

COMPORTAMENTO MICROESTRUTURAL DA LIGA Ti-30Nb DEFORMADA POR LAMINAÇÃO A FRIO

Juliana Feletto Silveira Costa Lopes, julianalopes@fem.unicamp.br¹
Alexandra de Oliveira França Hayama, alexandrah@fem.unicamp.br¹
Rubens Caram, rcaram@fem.unicamp.br¹

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

Resumo: Este trabalho apresenta os principais resultados da caracterização microestrutural da liga Ti-30Nb. A adição de elementos β -estabilizadores, como o Ta, o Nb e o Zr permite estabilizar a fase β em ligas de titânio e otimizar suas propriedades mecânicas. As amostras de partida compreendem lingotes cilíndricos contendo 100 g da liga de titânio com 30% de Nb (% em peso). Esses lingotes foram fundidos em forno de fusão a arco-voltáico, homogeneizados a 1.000°C por 8 horas e em seguida resfriados rapidamente em água, obtendo-se a microestrutura formada pela fase β combinada com martensita ortorrômbica. Em seguida, essas amostras foram laminadas a frio em múltiplos passes até a redução máxima de 81% e envelhecidas. Os resultados mostram a ocorrência de orientação da fase martensítica em relação à direção de laminação durante a deformação plástica para as amostras deformadas até 50% e também, a presença de heterogeneidades de deformação (bandas de cisalhamento) nas amostras deformadas acima de 65%. 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.

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

1. INTRODUÇÃO

O implante permanente de um material no corpo humano requer que o mesmo apresente um conjunto de propriedades e características que inclua além da compatibilidade em termos físicos e mecânicos com o tecido a ser substituído, elevada biocompatibilidade, ótima resistência à corrosão e, principalmente, disponibilidade. No caso de materiais metálicos a serem empregados em implantes ortopédicos constata-se que algumas ligas de titânio podem atender satisfatoriamente a esses requisitos, como ocorre na restauração das funções da articulação coxo-femoral através da cirurgia de reconstrução total de quadril.

As ligas de titânio destacam-se por possuir propriedades mecânicas que podem ser modificadas por meio de processamentos termomecânicos, que redundam na obtenção de microestruturas otimizadas em relação ao tipo, morfologia e distribuição de fases (Ankem, 1999; Banerjee, 2004). Porém, o controle que se exerce sobre a microestrutura dessas ligas depende diretamente de suas transformações de fases e a descrição das mesmas revela ser um desafio bastante amplo, já que diversos fenômenos ali presentes não são perfeitamente compreendidos.

As características físicas, químicas e mecânicas das ligas de titânio tipo β mostram que essas 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 de liga de titânio do tipo β deformada por laminação a frio e em seguida envelhecida.

2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

O material de partida compreende lingotes cilíndricos contendo 100 g da liga Ti-30Nb (% em peso). Esses lingotes foram fundidos em forno a arco-voltáico, em seguida encapsulados em tubos de quartzo sob vácuo e homogeneizados a 1000°C por 8 h, sendo resfriados rapidamente em água. A microestrutura obtida é formada pelas fases β e martensita ortorrômbica (α''). Após este processo, 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.

Após a laminação a frio, as amostras foram submetidas ao tratamento térmico de envelhecimento nas temperaturas de 260 e 400°C em tempos iguais a 1, 15, 30, 60, 120 e 240 min. A preparação metalográfica foi realizada utilizando uma solução formada por 260 mL de OP-S, 1 mL de HNO₃ e 0,5 mL de HF. A microestrutura foi revelada usando ataque metalográfico formado por H₂O, HF e HNO₃, na proporção de 85:10:5 (em volume), o tempo de ataque variou de 10 a 20 s.

A caracterização das amostras 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 K α em um difratômetro de raios-X PANalytical X'Pert PRO. Os ensaios de dureza foram realizados em amostras nas condições inicial, deformada 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 e deformada 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 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 amostra. Análises de oxigênio e nitrogênio foram realizadas em um analisador de gases LECO TC400.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1. Caracterização do material na condição inicial

A condição inicial considerada é correspondente às amostras solubilizadas, ou seja, às amostras que foram homogeneizadas a 1000°C por 8 h e resfriadas rapidamente em água. Os teores de oxigênio e nitrogênio no material nesta condição foram iguais a 0,110% e 0,0064% (% em peso), respectivamente. Esses valores estão de acordo com a norma ASTM F67-06. A microestrutura das amostras da liga Ti-30Nb na condição inicial consiste de grãos grosseiros com aproximadamente 3 mm de diâmetro (Fig. (1a)) e que apresentam uma elevada fração volumétrica da fase martensita ortorrômbica (α''). No difratograma de raios-X mostrado na Fig. (1b) foram identificados picos referentes às fases β e α'' . A dureza Vickers nas amostras nessa condição foi igual a 194 ± 3 .

