

ESTRUTURA DAS LIGAS DE Ti-Nb-3%Al TEMPERADAS E AQUECIDAS A 800°C ¹

Hellen Cristine Prata de Oliveira ²

Nina do Amaral Sardinha ³

Lioudmila Aleksandrovna Matlakhova ⁴

Anatoliy Nikolaevich Matlakhov ⁴

Teresa Elígio Castilló ⁵

Resumo

As ligas do sistema Ti-(15-38)%Nb-3%Al, previamente temperadas a partir de 1000° C em água, foram aquecidas até 800° C durante a análise térmica diferencial (DTA), onde as ligas foram aquecidas com a taxa de 10° C/min e resfriadas com o forno em atmosfera inerte. Posteriormente, foi feita a caracterização da estrutura através de microscopia ótica e difração de raios-X. Verificou-se que as alterações na estrutura das ligas Ti-Nb-3%Al temperadas ocorrem em sentido de $\alpha' \rightarrow \alpha''(\omega) \rightarrow \beta$, devido à modificação da composição de Nb como beta-estabilizador nestas ligas. Após o aquecimento destas ligas previamente temperadas, as estruturas iniciais sofrem alterações e aproximam-se das estruturas estáveis, apresentando as fases estáveis α (HC) e β (CCC), e ainda as metaestáveis α' , α'' e ω .

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

STRUCTURE OF THE Ti-Nb-3%Al ALLOYS QUENCHED AND HEATING AT 800°C

Abstract

The alloys of the system Ti-(15-38)%Nb-3%Al, previously quenched from 1000° C in water, were heat up to 800° C during differential thermal analysis (DTA), where the alloys were warm at the rate of 10° C/min and cooled with the oven in inert atmosphere. Later, the microstructure was characterized through optical microscopy and X-ray diffraction. It was verified that the alterations in the structure of the Ti-Nb-3%Al quenched alloys occur in the direction $\alpha' \rightarrow \alpha''(\omega) \rightarrow \beta$, due to the modification of the niobium content as beta-stabilizer in these alloys. After the heating of these alloys previously quenched, the structures initially suffer alterations and approach the stable structures, showing the stable phases α (HC) e β (CCC), and still the metastable as α' , α'' and ω .

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

¹ Contribuição técnica ao 63° Congresso Anual da ABM, 28 de julho a 1° de agosto de 2008, Santos, SP, Brasil

² Aluna de Doutorado em Engenharia e Ciências dos Materiais, UENF

³ Aluna de Graduação em Engenharia e Ciências dos Materiais, UENF

⁴ Eng. Metalúrgico, Ph.D., Professor Associado, LAMAV/CCT/UENF. Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro (UENF), Centro de Ciência e Tecnologia (CCT). Av. Alberto Lamego 2000, Parque Califórnia, Campos dos Goytacazes, RJ, CEP: 28015-620. E-mail: <lioudmila@uenf.br>

⁵ Pesquisadora, DsC., SEPOL/LAMAV/CCT/UENF

1 INTRODUÇÃO

Muitos engenheiros e cientistas tem se interessado pelo titânio e suas ligas devido as suas propriedades mecânicas, físicas e químicas essenciais, entre as quais se destacam a baixa densidade, a alta resistência mecânica e a alta resistência à corrosão. Algumas ligas também podem apresentar 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. Abaixo desta temperatura, existe a fase estável α , hexagonal compacta (HC), mas quando a temperatura é superior a esta, a fase α sofre uma transformação alotrópica, formando a fase β , 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 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.^[1-3,5-6]

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 formados 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. 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]

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.^[9,10]

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 $\beta(\text{CCC}) \rightarrow \alpha(\text{HC})$, facilitando a obtenção da estrutura desejável, variando a velocidade de resfriamento e composição da liga.

O presente trabalho tem como objetivo analisar a estrutura das ligas de Ti-Nb-3%Al temperadas e aquecidas a 800°C, onde o teor de nióbio, o elemento beta-estabilizador nas ligas de titânio, varia de 15% a 38% (em peso).

