

PROPRIEDADES MECÂNICAS DAS LIGAS Ti42Nb FORJADAS A FRIO E ENVELHECIDAS*

Emerson de Andrade Monteiro¹
Tiago Nunes Lima²
Thiago Figueiredo Azevedo³
Lucas Silva Fontes⁴
Sílvio Leonardo Valença⁵
Sandro Griza⁶

Resumo

As ligas de titânio ao Nióbio apresentam grande potencial de desenvolvimento graças a excelentes combinações de propriedades. O tratamento termomecânico a elas conferido é importante para atingir as propriedades desejadas. O presente estudo tem como objetivo avaliar o efeito da conformação mecânica nas propriedades da liga Ti42Nb forjada a frio com 80% de encruamento e seguido de envelhecimento. Foram realizados ensaios de tração, medidas de dureza, metalografia e microscopia das superfícies de fratura. Foi possível observar que a liga Ti42Nb apresentou maior dureza e conseqüentemente maior resistência após o envelhecimento.

Palavras-chave: TiNbSn; Propriedades mecânicas; Forjamento; Tratamento térmico.

MECHANICAL PROPERTIES OF Ti42NB ALLOYS FORGED COLD AND AGED

Abstract

The titanium and niobium alloys have great development potential thanks to excellent combination of properties. The thermomechanical treatment given to it is important to achieve the desired properties. This study aims to evaluate the effect of mechanical forming in the properties of Ti42Nb cold forged alloy with 80% of work hardening and followed by aging. Tensile tests, hardness measurements, metallography and microscopy of fracture surfaces were performed. It was possible to observe that the Ti42Nb alloy presented higher hardness and consequently higher strength after aging.

Keywords: TiNb; Mechanical properties; Forging; Heat treatment.

- ¹ *Mestrando em Ciência e Engenharia de Materiais, Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Sergipe, São Cristóvão, Sergipe, Brasil.*
- ² *Graduando Engenharia de Materiais, Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Sergipe, São Cristóvão, Sergipe, Brasil.*
- ³ *Professor Instituto Federal do Sertão Pernambucano, Serra talhada, Pernambuco, Brasil; Doutorando em Ciência e Engenharia de Materiais, Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Sergipe, São Cristóvão, Sergipe, Brasil.*
- ⁴ *Graduando Engenharia de Materiais, Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Sergipe, São Cristóvão, Sergipe, Brasil.*
- ⁵ *Gerente da Petrobrás na Unidade Operacional Sergipe/Alagoas. Doutor em Engenharia de Materiais, Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Sergipe, São Cristóvão, Sergipe, Brasil.*
- ⁶ *Professor Dr. em Engenharia Mecânica, Orientador, Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Sergipe, São Cristóvão, Sergipe, Brasil.*

1 INTRODUÇÃO

As ligas de titânio ao Nióbio formam o grupo chamado de ligas beta. Estas ligas têm sido desenvolvidas por apresentarem características importantes para a área de biomateriais: baixo módulo de elasticidade e elementos não tóxicos. Mas, além disso, pesquisas mostram que essas ligas, a depender do tratamento termomecânico a elas conferido, podem exibir outras propriedades atraentes que elevam a aplicação desses materiais a outros campos. As propriedades observadas são elevadas resistência à tração em ligas deformadas a frio com altos níveis de deformação, alta resistência à fadiga, elevada resiliência, efeito memória de forma, além de relativa ductilidade [1-3]. O desenvolvimento dessas ligas tem por objetivo possibilitar alternativas à liga Ti6Al4V devido à elevada resistência mecânica, dureza entre outras propriedades [4]. Em estudo realizado por Zhao [11], observou que a liga Ti-25Nb-2Mo-4Sn apresentou um duplo escoamento respectivamente 250 e 500 MPa. O primeiro escoamento está relacionado com a transformação da martensita induzida α'' e o segundo escoamento está associado ao início da deformação permanente (solubilizada). Sua resistência máxima foi em torno de 500 MPa. Enquanto que a laminagem a frio proporcionou uma resistência à tração em torno de 812 MPa.

O objetivo do estudo é avaliar as propriedades mecânicas da liga Ti42Nb, em relação a rotas diferentes de fabricação, buscando obter material de elevada resistência mecânica, boa ductilidade, reduzido módulo de elasticidade, dentre outras propriedades atraentes para o uso da liga em setores que demandam alta confiabilidade dos materiais tais como médico-hospitalar, odontologia, aeronáutica, energia.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

A preparação da liga Ti42Nb foi realizada através da fusão dos elementos em forno a arco voltaico, como base na rota de processo a seguir.

