

# ASPECTOS ESTRUTURAIS DAS LIGAS Ti-Nb-3%Al TEMPERADAS

Hellen Cristine Prata de Oliveira<sup>2</sup>  
Lioudmila Aleksandrovna Matlakhova<sup>3</sup>  
Anatoliy Nikolaevich Matlakhov<sup>4</sup>

## Resumo

No trabalho atual, são apresentados os aspectos estruturais das ligas temperadas Ti-Nb-Al, onde o teor de Al é mantido constante de 3% (em peso), enquanto o teor de Nb varia de 15 a 38% (em peso). A caracterização das ligas foi feita através da microscopia ótica, microscopia eletrônica de varredura (MEV) e da microanálise em raios-X característicos de Ti, Nb e Al (EDS) executados em distintos locais e ao longo de uma linha nas ligas. Verificou-se que as alterações na estrutura das ligas Ti-Nb-3%Al temperadas ocorrem em sentido de  $\alpha' \rightarrow \alpha''(\omega) \rightarrow \beta$  metaestável, devido à modificação da composição de Nb como beta-estabilizador nestas ligas. Porém não foi observada nenhuma grande diferença na variação dos picos de EDS, comprovando a distribuição homogênea dos elementos nas ligas com 15 a 38% de Nb.

**Palavras-chave:** Ligas de Ti-Nb-Al; Análise estrutural; Microscopia eletrônica de varredura.

## STRUCTURAL ASPECTS OF THE Ti-Nb-3%Al ALLOYS QUENCHED

### Abstract

In the present work, are presented structural aspects of Ti-Nb-Al quenched alloys, which the Al content constant of 3% (in weight), and the Nb content variation from 15 to 38% (in weight). The characterization of the alloys was made using the optic microscopy, scanning electron microscopy (SEM) and EDS microanalysis X-ray characteristic of Ti, Nb and Al executed at different places and along of a line in the alloys. It was verified that the alterations in the structure of the Ti-Nb-3%Al quenched alloys occur in the direction  $\alpha' \rightarrow \alpha''(\omega) \rightarrow \beta$  metastable, due to the modification of the niobium content as beta-stabilizer in these alloys. However not being observed any great difference in the variation of the picks, proving the chemical homogeneous distribution of the elements in the alloys with 15 at 38% of Nb.

**Key words:** Ti-Nb-Al alloys; Structural aspects; Scanning electron microscopy.

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

<sup>2</sup> Doutorado em Engenharia e Ciências dos Materiais, UENF

<sup>3</sup> Eng.<sup>a</sup> Metalúrgica, Ph.D., Professora Associada, Lamav/CCT/UENF

<sup>4</sup> Eng.<sup>o</sup> Metalúrgico, Ph.D., Professor Associado, LAMAV/CCT/UENF; Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro (UENF), Centro de Ciência e Tecnologia (CCT). Campos dos Goytacazes/RJ. E-mail: <hellen@uenf.br> <lioudmila@uenf.br>

# 1 INTRODUÇÃO

O titânio e suas ligas apresentam propriedades mecânicas, físicas e químicas essenciais, entre as quais se destacam a baixa densidade, a alta resistência mecânica e a alta resistência à corrosão. Podem ainda apresentar propriedades especiais tais como supercondutividade, efeito de memória de forma e considerável fenômeno de amortecimento devido ao alto atrito interno.<sup>(1)</sup> Além disso, estudos têm demonstrado que o titânio e as suas ligas possuem uma excelente compatibilidade com o corpo humano, se tornando um biomaterial metálico de grande valia em implantes ósseos e dentários.<sup>(2)</sup>

O titânio puro apresenta transformação alotrópica à temperatura de 882,5°C. Abaixo desta temperatura, existe a fase estável  $\alpha$ , hexagonal compacta (HC), mas quando a temperatura é superior a esta, a fase  $\alpha$  sofre uma transformação alotrópica, formando a fase  $\beta$ , de estrutura cristalina cúbica de corpo centrado (CCC), que permanece estável até a temperatura de fusão do material. Nas ligas de titânio, alguns elementos de liga atuam como  $\alpha$ -estabilizadores (Al, O, N) e como  $\beta$ -estabilizadores (Nb, V, Ta e outros) quando adicionados ao titânio puro em concentrações variadas, alterando a temperatura de transformação e a estrutura das fases. Em presença somente de elementos  $\alpha$ -estabilizadores a estrutura de fase não muda, visto que, em temperatura ambiente, a estrutura das ligas de titânio com  $\beta$ -estabilizadores depende muito da concentração e da natureza dos elementos de liga, bem como da velocidade de resfriamento e da temperatura a partir da qual o resfriamento foi realizado.<sup>(1-5)</sup>

A alotropia do titânio permite que, sob tratamento térmico, algumas ligas deste elemento exibam grande variedade de microestruturas, constituídas por fases estáveis ou metaestáveis. Em geral, para quantidades limitadas de elementos  $\beta$ -estabilizadores, as ligas de titânio exibem apenas duas fases sólidas estáveis, as fases  $\alpha$  e  $\beta$ . Porém, caso o equilíbrio termodinâmico não seja alcançado, podem ser formadas fases metaestáveis como as martensíticas  $\alpha'$  e  $\alpha''$ ,  $\omega$  e  $\beta$  metaestável.<sup>(4-7)</sup>

