



VI CONGRESSO NACIONAL DE ENGENHARIA MECÂNICA VI NATIONAL CONGRESS OF MECHANICAL ENGINEERING 18 a 21 de agosto de 2010 – Campina Grande – Paraíba - Brasil August 18 – 21, 2010 – Campina Grande – Paraíba – Brazil

# EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL DA LIGA TI-30Nb DURANTE A RECRISTALIZAÇÃO

# Alexandra de Oliveira França Hayama, alexandrah@fem.unicamp.br<sup>1</sup> Juliana Feletto Silveira Costa Lopes, julianalopes@fem.unicamp.br<sup>1</sup> Rubens Caram, rcaram@fem.unicamp.br<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Departamento de Engenharia de Materiais, Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Caixa Postal 6122, 13083-970, Campinas - SP

**Resumo:** O presente trabalho apresenta os resultados da caracterização microestrutural da liga Ti-30Nb deformada plasticamente e submetida a processos de recozimento e envelhecimento. A adição de elementos  $\beta$ -estabilizadores, como o Nb, permite estabilizar a fase  $\beta$  em ligas de titânio. Inicialmente, amostras contendo 100 g da liga Ti-30Nb (% em peso) foram obtidas por fusão em forno a arco-voltáico. Em seguida, essas amostras foram tratadas termicamente a 1.000°C por 8 horas e resfriadas rapidamente em água, obtendo-se a microestrutura formada pela fase  $\beta$  combinada com martensita ortorrômbica. A etapa de laminação a frio das amostras envolveu múltiplos passes. O recozimento foi realizado em vácuo a 600, 700 e 800 °C de modo a produzir microestruturas com diferentes frações recristalizadas. Após recristalizadas, as amostras recozidas a 800°C por 60 min foram envelhecidas. A caracterização das amostras foi realizada com o auxílio de microscopia óptica (MO), difração de raios-X (DRX) e medidas de módulo de elasticidade por emissão acústica. Os resultados obtidos permitiram construir curvas de amolecimento em função da temperatura e do tempo. Os principais resultados mostram que há orientação da fase martensítica em relação à direção de laminação.

Palavras-chave: Deformação plástica, recristalização, envelhecimento, módulo de elasticidade

# 1. INTRODUÇÃO

Ligas de titânio apresentam boa combinação de propriedades mecânicas e físicas, incluindo elevada relação resistência/peso e excelente resistência à corrosão, o que as tornam desejáveis para uma variedade de aplicações, como nas indústrias química, biomédica e nuclear. As propriedades mais adequadas para cada aplicação são alcançadas mediante a combinação das microestruturas, como um resultado das transformações de fase nessas ligas (Karthikeyan, 2008).

O fato das ligas de titânio apresentarem elevada relação resistência/peso é o principal fator para a seleção e projeto dessas ligas dentro das aplicações aeroespaciais, incluindo componentes de motores e fuselagem.

As ligas de titânio podem ser divididas em três grupos: ligas  $\alpha$ , ligas  $\alpha+\beta$  e ligas  $\beta$ . A liga Ti-6Al-4V é a principal representante das ligas  $\alpha+\beta$  e durante um longo período de tempo foi usada extensivamente na confecção de implantes no campo biomédico, substituindo o titânio puro, devido a melhor resistência mecânica dos componentes fabricados com essa liga. Novas ligas estão sendo desenvolvidas para a substituição do vanádio na liga Ti-6Al-4V, pois esse elemento é tóxico e pode causar danos à saúde do implantado (Eisenbarth, 2004). O alumínio também pode ser prejudicial, perturbando o sistema biológico e causando inflamações locais (Zaffe, 2004), também pode estar relacionado a desordens no sistema neurológico do implantado (Silva, 2004). Esses são alguns aspectos adversos das ligas  $\alpha+\beta$  que têm levado ao aumento do uso das ligas  $\beta$  de titânio como materiais para a confecção de implantes ortopédicos.