2.1 Preparação e Obtenção das Ligas

Para a preparação da liga, inicialmente uma seleção das matérias-primas foi realizada. Foi utilizado o titânio e o nióbio em pequenos fragmentos para melhor distribuição no cadinho de cobre do forno de fusão. O grau de pureza do Ti e Nb são de 99,9%. Estes elementos foram limpos com água e sabão, seguido de uma limpeza por ultrassom em álcool durante 15 minutos.

Foi realizada a obtenção da liga através de fusão dos elementos. O forno utilizado foi o *Analógica Instrumental e Controle modelo AN9270*, composto de um cadinho de cobre e dentro dele uma câmara de parede dupla para refrigeração com água. A câmara é feita de aço inoxidável austenítico e possui uma abertura em forma de janela que permite a visualização do lingote durante o processo. Para ignição do arco o forno dispõe de um eletrodo não consumível de tungstênio. O procedimento é realizado através da mistura das matérias primas que são então submetidas a uma atmosfera de argônio puro (99,99%).

Foram preparados 6 lingotes de 70g cada, pesados em balança analítica, seguindo o critério em massa das composições dos elementos de cada tipo de liga, sendo 40,60 g de Ti e 29,40 g de Nb. Para uma melhor homogeneização da liga, estes lingotes foram homogeneizados em fusão a arco voltaico por seis vezes até a

completa mistura dos elementos selecionados. Depois da fusão os lingotes foram submetidos a tratamento térmico de homogeneização e solubilização.

2.2 Tratamentos Térmico de Homogeneização e Solubilização

O objetivo do tratamento térmico realizado nos lingotes foi eliminar as heterogeneidades resultantes do processo de solidificação das ligas fabricadas.

A homogeneização foi feita através de manutenção dos lingotes a uma temperatura de 1000 °C durante 4 horas, seguida de resfriamento ao forno. Os lingotes foram retirados do forno a 150 °C de temperatura. A solubilização dos lingotes foi realizada a 850 °C durante 15 minutos, seguido de têmpera em gelo a 0 °C, garantindo a retenção de fase β . O forno utilizado para este processo foi o JUNG modelo 7013 tipo Mufla.

O processo de deformação mecânica a frio foi feita através de forjamento livre dos lingotes aplicando 140 toneladas. A deformação resultante correspondeu a 80% de deformação dos lingotes.

Em seguida, metade do material forjado foi submetida a um processo de envelhecimento. Este processo foi realizado no forno tipo mufla mantendo o material a 400°C durante 48 horas, com o objetivo de aumentar a dureza da liga por envelhecimento.

2.3 Caracterização Microestrutural

A caracterização microestrutural foi realizada tanto nas amostras brutas de forjamento quanto nas amostras submetidas a tratamento de envelhecimento posterior ao forjamento. Amostras foram retiradas na direção longitudinal das placas forjadas. Para a identificação das fases presentes foi utilizado um difratômetro de raios-X Shimadzu modelo XRD-6000. Foram atribuídos os seguintes parâmetros para a difração: tensão de 40kV, corrente de 30mA e uma varredura angular no intervalo entre $30^\circ \leq 2\theta \leq 90^\circ$, com alvo de Cu-K α ($\lambda = 1,54 \text{ \AA}$). A identificação das fases foi realizada como base nos dados do JCPDS (*Joint Committee of Powder Diffraction Standards*).

A análise metalográfica foi realizada de acordo com o procedimento descrito pela ASM Handbook Metals [5]. Para preparação, as amostras foram selecionadas, cortadas na cortadeira de disco e embutidas em resinas a quente de baquelite. Em seguida as amostras foram lixadas com lixas de SiC de grana 120 até 1500. O polimento mecânico foi feito em politriz Arotec modelo Aropol-V2 utilizando pasta de diamante abrasiva nas granulometrias de 6 a 1 μm , com lubrificação em álcool etílico. Para revelação da microestrutura, o ataque químico utilizado foi o Kroll (6 mL de HNO₃, 3 mL de HF e 91 mL de H₂O). Em seguida, para análise microestrutural das amostras e aquisição das imagens, foi utilizado microscópio óptico modelo Leica DM 2500 M.

