

## TENACIDADE À FRATURA DA LIGA EUTÉTICA $\text{Al}_3\text{Nb-Nb}_2\text{Al}$

**Carlos Triveño Rios**

**Peterson Ferrandini**

**Rubens Caram**

Universidade Estadual de Campinas - Faculdade de Engenharia Mecânica - Departamento de Engenharia de Materiais - UNICAMP. Cidade Universitária, C.P.6122, CEP 13083-970, Campinas, SP, Brasil. E-mail: [triven@fem.unicamp.br](mailto:triven@fem.unicamp.br); [peter@fem.unicamp.br](mailto:peter@fem.unicamp.br); [caram@fem.unicamp.br](mailto:caram@fem.unicamp.br).

### Resumo

Vários sistemas apresentam ligas eutéticas interessantes quando se pensa em materiais estruturais para altas temperaturas, e dentre eles o sistema Nb-Al, relativamente pouco estudado. Nesse sistema encontra-se  $\text{NbAl}_3\text{-Nb}_2\text{Al}$ , que como a maioria dos compostos intermetálicos apresenta elevada resistência e fragilidade, e conseqüentemente baixa tenacidade à fratura. Como a tenacidade à fratura é um parâmetro fundamental de qualquer material estrutural, é importante que ela seja conhecida para a liga em questão. Devido à sua fragilidade é necessário que se utilizem outros métodos de ensaio que não requeiram corpos de prova de geometria complexa, como aqueles utilizados nos ensaios de flexão. Para esse trabalho foram obtidas algumas amostras da liga  $\text{NbAl}_3\text{-Nb}_2\text{Al}$ , que foram ensaiadas em estado bruto de fusão, e também depois de terem passado por um processo de solidificação direcional. A estrutura bruta de fusão apresentou maior dureza e menor tenacidade à fratura que a estrutura solidificada direcionalmente. Os valores encontrados são coerentes com os valores encontrados na literatura ( $K_{IC} = 2,5 \text{ MPa.m}^{1/2}$  para o  $\text{NbAl}_3$  e  $K_{IC} = 1,9 \text{ MPa.m}^{1/2}$  para o  $\text{Nb}_2\text{Al}$ ). O estudo das superfícies de fratura mostrou que as trincas sempre se propagam por clivagem.

**Palavras-chave:**  $\text{NbAl}_3\text{-Nb}_2\text{Al}$ ; intermetálicos; tenacidade à fratura

### 1. INTRODUÇÃO

A tenacidade à fratura,  $K_{IC}$ , de um material é um parâmetro importante, necessário para prever o desempenho mecânico de materiais estruturais. Tenacidade à fratura de um material é a capacidade que esse material tem de resistir à propagação de um defeito existente (trinca). Quando a tenacidade à fratura de um material é conhecida, sabe-se exatamente que valor da combinação tensão/comprimento de trinca aplicado a esse material causaria a propagação desse defeito, o que na prática significa falha catastrófica. Esse parâmetro pode ser obtido utilizando-se vários métodos disponíveis na literatura, e um deles é o método da impressão de dureza, que consiste em fazer uma impressão de dureza Vickers em um material frágil, estimando-se a tenacidade à fratura do material a partir das dimensões das trincas geradas na impressão. O método é simples e rápido, e é bastante utilizado na determinação da tenacidade à fratura de materiais cerâmicos há quase duas décadas [Li, 1989], e recentemente, de

compósitos do tipo metal-cerâmica e de compostos intermetálicos [Schneibel, 1988; Ebrahimi, 1993].

Ao se fazer a impressão cria-se uma zona, logo abaixo do penetrador, deformada plasticamente, que é totalmente envolvida por uma segunda zona deformada elasticamente. Esse processo cria um campo de tensões que leva à formação de trincas no material que circunda a impressão. Alguns tipos de trincas podem surgir, e as mais importantes são as trincas diagonais, que são aquelas saindo dos cantos da impressão. A trinca diagonal pode ser média ou semicircular, ou pode ser uma trinca de Palmqvist. A trinca de Palmqvist ocorre para os materiais de maior tenacidade à fratura e a trinca média ocorre para os materiais de menor tenacidade à fratura [Lankford, 1982]. A figura 1 mostra os comprimentos característicos de uma impressão Vickers utilizados na determinação de  $K_{IC}$ .