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 GPa. Segundo alguns pesquisadores (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 β -estabilizador. De acordo com os experimentos conduzidos por eles, a liga Ti-30Nb apresenta módulo de elasticidade igual a 90 GPa na condição solubilizada, sendo próximo ao obtido neste trabalho.

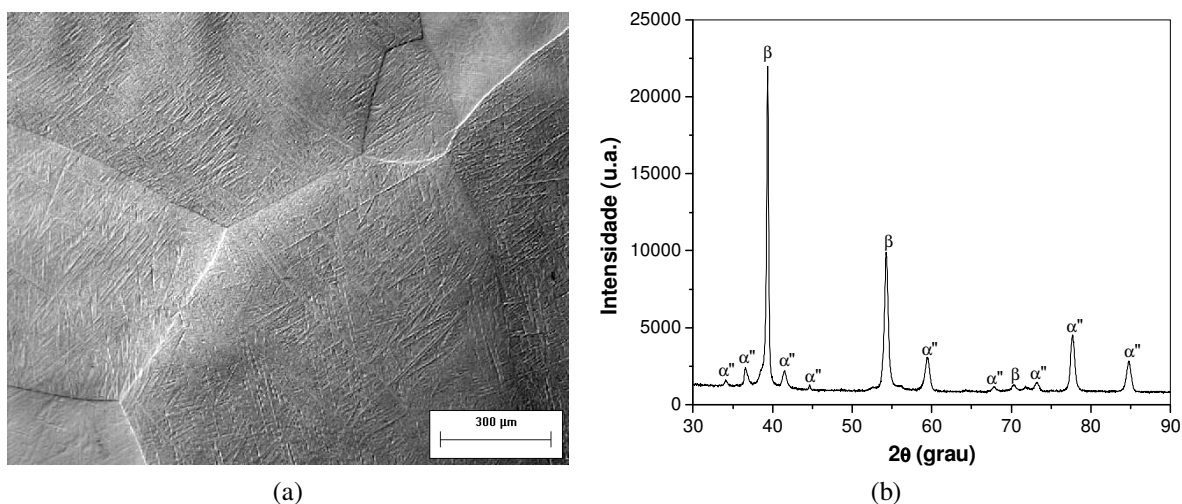


Figura 1. Caracterização microestrutural da liga Ti-30Nb na condição inicial: (a) micrografia (MO - contraste Nomarski); (b) difratograma de raios-X.

3.2. Caracterização do material na condição deformada

Após o tratamento térmico de solubilização, as amostras foram laminadas a frio em múltiplos passes, obtendo-se redução em espessura (RE) variando entre 23 e 81%. O elevado teor do elemento β -estabilizador, Nb, nesta liga contribuiu para a estabilização da fase β , o que resultou em maior ductilidade, sendo possível a deformação plástica a frio até 81%. Para o levantamento da curva de encruamento da liga Ti-30Nb, amostras com reduções iguais a 23, 36, 50, 65, 78 e 81% foram retiradas durante a laminação. A partir dos resultados das medidas de dureza foi possível construir a curva de encruamento (dureza x deformação) mostrada na Fig. (2). Uma análise dessa curva permite verificar que o material apresenta encruamento acentuado até 65% de redução em espessura, devido ao elevado crescimento da dureza

do metal. Para deformações superiores a 78% de redução em espessura, a curva praticamente não sofre alterações, tendendo à saturação.

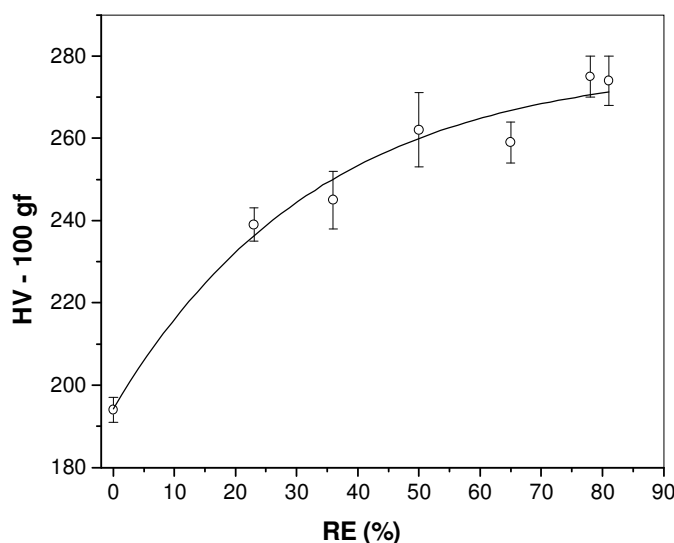


Figura 2. Curva de encruamento para a liga Ti-30Nb deformada por laminação a frio.

