



Victor Carvalho Opini

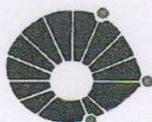
Preparação, Processamento e Caracterização de Ligas de Titânio com Alta Resistência Mecânica Baseadas na Liga Ti-5553

104/2012

CAMPINAS

2012

i



UNICAMP

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA**

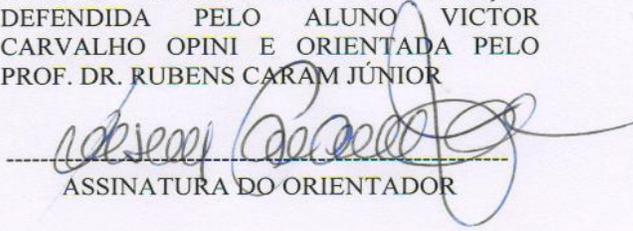
Victor Carvalho Opini

**Preparação, Processamento e Caracterização
de Ligas de Titânio com Alta Resistência
Mecânica Baseadas na Liga Ti-5553**

Orientador: Prof. Dr. Rubens Caram Júnior

Dissertação de Mestrado apresentada à Faculdade de Engenharia Mecânica da Universidade Estadual de Campinas para obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica, na Área de Materiais e Processos de Fabricação .

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE À
VERSÃO FINAL DA DISSERTAÇÃO
DEFENDIDA PELO ALUNO VICTOR
CARVALHO OPINI E ORIENTADA PELO
PROF. DR. RUBENS CARAM JÚNIOR



ASSINATURA DO ORIENTADOR

CAMPINAS, 2012

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA ÁREA DE ENGENHARIA E ARQUITETURA - BAE - UNICAMP

Op3p Opini, Victor Carvalho
Preparação, processamento e caracterização de ligas de titânio com alta resistência mecânica baseadas na liga Ti-5553 / Victor Carvalho Opini. --Campinas, SP: [s.n.], 2012.

Orientador: Rubens Caram Júnior.
Dissertação de Mestrado - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica.

1. Titânio. 2. Ligas de titânio. 3. Metais - Tratamento térmico. I. Caram Júnior, Rubens, 1958-. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia Mecânica. III. Título.

Título em Inglês: Preparation, processing and characterization of titanium alloys with high mechanical strength based alloy Ti-5553

Palavras-chave em Inglês: Titanium, Titanium alloys, Heat treatment of metals

Área de concentração: Materiais e Processos de Fabricação

Titulação: Mestre em Engenharia Mecânica

Banca examinadora: João Batista Fogagnolo, Conrado Ramos Moreira Afonso

Data da defesa: 31-07-2012

Programa de Pós Graduação: Engenharia Mecânica

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
COMISSÃO DE PÓS GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA
DEPARTAMENTO DE MATERIAIS

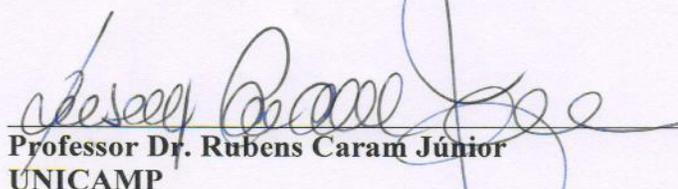
DISSERTAÇÃO DE MESTRADO ACADÊMICO

**Preparação, Processamento e Caracterização
de Ligas de Titânio com Alta Resistência
Mecânica Baseadas na Liga Ti-5553**

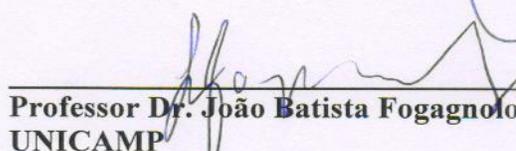
Autor: Victor Carvalho Opini

Orientador: Rubens Caram Júnior

A Banca Examinadora composta pelos membros abaixo aprovou esta Dissertação:



Professor Dr. Rubens Caram Júnior
UNICAMP



Professor Dr. João Batista Fogagnolo
UNICAMP



Professor Dr. Conrado Ramos Moreira Afonso
UFSCar

Campinas, 31 de Julho de 2012.

Dedico este trabalho a minha família

Agradecimentos

Agradeço primeiramente a Deus por sempre me dar força, foco e fé para continuar nos momentos de dificuldades e desespero, pois sem Ele, nada seria possível.

Ao professor Rubens Caram, pela grande oportunidade oferecida, por me orientar e ser paciente.