2 MATERIAIS E MÉTODOS

No presente trabalho, 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 1.000°C durante 5 horas e temperadas em água a temperatura ambiente com quebra das ampolas na mesma.

A preparação metalográfica das ligas Ti-15%Nb-3%Al, Ti-24%Nb-3%Al e Ti-38%Nb-3%Al consistiu em embutimento a frio em resina epóxi, lixamento com lixas de 220 mesh a 2.000 mesh, polimento com pastas de alumina de 1 μm e 0,1 μm e ataque químico por imersão, durante 15 segundos, num reagente de 25ml HNO₃, 25ml HF e 50ml de glicerina.

A caracterização estrutural das ligas temperadas foi feita através da microscopia ótica, utilizando microscópio Neophot-32 equipado com sistema digital de captação de imagens. A análise difratométrica destas ligas temperadas 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°.

Realizada as análises descritas anteriormente nas ligas temperadas, foi feito um corte na liga, utilizando o equipamento para corte Miniton, obtendo as dimensões de 2,0 mm de largura por 2,5 mm de altura, aproximadamente. Em seguida as amostras foram lixadas e polidas convencionalmente e então foi aplicado um tratamento térmico que incluiu dois ciclos de aquecimento até 800° C seguidas pelo resfriamento até a temperatura ambiente, com uma taxa de temperatura para aquecimento e resfriamento de 10° C/min. Posteriormente, essas amostras foram preparadas metalograficamente da mesma forma que nas ligas temperadas para se submeterem às mesmas análises

3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

A análise de raios-X 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, a fase α'' . A fase martensítica α' possui a mesma rede HC da fase estável α -Ti, que durante o processo de transformação de fase $\beta \rightarrow \alpha$, o equilíbrio termodinâmico não foi alcançado, formando então a fase α' .

Com um tratamento térmico a 800°C, o difratograma obtido da liga Ti-15%Nb-3%Al (Figura 2), revelou uma estrutura composta de fase α HC estável, como a principal, com pouca presença de fase β e traços das fases martensíticas α' e α'' .

É provável que as fases estáveis α e β aparecem como resultado de decomposição das fases metaestáveis das ligas temperadas, que ocorre no aquecimento da região de fase β , até 800°C. A velocidade de resfriamento adotada no tratamento, pode influir no processo de distribuição dos elementos de liga, favorecendo o aparecimento de fases metaestáveis.

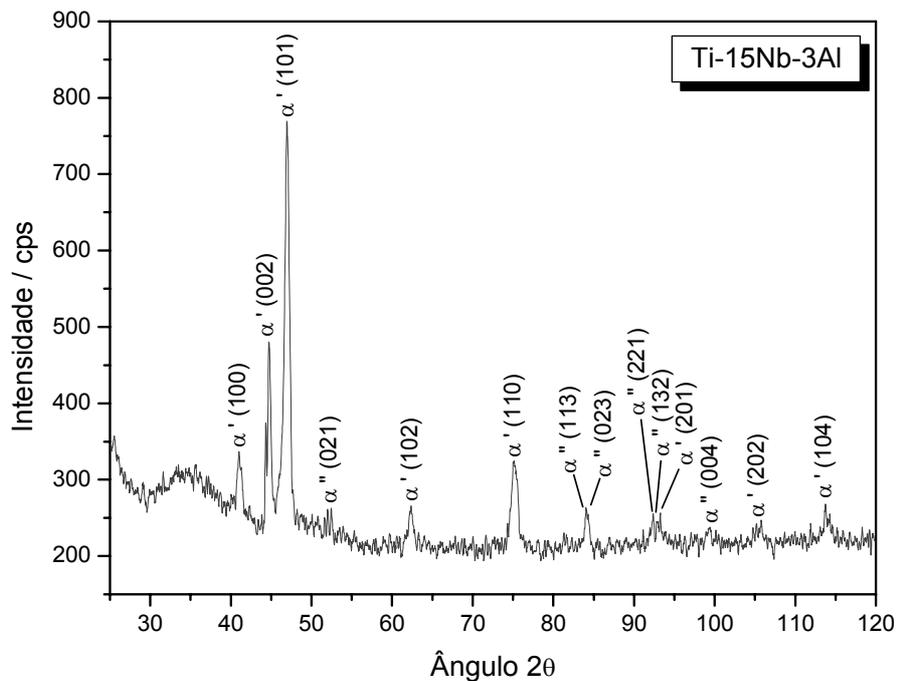


Figura 1 - Difratograma da liga Ti-15%Nb-3%Al temperada.