2.4 Ensaio Mecânicos

Corpos de prova de tração foram usinados a partir das placas forjadas e das placas envelhecidas após forjamento. Através dos ensaios de tração é possível obter as propriedades mecânicas de limite de escoamento, limite de resistência à tração, alongamento percentual e redução de área. As dimensões dos corpos de prova foram 40 mm de comprimento, raio de concordância de 12,5 mm, seção útil de 4 x

4mm e base de medida de 8 mm (Figura 1). Foram usinados 5 corpos de provas para os ensaios de tração de cada condição (forjado e forjado seguido de envelhecimento). Para a realização dos ensaios mecânicos utilizou-se um equipamento INSTRON 3367, com célula de carga de 30 kN, à temperatura ambiente e seguindo o descrito na norma ASTM E8/E8M [6]. A velocidade de deslocamento foi de 1 mm/min.

Para a obtenção do módulo de elasticidade foram colocados extensômetros de resistência elétrica “Strain Gages” nos corpos-de-prova de tração obtidos na direção axial. Na etapa de colagem dos strain gages, as seções úteis dos corpos-de-prova foram lixadas. O procedimento de ensaio consistiu em aplicar carga equivalente a 100MPa e adquirir a deformação resultante em um aquisitor de dados LINX - modelo ADS 2000. Utilizou-se ainda $\frac{1}{4}$ de ponte, 120 Ω e 60Hz como parâmetros para aquisição.

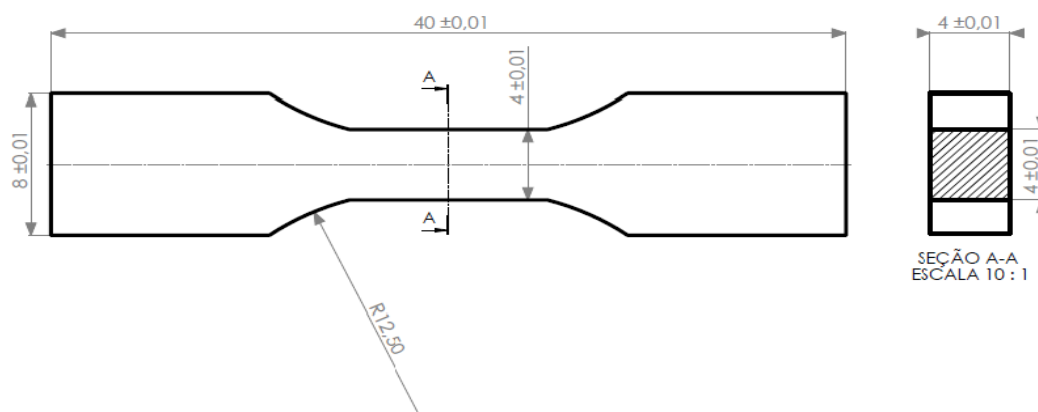


Figura 1. Dimensões do corpo de prova de tração.

2.5 Análises das Superfícies de Fratura

As análises macro e microscópicas das superfícies de fratura dos corpos de prova de tração ensaiados foram realizadas em uma lupa Zeiss Stemi 2000-C e em um microscópio eletrônica de varredura da JEOL modelo JCM-5700 *Carry Scope*, respectivamente.

2.6 Ensaios de Microdureza Vickers

Os ensaios de microdureza Vickers foram aplicados nas amostras das ligas previamente preparadas para metalografia. O procedimento para os ensaios foi aquele previsto pela norma ASTM E92 [7]. Foram feitos 5 indentações de forma aleatória com 1000 g de carga aplicada durante 15 segundos. O equipamento utilizado para medição da dureza foi o Microdurômetro Vickers Tester FM-800.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Caracterização Microestrutural