As técnicas de difração de raios-X e de MO são complementares na caracterização das amostras, de forma que a discussão dos resultados obtidos foi feita com base nas análises das medidas utilizando as duas técnicas em conjunto e não separadamente.

Para a obtenção das micrografias das amostras da liga Ti-30Nb na condição deformada foi utilizada a técnica de microscopia óptica (MO), empregando-se o contraste por interferência, também chamado de Nomarski, que permite a obtenção de imagens com relevo acentuado.

As amostras deformadas por laminação a frio apresentam maior fração da fase α'' (martensita ortorrômbica) em relação às amostras na condição solubilizada, pois durante a laminação houve a formação da fase α'' induzida por deformação plástica. Foi possível observar nas amostras menos deformadas que a fase α'' se alinha com a direção de laminação e nas amostras mais deformadas houve o aparecimento de heterogeneidades de deformação, tais como bandas.

A observação da microestrutura permite verificar a presença de diferentes frações de volume da fase α'' induzida por deformação no interior dos grãos (Fig. (3a)), o que pode estar relacionado com efeitos de orientação, devido a diferentes orientações cristalográficas e rotações sofridas pelos grãos durante o processo de deformação plástica.

Nas amostras deformadas até 36% é possível verificar o alinhamento da fase α'' em relação à direção de laminação (Fig. (3b)). Verificou-se também que nessa deformação não ocorreu o aparecimento de heterogeneidades de deformação. A partir da deformação de 50%, há o aparecimento de regiões bandeadas e a microestrutura torna-se majoritariamente lamelar, com contornos alinhados paralelamente com a direção de laminação (Fig. (3c) à Fig (3f)).

Nas amostras deformadas até 81% foi constatada a presença de bandas de cisalhamento, conforme mostra a Fig. (3f). É importante ressaltar que as heterogeneidades de deformação são regiões de alta energia e, portanto, locais preferenciais para a nucleação da recristalização quando o material previamente deformado é levado a altas temperaturas. As bandas de cisalhamento não se limitam a um determinado grão, atravessando vários grãos. Sua ocorrência está associada a metais altamente deformados a frio, com altas velocidades de deformação e deformações com predominância de componentes de compressão. Em materiais laminados, as bandas de cisalhamento formam um ângulo de aproximadamente 35° em relação à direção de laminação (Humphreys, 2004).

Utilizando a técnica de DRX foram identificadas as fases presentes na liga Ti-30Nb deformada por laminação a frio. Os difratogramas de raios-X são mostrados na Fig. (4). Nesses difratogramas foram identificados picos referentes às fases α'' e β .