As ligas de titânio do tipo  $\beta$  são compostas por elementos não tóxicos e biocompatíveis, como o nióbio e o tântalo e apresentam módulo de elasticidade menor do que o das ligas do tipo  $\alpha+\beta$ , como da liga Ti-6Al-4V. O módulo de elasticidade pode variar de 55 a 85 MPa para algumas ligas de titânio do tipo  $\beta$  (Niinomi, 1998). Além disso, materiais usados como implantes permanentes no corpo humano devem exibir resistência à corrosão, biocompatibilidade, ser cooperativo com a integração óssea e ser biofuncional (Tamirisakandala, 2003).

As ligas de titânio tipo  $\beta$  apresentam potencial para substituir, em um futuro próximo as ligas do tipo  $\alpha+\beta$  na fabricação de implantes ortopédicos. Este fato tem estimulado a obtenção de conhecimento sobre os mecanismos e os parâmetros de influência envolvidos na definição da microestrutura dessas ligas, o que permite projetar materiais com comportamento ideal para aplicação em ortopedia.

Este trabalho apresenta os resultados da caracterização da liga Ti-30Nb deformada por laminação a frio, em seguida recozida e posteriormente envelhecida nas temperaturas de 260 e 400°C. Esta liga é uma liga de titânio do tipo  $\beta$ , sendo utilizada como implante ortopédico.

#### 2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Para a preparação da liga Ti-30Nb (% em peso) foram utilizados titânio comercialmente puro (Grau 2) e nióbio comercialmente puro, que inicialmente se encontravam na forma de chapas. Os materiais de partida passaram pelo processo de decapagem (limpeza), para isso foram utilizadas as soluções de decapagem mais adequadas para cada material: titânio: HNO<sub>3</sub>, HF, na proporção 4:1 e nióbio: HNO<sub>3</sub>, HF, H<sub>2</sub>O, na proporção: 2:2:1. Após este procedimento, os materiais foram pesados em uma balança analítica de alta precisão, na proporção adequada para garantir a composição química desejada. Os materiais então foram fundidos em forno a arco-voltáico, resultando em lingotes cilíndricos contendo 100 g da liga Ti-30Nb (% em peso). Tal forno consiste de uma câmara de fusão de aço inoxidável, onde a atmosfera é controlada por uma bomba de vácuo e fluxo de argônio. Após este processo, as amostras foram usinadas na forma de chapas. Em seguida as amostras foram encapsulados em tubos de quartzo sob vácuo e homogeneizadas a 1000°C por 8 h, sendo resfriadas rapidamente em água. A microestrutura obtida é formada pelas fases  $\beta$  e martensita ortorrômbica ( $\alpha$ ").

Após homogeneizadas, as amostras foram deformadas por laminação a frio em múltiplos passes até a redução em espessura máxima de 81%, não houve recozimento intermediário. A cada passe de laminação, uma amostra foi removida para a caracterização microestrutural. As amostras foram cortadas paralelamente à direção de laminação. Na seqüência, essas amostras foram recozidas a 600, 700 e 800°C em diferentes tempos, de modo a produzir amostras com diferentes frações recristalizadas. Após a recristalização, as amostras recozidas a 800°C por 60 min foram envelhecidas em temperaturas de 260 e 400°C em tempos iguais a 1, 15, 30, 60, 120 e 240 min. A preparação metalográfica constou de lixamento com lixas de carbeto de silício com as seguintes granulometrias: 220, 320, 400, 600, 800 e 1200, o polimento foi realizado utilizando uma solução de polimento formada por 260 mL de sílica coloidal (OP-S), 1 mL de HNO<sub>3</sub> e 0,5 mL de HF e pano de polimento DP-Plus (Struers). A microestrutura foi revelada usando ataque metalográfico formado por H<sub>2</sub>O, HF e HNO<sub>3</sub>, na proporção de 85:10:5 (em volume), o tempo de ataque variou de 10 a 20 s.