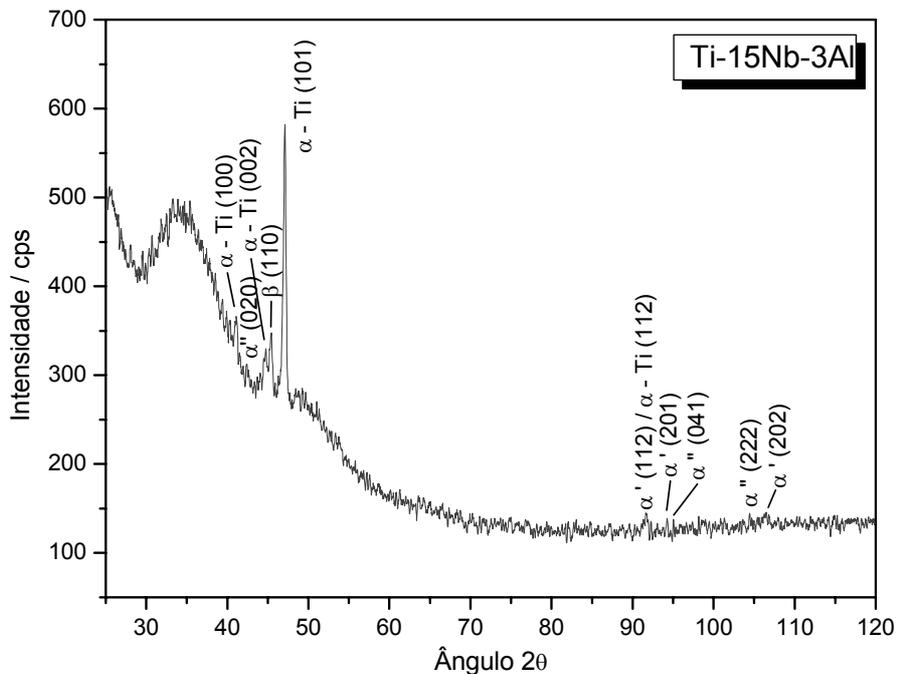


Figura 2 - Difratograma da liga Ti-15%Nb-3%Al após tratamento térmico.

A Figura 3 apresenta os resultados obtidos pela difração de raios-X da liga Ti-24%Nb-3%Al temperada, revelando a presença da fase martensítica α'' com traços das fases α' e ω . A maior participação da fase martensítica α'' nesta liga se deve a um aumento na concentração de nióbio, de 15 para 24%, o que acarreta uma maior distorção rômbrica na rede cristalina.

O difratograma obtido da liga Ti-24%Nb-3%Al temperada após aquecimento, está apresentado na Figura 4, revelando a estrutura composta da fase β , da martensita α' , com traços das fases α'' . Também foi observada uma pequena presença da fase ω , o que pode estar relacionada como o produto da decomposição da fase β metaestável.