A estrutura martensítica  $\alpha'$ , formada a partir de baixos teores de elemento de liga sob resfriamento rápido, possui a mesma malha HC e com parâmetros de rede semelhantes aos da fase  $\alpha$  do titânio puro (Ti- $\alpha$ ). À medida que o teor do elemento ligante é elevado, a fase  $\alpha'$  será substituída por martensita de estrutura ortorrômbica, denominada de  $\alpha''$ , resultado da transição da estrutura HC da martensita  $\alpha'$  para a estrutura CCC da fase  $\beta$ .<sup>(3-5)</sup>

A fase atômica  $\omega$  aparece na fase  $\beta$  metaestável como o produto de decomposição da mesma e possui a estrutura HC complexa. A fase  $\omega$ , quando aparece dentro da fase metaestável  $\beta$ , se revela pela difração de raios-X, microscopia eletrônica de transmissão, microdureza, comportamento anômalo dos módulos de elasticidade e outras propriedades.<sup>(3,5,6)</sup>

As temperaturas críticas de transformações martensíticas (TM) dependem da concentração de  $\beta$ -estabilizador que diminuem com o aumento da concentração do mesmo. Com isso haverá alterações na estrutura que podem refletir nas propriedades mecânicas, físicas e químicas de maneira muito acentuada.<sup>(4-8)</sup>

Estas fases martensíticas presentes nas ligas temperadas de titânio, no aquecimento, podem sofrer transformações martensíticas reversas, caso não ocorra sua decomposição a fases estáveis, possibilitando a ocorrência do efeito de memória

de forma e outros efeitos não elásticos, o que explica grande importância da análise de sua estabilidade. Estes dados são importantes em relação à utilização nobre das ligas temperadas com propriedades especiais e ampliam as áreas de uso das ligas de titânio.<sup>(8-10)</sup>

No sistema em estudo, Ti-Nb-3%Al, adicionou-se elemento  $\alpha$ -estabilizador, alumínio, que atua na liga diminuindo a densidade e aumentando as propriedades mecânicas a altas temperaturas, mantendo a sua concentração em 3% (em peso). Também foi acrescentado um elemento  $\beta$ -estabilizador, nióbio, que diminui a temperatura de transformação  $\beta$ (CCC)  $\rightarrow$   $\alpha$ (HC), facilitando a obtenção da estrutura desejável, variando a velocidade de resfriamento e composição da liga.

O presente trabalho tem como objetivo analisar os aspectos estruturais das ligas de Ti-Nb-3%Al temperadas, onde o teor de alumínio é mantido constante em 3%, enquanto o teor de nióbio varia de 15 a 38% (em peso).

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

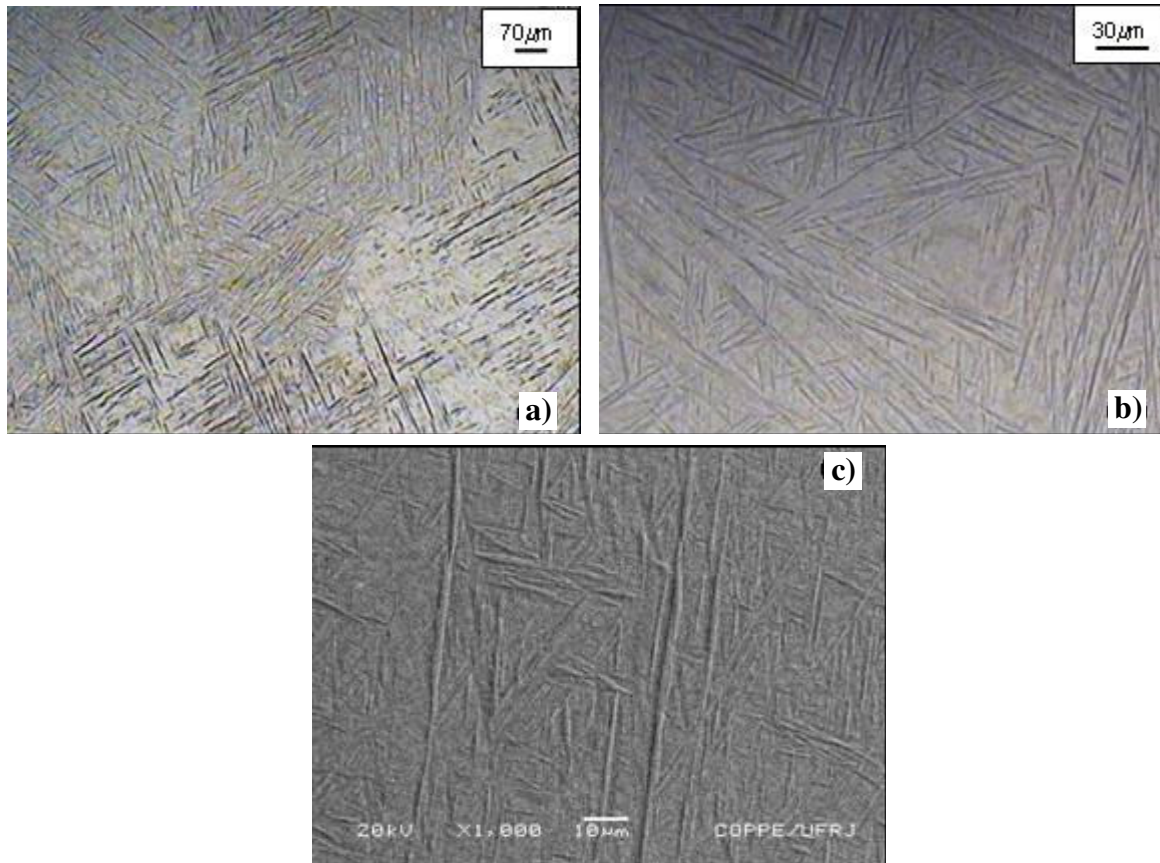
Foram estudadas as ligas temperadas do sistema Ti-Nb-3%Al, variando o teor de nióbio de 15% a 38%, mantendo o teor de alumínio constante de 3% (em peso), fabricadas no Instituto de Metalurgia de Moscou (IMET) pela técnica de cinco fusões em forno elétrico a arco, usando o titânio, o nióbio e o alumínio de alta pureza. As amostras foram encapsuladas a vácuo em ampolas de quartzo, aquecidas a 1000°C durante 5 horas e temperadas em água a temperatura ambiente com quebra das ampolas na mesma<sup>(1)</sup>.