A caracterização do material foi realizada utilizando difração de raios-X (DRX), dureza Vickers (HV), microscopia óptica (MO) e técnicas de emissão acústica. As medidas de DRX foram realizadas utilizando radiação Cu Kα em um difratômetro de raios-X PANalytical X Pert PRO. Os ensaios de dureza foram realizados em amostras nas condições inicial, deformada, recozida e envelhecida, foi utilizada uma carga de 100 gf e as medidas foram feitas na seção transversal das amostras polidas. A microestrutura das amostras nas condições inicial, deformada e recozida foi observada em um microscópio óptico Olympus BX60M com câmera digital para aquisição de imagem (Evolution LC Color), acoplado a um programa de análise de imagens (Materials-Pro). O módulo de elasticidade (E) foi obtido por emissão acústica, as medidas foram realizadas usando um equipamento Panametrics-NDT 5072 PR com transdutores de 5 MHz. Um acoplante foi introduzido entre o transdutor e a amostras. Análises de oxigênio e nitrogênio foram realizadas em um analisador de gases LECO TC400. A técnica de calorimetria diferencial de varredura (Differential Scanning Calorimetry - DSC) foi utilizada para obter uma estimativa das temperaturas de início e fim do processo de recristalização e também das temperaturas de envelhecimento.

## 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1. Caracterização do material na condição inicial

A condição inicial considerada corresponde às amostras da liga Ti-30Nb que foram fundidas em forno a arco, homogeneizadas a 1000°C por 8 h e resfriadas rapidamente em água, portanto, corresponde às amostras que foram solubilizadas.

A determinação dos teores de oxigênio e nitrogênio foi realizada em três amostras extraídas dos lingotes na condição inicial. Os teores médios de oxigênio e nitrogênio no material nesta condição foram  $0,110 \pm 0,006$  % e  $0,0064 \pm 0,0006$  % (% em peso), respectivamente. Esses valores estão de acordo com a norma ASTM F67-06. Esta norma referencia os valores para o titânio utilizado como material de implante. Como não há uma norma específica que trata das ligas de titânio contendo nióbio, os resultados foram comparados com os teores apresentados para o titânio grau 2, metal base da liga Ti-30Nb.

A microestrutura das amostras da liga Ti-30Nb na condição inicial consiste de grãos grosseiros, da ordem de mm (Fig. (1a)). Na microestrutura somente é possível observar a presença da fase  $\alpha$ ". Não foi possível encontrar evidências da fase  $\beta$  na microestrutura, sendo possível a sua identificação somente utilizando a técnica de difração de raios-X (Fig. (1b)). A dureza Vickers das amostras nessa condição foi igual a 194 ± 3.

Utilizando a técnica de difração de raios-X foram identificadas as fases presentes na liga Ti-30Nb na condição inicial. No difratograma de raios-X apresentado na Fig. (1b) são encontrados picos relativos às fases  $\beta$  e martensita ortorrômbica ( $\alpha$ "). É importante ressaltar que não foi identificada nenhuma outra fase além das citadas. A fase  $\alpha$ " é

formada nas ligas de titânio que apresentam teores superiores a 13% de Nb, como nas ligas estudadas. A fase  $\beta$  pode ser retida por meio do resfriamento rápido partindo de temperaturas superiores à  $\beta$  *transus*, sendo que a concentração mínima exigida para completa estabilização da fase  $\beta$  é 36% de Nb (% em peso) (Ozaki, 2004), esse fator também contribui para a elevada fração volumétrica da martensita  $\alpha$ ".

O módulo de elasticidade (E) na condição inicial foi obtido por meio do ensaio de emissão acústica e o valor encontrado foi próximo a 96  $\pm$  1 GPa. É importante ressaltar que a técnica de emissão acústica é uma das técnicas utilizadas na determinação do módulo de elasticidade em ligas utilizadas como material de implante, exemplos da utilização desta técnica podem ser verificados em (Afonso, 2007 e Majumdar, 2008). Segundo vários trabalhos (Collings, 1980; Ozaki, 2004 e Hanada, 2005), o módulo de elasticidade em ligas do sistema Ti-Nb varia de acordo com a concentração do elemento  $\beta$ -estabilizador, sendo o módulo de elasticidade da liga Ti-30Nb igual a 90 GPa na condição solubilizada, sendo este valor próximo ao obtido neste trabalho.