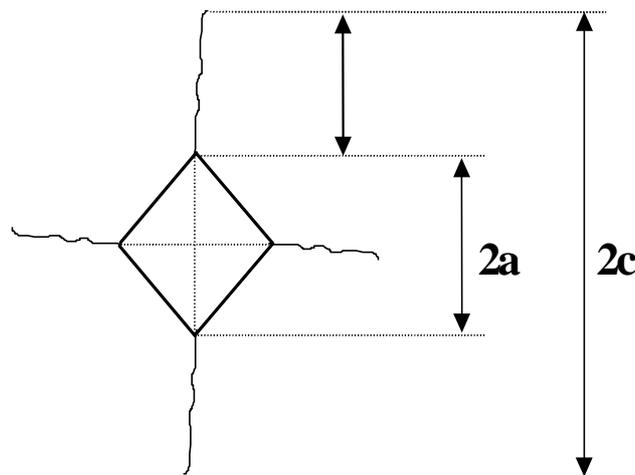


Figura 1. Comprimentos característicos das impressões Vickers

Existem diversos modelos utilizados para se determinar a tenacidade à fratura a partir das dimensões da impressão e das trincas geradas. Um modelo bastante utilizado é aquele proposto por Blendell [Niihara, 1982], que estabelece a existência de uma relação universal entre tenacidade à fratura e a razão tamanho da trinca/tamanho da impressão, que é mostrado na equação 1.

$$K_{IC} = 0,0285H_v^{0,6}E^{0,4}a^{0,5}\log(8,4a/c), \quad (1)$$

em que,  $H_v$  é a dureza Vickers (GPa),  $E$  é o módulo de elasticidade (GPa), ' $c$ ' e ' $a$ ' são os comprimentos da trinca e da impressão ( $\mu\text{m}$ ), respectivamente.

Quanto ao material, o sistema Nb-Al apresenta uma transformação eutética (líquido  $\Leftrightarrow$   $\text{Al}_3\text{Nb-Nb}_2\text{Al}$ ). As duas fases intermetálicas apresentam-se como materiais interessantes para operações em temperaturas acima de  $1.000^\circ\text{C}$  [Kumagai, 1992; Smith, 1992], devido a sua elevada temperatura de fusão e às massas específicas relativamente baixas. Porém, essas fases com estruturas cristalinas ordenadas de longo alcance, apresentam baixa ductilidade e portanto, elevada fragilidade em baixas temperaturas, exibindo comportamento semelhante aos materiais cerâmicos.

Uma alternativa promissora para substituir as superligas à base de Ni como materiais estruturais são os compósitos estruturais "in-situ", obtidos de reações eutéticas e constituídos por fases intermetálicas, que poderiam trabalhar a temperaturas superiores

àquelas permitidas pelas superligas. Além dessa vantagem, esses materiais apresentam também estabilidade termodinâmica interfacial entre as fases, assim como uma forte ligação entre as mesmas [Aikin, 1997].

Dentre os diversos sistemas binários contendo reações eutéticas que resultam na formação de fases intermetálicas, um com características bastante interessantes e pouco estudado é o sistema Nb-Al [Kumagai, 1992; Smith, 1992]. Nesse sistema, segundo Massalsky [1990], a transformação eutética (líquido  $\leftrightarrow$   $Al_3Nb-Nb_2Al$ ) de interesse do presente trabalho ocorre em temperatura próxima a  $1.590^\circ C$  e composição próxima 45,0 % em átomos de Nb. Contrariamente às vantagens de elevadas temperaturas de fusão e massas específicas relativamente baixas, essa liga eutética apresenta desvantagens como baixa ductilidade, e elevada fragilidade, consequentemente apresentando também baixíssima tenacidade à fratura em baixas temperaturas.