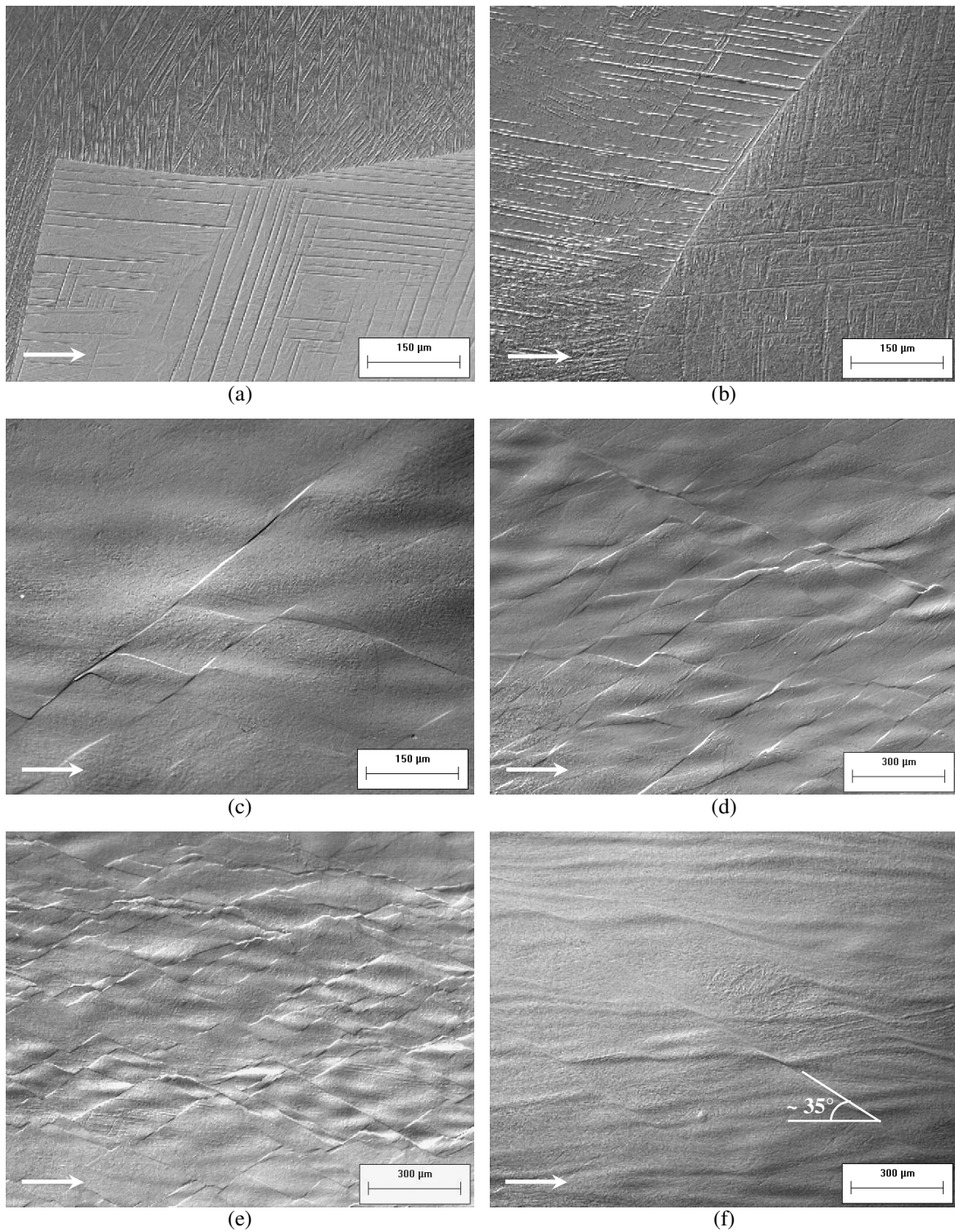


Figura 3. Microestruturas de amostras da liga Ti-30Nb deformadas por laminação a frio até: (a) 23%; (b) 36%; (c) 50%; (d) 65%; (e) 78% e (f) 81%. (MO – contraste Nomarski). As bandas de cisalhamento formam um ângulo de aproximadamente 35° com a direção de laminação. A seta indica a direção de laminação.