Figura 1. Caracterização microestrutural da liga Ti-30Nb na condição inicial: (a) micrografia (MO - contraste Nomarski); (b) difratograma de raios-X.

#### 3.2. Caracterização do material na condição deformada

Após o tratamento térmico de solubilização, as amostras foram laminadas a frio em múltiplos passes, sem recozimento intermediário. Para o levantamento da curva de encruamento da liga Ti-30Nb, foram retiradas, durante a laminação, amostras com reduções em espessura (RE) iguais a 23, 36, 50, 65, 78 e 81%. Utilizando os resultados da variação da dureza Vickers das amostras deformadas por laminação a frio, foi possível construir a curva de encruamento (dureza x deformação) mostrada na Fig. (2). A redução em espessura igual a 0% corresponde à amostra na condição inicial.

Uma análise da curva permite verificar que o material apresenta encruamento elevado até 65% de redução em espessura, devido ao aumento da dureza do metal. Para deformações superiores a 78% de redução em espessura, a curva praticamente não sofre alterações, tendendo à saturação.



Figura 2. Curva de encruamento para a liga Ti-30Nb deformada por laminação a frio.

#### VI Congresso Nacional de Engenharia Mecânica, 18 a 21 de Agosto 2010, Campina Grande - Paraíba

A microestrutura das amostras da liga Ti-30Nb laminadas a frio foi caracterizada utilizando a técnica de microscopia óptica, empregando preferencialmente a técnica de contraste por interferência (Nomarski) para acentuar o relevo da amostra. Vander Voort (2004) apresenta mais detalhes da técnica de contraste por interferência. De modo geral, é possível observar a presença de heterogeneidades de deformação, como bandas de cisalhamento, ocorrendo nas amostras mais deformadas. Verifica-se também uma maior fração da fase martensita ( $\alpha$ ") nas amostras deformadas quando comparadas às amostras na condição inicial. A fase  $\alpha$ " é formada nas ligas de titânio que apresentam maiores teores de elementos  $\beta$ -estabilizadores e também, pode ser induzida por deformação.

A observação da microestrutura das amostras deformadas mostra que a subdivisão dos grãos durante a deformação plástica varia significativamente de grão para grão, sendo caracterizada pelas diferentes frações de volume da fase martensita ( $\alpha$ ") induzida por deformação no interior dos grãos. Esta característica é observada na Fig. (3a) e na Fig. (3b), onde é possível verificar a microestrutura de amostras com 23 e 36% de redução, respectivamente.

A microestrutura das amostras deformadas até 50, 65 e 78% são mostradas nas Figuras (3c), (3d) e (3e), respectivamente. Para deformações superiores a 50%, há a ocorrência de heterogeneidades de deformação e a microestrutura torna-se majoritariamente lamelar com os contornos alinhando-se paralelamente à direção de laminação.

Na Figura (3f) é possível verificar a presença de bandas de cisalhamento presentes na microestrutura. É importante ressaltar que as bandas são importantes heterogenidades de deformação e atuam como locais preferenciais de nucleação da recristalização quando o material previamente deformado é levado em temperaturas elevadas (Humphreys, 2004).



# Figura 3. Microestruturas de amostras da liga Ti-30Nb deformadas por laminação a frio até: (a) 23%; (b) 36%; (c) 50%; (d) 65%; (e) 78% e (e) 81%. (MO – contraste Nomarski). A seta indica a direção de laminação.

O módulo de elasticidade da liga Ti-30Nb deformada por laminação a frio foi obtido pelo ensaio de emissão acústica. A Figura (4) apresenta a curva com o comportamento desta liga em relação à variação do módulo de elasticidade. O módulo de elasticidade apresentou uma queda, partindo de 96  $\pm$  1 GPa na condição solubilizada, que corresponde a 0% de redução em espessura, chegando a 71  $\pm$  2 GPa na condição deformada até 81%, sendo que após 65% de deformação há uma tendência à estabilização dos valores do módulo.