O objetivo do presente trabalho é o estudo da tenacidade à fratura de ligas do sistema Al-Nb, através de impressões de microdureza Vickers.

## 2. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

A obtenção das ligas eutéticas solidificadas direcionalmente (S. D.) ocorreu em duas etapas. A etapa preliminar consistiu em fundir-se os elementos Al e Nb de pureza comercial, na composição eutética, em forno à arco, sob atmosfera de argônio de alta pureza. Nessa etapa, Nb e Al foram fundidos, gerando-se amostras que foram trituradas e refundidas para que no final elas fossem o mais homogêneas possível. Ao final dessa etapa, as perdas de material por evaporação e manipulação foram inferiores a 0,5% em peso.

A segunda etapa, de crescimento direcional da liga eutética, foi realizada em um forno Bridgman. Tal equipamento consiste basicamente de uma câmara de vácuo, injeção de argônio e um sistema de translação que permite movimentar lentamente a amostra processada, de uma região de alta temperatura, para outra inferior, de baixa temperatura. As amostras de comprimento próximo a 50,0 mm e diâmetro próximo a 5,0 mm foram acondicionadas em tubos de alumina de alta pureza, que por sua vez foram inseridos em cilindros de tântalo. A amostra, o tubo de alumina e a peça em tântalo foram posicionados dentro de um tubo de quartzo de diâmetro próximo a 50,0 mm e aquecidos por meio de uma bobina convenientemente conectada a uma fonte de rádio-freqüência. O controle de temperatura foi obtido com o uso de um pirômetro óptico. Em todos os experimentos utilizou-se temperatura máxima, medida no susceptor, próxima a  $1.610^\circ C$ , gradiente térmico próximo a  $80^\circ C/cm$  e taxa de crescimento de 2,0 cm/h..

Em seguida ao crescimento direcional, os lingotes foram preparados para a análise microestrutural. Os lingotes foram polidos em diferentes panos de nylon e, finalmente, em pano Microcloth lubrificado com suspensão de ( $H_2O_{dest} + KOH$ ), com a finalidade de obter maior contraste das fases  $Al_3Nb$  e  $Nb_2Al$ . Os detalhes da microestrutura eutética foram avaliados por microscopia eletrônica de varredura (SEM) equipado com "Energy Dispersive Spectroscopy" (EDS).

Os valores médios de tenacidade à fratura foram obtidos de pelo menos cinco medidas, já que quase 60% das impressões resultaram em trincas impróprias para utilização. O aparelho utilizado foi um durômetro W-Testor equipado com cargas que variam de 0,25 kgf até 10,0 kgf. O tempo de impressão foi de 15 segundos.

## 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 3.1 Dureza

A figura 2 mostra os valores de dureza obtidos com as impressões também utilizadas na determinação da tenacidade à fratura. Observa-se que os valores de dureza diminuem com o aumento da carga, porém apresentam uma tendência a permanecer constantes sob cargas mais elevadas. Tal redução de dureza está diretamente relacionada à ocorrência de trincas durante a operação de impressão, em que uma parte da energia necessária para a formação da impressão é dissipada pela formação de trincas.

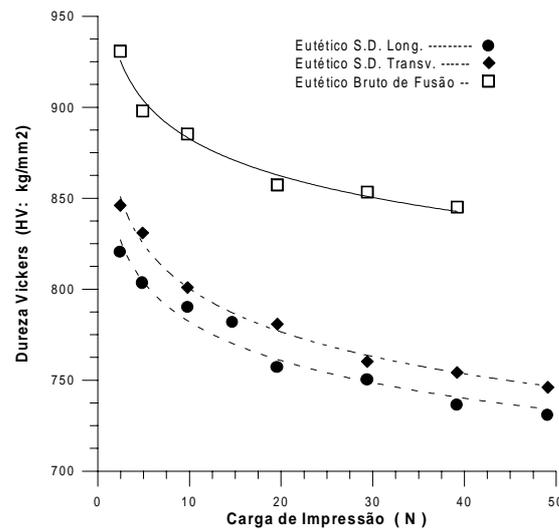


Figura 2. Dureza Vickers em função da carga de impressão. (□) estado bruto de fusão, (◆) S. D. Transversal, (●) S. D. Longitudinal.