A preparação metalográfica das ligas Ti-Nb-3%Al foi pelo método convencional, sendo que o ataque químico foi por imersão, durante 15 segundos, num reagente de 25ml HNO<sub>3</sub>, 25ml HF e 50ml de glicerina.

A caracterização das ligas foi feita através da microscopia ótica, utilizando o microscópio metalográfico Neophot-32 equipado com sistema digital de captação de imagens, disponível no LAMAV/UENF; da microscopia eletrônica de varredura (MEV) JEOL modelo JSM-6460LV, disponível no Laboratório de Microscopia e Microanálise PEMM-COPPE/UFRJ, usando elétrons secundários e retroespalhados, e da microanálise em raios-X característicos de Ti, Nb e Al (EDS) executados em distintos locais e ao longo de uma linha nas ligas de Ti-Nb-3%Al.

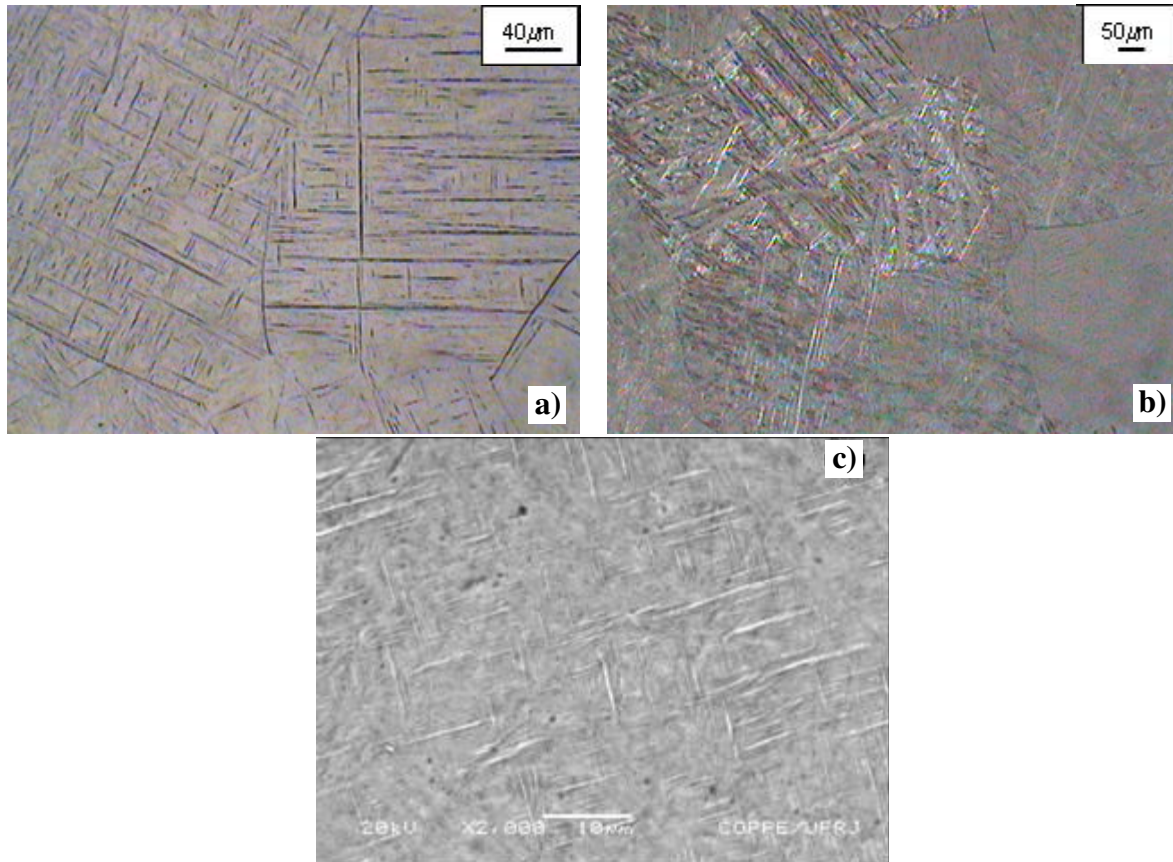
## 3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

As micrografias da liga temperada com 15% de Nb (Figura 1), revelam grãos da fase  $\beta$  transformada para a fase  $\alpha'$ , tendo a morfologia no interior destes tipicamente martensítica. As linhas de deslizamento são entrelaçadas em ângulos de 0°, 30°, 60° e 90°, o que é característico para a transformação martensítica CCC $\rightarrow$ HC.<sup>(6)</sup> A Figura 1 (c) apresenta a imagem da microestrutura obtida por MEV em elétrons BSE, referente à liga temperada Ti-15%Nb-3%Al, a qual constatou a homogeneidade da mesma.