Matsumoto e colaboradores (2007), estudaram a microestrutura e as propriedades mecânicas da liga Ti-35Nb-4Sn e também verificaram oscilação nos valores do módulo de elasticidade. Em seu trabalho, o módulo de elasticidade aumentou sutilmente até a redução de 30% e decresceu com o aumento da deformação, chegando a 43 GPa nas amostras com 89% de redução. Como o verificado por Matsumoto et al. (2007), também para a liga estudada neste trabalho há uma variação do módulo de elasticidade com o aumento da deformação plástica, que pode estar associada ao desenvolvimento da fase  $\alpha$ " e à forma como ela se distribui na microestrutura.

Utilizando a técnica de difração de raios-X foram identificadas as fases presentes na liga Ti-30Nb deformada por laminação a frio. Nos difratogramas de raios-X apresentados na Fig. (5) foram identificados picos referentes às fases  $\beta$  e martensita ortorrômbica ( $\alpha$ '').



Figura 4. Variação do módulo de elasticidade (E) em função da redução em espessura (RE) da liga Ti-30Nb na condição deformada.



Figura 5. Difratogramas de raios-X das amostras da liga Ti-30Nb deformadas por laminação a frio.

#### 3.3. Caracterização do material na condição recozida

Utilizando a técnica de calorimetria diferencial de varredura (Differential Scanning Calorimetry - DSC) foi possível obter uma estimativa das temperaturas de início e fim do processo de recristalização e também das temperaturas de envelhecimento utilizadas neste trabalho.

As curvas que descrevem a cinética de amolecimento da liga Ti-30Nb foram obtidas para a deformação de 81%, em temperaturas de tratamento térmico de 600, 700 e 800°C. Com os dados referentes à variação da dureza Vickers das amostras deformadas por laminação a frio e recozidas, foi possível construir as curvas de amolecimento (dureza Vickers

x tempo), mostradas na Fig. (6). O valor de dureza correspondente ao tempo de recozimento igual a 0 (zero) corresponde à amostra na condição deformada.

Os resultados mostram que a dureza decresce monotonicamente com o tempo para cada temperatura de recozimento para as amostras deformadas. Para a temperatura de 600°C, verificou-se a estabilização da dureza para tempos superiores a 15 min. Para as temperaturas de 700 e 800°C a estabilização da dureza ocorreu para tempos superiores a 5 min, a dureza para essas temperaturas decai abruptamente para tempos de recozimento inferiores a 5 min. Após esse tempo, praticamente não há alteração da dureza. Esse comportamento é observado porque até 5 min de recozimento estão ocorrendo os processos de recuperação e de recristalização em conjunto. Após este tempo, o material já se encontra recristalizado e ocorre somente crescimento de grão. Isso explica o motivo da dureza praticamente não se alterar para tempos de recozimento superiores a 5 min.

As curvas de amolecimento obtidas para a temperatura de 600°C apresentam um comportamento diferente, quando comparadas com as curvas referentes às demais temperaturas de recozimento. Isso é devido ao fato que nesta temperatura de recozimento o processo de recuperação é dominante, o que explica o motivo pelo qual o material apresenta queda menos acentuada na dureza nessa temperatura.

As taxas de amolecimento aumentam com o aumento da temperatura de recozimento, como esperado, uma vez que estes fenômenos são termicamente ativados e tanto a recuperação como a recristalização concorrem para o amolecimento durante o recozimento.



Figura 6. Curvas de amolecimento isotérmico das amostras da liga Ti-30Nb deformadas até 81% e recozidas.

A observação da microestrutura das amostras deformadas até 81% e recozidas permite verificar que a 600°C a recuperação é o mecanismo dominante, a microestrutura correspondente à amostra que foi recozida a 600°C por 60 min encontra-se parcialmente recristalizada, sendo difícil a visualização e a identificação dos pequenos grãos recristalizados nessa condição, como pode ser verificado na Fig. (7a). As amostras recozidas a 700 e a 800°C por 60 min encontram-se totalmente recristalizadas, conforme pode ser visto na Fig. (7b) e na Fig. (7c).