As figuras 2 e 3 mostram as caracterizações microestruturais realizadas nas amostras da liga Ti42Nb forjada e envelhecida, respectivamente. As análises no difratômetro mostram a presença de uma grande quantidade de fase β , α'' . A fase w

também foi observada através de picos de baixa intensidade nas duas condições analisadas. A fase α'' apresenta-se em grande quantidade devido ao forjamento a frio (80% de deformação), o que induz o aparecimento da martensita α'' . A rota de tratamento termomecânico aplicada buscava a formação e retenção da fase beta no processo de solubilização e formação de α'' devido ao processo de forjamento a frio. Os resultados da caracterização indicam que as fases esperadas foram formadas. Além disso, observa-se que a fase ω também está presente na liga bruta de forjamento. As mesmas fases foram mantidas para a amostra envelhecida. Na micrografia da amostra forjada (figura 2a), podemos observar uma deformação severa na microestrutura, grãos alongados na direção do forjamento realizado em matriz aberta. Para a micrografia da amostra envelhecida (figura 3a), podemos observar menor quantidade de bandas de deformação e os grãos melhor delineados [3]. Enfim, podemos afirmar que a diferença microestrutural entre as duas condições é que a amostra envelhecida apresenta menor quantidade de bandas de deformação. No entanto, a análise de difração de raios X indicou que as fases formadas foram às mesmas para as duas condições de processo.

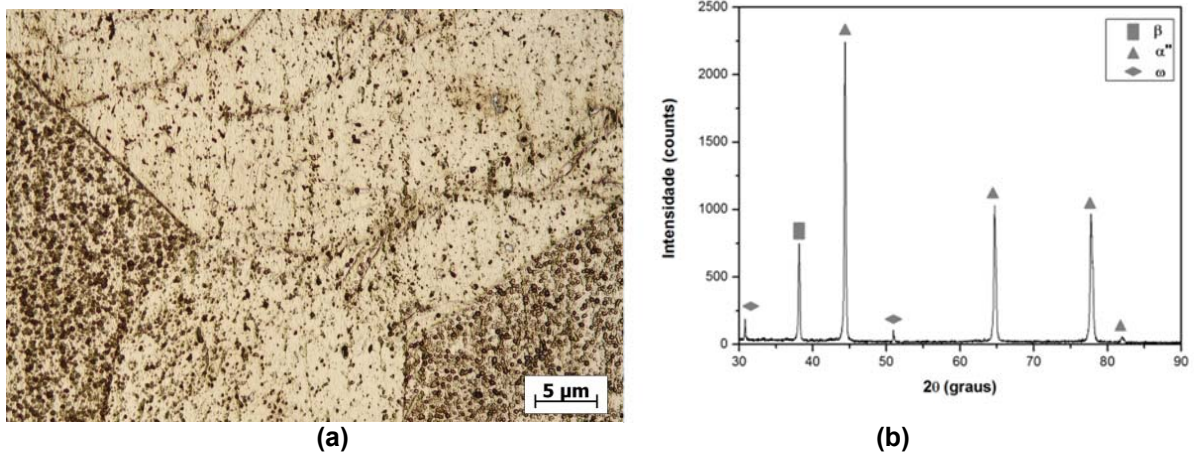


Figura 2. Microscopia ótica (a) e difração de raio-x (b) da liga Ti42Nb forjada.

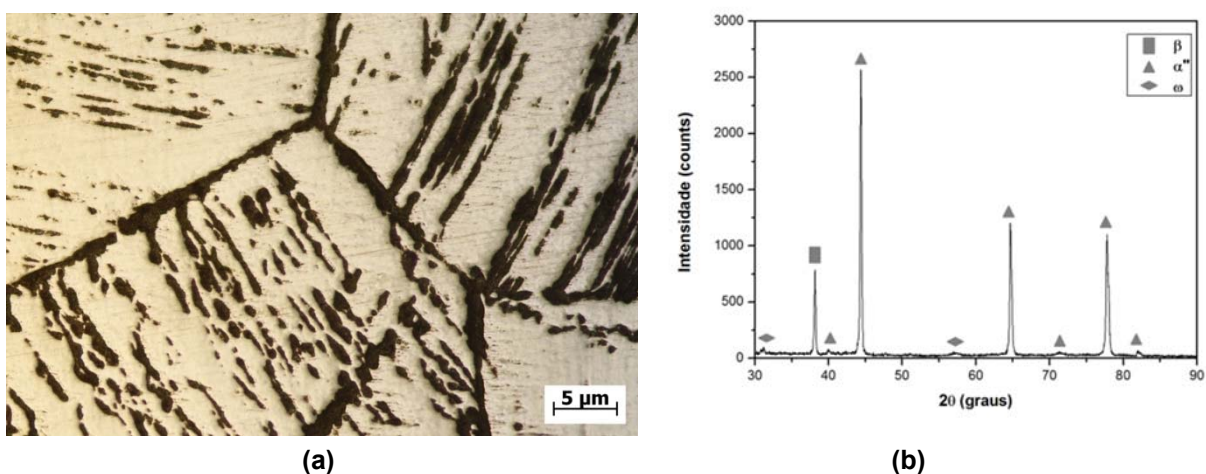


Figura 3. Microscopia ótica (a) e difração de raio-x (b) da liga Ti42Nb envelhecida.