Ao meus pais e irmão, por me apoiar e me incentivar e sempre torcer por meu sucesso.

A minha namorada, por compreender meus motivos de ausência.

Ao meu amigo e professor de graduação Paulo Eduardo, por me trazer ao laboratório e oferecer carona por várias vezes.

Aos amigos de grupo, Alessandra Cremasco, Nathália Veríssimo, Styliani Spyrou, Denis, Rodrigo Contieri e Éder Lopes pelos ótimos momentos, confiança e convivência diária nos laboratórios.

A Edwin, Adilson e Flávia pela ajuda no decorrer do trabalho.

Ao grupo da CPG, por sempre ajudar a resolver meus problemas.

Aos amigos de fora da Unicamp, Rafael Gomes, Matheus Marzochi, José Haeck, Marco Aurélio e Karina Manera pelos momentos de descontração.

À Família Long Fon Quan, escola de artes marciais e terapias chinesa e ao Mestre Marcos Braga, aos quais tenho muito respeito e gratidão pelos ensinamentos não somente marciais, mas também éticos e moral.

Aos funcionários técnicos do DEMA, José Luis Lisboa, Claudinete Leal, Rita Jacon, João Polis, Emilcio Cardoso e Eduardo Bernardes pela ajuda nos experimentos.

À CAPES e ao CNPq pelo auxílio financeiro.

A todos os professores e amigos que ajudaram de forma direta ou indiretamente para a realização deste trabalho e que não foram mencionados.

Muito Obrigado!

Que os vossos esforços desafiem as impossibilidades, lembrai-vos de que as grandes coisas do homem foram conquistadas do que parecia impossível.

Charles Chaplin

Resumo

Em segmentos industriais bastante distintos como o aeroespacial e o médico, o uso de titânio e suas ligas na fabricação de dispositivos tem aumentado de forma consistente nos últimos anos. O emprego desse metal de forma tão diversificada, seja em motores a jatos ou em implantes ortopédicos, se deve a suas características únicas, ou seja, elevada resistência mecânica, baixa densidade, alta resistência à corrosão e ótima biocompatibilidade. Estudos realizados nos últimos anos e associados ao uso estrutural do titânio nos setores aeroespacial e médico/odontológico têm focado o desenvolvimento de ligas de titânio tipo β metaestáveis. O presente estudo tem como objetivo discutir a preparação, processamento e caracterização da liga β metaestável Ti-5553 (Ti-5Al-5V-5Mo-3Cr-0,5Fe) e de outras duas ligas com composições modificadas pela adição de nióbio em substituição ao vanádio. Tais ligas foram preparadas por meio de fusão em forno a arco, deformadas plasticamente a quente por forjamento a quente e submetidas a dois diferentes tratamentos térmicos de envelhecimento: BASCA (*Beta-annealed Slow Cooled and Age*) e STA (*Solution Treatment and Age*). Na etapa de caracterização foram utilizadas as técnicas de microscopia óptica e eletrônica de varredura, medidas de módulo de elasticidade, medidas de dureza Vickers e ensaios de tração. Os resultados indicam que a substituição do vanádio pelo nióbio não modificou as principais características da liga Ti-5553, particularmente, sua elevada resistência mecânica e baixa cinética de transformações de fases. O tratamento térmico BASCA resultou em maior ductilidade, enquanto que o tratamento STA resultou em maior limite de resistência. À medida que o V foi substituído pelo Nb, amostras submetidas ao tratamento térmico BASCA tiveram suas respectivas resistências mecânicas aumentadas, passando de 1.147 MPa para 1.227 MPa. À medida que o teor de Nb aumentou, a ductilidade reduziu-se de 10,3 % para 6,8 %. Por outro lado, amostras submetidas ao tratamento STA apresentaram redução de resistência mecânica com o aumento do teor de Nb, enquanto que a ductilidade foi levemente reduzida. Em geral, a substituição do V pelo Nb não resultou em alterações significativas no comportamento mecânico da liga Ti-5553.

Palavras Chave: Titânio, Ligas de titânio β metaestáveis, Ti-5553, Tratamentos térmicos, BASCA, STA.