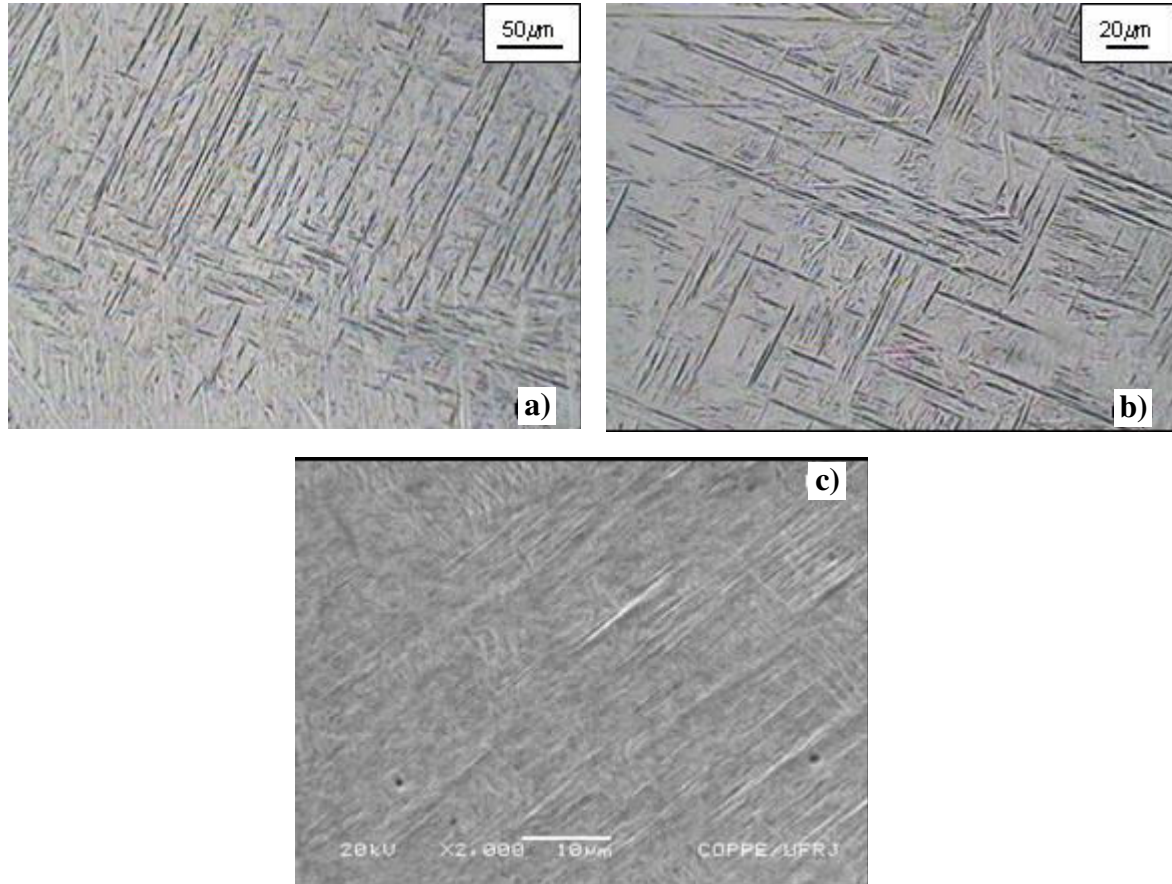
**Figura 1** - Microestrutura da liga Ti-15%Nb-3%Al temperada. (a, b) MO; (c) MEV (BSE).

A liga Ti-22%Nb-3%Al, possui uma microestrutura bifásica, constituída de grãos com fase martensítica metaestável  $\alpha'$  e  $\alpha''$ . Segundo Lee, Ju e Chern Lin,<sup>(2)</sup> em ligas do sistema Ti-Nb, a estrutura martensita acicular de fase  $\alpha''$  é relativamente bem mais fina que  $\alpha'$ . Quando essas agulhas se agrupam paralelamente, se assemelham à fase  $\alpha'$ , que se apresenta mais volumosa, dificultando a diferenciação das duas fases nas ligas. Qazi *et al.*<sup>(11)</sup> indicou que um grupo de martensitas  $\alpha''$  apresenta-se com um contraste distinto da fase  $\alpha'$ . Nesta liga, os grãos equiaxiais da fase  $\beta$  transformada apresentam morfologia de agulhas martensíticas, onde as linhas de deslizamento podem ser paralelas ou entrelaçadas, dependendo da posição espacial do cristalito. A Figura 2 (c) apresenta a imagem da microestrutura obtida por MEV em elétrons BSE, constatando a homogeneidade da liga.