3.2 Ensaios Mecânicos

As propriedades mecânicas obtidas através do ensaio de tração na liga Ti42Nb foram o Módulo de Elasticidade (E), alongamento percentual (%Al), redução percentual da área (%Ra), coeficiente de encruamento (n), limite de resistência à tração ($\sigma_{m\acute{a}x}$), limite de escoamento (σ_{y1} e σ_{y2}) ambos determinados através da ASTM E8 pelo método offset (0,5%). Através da Tabela 1, podemos observar maior ductilidade da amostra forjada em comparação com a amostra envelhecida. A amostra bruta de forja apresentou baixo módulo de elasticidade, da ordem de 45 GPa. Este resultado é muito importante e pode ser comparado com o resultado de outros estudos que mostram módulo da ordem de 42 GPa para a liga Ti35Nb4Sn deformada a frio [3,10]. A liga envelhecida apresentou maior resistência à tração. Isto pode ser devido a grande quantidade de precipitados ω na liga Ti42Nb, que funciona como uma barreira ao movimento das discordâncias. Por essa razão, a liga nesta condição de processamento apresentou maior resistência mecânica, maior dureza e menor ductilidade [8]. Uma constatação que pode ser feita sobre a correlação dos resultados de DRX e os ensaios mecânicos é que a precipitação fina de ω , resultante do envelhecimento, provoca grande alteração das propriedades mecânicas. Consequentemente, a fase ω produzida inicialmente na deformação a frio deve ser de precipitados mais grosseiros e coerentes com a matriz.

Tabela 1. Resultados dos ensaios mecânicos.

Liga	Al (%)		RA (%)		E (GPa)		Dureza (HV)	
	Média	D.P.	Média	D.P.	Média	D.P.	Média	D.P.
F	13,75	3,47	16,70	9,41	44,80	3,12	257,20	4,76
E	6,25	2,50	2,20	0,27	67,10	10,38	378,40	3,13

Liga	σ_1 (MPa)		σ_2 (MPa)		$\sigma_{m\acute{a}x}$ (MPa)		n	
	Média	D.P.	Média	D.P.	Média	D.P.	Média	D.P.
F	201,52	67,86	303,75	112,3	654,36	4,53	0,52	0,06
E	162,62	21,13	211,62	21,92	735,38	22,95	0,67	0,03

F = Forjado; E = Envelhecido; D. P. = Desvio Padrão

Através das figuras 4 e 5, podemos observar o comportamento das curvas de tração das ligas Ti42Nb forjada e envelhecida. Como foi mostrada na Tabela 1, a liga forjada apresentou-se mais dúctil em comparação a liga envelhecida, consequentemente, a liga envelhecida apresentou maior resistência mecânica e dureza. Entretanto, podemos visualizar as tensões (σ_{y1} e σ_{y2}) obtidas pelo método offset (0,5%). O presente método consiste basicamente em plotar uma reta paralela a 0,5% da curva de tração, encontrando o valor coincidente entre a reta plotada e a curva de tração, consequentemente, aferir-se o valor de σ_{y1} . Para o valor de σ_{y2} segue o mesmo principio só que agora tomando como ponto de origem o primeiro limite de escoamento.

