

CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL DAS LIGAS DE Ti-Nb-3%Al TEMPERADAS ¹

Hellen Cristine Prata de Oliveira ²
Lioudmila Aleksandrovna Matlakhova ³
Anatoliy Nikolaevich Matlakhov ⁴

Resumo

Neste trabalho, maior atenção foi dada a analisar a estrutura das ligas temperadas de Ti-Nb-3%Al, com alfa e beta estabilizadores, variando o teor de nióbio de 15 a 26% em peso. As ligas desse sistema apresentam alta resistência à corrosão, alto atrito interno e efeitos não elásticos. Análise estrutural foi realizada por métodos de difração de raios-X, microscopia ótica e medição de microdureza. Verificou-se que as alterações na estrutura das amostras ocorrem em sentido de $\alpha' \rightarrow \alpha' + \alpha''(\omega) \rightarrow \alpha'' + (\beta)$, devido à modificação da composição de Nb como beta-estabilizador nas ligas Ti-Nb-3%Al temperadas. Maior microdureza foi notada na liga Ti-22%Nb-3%Al com a estrutura de $\alpha' + \alpha''(\omega)$, enquanto que na liga com 26%Nb, cuja estrutura é $\alpha'' + (\beta)$, apresentou-se com um valor menor.

Palavras-chave: Ligas de Ti-Nb-Al; Análise estrutural; Fases metaestáveis.

STRUCTURE CHARACTERIZATION OF THE Ti-Nb-3%Al QUENCHED ALLOYS

Abstract

In this work, more attention have been done to the study of the structure of the quenched Ti-Nb-3%Al alloys, with alpha and beta stabilizers, varying the rate of niobium from 15 to 26% in weight. The alloys of this system present high corrosion resistance, high internal attrition and non-elastic effects. The structure analyzes were performed using X-ray diffraction method, optic microscopy and microhardness measurements. It was verified that the alterations in the structure of the alloys occur in the direction: $\alpha' \rightarrow \alpha' + \alpha''(\omega) \rightarrow \alpha'' + (\beta)$, due to the modification of the niobium content as beta-stabilizer in the Ti-Nb-3%Al quenched alloys. Bigger microhardness was noticed in the alloy Ti-22%Nb-3%Al, with the structure of $\alpha' + \alpha''(\omega)$, and lesser one was noticed in the alloy Ti-26%Nb-3%Al whose structure contains the phase α'' with traces of the phase β .

Key-words: Ti-Nb-Al alloys; Structural analysis; Metastable phases.

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

² Aluna de Mestrado em Engenharia e Ciências dos Materiais, setor de Metalurgia Física, LAMAV/CCT/UENF. Av. Alberto Lamego 2000, Parque Califórnia, Campos dos Goytacazes, RJ, CEP: 28015-620. Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro (UENF), Centro de Ciência e Tecnologia (CCT), Laboratório de Materiais Avançados (LAMAV); hellen@uenf.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

INTRODUÇÃO

O titânio e suas ligas têm despertado o interesse de muitos engenheiros e cientistas por apresentarem propriedades mecânicas, físicas e químicas essenciais, entre as quais se destacam a baixa densidade, a alta resistência mecânica e a alta resistência à corrosão. Essas ligas de titânio podem vir a ter propriedades especiais tais como supercondutividade, efeito de memória de forma e considerável fenômeno de amortecimento devido ao alto atrito interno.^[1] 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.^[2]

O titânio puro apresenta transformação alotrópica à temperatura de 882,5° C, quando a fase α , estável à temperatura ambiente, muda de estrutura cristalina hexagonal compacta (HC) para a cúbica de corpo centrado (CCC), transformando-se em fase β que permanece estável até a temperatura de fusão do material. Nas ligas de titânio, alguns elementos de liga atuam como α -estabilizadores (Al, O, N) e como β -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 α -estabilizadores a estrutura de fase não muda, visto que, em temperatura ambiente, a estrutura das ligas de titânio com β -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.^[1-6]

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 β -estabilizadores, as ligas de titânio exibem apenas duas fases sólidas estáveis, as fases α e β . Porém, caso o equilíbrio termodinâmico não seja alcançado, podem ser formadas fases metaestáveis como as martensíticas α' e α'' , ω e β metaestável.^[4-7]