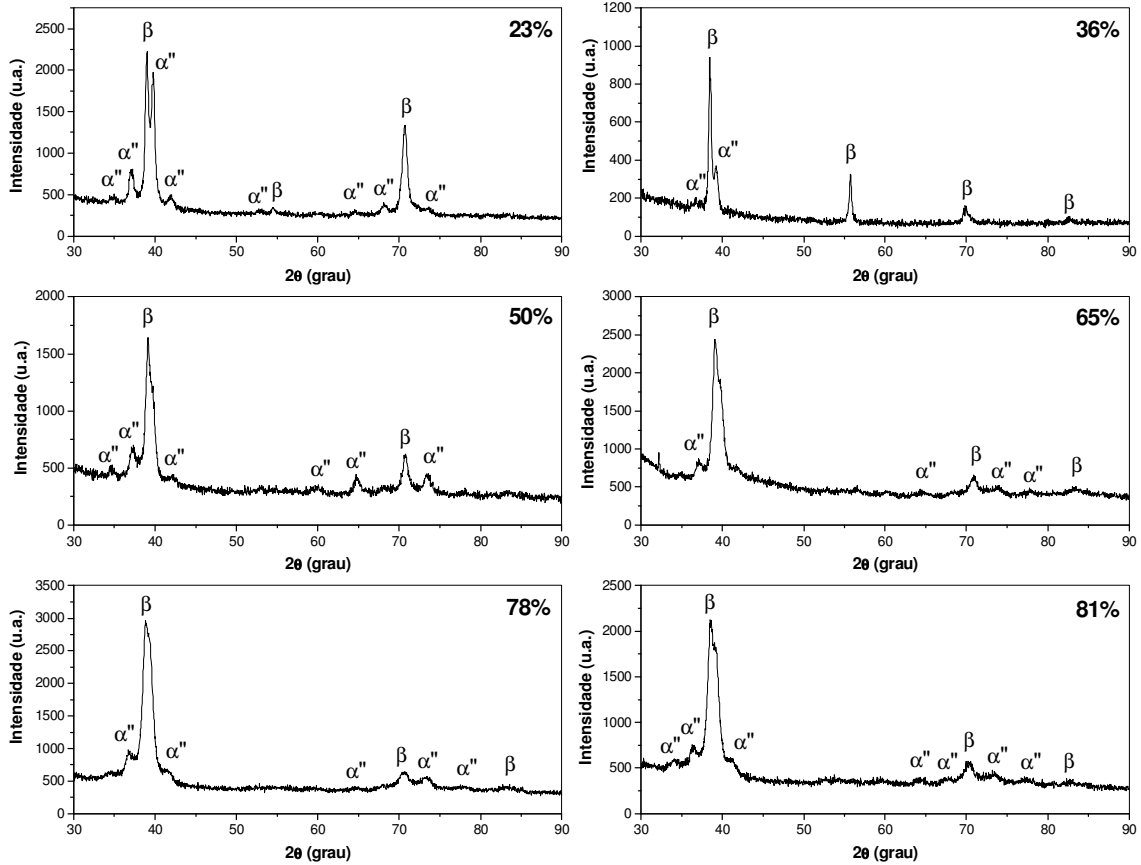


Figura 4. Difratogramas de raios-X de amostras da liga Ti-30Nb deformadas por laminação a frio.

O módulo de elasticidade da liga Ti-30Nb deformada por laminação a frio foi obtido pelo ensaio de emissão acústica. A Figura (5) apresenta a curva com o comportamento desta liga em relação à variação do módulo de elasticidade. O módulo de elasticidade apresentou queda, partindo de 96 GPa na condição solubilizada, que corresponde a 0% de redução em espessura, chegando a 71 GPa na condição deformada até 81%, sendo que após 65% de deformação há 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 diminuiu nas reduções entre 50 e 89%.

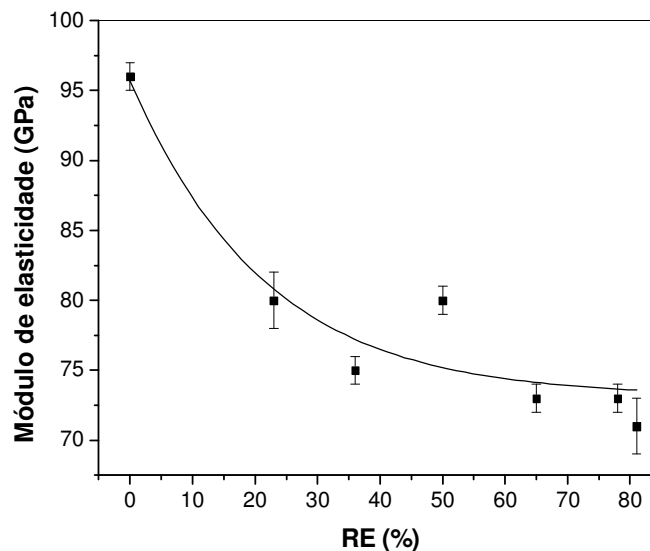


Figura 5. Variação do módulo de elasticidade da liga Ti-30Nb na condição deformada.

3.3. Caracterização do material na condição envelhecida

O processo de deformação a frio foi realizado com o objetivo de se obter uma microestrutura metaestável (encruada), o que ao final pode acelerar a resposta ao tratamento térmico de envelhecimento. A formação da fase ω depende diretamente das condições de resfriamento da fase β . A fase ω pode ser formada pelo resfriamento rápido a partir de altas temperaturas, sendo conhecida como fase ω atérmica. Outro tipo de fase ω também pode ser formado pelo envelhecimento a temperaturas baixas ou intermediárias, sendo chamada de fase ω isotérmica. A presença da fase ω isotérmica leva à perda severa de ductilidade e aumento da dureza (Kim, 2006). De acordo com Froes e colaboradores (1980), a deformação a frio antes do envelhecimento acelera a resposta ao envelhecimento. Eles verificaram que as amostras da liga Ti-11,5Mo-6Zr-4,5Sn que foram deformadas a frio e envelhecidas contêm uma fração em volume muito maior da fase ω quando comparadas às amostras que foram solubilizadas e envelhecidas.