Abstract

In well different industrial segments such as aerospace and medical, the use of titanium and its alloys in the manufacturing of devices has increased consistently in recent years. The use of such metal in so diverse manner, either in jet engines or orthopedic implants, is due to its unique characteristics, specifically high mechanical strength, low density, high corrosion resistance and good biocompatibility. Recent studies associated with the structural use of titanium in the aerospace and medical/dental sectors have focused on the development of β metastable titanium alloys. This study aims to discuss the preparation, processing and characterization of the β metastable Ti-5553 alloy (Ti-5Al-5V-5Mo-3Cr-0.5Fe) and two alloys with compositions modified by the addition of niobium to replace vanadium. Such alloys were prepared by arc melting, deformed plastically by hot forging and submitted to two different aging heat treatments: BASCA (*Beta-annealed Slow Cooled and Age*) and STA (*Solution Treatment and Age*). Characterization was carried out by applying optical microscopy and scanning electron microscopy, measurements of elastic modulus, Vickers hardness and tensile tests. The results suggest that the replacement of vanadium by niobium does not modify the main characteristics of the Ti-5553, particularly, its high mechanical strength and the low kinetic of phase transformations. Application of the BASCA heat treatment resulted in higher ductility, while the STA treatment resulted in higher tensile strength. As V was replaced by Nb, samples subjected to BASCA heat treatment had their mechanical strengths increased, from 1147 MPa to 1227 MPa. As the Nb content increased, ductility dropped from 10.3% to 6.8%. On the other hand, samples subjected to STA presented a decrease in mechanical strength with increasing Nb content, while ductility was slightly reduced. In general, the replacement of V by Nb has not resulted in significant changes in the Ti-5553 alloy mechanical behavior.

Key words: Titanium, Ti-5553, Titanium β metaestables alloys, Heat treatment, BASCA, STA.

Lista de Ilustrações

1.1	Evolução da razão entre resistência mecânica e densidade com o aumento da temperatura de trabalho dos principais materiais metálicos estruturais.	1
1.2	Exemplos de aplicações do titânio e suas ligas nas indústrias de construção civil, aeroespacial, automotiva e química e petroquímica.	2
2.1	Influência dos elementos de liga nos diagramas de fase das ligas de titânio [Leyens, 2003]	9
2.2	Diagrama de fase binário parcial com elemento β estabilizador (Long, 1998).....	11
2.3	Representação esquemática da célula unitária hexagonal compacta (HC).....	12
2.4	Representação esquemática da célula unitária cúbica de corpo centrado da fase β com $a = 0,328$ nm com os átomos posicionados em (0,0,0) e (1/2, 1/2, 1/2).	12
2.5	Representação esquemática da relação cristalográfica entre placas de fase α e a matriz de fase β (Lütjering, 2003).	17
2.6	(a) Microscopia TEM mostrando as agulhas de martensita e (b) diagrama esquemático mostrando a orientação das agulhas (Banerjee, 2007)	18
2.7	Representação esquemática da transformação $\beta \rightarrow \omega$ por deslocamento concêntrico de dois planos (222) da estrutura β . Essa estrutura de ω difuso consiste de combinação desordenada das estruturas unitárias $\omega(5)$ e $\omega(7)$ (Ramsteiner, 2008).	19
2.8	Modelos de nucleação da fase α : (a) Modelo esquemático de nucleação da fase α a partir da interface ω/β (Azimzadeh, 1998) e (b) modelo esquemático de nucleação da fase α a partir do interior da fase ω (Prima, 2006).	20
2.9	Porcentagem de titânio utilizado nos aviões da Boeing (Boyer, 2010).....	23
2.10	Microestruturas da liga Ti-5553 solubilizada no campo β , resfriada até a temperatura ambiente e envelhecidas às temperaturas de 800 °C, 700 °C e 500 °C (Clément, 2007).....	25
3.1	Processos e técnicas de caracterização empregados neste trabalho	26