A estrutura martensítica α' , 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 α do titânio puro (Ti- α). À medida que o teor do elemento ligante é elevado, a fase α' será substituída por martensita de estrutura ortorrômbica, denominada de α'' , resultado da transição da estrutura HC da martensita α' para a estrutura CCC da fase β .^[3,5-6]

A fase atômica ω aparece na fase β metaestável como o produto de decomposição da mesma e possui a estrutura HC complexa. A fase ω , quando aparece dentro da fase metaestável β , se revela pela difração de raios-X, microscopia eletrônica de transmissão, microdureza, comportamento anômalo dos módulos de elasticidade e outras propriedades.^[3,5,6]

As temperaturas críticas de transformações martensíticas (TM) dependem da concentração de β -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.^[4-7]

No sistema em estudo, Ti-Nb-3%Al, adicionou-se elemento α -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 β -estabilizador, nióbio, que diminui a temperatura de transformação β (CCC) \rightarrow α (HC), facilitando a obtenção da estrutura desejável, variando a velocidade de resfriamento e composição da liga.

O principal objetivo deste trabalho foi o de identificar, através da análise de microscopia ótica e difração de raios-X, a estrutura das ligas de Ti-Nb-3%Al temperadas que contém elementos α e β estabilizadores, com variação na composição de nióbio, e analisar a microdureza Vickers das fases presentes.

MATERIAIS E MÉTODOS

No trabalho, foram estudadas as ligas do sistema Ti-Nb-3%Al, variando o teor de nióbio de 15% a 26%, 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. Os detalhes do procedimento de fabricação das ligas encontram-se no trabalho.^[1]

A preparação metalográfica das ligas Ti-15%Nb-3%Al, Ti-22%Nb-3%Al e Ti-26%Nb-3%Al consistiu em embutimento a frio em resina epóxi, lixamento com lixas de 220 a 2000 mesh, polimento com pastas de alumina de 1 μ m e 0,1 μ m e ataque químico por imersão, durante 15 segundos, num reagente de 25ml HNO₃, 25ml HF e 50ml de glicerina.

A caracterização estrutural das ligas foi feita através da microscopia ótica, utilizando microscópio Neophot-32 equipado com sistema digital de captação de imagens e com microdurômetro MHP-100 para os ensaios de microdureza das fases presentes.

A microdureza em escala Vickers (kgf/mm²) foi calculada pela seguinte expressão:

$$HV = \frac{1854 F}{d^2}$$

onde: F é a carga aplicada à amostra, em gramas (35g);
d é a diagonal da impressão, em micrômetros.

Os ensaios de microdureza foram efetuados em distintas regiões dos corpos de prova através de 15 medições em cada fase presente, visando se obter o valor médio mais representativo, identificar na primeira aproximação as fases e avaliar a influência do teor de Nb na microdureza das fases.

A análise difratométrica das ligas foi realizada num difratômetro tipo URD-65, utilizando a radiação de Co-K α filtrada, num amplo intervalo dos ângulos de difração ($2\theta=25-120^\circ$) e com um passo angular de 0,03°. A identificação das fases foi feita utilizando programa APX-63 e banco de dados de IMET.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

O difratograma obtido da liga Ti-15%Nb-3%Al temperada está apresentado na Figura 1, evidenciando a presença predominante da fase martensítica α' e, em pouca quantidade, da fase α'' . A presença da fase α' e da fase α'' , que aparece nos locais onde o teor de nióbio é mais elevado por causa da flutuação de concentração, é atribuída à transformação martensítica da fase β de alta temperatura.