As amostras da liga Ti-30Nb deformadas até 81% foram submetidas ao tratamento térmico de envelhecimento nas temperaturas de 260 e 400°C em tempos iguais a 1, 15, 30, 60, 120 e 240 min. Nos difratogramas de raios-X das amostras da liga Ti-30Nb deformadas até 81% e envelhecidas a 260°C, apresentados na Fig. (6), pode-se verificar a presença das fases β e α'' , nessa temperatura não ocorreu a precipitação das fases ω e α . Os difratogramas de raios-X das amostras dessa liga deformadas até 81% e em seguida envelhecidas a 400°C, apresentados na Fig. (7), mostram que após 15 min de envelhecimento ocorreu a transformação reversa $\alpha'' \rightarrow \beta$, simultaneamente com a precipitação das fases ω e α .

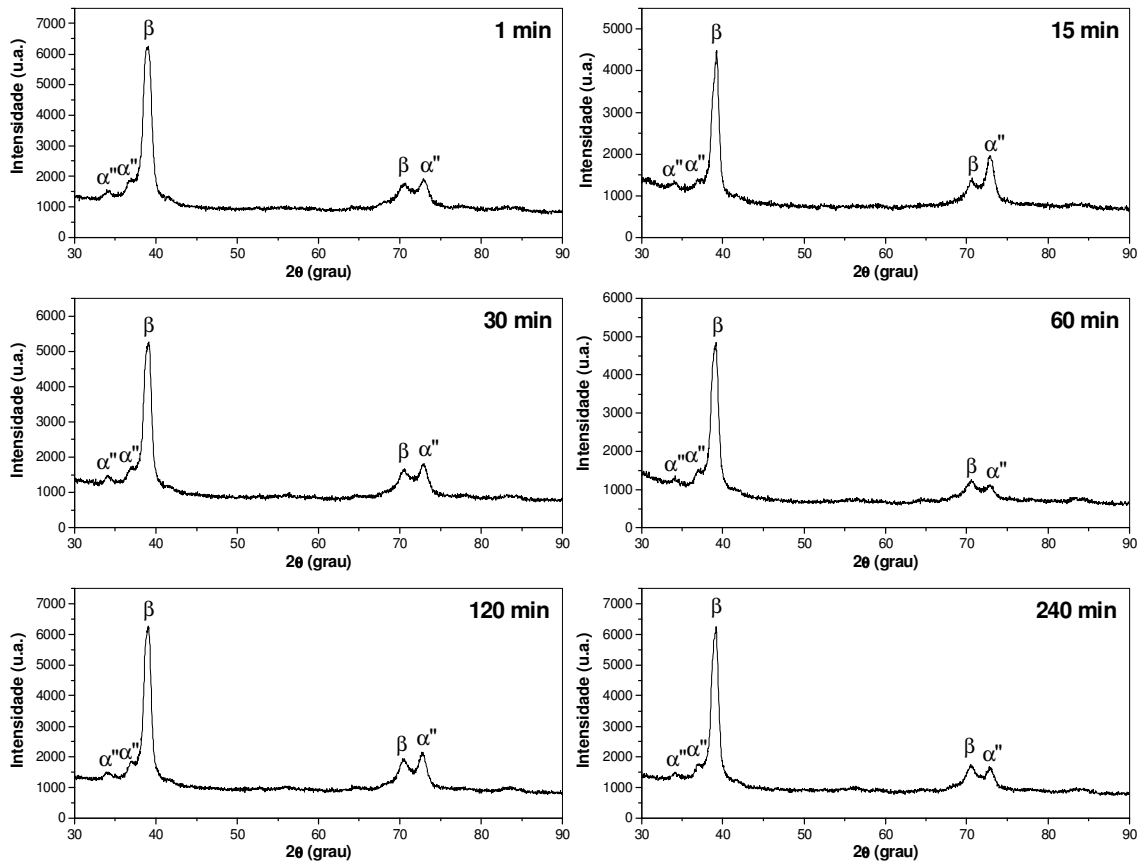


Figura 6. Difratogramas de raios-X da liga Ti-30Nb deformada até 81% e envelhecida a 260°C.