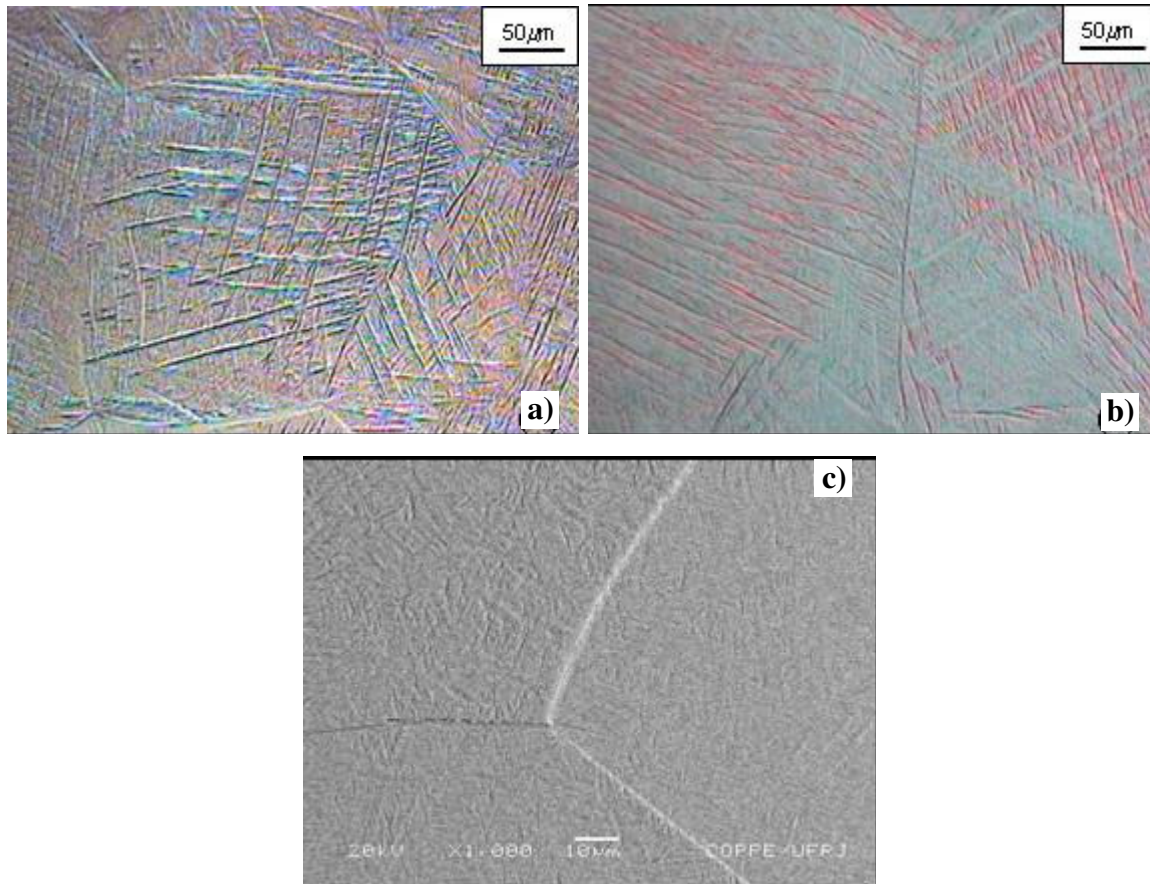
**Figura 2** – Microestrutura da liga Ti-22%Nb-3%Al temperada. (a, b) MO; (c) MEV (BSE).

A estrutura da liga Ti-24%Nb-3%Al é constituída de fase martensítica  $\alpha''$  e  $\alpha'$ , em menor quantidade, Figura 3. Pode-se observar que a fase  $\alpha''$  se mostra de forma volumosa, devido ao agrupamento em faixas das linhas de deslizamento. Em alguns grãos a morfologia martensítica mostra-se muito fina e aparentando uma estrutura em xadrez com agulhas martensíticas curtas e compridas ou agulhas curtas em paralelo. A Figura 3 (c) apresenta a imagem da microestrutura obtida por MEV em elétrons BSE, constatando a homogeneidade da liga.