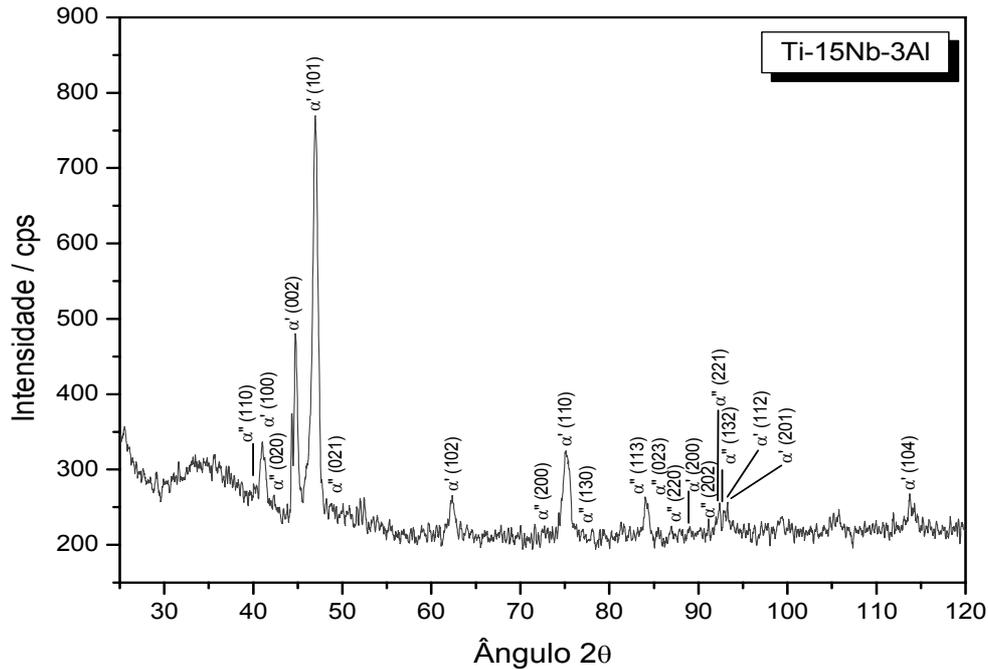


Figura 1 - Difratoograma da liga Ti-15%Nb-3%Al temperada.

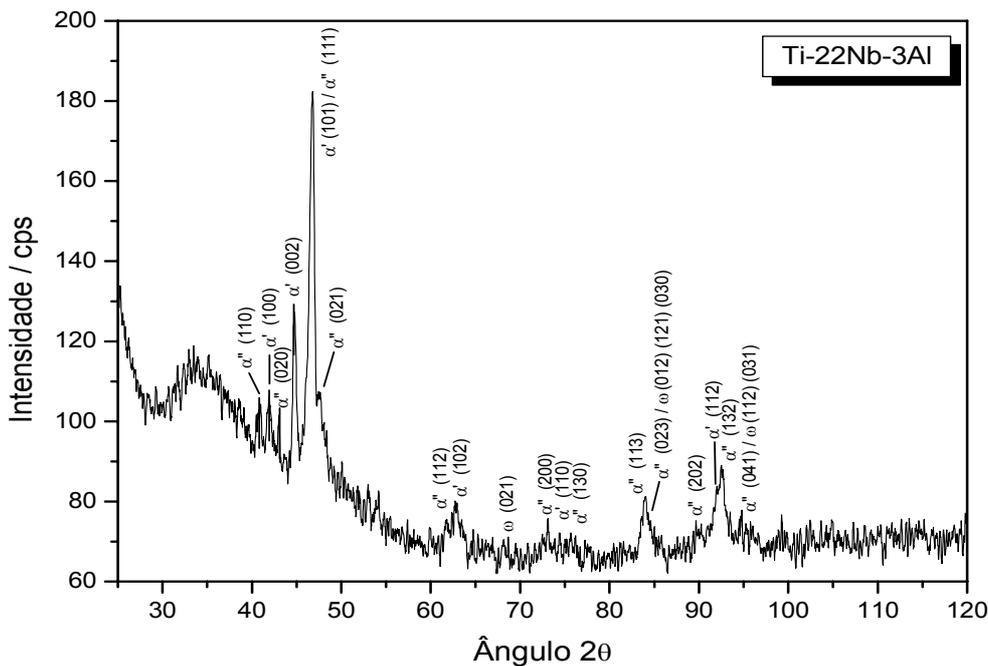


Figura 2 - Difratoograma da liga Ti-22%Nb-3%Al temperada.

A liga Ti-22%Nb-3%Al temperada é composta por duas fases martensíticas α' e α'' e traços da fase ω (Figura 2), sendo que, a fase α'' aparece em maior quantidade, comparando com a liga Ti-15%Nb-3%Al. A rede martensítica da fase α' apresenta uma distorção que foi determinada pelo desdobramento dos picos da fase α' : $(100)_{\alpha'} \rightarrow (110)_{\alpha''} + (020)_{\alpha''}$, $(110)_{\alpha'} \rightarrow (200)_{\alpha''} + (130)_{\alpha''}$ e $(101)_{\alpha'} \rightarrow (111)_{\alpha''} + (021)_{\alpha''}$. Devido a essa distorção da célula unitária, ocorreu uma variação das distâncias interplanares, respectivamente: $2,55839 \rightarrow 2,58746$ e $2,45864$; $1,47831 \rightarrow 1,51293$ e $1,45731$; $2,24914 \rightarrow 2,25733$ e $2,19492$.