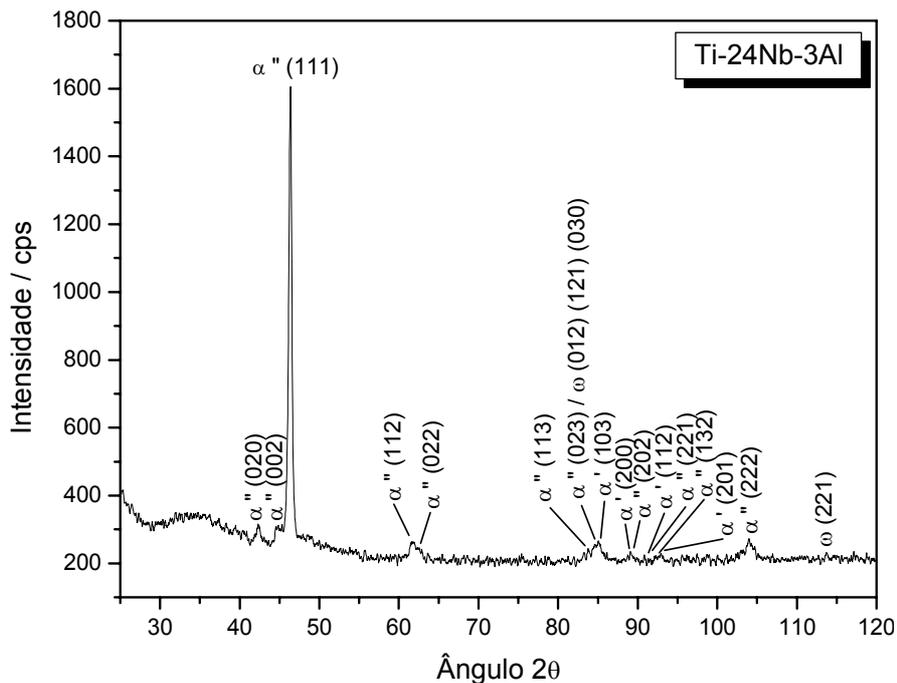


Figura 3 - Difratograma da liga Ti-24%Nb-3%Al temperada.

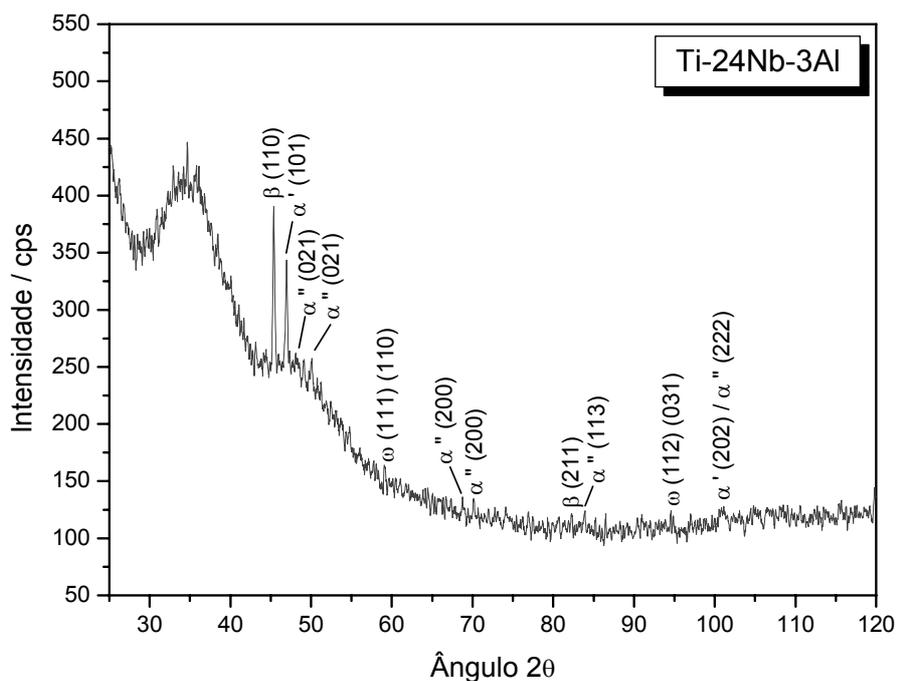


Figura 4 - Difratograma da liga Ti-24%Nb-3%Al após tratamento térmico.

Os resultados obtidos pela difração de raios-X da liga Ti-38%Nb-3%Al temperada estão apresentados na Figura 5, revelando a presença da fase β metaestável, provenientes de uma leve distorção da rede cristalina ortorrômbica da fase α'' (002) $_{\alpha''}$ e (113) $_{\alpha''}$. Após o tratamento térmico desta liga, Figura 6, a estrutura é composta da fase β como principal, com a participação das fases α' e α'' e traços de fases α HC e ω .