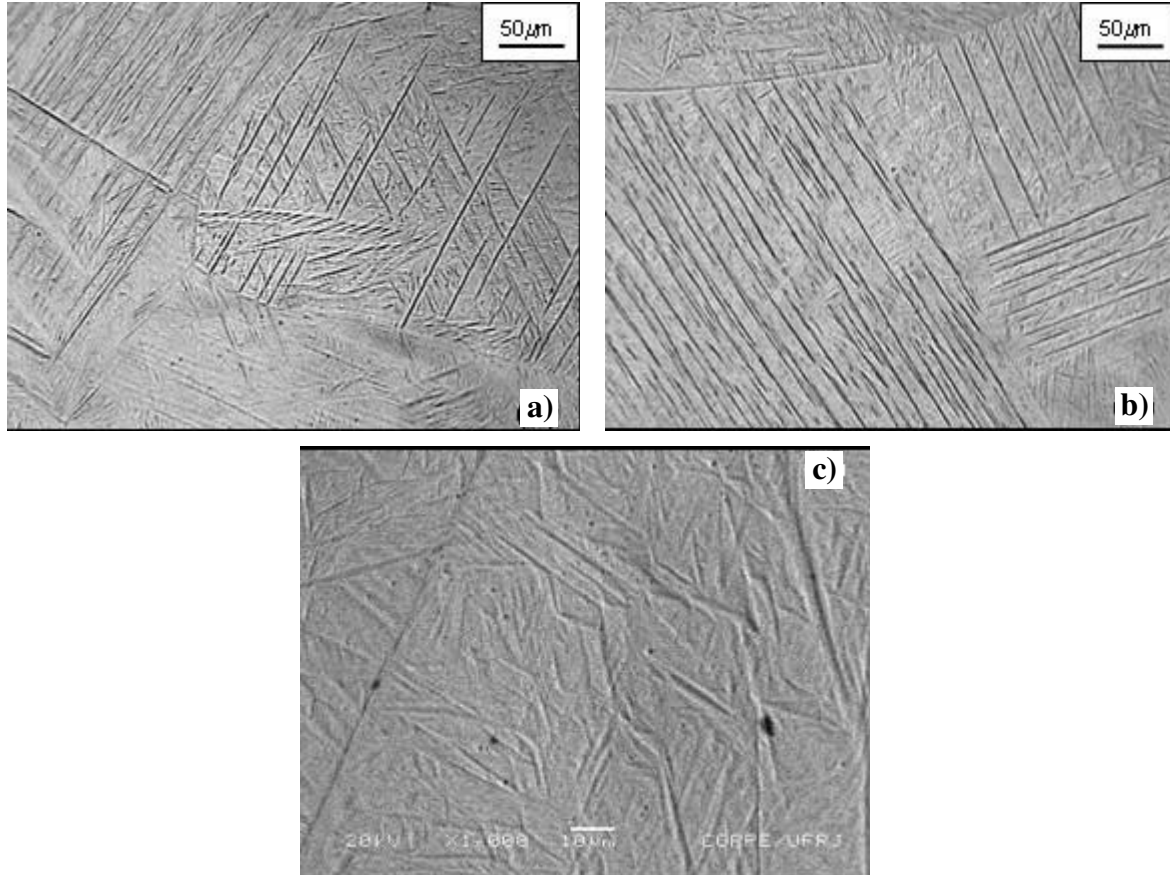
**Figura 3** – Microestrutura da liga Ti-24%Nb-3%Al temperada. (a, b) MO; (c) MEV (BSE).

A liga Ti-26%Nb-3%Al temperada, apresentada pela Figura 4, mostrou-se diferente às ligas anteriores, contendo os grãos equiaxiais com morfologias martensíticas distintas atribuídas à fase  $\alpha''$ , enquanto que as fases  $\alpha'$  e  $\beta$  metaestável tiveram uma pequena participação. A morfologia martensítica mostrou-se bastante variável, apresentando agulhas finas em V, linhas de deslizamento paralelas e entrelaçadas. A Figura 4 (c) apresenta a imagem da microestrutura obtida por MEV em elétrons BSE, constatando a homogeneidade da liga.



**Figura 4** – Microestrutura da liga Ti-26%Nb-3%Al temperada. (a, b) MO; (c) MEV (BSE).

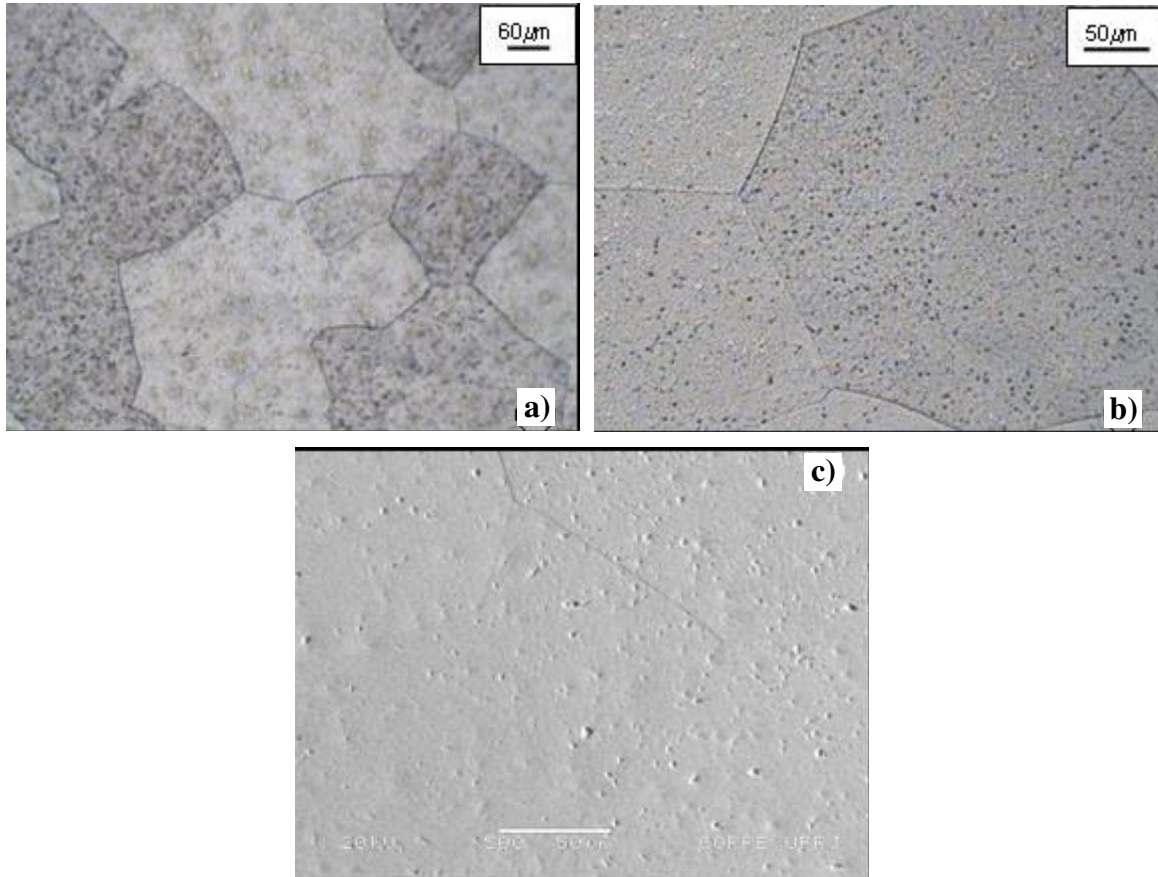
A liga temperada com 32% de Nb apresentou agulhas martensíticas mais finas que estão paralelas ou entrelaçadas no interior de grãos da fase  $\beta$  transformada para a fase martensítica  $\alpha''$  (ortorrômbica), Figura 5. Nesta liga, observou-se uma morfologia em forma de tranças, o que pode ser atribuído ao processo de acomodação da fase  $\alpha''$  na transformação martensítica a partir da fase  $\beta$ . A Figura 5 (c) apresenta a imagem da microestrutura obtida por MEV em elétrons BSE, constatando a homogeneidade da liga.