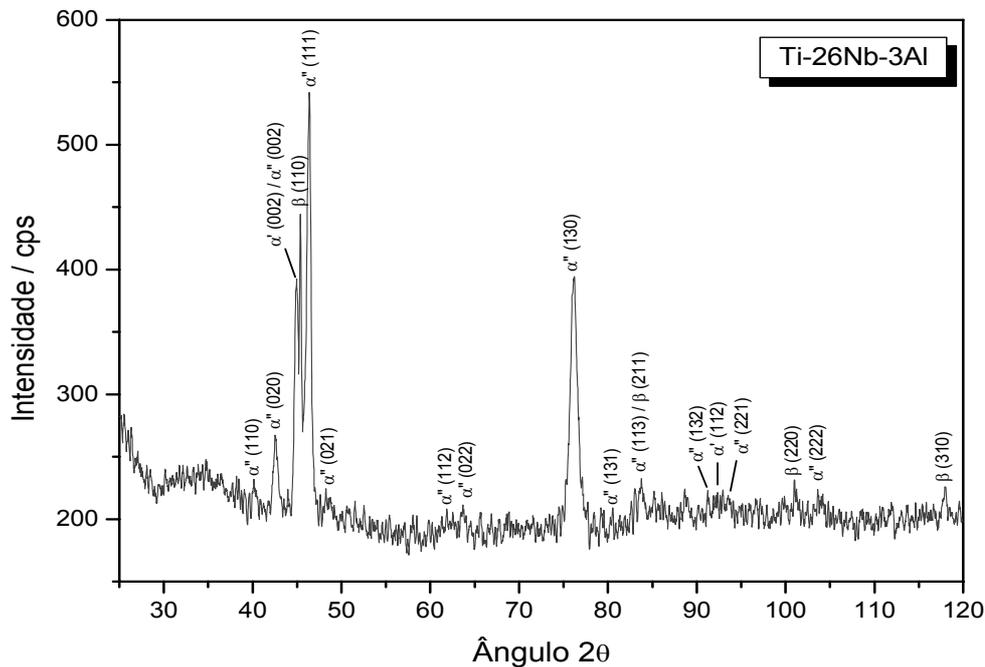


Figura 3 - Difratoograma da liga Ti-26%Nb-3%Al temperada.

A análise do difratograma da liga Ti-26%Nb-3%Al temperada (Figura 3) revelou principalmente a fase martensítica α'' , com maior distorção rômbrica, e traços de fase metaestável β , determinada pelos picos $(110)_\beta$, $(211)_\beta$, $(220)_\beta$ e $(310)_\beta$.

O aspecto microscópico da liga temperada Ti-15%Nb-3%Al mostram as micrografias apresentadas na Figura 4 que revelam grãos grandes da fase β transformada, equiaxiais, com a interface não coerente (Figura 4 a). A morfologia no interior destes grãos é martensítica típica para α' como linhas de deslizamentos entrelaçadas com ângulos 0, 30, 60 e 90° (Figura 4 b, c, d), que é típico para a transformação martensítica de CCC→HC [5]. O relevo das agulhas martensíticas entrelaçadas observa-se com detalhes nas micrografias da Figura 4 e, f.

A liga temperada Ti-22%Nb-3%Al, constituída das fases martensíticas α' e α'' , revela os grãos equiaxiais da fase beta transformada com diferentes orientações das agulhas martensíticas, onde as linhas de deslizamento podem ser paralelas ou entrelaçadas, dependendo da posição espacial do cristalito (Figura 5).

A interface entre os grãos é predominantemente incoerente, como está mostrado em maiores detalhes na Figura 5 a, b, e.

As fases martensíticas α' e α'' aparecem na microestrutura da liga com morfologias diferentes, aparentando martensita mais grossa (α') e mais fina (α''), Figura 5 c, d, f.

