura 4). No difratograma

da liga, a fase α'' foi identificada pelos picos $(110)_{\alpha''}$, $(022)_{\alpha''}$, $(111)_{\alpha''}$, $(113)_{\alpha''}$, $(202)_{\alpha''}$ e $(222)_{\alpha''}$. A fase α' foi determinada pelos picos $(102)_{\alpha'}$ e $(202)_{\alpha'}$, de menor intensidade, a fase ω pelos picos $(011)_{\omega}$, $(112)_{\omega}$, $(031)_{\omega}$, $(221)_{\omega}$ e $(032)_{\omega}$ e a fase β pelo pico $(110)_{\beta}$.

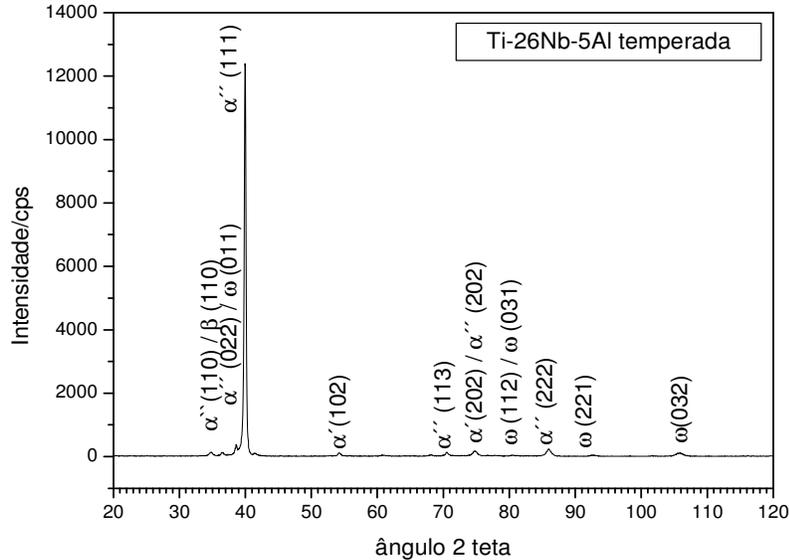


Figura 4. Difratograma da liga Ti-26%Nb-5%Al temperada.

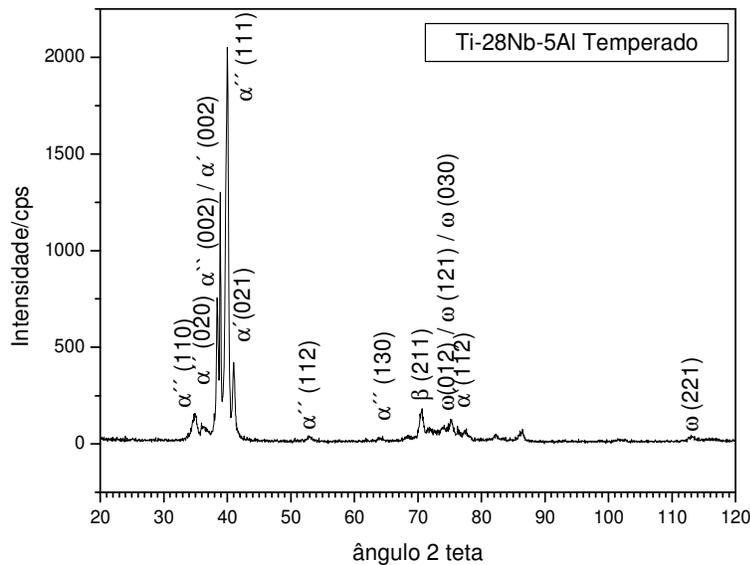


Figura 5. Difratograma da liga Ti-28%Nb-5%Al temperada.

Na estrutura da liga Ti-28%Nb-5%Al (Figura 5), foi comprovada a presença majoritária da fase α'' com menor participação das fases α' e β , e traços da fase ω . A fase α'' foi identificada por seus picos $(110)_{\alpha''}$, $(002)_{\alpha''}$, $(020)_{\alpha''}$, $(111)_{\alpha''}$, $(112)_{\alpha''}$, de maior intensidade. A presença da fase α' foi comprovada pelo pico $(002)_{\alpha'}$, enquanto a fase β pelo pico $(211)_{\beta}$, de intensidade considerável.

A estrutura da liga Ti-30%Nb-5%Al, como foi determinado pela análise de seu difratograma, é constituída pela fase martensítica α'' , como a principal, sem evidencia na presença da fase α' , com traços das fases β e ω .