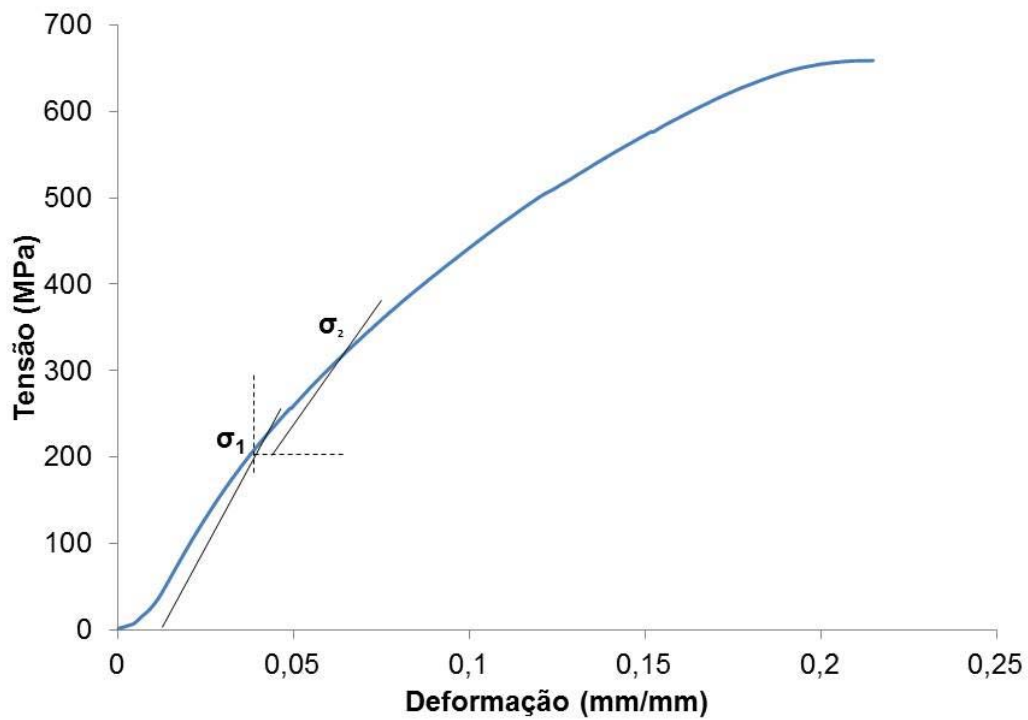


Figura 4. Curva de tração da liga Ti42Nb forjada.

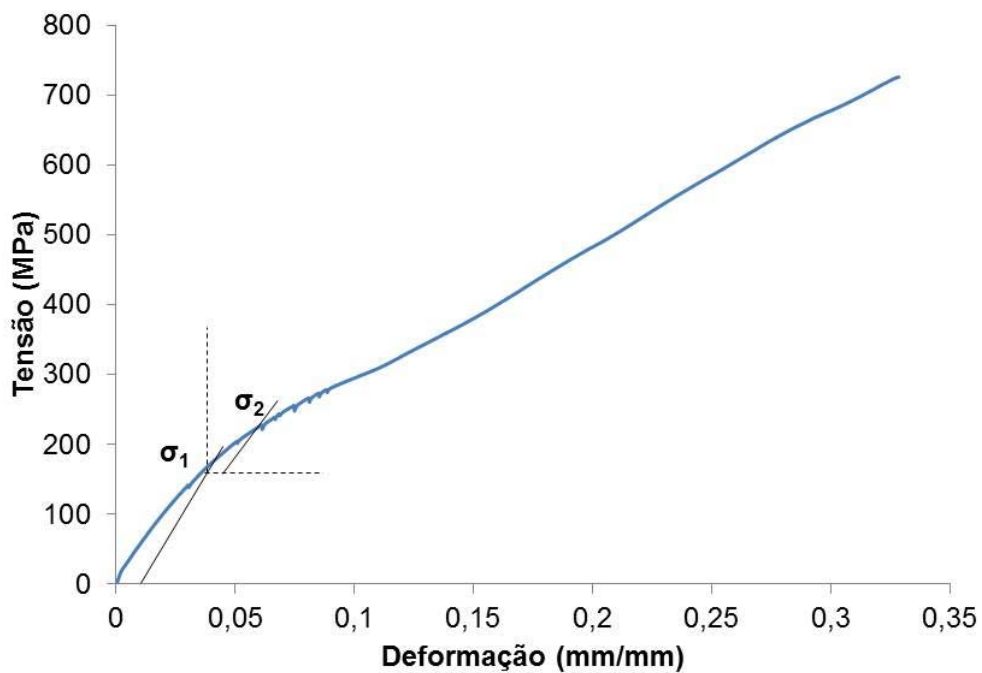


Figura 5. Curva de tração da liga Ti42Nb envelhecida.

3.3 Ensaios de Microdureza Vickers

Os ensaios de microdureza vickers estão representados na Tabela 1, onde podemos conferir o maior valor de dureza da amostra envelhecida, em comparação com a amostra forjada, devido à precipitação de partículas de segunda fase, que funcionam como obstáculos ao movimento das discordâncias, conseqüentemente, aumento da resistência e dureza. Neste caso quanto maior for a quantidade de precipitados, maior será sua dureza [9].