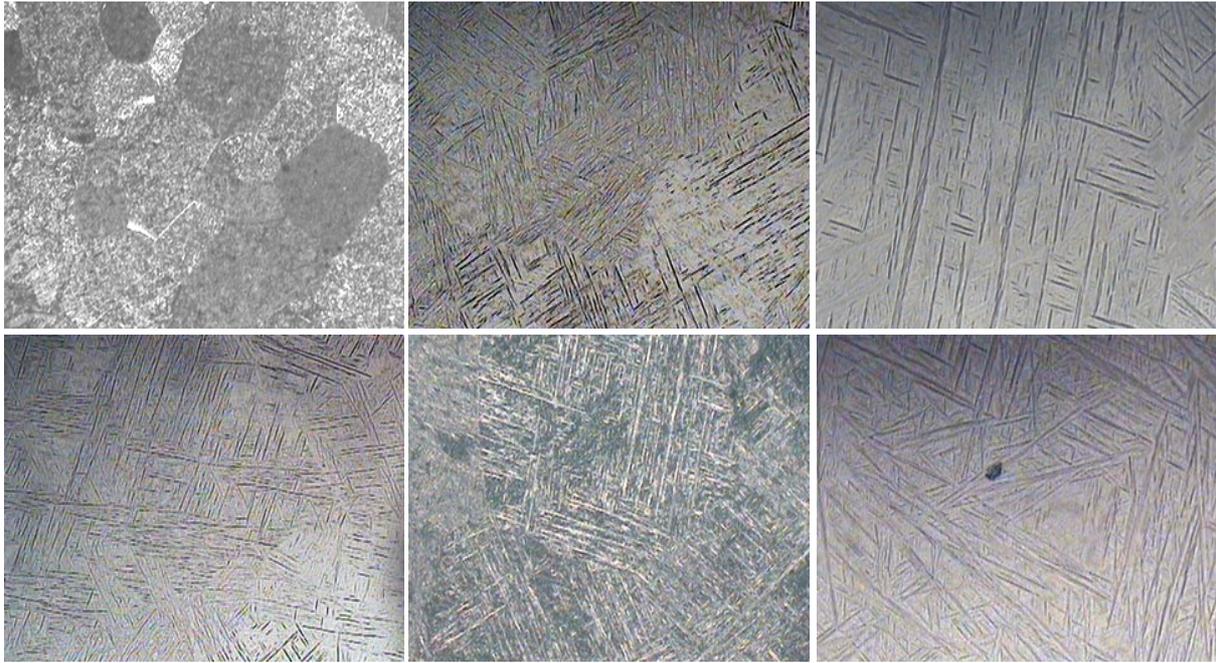


Figura 4 – Microestrutura da liga Ti-15%Nb-3%Al temperada. Ampliação: (a) 50x, (b,d) 80x, (e) 160x, (c,f) 400x. Regimes de observação: luz polarizada (a,d), campo claro (b,c,f), campo escuro (e).