**Figura 5** – Microestrutura da liga Ti-32%Nb-3%Al temperada. (a, b) MO; (c) MEV (BSE).

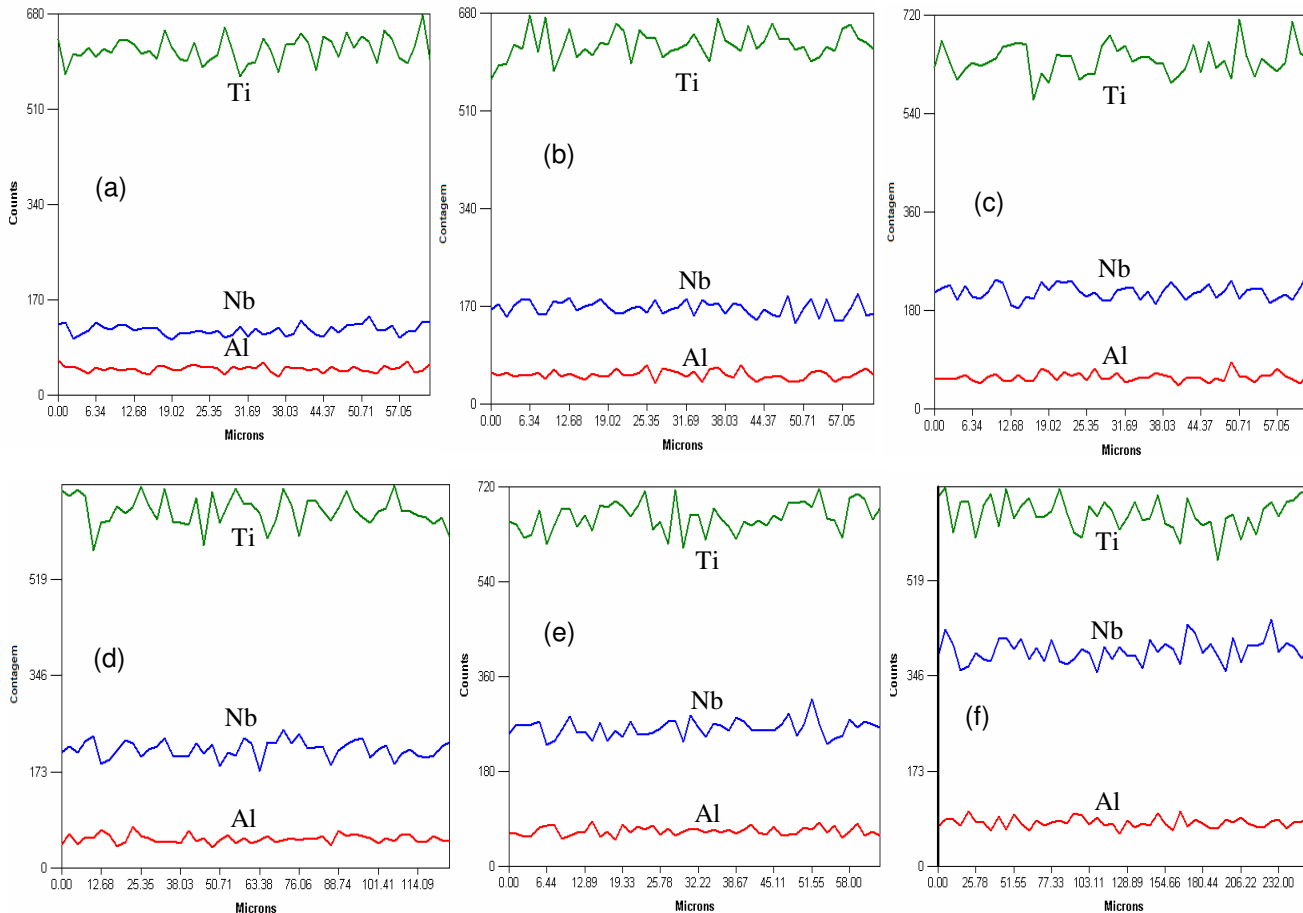
Na liga temperada com 38% de Nb, está presente somente a fase  $\beta$  metaestável, manifestando-se na forma de grãos aproximadamente equiaxiais e livres de agulhas martensíticas de outras fases, Figura 6. Verificou-se que as alterações na estrutura das ligas ocorrem no sentido  $\alpha' \rightarrow \alpha'' + (\beta) \rightarrow \beta$ -metaestável, por razão de adição de Nb como beta-estabilizador. Na Figura 6 (c) pode-se observar a imagem da microestrutura obtida por MEV em elétrons BSE, a homogeneidade liga temperada Ti-38%Nb-3%Al.