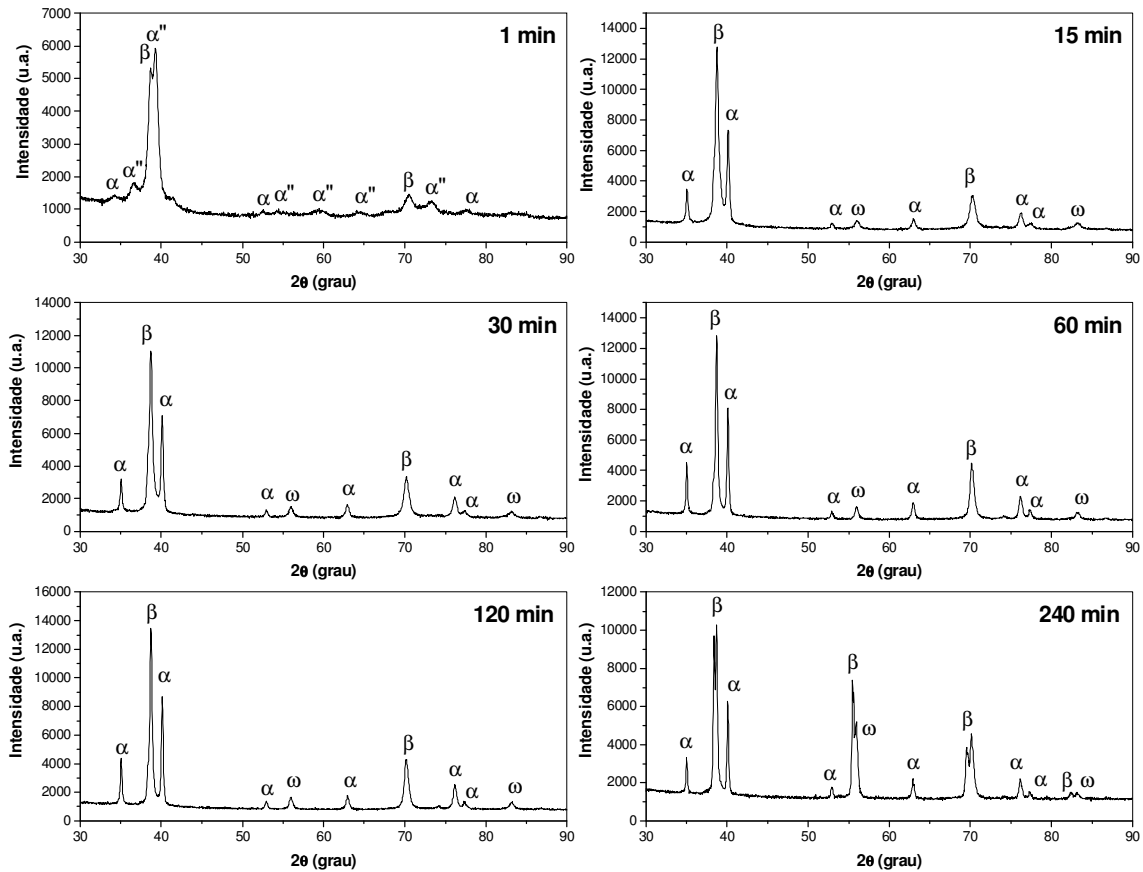


Figura 7. Difratomogramas de raios-X da liga Ti-30Nb deformada até 81% e envelhecida a 400°C.

A Figura (8) apresenta as curvas referentes ao módulo de elasticidade e à dureza Vickers obtidos para a liga Ti-30Nb deformada até 81% e envelhecida a 260 e a 400°C. Os valores de dureza Vickers e do módulo de elasticidade da amostra deformada correspondem ao tempo de envelhecimento igual a 0 (zero).

Nas amostras deformadas até 81% e envelhecidas a 260°C, os valores de dureza aumentaram quando comparados com a amostra na condição deformada, chegando a valores próximos a 350 HV na condição envelhecida a 60 min. Após esse tempo houve estabilização dos valores de dureza, conforme pode ser verificado na Fig. (8). Verifica-se também o aumento no módulo de elasticidade em relação à amostra na condição deformada. Após 15 min de envelhecimento ocorreu a estabilização dos valores do módulo de elasticidade em aproximadamente 82 GPa. O aumento tanto da dureza quanto do módulo de elasticidade do material na condição envelhecida a 260°C, quando comparado com a condição deformada, pode ser explicado pela precipitação da fase ω , pois essa fase é mais dura e possui módulo de elasticidade superior ao das fases α'' e β . Vale lembrar que na condição deformada somente as fases α'' e β estão presentes.

Nas amostras da liga Ti-30Nb deformadas e envelhecidas a 400°C houve também o aumento do módulo de elasticidade em relação à amostra deformada. Após 60 min de tempo de envelhecimento, ocorreu a estabilização dos valores do módulo, mantendo-se próximos a 95 GPa (Fig. (8)). Ocorreu aumento da dureza do material na condição envelhecida quando comparada com a condição deformada. Os valores de dureza Vickers se estabilizaram após 30 min de envelhecimento. O aumento do módulo de elasticidade das amostras envelhecidas a 400°C deve-se à ocorrência da precipitação das fases α e ω na matriz de fase β , visto que essas fases possuem maior módulo de elasticidade do que a fase β .