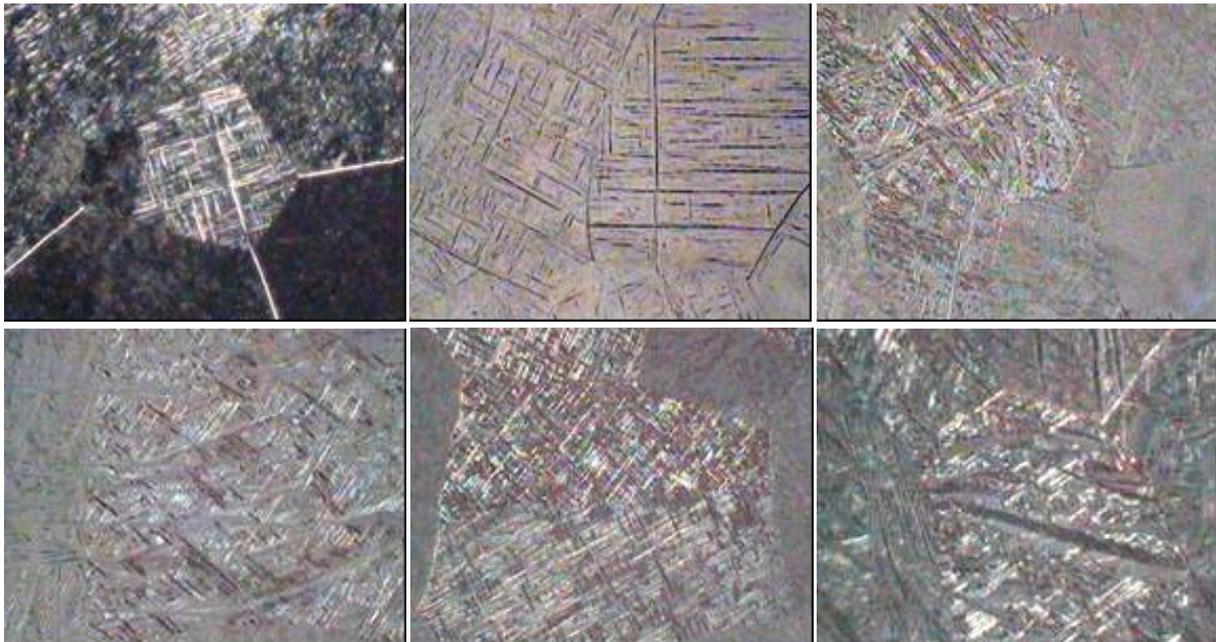


Figura 5 – Microestrutura da liga Ti-22%Nb-3%Al temperada. Ampliação: (a,c) 200x, (b,e) 320x e (d,f) 500x. Regimes de observação: campo escuro (a), campo claro (b) e luz polarizada (c,d,e,f)

A estrutura da liga Ti-26%Nb-3%Al temperada, apresentada pela Figura 6 a, mostrou-se diferente à liga Ti-22%Nb-3%Al, contendo os grãos equiaxiais com morfologias martensíticas distintas atribuídas à fase α'' , uma vez que as análises de difração de raios-X revelaram a presença desta fase e pequena participação da fase β . A interface entre os grãos revelou-se predominantemente incoerente, Figura 6 b, e, f, contendo algumas regiões com interface semicoerente, Figura 6 d. A morfologia martensítica mostrou-se bastante variável, apresentando agulhas finas em V, linhas de deslizamento paralelas e entrelaçadas (Figura 6 b, c, e).