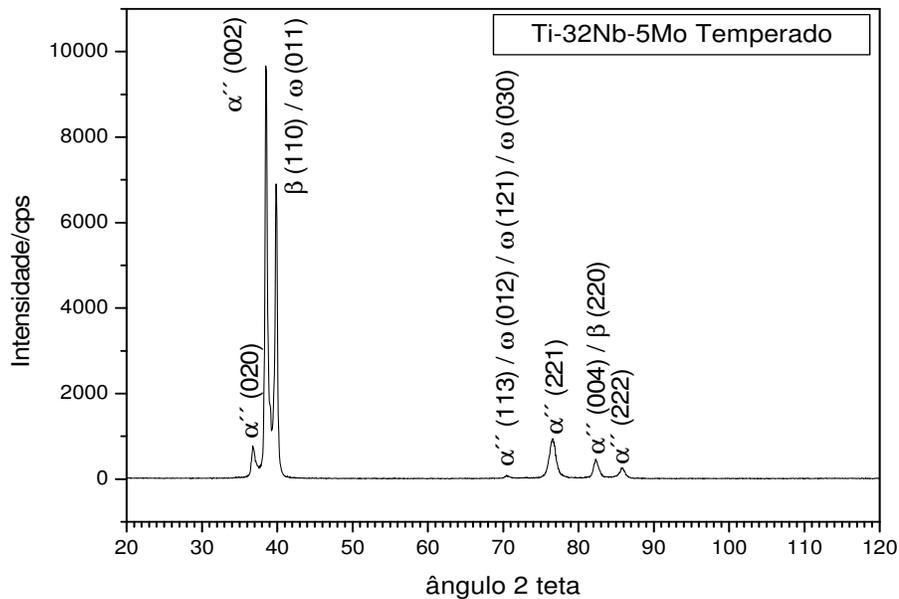


Figura 6. Difratograma da liga Ti-32%Nb-5%Al temperada.

Na estrutura da liga Ti-32%Nb-5%Al (Figura 6), a presença da fase β já é comparável com a mema da fase α'' , bem provável a presença da fase ω . A fase α'' foi identificada pelos picos $(020)_{\alpha''}$, $(002)_{\alpha''}$, $(113)_{\alpha''}$, $(221)_{\alpha''}$, $(004)_{\alpha''}$ e $(222)_{\alpha''}$ a fase β pelos picos $(110)_{\beta}$, intenso, e $(220)_{\beta}$, enquanto a fase ω foi identificada pelos picos dos planos $(011)_{\omega}$, $(012)_{\omega}$, $(121)_{\omega}$ e $(030)_{\omega}$.

Foi determinado que a estrutura da liga Ti-34%Nb-5%Al, é composta da fase β , em quantidade considerável, maior que na composição anterior, da fase α'' , em menor quantidade, e fase ω .

Na estrutura da liga Ti-36%Nb-5%Al, também foi comprovada a presença das fases β , α'' e ω , porem a qualidade da difratograma dificultou a interpretação dos resultados.

Na liga Ti-38%Nb-5%Al, a estrutura apresentou a fase β como a principal, com pouca participação das fases α'' e ω (Figura 7). A fase β foi identificada pelos picos $(110)_{\beta}$ e $(220)_{\beta}$.

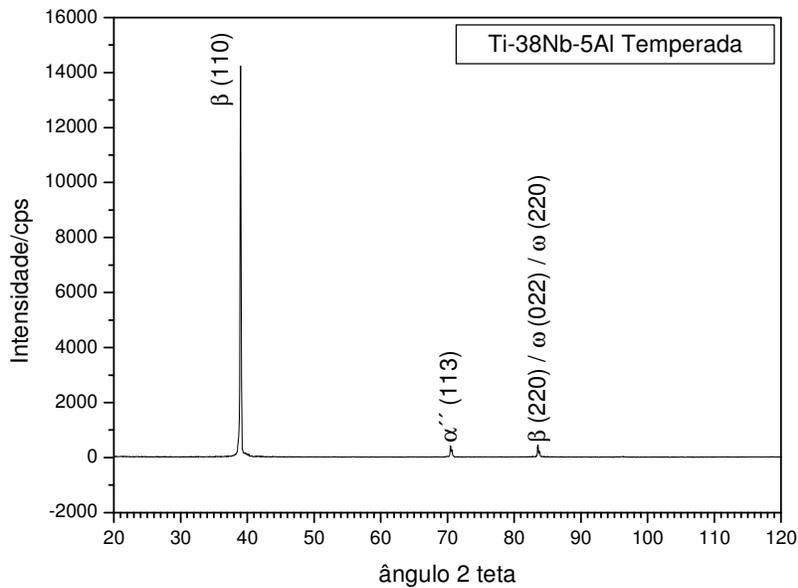


Figura 7. Difratograma da liga Ti-38%Nb-5%Al temperada.