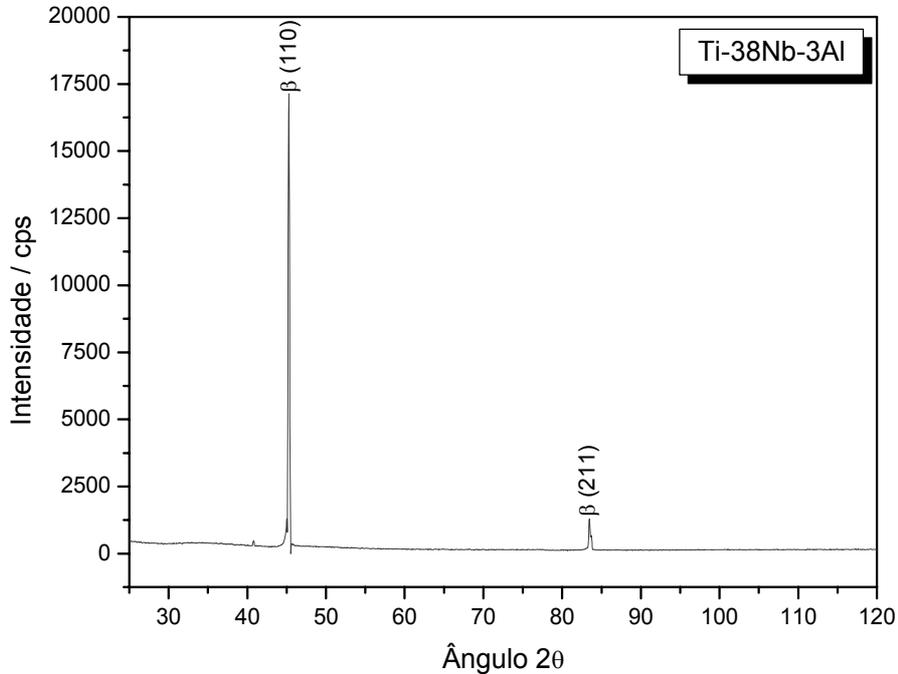


Figura 5 - Difratoograma da liga Ti-38%Nb-3%Al temperada.

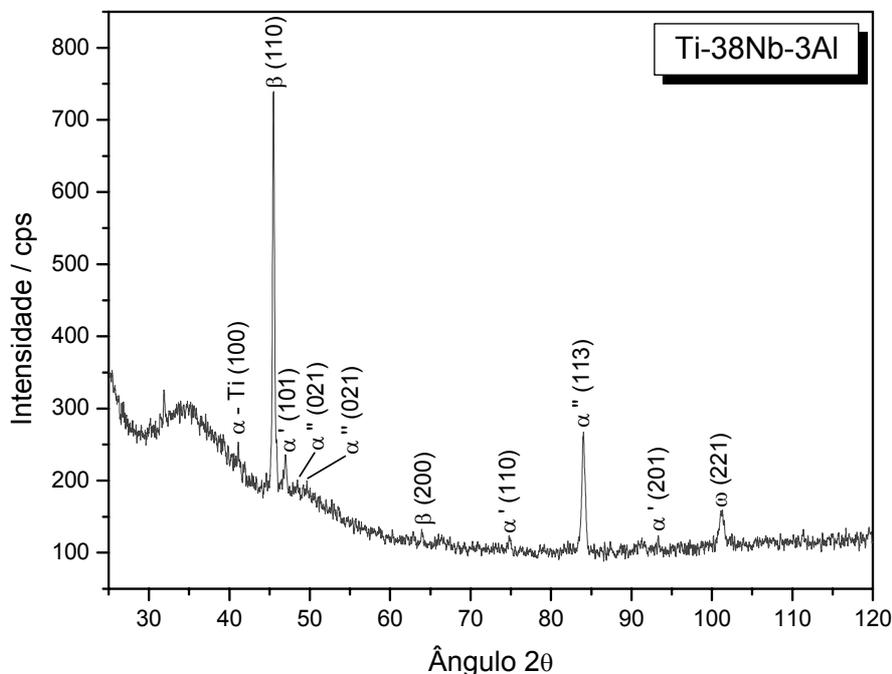


Figura 6 - Difratoograma da liga Ti-38%Nb-3%Al após tratamento térmico.