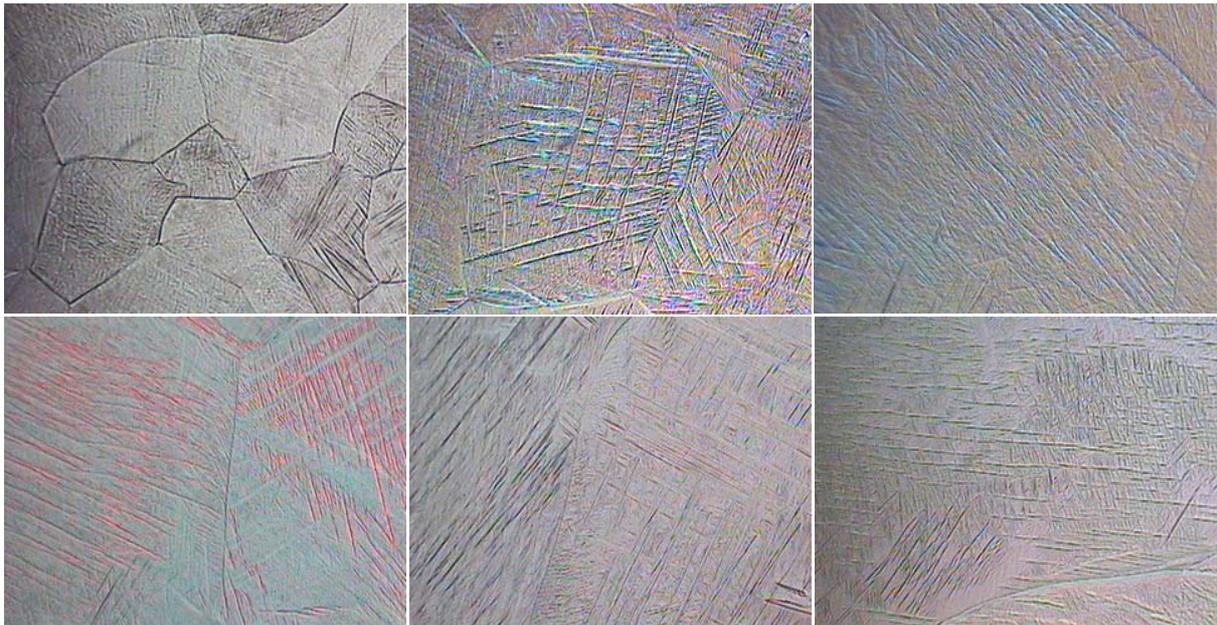


Figura 6 – Microestrutura da liga Ti-26%Nb-3%Al temperada. Ampliação: (a) 123x, (b,d,e,f) 200x e (c) 250x. Regimes de observação: luz polarizada (a) e interferência diferencial (b,c,d,e,f)

A microdureza das fases martensíticas das ligas testadas Ti-15%Nb-3%Al, Ti-22%Nb-3%Al e Ti-26%Nb-3%Al foi determinada em grãos de fases martensíticas α' e α'' . Na Tabela 1 estão apresentados os valores médios da microdureza (HV), bem como o desvio padrão (σ) e o erro absoluto (ε) para as fases presentes nas ligas.

Os resultados dos ensaios de microdureza (Tabela 1) mostram que, com o aumento do teor de Nb de 15% para 22%, a microdureza da fase α' aumenta de $348,9 \pm 59,2$ kgf/mm² até $405,0 \pm 33,8$ kgf/mm², provavelmente, por ter aumentado o teor do ligante.

A microdureza da fase α'' na liga com 22%Nb, determinada como $393,7 \pm 41,0$ kgf/mm², é menor do que a da fase α' , e continua diminuindo até $315,3 \pm 88,6$ kgf/mm², com aumento do teor de nióbio até 26%. Este decréscimo no valor da microdureza da fase α'' , ocorre provavelmente devido à maior distorção rômbrica da rede hexagonal de α -Ti e aparecimento da fase β metaestável.^[8]

Os resultados obtidos neste estudo ficam em concordância com outros trabalhos onde foram pesquisadas ligas do sistema Ti-Nb-Al.^[1-8]

Tabela 1 - Microdureza das ligas Ti-Nb-3%Al temperadas, com diferentes teores de nióbio.

Nb (% em peso)	Fase	HV (kgf/mm ²)	σ (kgf/mm ²)	ε (kgf/mm ²)
15	α'	348,9	30,2	59,2
22	α'	405,0	17,2	33,8
	α''	393,7	20,9	41,0
26	α''	315,3	45,2	88,6

CONCLUSÕES

1. Com aumento do teor de nióbio de 15 a 26%Nb, a estrutura das ligas temperadas Ti-Nb-3%Al se altera em sentido de $\alpha' \rightarrow \alpha' + \alpha''(\omega) \rightarrow \alpha'' + (\beta)$.
2. A liga Ti-15%Nb-3%Al temperada possui a fase martensítica α' que se revela com a morfologia em forma de linhas de deslizamentos paralelas e entrelaçadas com ângulos 30, 60 e 90°, no interior dos grãos da fase beta transformada.
3. A liga Ti-26%Nb-3%Al revela a estrutura de fase martensítica α'' com pouca participação da fase β metaestável. A morfologia da martensita α'' é bastante variável, apresentando linhas de deslizamento paralelas, entrelaçadas ou em forma de agulhas finas em V.
4. Na liga Ti-22%Nb-3%Al, as fases α'' e α' se revelaram com suas morfologias distintas.
5. A microdureza da liga Ti-22%Nb-3%Al, $405,0 \pm 33,8 \text{ kgf/mm}^2$, é maior em relação às ligas com 15 e 26%Nb, que pode ser atribuído ao teor do elemento de liga e composição de fase.

Agradecimentos

Agradecemos a Deus, a Capes pelo apoio a esta pesquisa e aos colegas do LAMAV/UENF e LCFIS/UENF.

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 MELLO, G.M.R.; ALEIXO, G.T.; CHAVES, R.R.; CARAM, R. Estabilidade e metaestabilidade 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.
- 5 COLLINGS, E.W. (1984) **The Physical Metallurgy of Titanium**. American Society for Metals. Metals Park, OH 44073.
- 6 LEYENS, C.; PETERS, M. **Titanium and Titanium Alloys**. Wiley-VCH GmbH & Co. KGaA. Germany. 2003.
- 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.