3.2	Forno de fundição a arco voltaico (a) Desenho esquemático, (b) sistema completo, (c) vista interior.....	29
3.3	Forja rotativa FENN	31
3.4	Sequência de aquecimentos e resfriamentos no procedimento de tratamento térmico BASCA aplicado às ligas Ti 5553, Ti 6525 e Ti 12553	32
3.5	Forno de tratamento térmico utilizado no procedimento BASCA	33
3.6	Sequência de aquecimentos e resfriamentos no procedimento de tratamento térmico STA aplicado às ligas Ti-5553, Ti-6525 e Ti-12553	34
3.7	Espectrômetro de fluorescência de raios-X marca Rigaku, modelo RIX 3100, empregado na análise química das amostras	35
3.8	Sistema de análise térmica Netzsch STA 409	36
3.9	Reflexão de raios-X de natureza monocromática por planos de um cristal	37
3.10	Diafratômetro de raios-X Panalytical X'pert PRO e detector PIXcel ultra rápido	38
3.11	Diagrama esquemático do equipamento de medição do módulo de elasticidade.....	40
3.12	Impressão de dureza Vickers e relações entre dimensões da indentação, valores de carga e de dureza.....	41
3.13	Nanoindentador marca CSM Instruments, modelo Nano-Hardness Tester usando indentador de diamante do tipo Berkovick.....	42
3.14	Detalhes do corpo de prova de tração.....	43
4.1	Termograma de DSC da liga Ti-5553 solubilizada à temperatura de 900 °C e resfriada em água (aquecimento).....	46
4.2	Micrografia obtida por MO e difratograma de raios-X da liga Ti-5553 após solubilização à temperatura de 900 °C e resfriamento em água.	46
4.3	Micrografia obtida por MO e difratograma de raios-X da liga Ti-5553 deformada plasticamente por forjamento rotativo a quente.	47
4.4	Micrografias obtidas por MEV da liga Ti-5553 após tratamento térmico BASCA.....	48
4.5	Difratograma de raios-X da liga Ti-5553 após tratamento térmico BASCA.	49
4.6	Micrografias obtidas por MEV da liga Ti-5553 após solubilização a 900°C e resfriamento até 607 °C em forno, seguido de resfriamento ao ar.....	50
4.7	Micrografias obtidas por MEV da liga Ti-5553 após tratamento térmico STA.....	51

4.8	Difratograma de raios-X da liga Ti-5553 após tratamento térmico STA.....	51
4.9	Micrografia obtida por MEV e difratograma de raios-X da liga Ti-5553 após solubilização parcial a 827 °C e resfriamento ao ar.....	52
4.10	Comparação entre difratogramas de raios-X para amostras da liga Ti-5553 forjada a quente, após tratamento térmico Basca e após tratamento térmico STA.	53
4.11	Termograma de DSC da liga Ti-6525 solubilizada à temperatura de 900 °C e resfriada em água (aquecimento).....	54
4.12	Micrografia obtida por MO e difratograma de raios-X da liga Ti-6525 após solubilização à temperatura de 900 °C e resfriamento em água.....	55
4.13	Micrografia obtida por MO e difratograma de raios-X da liga Ti-6553 deformada plasticamente por forjamento rotativo a quente.	55
4.14	Micrografia obtida por MEV e difratograma de raios-X da liga Ti-6525 após tratamento térmico BASCA.....	56
4.15	Micrografia obtida por MEV e difratograma de raios-X da liga Ti-6525 após solubilização a 900 °C, resfriamento até 607 °C em forno, seguido de resfriamento ao ar.....	57
4.16	Micrografias obtidas por MEV da liga Ti-6525 após tratamento térmico STA.....	58
4.17	Difratograma de raios-X para a liga Ti-6525 após tratamento térmico STA.....	58
4.18	Micrografia obtida por MEV e difratograma de raios-X da liga Ti-6525 após solubilização parcial a 827 °C e resfriamento ao ar.....	59
4.19	Comparação entre difratogramas de raios-X para amostras da liga Ti-6525 forjada a quente, após tratamento térmico Basca e após tratamento térmico STA.	60
4.20	Termograma de DSC da liga Ti-12525 solubilizada à temperatura de 900 °C e resfriada em água (aquecimento).....	61
4.21	Micrografia obtida por MO e difratograma de raios-X da liga Ti-12553 após tratamento térmico de solubilização à temperatura de 900 °C e resfriamento em água.....	62
4.22	Micrografia obtida por MO e difratograma de raios-X da liga Ti-12553 deformada plasticamente por forjamento rotativo a quente.....	62
4.23	Micrografias obtidas por MEV de diferentes regiões de amostra da liga Ti-12553 após tratamento térmico BASCA.....	63