Para a obtenção do tamanho médio dos grãos das amostras que foram previamente deformadas e recozidas a 700 e 800°C por 60 min foi utilizado o método do intercepto linear de Heyn, de acordo com a Norma ASTM E112-96. Para que haja boa estatística de medida, foram amostradas em média quatro regiões diferentes da mesma amostra. Dessa forma, o tamanho médio obtido é referente a quatro campos de medida. Foram medidos em média 500 grãos em cada condição. Os grãos da amostra recozida a 700°C por 60 min possui tamanho médio igual a  $16 \pm 16 \,\mu$ m, enquanto que os grãos da amostra recozida a 800°C por 60 min são maiores e possuem tamanho igual a  $89 \pm 25 \,\mu$ m. Isso pode ser explicado pela maior energia térmica fornecida ao material nessa condição, favorecendo o crescimento dos grãos na temperatura mais elevada.

Nos difratogramas de raios-X apresentados na Fig. (7) foi verificada apenas a presença das fases  $\beta \in \alpha$ ", não havendo nessas condições a formação de fases adicionais.

O módulo de elasticidade das amostras recozidas foi obtido utilizando a técnica de emissão acústica. Os valores dos módulos de elasticidade das amostras deformadas até 81% e em seguida recozidas a 600, 700 e 800°C por 60 min foram os seguintes:  $75 \pm 1$  GPa,  $72 \pm 1$  GPa e  $65 \pm 2$  GPa, respectivamente.



Figura 7. Micrografias e difratogramas de raios-X de amostras da liga Ti-30Nb deformadas até 81% e recozidas por 60 min a: (a) 600°C; (b) 700°C e (c) 800°C. (MO – contraste Nomarski).

#### 3.4. Caracterização do material na condição recozida e envelhecida

Com a deformação plástica seguida de recozimento, houve drástica diminuição do tamanho de grão em relação à amostra solubilizada (condição inicial), passando de aproximadamente 3 mm para o máximo de  $89 \pm 25 \,\mu$ m para a amostra recozida a  $800^{\circ}$ C por 60 min. Por estarem totalmente recristalizadas e apresentarem menor módulo de elasticidade, as amostras recozidas a  $800^{\circ}$ C por 60 min foram escolhidas para a realização do tratamento térmico de envelhecimento. As amostras recozidas a  $700^{\circ}$ C por 60 min também encontram-se totalmente recristalizadas, mas apresentam módulo de elasticidade superior à amostra recozida a  $800^{\circ}$ C por 60 min. As amostras recozidas a  $600^{\circ}$ C por 60 min encontram-se parcialmente recristalizadas, apresentando poucos e pequenos grãos recristalizados.

Os difratogramas de raios-X das amostras da liga Ti-30Nb que foram deformadas até 81%, em seguida recozidas a 800°C por 60 min e posteriormente, envelhecidas a 260°C (Fig. (8)) mostram a formação das fases  $\omega e \alpha$  a partir dos 15 min de envelhecimento. A Figura (9) apresenta os difratogramas de raios-X das amostras envelhecidas a 400°C. Nessa temperatura, a precipitação das fases  $\omega e \alpha$  ocorre a partir de 30 min de envelhecimento.



Figura 8. Difratogramas de raios-X da liga Ti-30Nb deformada até 81%, recozida a 800°C por 60 min e envelhecida a 260°C em tempos iguais a 1, 15, 30, 60, 120 e 240 min.



Figura 9. Difratogramas de raios-X da liga Ti-30Nb deformada até 81%, recozida a 800°C por 60 min e envelhecida a 400°C em tempos iguais a 1, 15, 30, 60, 120 e 240 min.