A microscopia ótica das ligas pesquisadas neste trabalho, temperadas e termicamente tratadas, estão apresentadas na Figura 7.

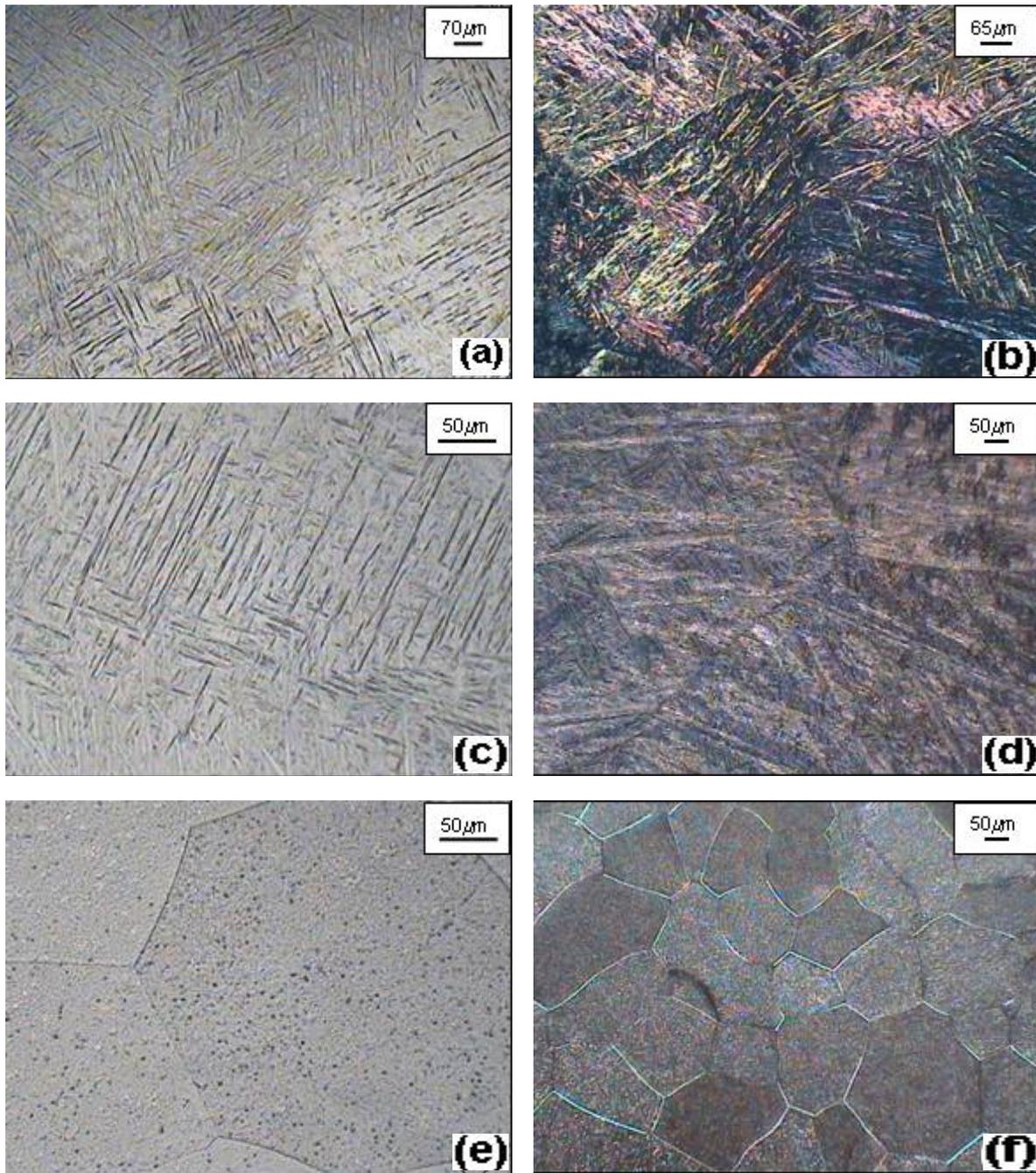


Figura 7 – Microscopia ótica da liga (a) Ti-15%Nb-3%Al temperada, (b) Ti-15%Nb-3%Al termicamente tratada; (c) Ti-24%Nb-3%Al temperada, (d) Ti-24%Nb-3%Al termicamente tratada; (e) Ti-38%Nb-3%Al temperada e (f) Ti-38%Nb-3%Al termicamente tratada.

O aspecto microscópico da liga temperada Ti-15%Nb-3%Al (Figura 7(a)) revela contornos dos grãos da fase β transformada para a fase metaestável α' , tendo a morfologia no interior destes tipicamente martensítica. A micrografia da liga aquecida até 800°C, Ti-15%Nb-3%Al (Figura 7(b)) apresenta a morfologia da liga com contornos de grãos da fase β contendo em seu interior agulhas grossas e finas entrelaçadas das fases α HC e martensitas α' e α'' . Conclui-se que a fase estável α HC, presente nesta liga com 15% de Nb, possui a estrutura de Widmanstätten e forma-se no resfriamento a partir da fase β de alta temperatura, quando se envolvem processos de difusão e redistribuição de nióbio. Entretanto, uma parte da fase β , provavelmente mais rica em nióbio, se transforma pelo mecanismo martensítico,

originando as martensitas α' e α'' , cujas agulhas também aparecem na microestrutura.

A estrutura da liga temperada Ti-24%Nb-3%Al (Figura 7(c)), é constituída predominantemente de fase martensítica α'' . O aspecto morfológico da liga com 24 % de Nb revela que a fase α'' se mostra de forma volumosa, devido ao agrupamento em faixas das linhas de deslizamento, em alguns outros 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. Após tratamento térmico (Figura 7(d), a liga com 24% de Nb possui a estrutura composta da fase β , martensita α' e com traços das fases α'' e ω , sem presença da fase estável α , apresentando vários tipos de morfologia, onde as agulhas aparecem de tamanhos variáveis, volumosas e toma o espaço dos grãos da fase β transformada.