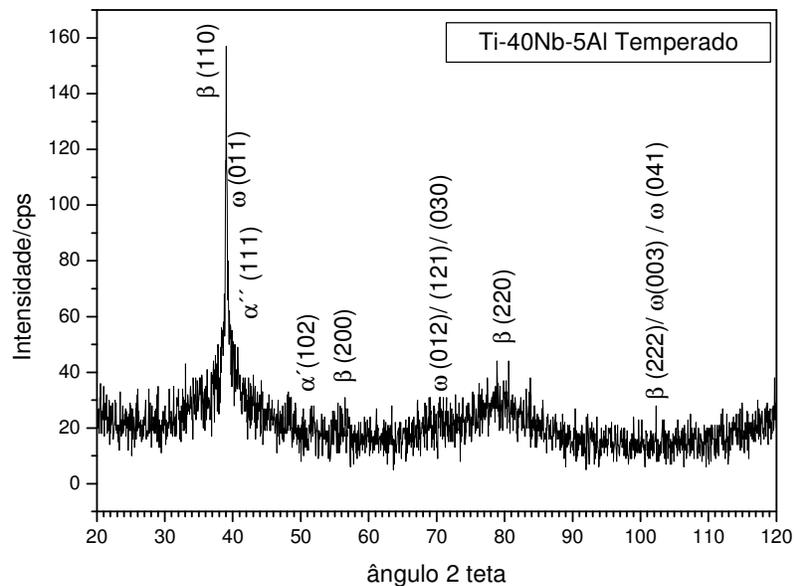


Figura 8. Difratograma da liga Ti-40%Nb-5%Al temperada.

No difratograma da liga Ti-40%Nb-5%Al (Figura 8), foi comprovada a presença da fase β , como a principal, com traços das fases α'' e ω . A fase β foi identificada através dos picos $(110)_\beta$, de maior intensidade, e $(200)_\beta$, $(220)_\beta$, e $(222)_\beta$. Os picos das fases α'' e α' são de baixa intensidade, sendo que os picos como os $(002)_{\alpha''}$, $(002)_{\alpha'}$ e $(001)_\omega$, muito próximos, poderiam confundir a interpretação. Foram identificados ainda os picos $(111)_{\alpha''}$ da fase α'' e ainda pico da fase α' , $(102)_{\alpha'}$ de menores intensidades, picos da fase ω , $(012)_\omega$, $(121)_\omega$, $(030)_\omega$, $(003)_\omega$ e $(041)_\omega$ também são vistos.

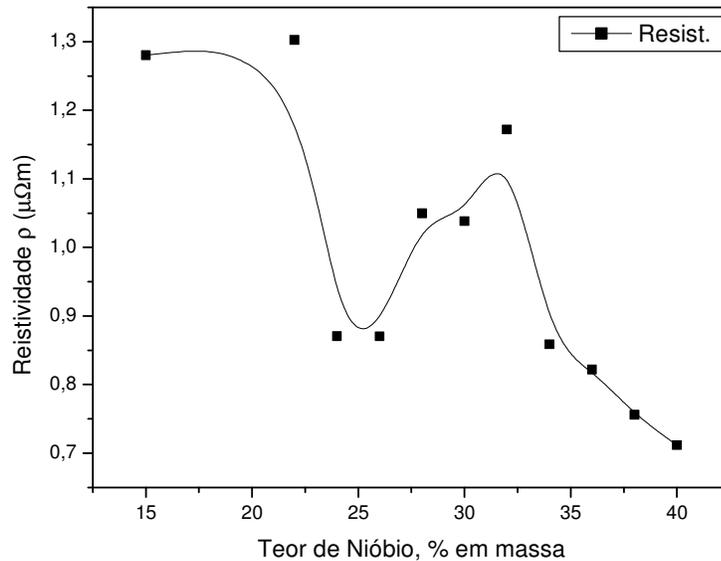


Figura 9. Resistividade elétrica das ligas de Ti-Nb-5%Al temperadas.

Os resultados de análise de resistividade elétrica das ligas temperadas Ti-Nb-5%Al estão apresentados na Figura 9. É visto que com aumento do teor de nióbio, de 15% a 40%, a grandeza de ρ varia em forma de uma curva, revelando uma alteração da resistividade elétrica bastante complexa, sendo correlacionada não somente com a composição química, mas sim, com a composição física. Assim, maiores valores de resistividade elétrica (1,28 $\mu\Omega\text{m}$ - 1,30 $\mu\Omega\text{m}$) foram determinadas nas ligas com 15% Nb a 22% Nb, com estrutura principalmente de fase martensítica α' . Nas ligas com 24% Nb a 26% Nb, onde a estrutura é composta principalmente de fase α'' , a resistividade elétrica diminui até 0,87 $\mu\Omega\text{m}$. Um anômalo aumento da resistividade elétrica, observado no intervalo de 28% Nb a 36% Nb, até 1,17 $\mu\Omega\text{m}$ para a liga com 32% Nb, poderia ser correlacionado com a presença da fase ω , que coexiste nestas ligas com as fases principais α'' e/ou β , entretanto este fenômeno ainda tem que ser estudado. Nas ligas com o teor de nióbio de 34% Nb a 40% Nb, voltam a cair os valores da resistividade elétrica, alcançado 0,71 $\mu\Omega\text{m}$ para a liga com 40% Nb. Assim, as ligas, cuja estrutura é composta principalmente de fase β , com 38%Nb a 40%Nb, revelaram a resistividade elétrica de valores menores nas ligas analisadas. Entretanto, é interessante notar que este baixo valor de ρ supera o mesmo do titânio puro, igual a 0,42 $\mu\Omega\text{m}$.⁽²⁾