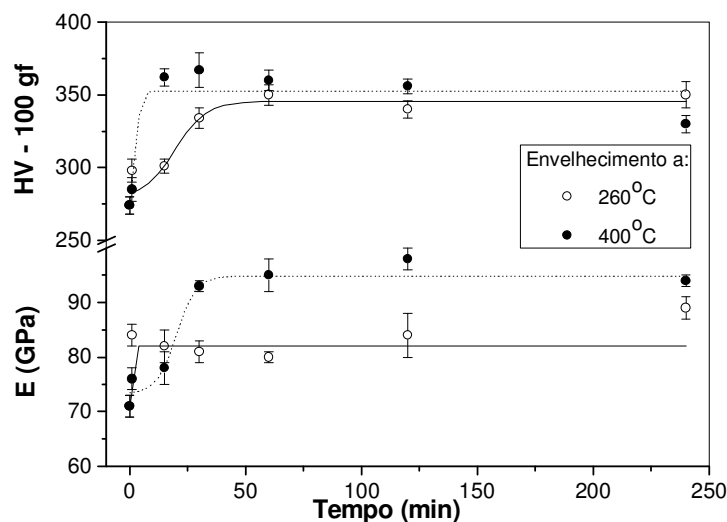


Figura 8. Dureza Vickers (HV) e módulo de elasticidade (E) da liga Ti-30Nb na condição deformada e envelhecida.

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 β e martensita ortorrômbica (α'). Os grãos nessa condição são grosseiros, da ordem de μm .

A caracterização das amostras no estado encruado mostrou que a fase martensita (α') 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 um decréscimo quando comparados com os valores das amostras na condição inicial (solubilizada).

Os valores de dureza e de módulo de elasticidade das amostras da liga Ti-30Nb na condição deformada e posteriormente envelhecida em temperaturas de 260 e 400°C, de um modo geral, são superiores aos valores das amostras que foram somente deformadas. Esse fato pode ser explicado pela presença das fases ω e α , que precipitaram durante o envelhecimento e apresentam maiores valores de módulo de elasticidade e de dureza do que as fases β e α' presentes nas amostras deformadas.

5. AGRADECIMENTOS

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

6. REFERÊNCIAS

- Anken, S. and Greene, C. A., 1999, "Recent developments in microstructure/property relationships of beta titanium alloys", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 263, pp. 127-131
- Banerjee, R., Nag, S., Stechulte, J. and Fraser, H. L., 2004, "Strengthening mechanisms in Ti-Nb-Zr-Ta and Ti-Mo-Zr-Fe orthopedic alloys", *Biomaterials*, vol. 25, pp. 3413-3419
- 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
- Froes, F. H., Yolton, C. F., Capenos, J. M., Wells, M. G. H. and Williams, J. C., 1980, "The relationship between microstructure and age hardening response in the metastable beta titanium alloy Ti-11.5Mo-6Zr-4.5Sn (Beta III)", *Metallurgical Transactions*, Vol. 11A, pp. 21-31
- 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.
- Kim, H. Y., Ikehara, Y., Kim, J. I., Hosoda, H. and Miyazaki, S., 2006, "Martensitic transformation, shape memory effect and superelasticity of Ti-Nb binary alloys", *Acta Materialia*, vol. 54, pp. 2419-2429
- 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

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

7. DIREITOS AUTORAIS

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

MICROSTRUCTURAL BEHAVIOR OF THE Ti-30Nb ALLOY DEFORMED BY COLD ROLLING

Juliana Feletto Silveira Costa Lopes, julianalopes@fem.unicamp.br¹
Alexandra de Oliveira França Hayama, alexandrah@fem.unicamp.br¹
Rubens Caram, rcaram@fem.unicamp.br¹

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

Abstract: *This work presents the main results of the microstructural characterization of the Ti-30Nb alloy. Addition of β -stabilizing elements, such Ta, Nb and Zr, allows stabilization of β phase in titanium alloys and optimization of its mechanical properties. The initial samples are formed by ingots containing 100 g of the titanium alloy with 30% of Nb (% in weight). These ingots were obtained by electric arc melting, heat treated at 1.000°C for 8 hours and water quenched. The microstructure obtained was formed by β phase combined with orthorhombic martensite (α'). Samples were cold rolled in multiples passes up to 81%. After plastic deformation, samples were submitted to aging heat treatment. The results show an orientation of martensite phase in relation to the rolling direction during plastic deformation for the deformed samples up to 50% and also, the presence of deformation heterogeneities (shear bands) in deformed samples above 65%. Characterization was performed using light optical microscopy, X-ray diffraction. Young's modulus was obtained by ultrasonic methods.*

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