Também é observado que a liga no estado bruto de fusão exibe maior dureza quando comparada com a liga solidificada direcionalmente. Isso se deve principalmente ao fato de que no estado bruto de fusão, o espaçamento lamelar é mais refinado ( $\sim \lambda = 1,0$  a  $2,5 \mu\text{m}$ ) do que na estrutura solidificada direcionalmente ( $\sim \lambda = 4,0$  a  $5,0 \mu\text{m}$ ). Deve-se lembrar também que a maior concentração de tensões em estruturas brutas de fusão torna-as mais duras e frágeis.

### 3.2 Tenacidade à fratura

Foram determinados os valores de tenacidade à fratura da liga na condição bruta de fusão e na condição solidificada direcionalmente (S.D.). Como o módulo de elasticidade da liga eutética não foi encontrado na literatura, foram utilizados os módulos de elasticidade das fases  $\text{NbAl}_3$  e  $\text{Nb}_2\text{Al}$ , obtendo-se assim um valor teórico utilizando-se a equação 2, em que  $f_v$  é a fração de volume de cada uma das fases  $\text{Al}_3\text{Nb}$  (47,7) e  $\text{Nb}_2\text{Al}$  (53,3) [Kumagai, 1992] e  $E$  é o módulo de elasticidade de cada fase  $\text{Al}_3\text{Nb}$  (120 GPa)[Schneibel, 1988] e  $\text{Nb}_2\text{Al}$  (100 GPa)[Schneibel, 1988]. Os resultados podem ser observados na figura 3 e na tabela 1.

$$E_{\text{eut}} = (f_v \cdot E)_{\text{Nb}_2\text{Al}} + (f_v \cdot E)_{\text{NbAl}_3}, \quad (2)$$

Os valores de tenacidade à fratura da liga eutética encontrados (figura 3) estão em concordância com os trabalhos desenvolvidos por Ebrahimi [1993] e Schneibel et al. [1988],

que apresentam valores de  $K_{IC}$  iguais a  $2,5 \pm 0,5 \text{ MPa.m}^{1/2}$  para  $\text{NbAl}_3$ , e  $1,9 \text{ MPa.m}^{1/2}$  para  $\text{Nb}_2\text{Al}$  em estado recozido.

Na Figura 3, observa-se que a amostra em estado bruto de fusão apresenta uma tenacidade à fratura inferior quando comparada à solidificada direcionalmente. Explica-se esse comportamento pelo estado instável em que se encontra a amostra, devido ao nível considerável de tensões residuais deixadas pela solidificação rápida na obtenção das amostras. Já no caso de amostras solidificadas direcionalmente, apesar de elas apresentarem um espaçamento lamelar maior do que as amostras em estado bruto de fusão, a tenacidade à fratura é maior, o que mostra que o efeito da estrutura mais grosseira tem menor influência nas propriedades mecânicas da liga do que o maior ou menor nível de tensões residuais. Deve-se lembrar que as amostras solidificadas direcionalmente foram processadas quase em estado de equilíbrio, o que gera uma estrutura com nível de tensões residuais menor.

Tabela 1. Comprimento da trinca e da diagonal impressa em função de diferentes cargas aplicadas. BF: estrutura bruta de fusão; SDT: estrutura solidificada direcionalmente direção transversal; SDL: estrutura solidificada direcionalmente direção longitudinal.