Estes resultados são consistentes com os resultados anteriores, obtidos em outras ligas temperadas a base de titânio^(2,4) e revelam a importância desta pesquisa que está em desenvolvimento.

4 CONCLUSÕES

Foi determinado que as alterações na estrutura das ligas de 15% Nb a 40% Nb ocorrem em sentido de $\alpha' \rightarrow \alpha' + \alpha''(\omega) \rightarrow \alpha'' + \beta(\omega) \rightarrow \beta$ metaestável, devido à modificação da composição de Nb nas ligas investigadas. A estrutura da liga temperada Ti-15%Nb-5%Al apresenta a fase martensítica α' (HC) e traços da martensita ortorrômbica α'' . Na liga com 22% Nb coexistem duas fases martensíticas, α' e α'' . Com maior teor de nióbio aparece a fase α'' como a principal, com pouca participação da fase α' e evidências da fase β/ω . Acima de 28 %Nb, a

estrutura é bifásica onde coexistem a fase α'' e a fase β metaestável. As ligas, ricas em nióbio, com 36% Nb a 40% Nb, possuem a fase β metaestável.

A resistividade elétrica depende da composição química das ligas investigadas. Maiores valores de ρ , 1,28 $\mu\Omega\text{m}$ - 1,30 $\mu\Omega\text{m}$, apresenta a fase martensítica α' . A fase martensítica α'' apresenta os valores de ρ menores, até 0,87 $\mu\Omega\text{m}$, enquanto a fase de alta temperatura β metaestável revela ainda menores valores de ρ , até 0,71 $\mu\Omega\text{m}$. A presença da fase ω , coexistente com as fases α'' e/ou β metaestável, provavelmente, provoca um aumentando em resistividade elétrica nas ligas investigadas.

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 International, 381p. 2000.
- 2 COLLINGS, E.W. *The Physical Metallurgy of Titanium Alloys*. American Society for Metals. Metals Park, OH 44073, 261p. 1984.
- 3 LEYENS, C.; PETERS, M. *Titanium and Titanium Alloys*. Wiley-VCH GmbH & Co. KGaA. Germany. 513p. 2003.
- 4 FEDOTOV, S.G. *As Fases Metaestáveis nas Ligas de Titânio, o Mecanismo e as Condições de Formação, Investigações dos Metais dos Estados Líquidos e Sólidos*, Moscou, Nauka, 207p. 1964. (em Russo).
- 5 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 and Engineering. A. 393, p. 320-325. 2005.
- 6 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, Brasil, p.389-401. 1996.
- 7 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.
- 8 LEE, C.M.; JU, C.P.; CHERN LIN, J.H. *Structure-property relationship of cast Ti-Nb alloys*. Journal of Oral Rehabilitation. 29: p. 314-322. 2002.
- 9 SOZA, R.S., MATLAKHOVA, L.A.; MATLAKHOV, A.N. *Análise de estrutura das ligas de Ti-Nb-5%Al temperadas*. Anais de 62^o Congresso Anual da ABM Internacional. 23 a 27 de Julho de 2007. Vitória – ES, Brasil. p. 3664-3672. 2007.
- 10 ROSSITER, P.L. *The electrical resistivity of metals and alloys*. Cambridge Solid State Science Series. 1991.
- 11 SMITH, W.F. *Princípios de Ciência e Engenharia dos Materiais*. 3 Edição. Editora McGraw-Hill de Portugal. Portugal. 1998
- 12 TAYLOR, B.; WEIDMANN, E. *Metallographic preparation of titanium*. STRUERS A/S (Boletim técnico). 2002
- 13 OLIVEIRA, V., CHAVES, R.R.; BERTAZZOLI, R.; CARAM, R. *Preparation and characterization of Ti-Nb-Al alloys for orthopedic implants*. Brazilian Journal of Chemical Engineering. v. 15, n. 4. São Paulo Dec. 1998.
- 14 GIROTTO, I.M.; SANTOS, I.A. *Medidas de resistividade elétrica DC em sólidos: como efetuá-las corretamente*. Quim. Nova, V. 25, n. 4, p 639-647, 2002.