3.4 Análises das Superfícies de Fratura

As análises realizadas na superfície de fratura dos corpos-de-prova após os ensaios de tração permitem observar o mecanismo de fratura dominante e permitem associar os aspectos de fratura com os resultados de ductilidade obtidos. Ambas as amostras mostram a formação de coalescimento de microcavidades rasas, o que se associa a baixa ductilidade. O material envelhecido apresentou microcavidades menores e mais rasas, com aspecto tendendo a clivagem. Este resultado é coerente com a menor ductilidade dessa condição em relação à liga bruta de forja. Nas figuras 6a e 7a, estão representas as superfícies de fratura macroscópica. .

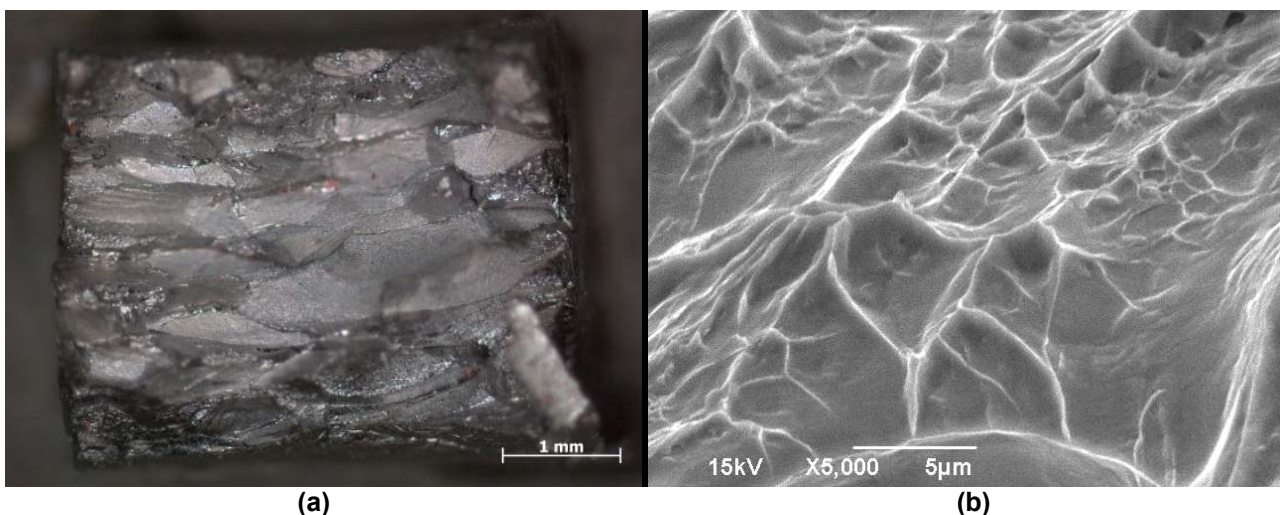


Figura 6. Fractografia da lupa (a) e do MEV (b) da liga Ti42Nb forjada.