#### VI Congresso Nacional de Engenharia Mecânica, 18 a 21 de Agosto 2010, Campina Grande - Paraíba

A Figura (10) apresenta os gráficos de dureza Vickers e módulo de elasticidade de amostras da liga Ti-30Nb que foram deformadas até 81%, recozidas a 800°C por 60 min e em seguida envelhecidas a 260 e 400°C, em tempos iguais a 1, 15, 30, 60, 120 e 240 min. O tempo de envelhecimento igual a 0 (zero) corresponde à amostra na condição recozida. Durante o envelhecimento a 260°C, a dureza permaneceu estável, próxima a 214 HV. O módulo de elasticidade se estabilizou a partir de 15 min, em aproximadamente 75 GPa. Nas amostras envelhecidas a 400°C, a dureza se estabilizou em aproximadamente 410 HV após 30 min de envelhecimento e o módulo de elasticidade em 107 GPa após 15 min de tratamento térmico. O aumento tanto da dureza quanto do módulo de elasticidade nas amostras que foram envelhecidas quando comparado com os valores obtidos para as amostras recozidas pode ser explicado pela presença das fases  $\omega \in \alpha$ , que precipitam-se durante o envelhecimento e apresentam maiores valores de módulo de elasticidade e de dureza do que as fases  $\alpha$ " e  $\beta$ .



Figura 10. Dureza Vickers (HV) e módulo de elasticidade (E) das amostras da liga Ti-30Nb deformadas até 81%, recozidas a 800°C por 60 min e envelhecidas em tempos iguais a 1, 15, 30, 60, 120 e 240 min.

# 4. CONCLUSÕES

Amostras da liga Ti-30Nb foram fundidas utilizando forno a arco, homogeneizadas a 1000°C por 8 h e resfriadas rapidamente em água. Após este procedimento, a microestrutura obtida é constituída pelas fases  $\beta$  e martensita ortorrômbica ( $\alpha$ "). Os grãos nessa condição são grosseiros, da ordem de mm.

A caracterização das amostras no estado encruado mostrou que a fase martensita ( $\alpha$ ") tende a se alinhar com a direção de laminação em amostras pouco deformadas (deformações próximas a 36%). Para deformações mais elevadas foi observada a presença de heterogeneidades de deformação, tais como bandas de cisalhamento. Verificou-se também nas amostras encruadas, que o módulo de elasticidade sofreu decréscimo quando comparados com os valores das amostras na condição inicial (solubilizada).

Os valores de dureza e de módulo de elasticidade das amostras na condição envelhecida em temperaturas de 260 e 400°C aumentaram significativamente quando comparados com o valor da amostra na condição inicial. Com o tratamento térmico de envelhecimento foi verificado o aumento tanto da dureza quando do módulo de elasticidade quando comparados com as amostras que foram somente recozidas. Esse comportamento foi mais acentuado no envelhecimento a 400°C. Isso pode ser explicado pela presença das fases  $\alpha \in \omega$ , que precipitam durante o envelhecimento e apresentam maiores valores de módulo de elasticidade e de dureza do que as fases  $\alpha$ " e  $\beta$ .

## 5. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a FAPESP, CAPES e ao CNPq pelo suporte financeiro.

## 6. REFERÊNCIAS

Afonso, C. R. M.; Aleixo, G. T.; Ramirez, A. J. and Caram, R., 2007, "Influence of cooling rate on microstructure of Ti-Nb alloy for orthopedic implants", Materials Science and Engineering C, Vol. 27, pp. 908-913

- Collings, E. W., 1980, "The metal physics of titanium alloys", Proceedings of the 4th International Conference on Titanium, Battelle Memorial Institute, Ohio, USA, pp. 77-91
- Eisenbarth, E., Velten, D., Müller, M., Thull, R. and Breme, J., 2004, "Biocompatibility of β-stabilizing elements of titanium alloys", Biomaterials, Vol. 25, pp. 5705-5713
- Hanada, S., Matsumoto, H. and Watanabe, S., 2005, "Mechanical compatibility of titanium implants in hard tissues", International Congress Series, Vol. 1284, pp. 239-247