**Figura 6** – Microestrutura da liga Ti-38%Nb-3%Al temperada. (a, b) MO; (c) MEV (BSE).

Foi realizada nas amostras a análise por EDS ao longo de uma linha. Na Figura 7 mostra-se a variação da intensidade de emissão característica de raios-X ao longo da linha para as ligas pesquisadas. Nessas análises, os espectros de raios-X dos constituintes metálicos revelaram praticamente as mesmas variações de contagem para o titânio, nióbio e alumínio nas diferentes ligas. Entretanto, o espectro de raios-X referente ao elemento nióbio aumenta de acordo com a composição das ligas, confirmando a variação deste nas ligas. Porém não foi observada nenhuma grande diferença na variação dos picos, comprovando a distribuição homogênea dos elementos nas ligas de 15% a 38% de Nb.



**Figura 4** - Microanálise em linha das ligas temperadas: (a) Ti-15%Nb-3%Al, (b) Ti-22%Nb-3%Al, (c) Ti-24%Nb-3%Al, (d) Ti-26%Nb-3%Al. (e) Ti-32%Nb-3%Al, (f) Ti-38%Nb-3%Al.

## 4 CONCLUSÕES

1. Verificou-se que ocorreu alteração na morfologia das agulhas martensitas  $\alpha'$  e  $\alpha''$  respectivamente das ligas de Ti-15%Nb-3%Al e Ti-22%Nb-3%Al.
2. A formação da fase martensita  $\alpha''$  se deve a distorção rômbrica da martensítica  $\alpha'$ , que possui malha HC, para ligas com teores de nióbio de 22 % até 26 %.
3. As ligas com 26, 32 e 38 % de nióbio apresentaram estruturas bastante diferentes quando se trata do teor de Nb, alterando de  $\alpha''(\alpha')$   $\rightarrow$   $\alpha''(\beta)$   $\rightarrow$   $\beta$  metaestável, respectivamente.
4. Para teores acima de 38% de Nb, observou-se a fase  $\beta$  metaestável em forma de grãos com a ausência de agulhas martensitas em seu interior.
5. Com aumento do teor de nióbio de 15% a 38%Nb, a estrutura das ligas temperadas Ti-Nb-3%Al se altera em sentido de  $\alpha' \rightarrow \alpha''(\omega) \rightarrow \beta$ .
6. Nestas ligas, revela-se a influência de nióbio na formação de novas estruturas e morfologias.

7. Constatou-se que a distribuição dos elementos Ti, Nb e Al nas ligas Ti-Nb-3%Al temperadas é uniforme, sem presença de regiões ricas e pobres em elementos de liga, comprovando a distribuição homogênea dos elementos na liga.
8. O espectro de raios-X referente à contagem do elemento nióbio aumenta de acordo com o aumento do teor de Nb nas ligas preparadas, confirmando a variação deste nas ligas.

## REFERÊNCIAS

- 1 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. 320-326, 2005.
- 2 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.
- 3 DONACHIE JUNIOR, M. J., **Titanium: a technical guide**. United States of America: ASM International, 2.ed, 2000, 381p.
- 4 COLLINGS, E.W. (1984) **The Physical Metallurgy of Titanium**. American Society for Metals. Metals Park, OH 44073.
- 5 LEYENS, C.; PETERS, M. **Titanium and Titanium Alloys**. Wiley-VCH GmbH & Co. KGaA. Germany. 2003.
- 6 MELLO, G.M.R.; ALEIXO, G.T.; CHAVES, R.R.; CARAM, R. Estabilidade e meta-estabilidade em ligas de titânio e sua relação com teores de Nb, Ta e Zr. In: CBECIMAT: XVI CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIAS DOS MATERIAIS, Porto alegre, RS, Brasil. 2004.
- 7 IVANHKO, A. A. **Durezza**. Naukova Dumka, Kiev, Ucrânia, 1968, 127p.
- 8 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, 1964, 207p.
- 9 FEDOTOV S.G.; KONSTANTINOV, K.M.; KOKNAEV, R.G.; SINODOVA, E.P. **Estrutura, Propriedades e Decomposição da Martensita nas Ligas de Ti - Nb**. *Ligas de Titânio com Propriedades Especiais.*, Moscou, Nauka, 1982, p. 29-32
- 10 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.
- 11 QAZI, J., I.; SENKOV, O., N.; RAHIM, J.; FROES, S., F., H. Kinetics of martensite decomposition in Ti-6Al-4V-xH alloys. **Materials Science and Engineering A**. V.359, p. 137-149, 2003.