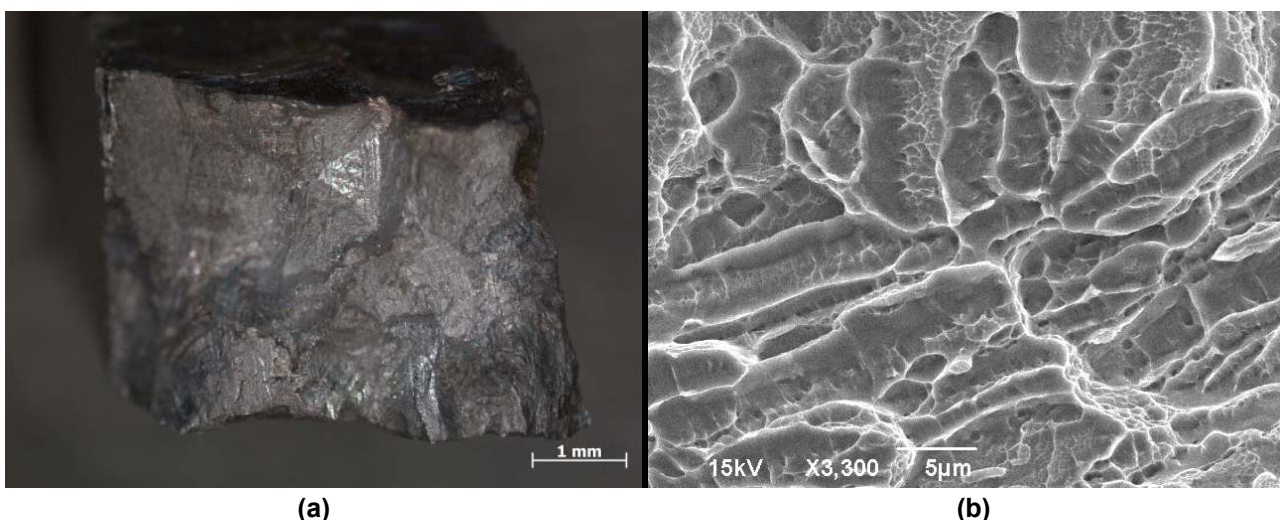


Figura 7. Fractografia da lupa (a) e do MEV (b) da liga Ti42Nb envelhecida.

4 CONCLUSÃO

No presente estudo foi analisado o efeito do forjamento a frio com 80% de redução e do envelhecimento nas propriedades mecânicas da liga Ti42Nb. A presença das fases β , α'' e ω , foi vista nas duas condições de processo, ou seja, o envelhecimento não produziu fases diferentes daquelas obtidas no forjamento a frio. Porém as propriedades mecânicas foram diferentes. O tratamento de envelhecimento proporcionou a fina precipitação da fase ω coerente, contribuindo para o aumento da resistência mecânica e dureza. A liga forjada apresentou maior ductilidade em relação à amostra envelhecida. Entretanto, ambas as ligas apresentaram baixa ductilidade e formação de coalescimento de microcavidades rasas como micromecanismo de fratura preponderante.

Agradecimentos

Os autores deste trabalho agradecem as agências de financiamento CAPES, CNPq, FINEP e FAPITEC e a CBMN pelo fornecimento do Nióbio.

REFERÊNCIAS

- 1 Sandro Griza, Dárcio Hersch Gomes de Souza Sá, Wilton Walter Batista, Juan Carlos Garcia de Blas, Luiz Carlos Pereira - Microstructure and mechanical properties of hot rolled TiNbSn alloys - *Materials and Design* 56 (2014) 200–208
- 2 Qinghua Guo, Yongzhong Zhan, Honglou Mo, Guanghua Zhang - Aging response of the Ti–Nb system biomaterials with b-stabilizing elements - Março 2010.
- 3 Hiroaki Matsumoto, Sadao Watanabe, Shuji Hanada - Microstructures and mechanical properties of metastable β TiNbSn alloys cold rolled and heat treated - August 2007.
- 4 Mariana Calin, Arne Helth, Julio J. Gutierrez Moreno, Matthias Bonisch, Varvara Brackmann, Lars Giebeler, Thomas Gemming, Christina E. Lekka, Annett Gebert, Reinhard Schnettler, Jürgen Eckert - Elastic softening of β -type Ti–Nb alloys by indium (In) additions - *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials* 39 (2014) 162–174
- 5 ASM Handbook Metals vol. 9, Metallography and Microstructures, ASM International, 10th Edition Metals Handbook, published in 1991.
- 6 ASTM E 8M: American Society for Testing Materials. Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials, 2001.
- 7 ASTM E92: American Society for Testing Materials, Philadelphia. E92; Standard Test Method for Vickers Hardness of Metallic Materials, 2003.
- 8 Callister, W. D. *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução*. São Paulo: Editora LTC, 2007.
- 9 Resende G. dos Santos – *Transformação de fases em materiais metálicos* – São Paulo: Editora Unicamp – 2006.
- 10 Shuji Hanada, Naoya Masahashi, Taek-Kyun Jung, Norikazu Yamada, Go Yamako, Eiji Itoi, Fabrication of a high-performance hip prosthetic stem using β Ti–33.6Nb–4Sn, *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials* 30 (2014) 140 – 149).
- 11 Shun Guo, Bin Chen, Qingkun Meng, Ruiwen Zhao, Xinqing Zhao* - Peculiar aging response of near β Ti–25 Nb–2Mo–4Sn alloy for biomedical applications - *School of Materials Science and Engineering, Beihang University, Beijing 100191, China* – December 2012.