Carga Aplicada (N) / Comprimentos característicos de c e a, ( $\mu\text{m}$ )														
Estr.	4,9 N		9,8 N		14,7 N		19,6 N		29,4 N		39,2 N		49,1 N	
	a	c	a	c	a	c	a	c	a	c	a	c	a	c
BF	16,1	33,8	22,8	59,1			32,7	92,6	40,8	111,9			47,3	133,9
SDT	17,0	--	24,1	31,6			34,6	55,1	42,8	80,4	49,4	104,7	55,7	111,1
SDL	17,0	23,8	24,2	40,2	29,8	48,9	35,0	67,5	43,1	87,6	50,2	119,9	56,3	136,1

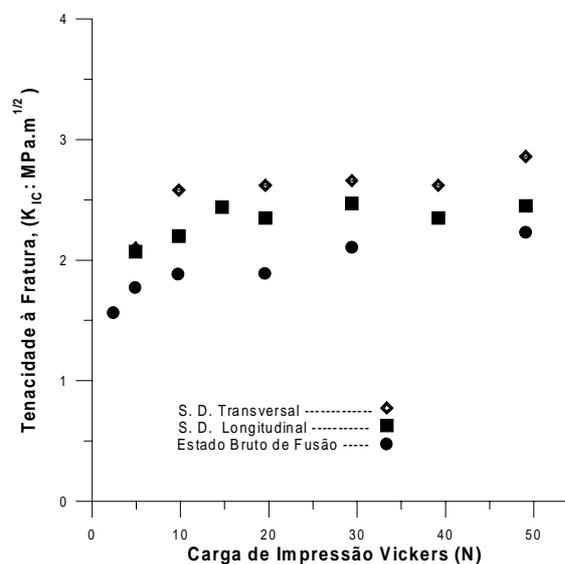


Figura 3. Tenacidade à fratura,  $K_{IC}$ , da liga eutética  $\text{Al}_3\text{Nb-Nb}_2\text{Al}$ , em função de cargas de Impressão.

### 3.3 Fractografia

As trincas resultantes das impressões Vickers estão nas figuras 4-7. Na figura 4 pode-se observar uma trinca do tipo Palmqvist, normal à direção de aplicação da carga de impressão, sendo que todas as trincas desenvolvidas nas pontas das diagonais são relacionadas ao Modo I

de fratura. Observando-se as figuras 4-7 pode-se presumir que o micromecanismo de fratura pelo qual as trincas se desenvolveram foi clivagem, já que o material não tem ductilidade suficiente para a formação de *dimples* e as trincas se apresentam de forma bastante reta, o que não sugere nenhum acompanhamento de contorno, que aconteceria se a fratura fosse intergranular. Ao se observar as figuras 8-12 nota-se facilmente que as trincas realmente se desenvolveram por clivagem. Nas figuras 8 e 9 observa-se a superfície de fratura de uma amostra em estado bruto de fusão. A observação dessas figuras mostra que não há nenhuma dúvida de que a trinca se desenvolveu por clivagem, já que o aspecto é sempre plano sem nenhum indício de deformação. Na figura 10 vê-se a superfície de fratura de um lingote solidificado direcionalmente, também apresentando aspecto plano, sem sinais de deformação, o que é típico de superfícies clivadas. As figuras 11 e 12 mostram essa mesma superfície com maior ampliação. Na figura 11 pode-se observar que realmente não há indícios de deformação, e em termos microscópicos a fratura é plana, apresentando alguns padrões de rios, que são mudanças de plano de propagação da trinca. Ainda na figura 11, observa-se um encontro de grãos, onde é fácil notar que a trinca sofreu um desvio em sua direção de propagação devido ao fato de ter que acompanhar a orientação cristalina diferente do novo grão em que está entrando. Na região central da figura 12 observa-se mais claramente a mudança de direção de propagação da trinca, que vem acompanhando a orientação das lamelas e encontra uma região fibrosa, que funciona como um obstáculo, obrigando a uma mudança de plano. O defeito observado na figura 12 aparece na figura 11 como um padrão de rio. Nas figuras 4, 5 e 7 observa-se que a trinca caminha indistintamente pelas duas fases, o que revela que não há diferença significativa de tenacidade entre o  $\text{Nb}_2\text{Al}$  e o  $\text{Al}_3\text{Nb}$ . Na figura 6 pode-se observar que algumas vezes a trinca mostrou tendência a acompanhar a interface entre as fases, e que essa tendência não se confirmou, já que a trinca, mesmo seguindo direção paralela à direção das lamelas não se manteve na interface mas penetrou em uma das fases. Isso mostra que a interface apresenta maior energia de ligação, o que dificulta a propagação da trinca. As figuras 4 e 7 apresentam trincas regularmente desenvolvidas, onde se pode observar que muitas vezes, ao atingir uma nova fase lamelar, a trinca sofre uma pequena mudança de direção. Essa pequena mudança de direção significa que cada lamela é um obstáculo à propagação da trinca e quanto maior o número de obstáculos à propagação de uma trinca maior a tenacidade à fratura da liga [Hertzberg, 1996]. Pode-se concluir, então, que a fase escura,  $\text{Al}_3\text{Nb}$ , atua como uma fase de reforço na matriz clara, o  $\text{Nb}_2\text{Al}$ .