- Humphreys, F. J. and Hatherly, M., 2004, "Recrystallization and related annealing phenomena", Ed. Elsevier, Kidlington, UK, 628 p.
- Karthikeyan, T., Dasgupta, A., Saroja, S., Khatirkar, R., Vijayalakshmi, M and Samajdar, I., 2008, "Study of texture and microtexture during  $\beta$  to  $\alpha+\beta$  transformation in a Ti-5Ta-1.8Nb alloy", Materials Science and Engineering A, Vol. 485, pp. 581-588
- Majumdar, P.; singh, S. B. and Chakraborty, M., 2008, "Elastic modulus of biomedical titanium alloys by nanoindentation and ultrasonic techniques – a comparative study", Materials Science and Engineering A, Vol. 489, pp. 419-425
- Matsumoto, H., Watanabe, S. and Hanada, S., 2007, "Microstructure and mechanical properties of metastable β TiNbSn alloys cold rolled and heat treated", Journal of Alloys and Compounds, Vol. 439, pp. 146-155
- Niinomi, M., 1998, "Mechanical properties of biomedical titanium alloys", Materials Science and Engineering A, Vol. 243, pp. 231-236
- Ozaki, T., Matsumoto, H, Watanabe, S. and Hanada, S., 2004, "Beta Ti alloys with low Young's modulus", Materials Transactions, Vol. 45, n. 8, pp. 2776-2779
- Silva, H. M., Schneider, S. G. and Moura Neto, C., 2004, "Study of nontoxic aluminum and vanadium-free titanium alloys for biomedical applications", Materials Science and Engineering C, Vol. 24, pp. 679-682
- Tamirisakandala, S., Vedam, B. V. and Bhat, R. B., 2003, "Recent advances in the deformation processing of titanium alloys", Journal of Materials Engineering and Performance, Vol. 12, pp. 661-673
- Vander Voort, G. F., 2004, "Light Microscopy", ASM Metals Handbook Metallography and Microstructures, ASM International, Vol. 9, pp. 332-354
- Zaffe, D., Bertoldi, C. and Consolo, U., 2004, "Accumulation of aluminum in lamellar bone after implantation of titanium plates, Ti-6Al-4V screws, hydrozyapatite granules", Biomaterials, vol. 25, pp. 3837-3844

# 7. DIREITOS AUTORAIS

Os autores são os únicos responsáveis pelo conteúdo do material impresso incluído no seu trabalho.

# MICROSTRUCTURAL EVOLUTION OF THE TI-30Nb ALLOY DURING RECRYSTALLIZATION

Alexandra de Oliveira França Hayama, alexandrah@fem.unicamp.br<sup>1</sup> Juliana Feletto Silveira Costa Lopes, julianalopes@fem.unicamp.br<sup>1</sup> Rubens Caram, rcaram@fem.unicamp.br<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Departamento de Engenharia de Materiais, Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Caixa Postal 6122, 13083-970, Campinas - SP

Abstract: This work shows results of the microstructural characterization of the Ti-30Nb alloy, which was cold rolled and submitted to annealing and aging heat treatment. Addition of  $\beta$ -estabilizing elements, such Nb, allows stabilization of the  $\beta$  phase in titanium alloys. Samples containing 100 g of the Ti-30Nb alloy (% in weight) were obtained by electric arc melting, heat treated at 1.000°C for 8 hours and water quenched. Microstructure obtained was formed by the  $\beta$  phase combined with orthorrombic martensite ( $\alpha$ "). Samples were cold rolled in multiple passes up to 81%. After plastic deformation, samples were submitted to the annealing heat treatment in vacuum at 600, 700 and 800°C, to produce microstructures with different recrystallized fractions. After recrystallized, samples annealed at 800°C for 60 min were aged. Characterization of the samples was carried out using light optical microscopy (LOM), X-ray diffraction (XRD) and measurements of Young's modulus by acoustic emission. By using the results obtained it was possible to obtain the softening curves as a function of the temperature and time. Results show an orientation of the martensite phase in relation to the rolling direction during plastic deformation.

Keywords: Plastic deformation, recrystallization, aging treatment, Young's modulus