Na liga temperada com 38% de Nb (Figura 7(e)), está presente somente a fase β metaestável, manifestando-se na forma de grãos aproximadamente equiaxiais e livres de agulhas martensíticas metaestáveis. Nesta liga, com 38% de Nb, após aquecimento 800°C (Figura 7(f), foi revelada a presença da fase β como principal, com a participação das fases α' e α'' e traços de fases α HC e ω . Os grãos aproximadamente equiaxiais da fase β são menores, sendo que a maioria destes é livre de agulhas martensíticas, possuindo os contornos de grãos mais pronunciados quando comparados às outras ligas.

4 CONCLUSÕES

1. 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 $\alpha' \rightarrow \alpha' + \alpha''(\omega) \rightarrow \beta$.
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 o tratamento térmico, a morfologia se modifica apresentando contornos de grãos da fase β contendo em seu interior agulhas grossas e finas entrelaçadas das fases α HC e martensitas α' e α'' .
3. A liga Ti-24%Nb-3%Al temperada possui predominantemente a fase α'' aparentando uma estrutura em xadrez com agulhas martensíticas curtas e compridas ou agulhas curtas em paralelo. Após o aquecimento até 800°C, a estrutura é composta da fase β , martensita α' e traços das fases α'' , sem presença da fase estável α , apresentando vários tipos de morfologia.
4. A liga Ti-38%Nb-3%Al temperada apresenta somente grãos da fase β metaestável, mas após o tratamento térmico, ocorre decomposição resultando numa morfologia com a presença da fase β como principal, com a participação das fases α' e α'' e traços de fases α HC.
5. Nestas ligas, revela-se a influência de nióbio e do tratamento térmico aplicado na formação de novas estruturas e morfologias.

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 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.
- 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.
- 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.