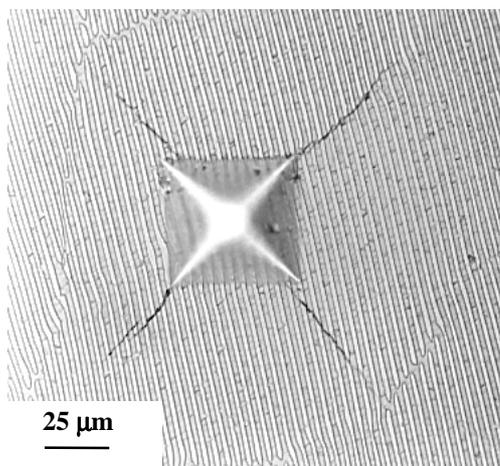


Figura 4. Trinca desenvolvida com carga de 2 kg, S. D.

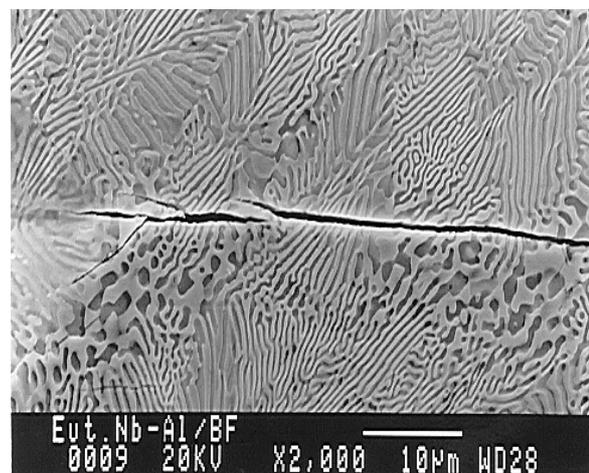


Figura 5. Trinca desenvolvida em estado bruto de fusão.

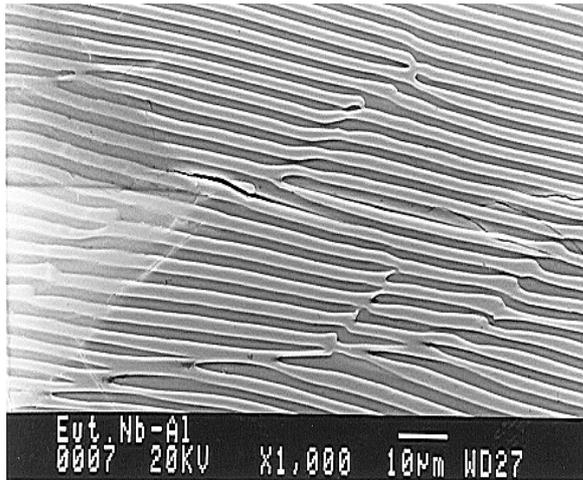


Figura 6. Trincas paralela às lamelas, em amostra S. D..

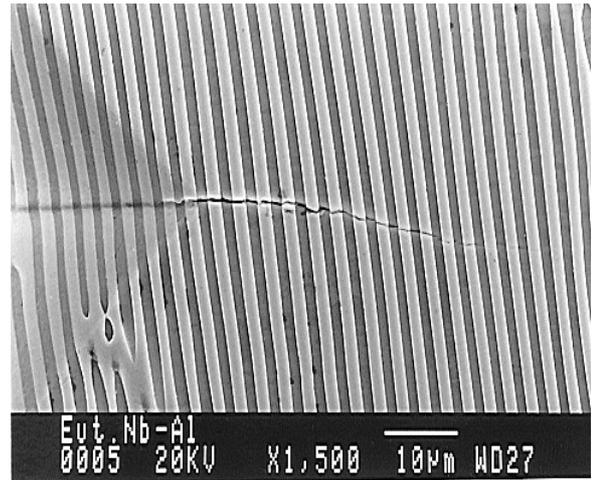


Figura 7. Trinca quase normal as lamelas, em amostra S.D..

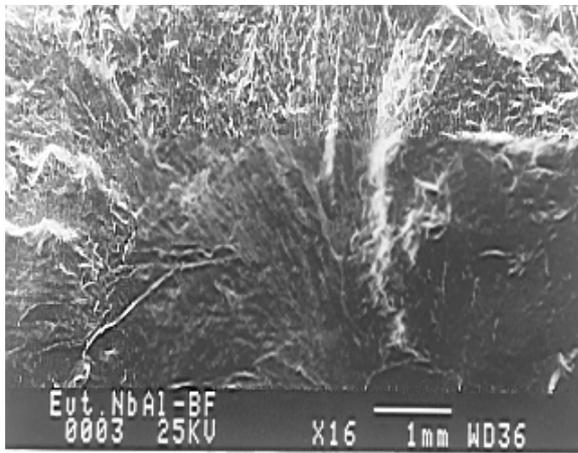


Figura 8. Fratura de amostra em estado bruto de fusão.

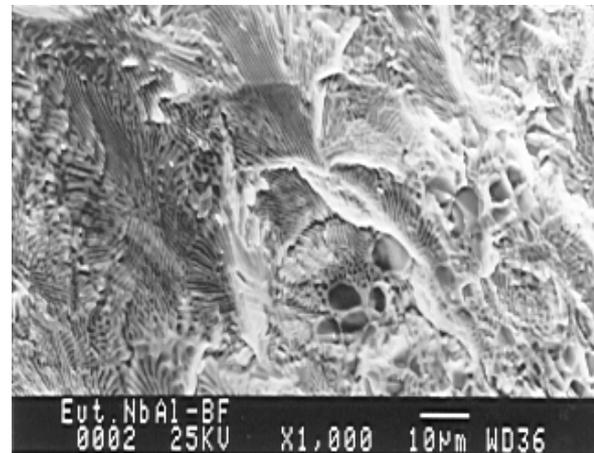


Figura 9 Ampliação da figura 8.

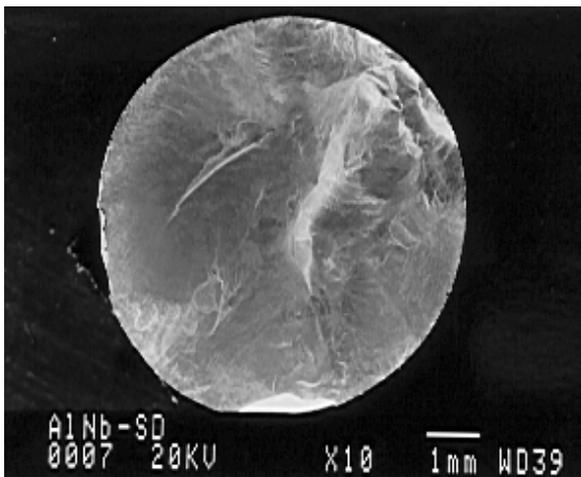


Figura 10. Fratura transversal de lingote solidificado direcionalmente (S. D.).

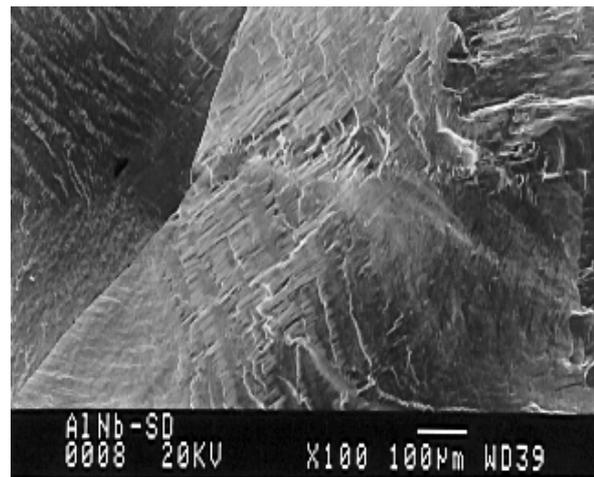


Figura 11. Ampliação da figura 10.

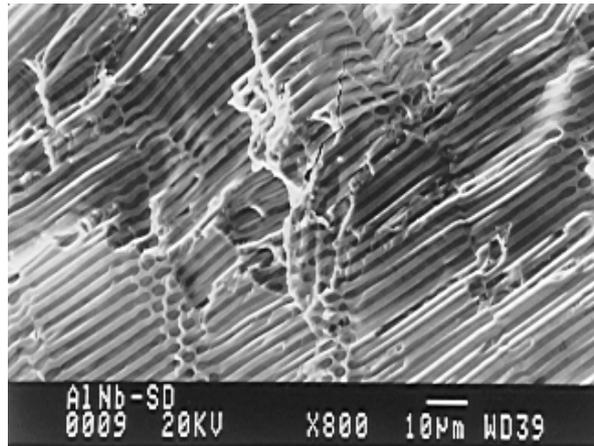


Figura 12. Ampliação da figura 10.

#### 4. CONCLUSÃO

A partir dos dados obtidos é possível concluir que a liga eutética solidificada direcionalmente tem sua tenacidade à fratura melhorada em relação à liga eutética no estado bruto de fusão. Por outro lado, devido aos baixos valores de tenacidade à fratura, e ao modo de desenvolvimento das trincas, essa liga apresenta um comportamento semelhante aos materiais cerâmicos. Apesar de suas propriedades mecânicas interessantes em temperaturas elevadas, para que essa liga possa ser considerada como material estrutural é necessário elevar o valor de sua tenacidade à fratura, seja por meio de adição de elementos de liga, produzindo alguma alteração nas estruturas cristalinas de suas fases, seja por meio de reforço das fases, o que requer um estudo mais profundo.

#### 5. AGRADECIMENTOS

Ao DEMAR/FAENQUIL-Lorena SP, pelo fornecimento do nióbio e à FAPESP, ao FAEP-UNICAMP e ao CNPq, pelo financiamento da pesquisa.

#### 6. REFERÊNCIAS

- Aikin, M. R., J. of Metals, p.35, 08/1997.
- Ebrahimi, F.; Hoelzer, T. D., Materials Science and Engineering, v.A171, p.35, 1993.
- Hetzberg, R. W., "Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials", John Wiley & Sons, 4<sup>th</sup> edition, p.407-409, 1996.
- Kumagai, T.; Hanada, S., Materials Science and Engineering, v.A152, p.349, 1992.
- Lankford, J., J. of Materials Science Letters, v.1, p.493, 1982.
- Li, Z.; Ghosh, A.; Kobayashi, S. A.; Bradt, C. R., J. Am. Ceram. Soc., v.72, p.904, 1989.
- Massalski, B. T., Binary Alloy Phase Diagrams, ASM, 2.ed, v.1, p.179, 1990.
- Niihara, K.; Morena, R.; Hasselman, H. D., J. of Materials Science Letters, v.1, p.13, 1982.
- Schneibel, H. J.; Becher, F. P.; Horton, A. J., J. Mat. Res., v.3, p.1272, 11-12/1988.
- Smith, P. P.; Oliver, F. B.; Noebe, D. R., Scripta Metallurgica et Materiala, v.26, p.1365, 1992.