4.24	Impressão de indentador Berkovich em microestrutura da liga Ti-12553 após tratamento térmico BASCA.....	63
4.25	Difratograma de raios-X da liga Ti-12553 após tratamento térmico BASCA	64
4.26	Micrografias obtidas por MEV da liga Ti-5553 após solubilização a 900°C e resfriamento até 607 °C em forno, seguido de resfriamento ao ar.....	64
4.27	Micrografias da liga Ti-12553 obtidas por MEV após tratamento térmico STA.....	65
4.28	Difratograma de raios-X da liga Ti-12553 após tratamento térmico STA.....	66
4.29	Micrografia obtida por MEV e difratograma de raios-X da liga Ti-12553 após solubilização parcial a 827 °C e resfriamento ao ar.....	66
4.30	Comparação entre difratogramas de raios-X para amostras da liga Ti-12553 forjada a quente, após tratamento térmico Basca e após tratamento térmico STA	67
4.31	Curvas tensão <i>versus</i> deformação, obtidas de ensaios de tração de amostras das ligas Ti-5553, Ti-6525 e Ti-12553 tratadas termicamente	69
4.32	Superfície de fratura da liga Ti-5553 submetida a ensaio de tração após tratamento térmico BASCA. (a) Macrografia e (b-c) Micrografia da superfície de fratura. Fratura mista, composta por fratura transgranular e <i>dimples</i>	70
4.33	Superfície de fratura da liga Ti-6525 submetida a ensaio de tração após tratamento térmico BASCA. (a) Macrografia e (b-c) Micrografia da superfície de fratura. Fratura mista, composta por fratura transgranular e <i>dimples</i>	71
4.34	Superfície de fratura da liga Ti-12553 submetida a ensaio de tração após tratamento térmico BASCA (a) Macrografia e (b-c) Micrografia da superfície de fratura. Fratura mista, composta por fratura transgranular e <i>dimples</i>	72
4.35	Superfície de fratura da liga Ti-5553 submetida a ensaio de tração após tratamento térmico STA. (a) Macrografia e (b-c) Micrografia da superfície de fratura. Fratura mista, composta por fratura transgranular e <i>dimples</i>	73
4.36	Superfície de fratura da liga Ti-6525 submetida a ensaio de tração após tratamento térmico STA. (a) Macrografia e (b-c) Micrografia da superfície de fratura. Fratura mista, composta por fratura transgranular e <i>dimples</i>	74

4.37 Superfície de fratura da liga Ti-12553 submetida a ensaio de tração após tratamento térmico STA. (a) Macrografia e (b-c) Micrografia da superfície de fratura. Fratura mista, composta por fratura transgranular e *dimples*. 75

Lista de Tabelas

2.1	Composição (% peso) dos diferentes tipos de Ti c.p. (ASTM F67, 2006).....	9
2.2	Teores mínimos necessários de elementos β estabilizadores para a formação da fase α' ...	14
2.3	Comparação entre limites de resistência à tração específicos de diversos materiais estruturais utilizados em aplicações aeroespaciais	23
3.1	Grau de pureza e procedência dos elementos utilizados	27
3.2	Soluções de decapagem	27
3.3	Composição nominal das amostras estudadas	28
4.1	Resultados de análise química por fluorescência de raios-X. Composição nominal e real das ligas estudadas	45
4.2	Propriedades mecânicas obtidas por ensaio de tração de amostras submetidas aos tratamentos térmicos BASCA e STA.	68
4.3	Comparação dos resultados de dureza entre diferentes ligas após tratamento térmico de solubilização e após forjamento rotativo a quente.....	75
4.4	Comparação entre diferentes ligas após tratamento térmico BASCA.....	76
4.5	Comparação entre diferentes ligas após tratamento térmico STA	76

Lista de Abreviaturas e Siglas

Letras Latinas

a - Parâmetro de rede	[nm]
b - Parâmetro de rede	[nm]
c - Parâmetro de rede	[nm]
CCC - Estrutura cristalina cúbica de corpo centrado	
CFC - Estrutura cristalina cúbica de face centrada	
d - Distância entre planos	[nm]
d - Espessura da amostra	[cm]
d - Diagonal da impressão de dureza	[μ m]
E - Módulo de elasticidade	[GPa]
F - Carga	[gf]
G - Módulo de elasticidade transversal	[GPa]
HC - Estrutura cristalina hexagonal compacta	
HF - Ácido fluorídrico	
HNO₃ - Ácido nítrico	
H₂SO₄ - Ácido sulfúrico	
HV - Dureza Vickers	
n - Ordem de difração	
t - Tempo	[s]
T - Temperatura	[°C]
Ti c.p. - Titânio comercialmente puro	
TiCl₄ - Tetracloreto de titânio	

TiO₂ - Rutilo

V - Velocidade

[Km/s]

.....

Letras Gregas

α - Fase do tipo hexagonal compacta

α' - Fase martensítica do tipo hexagonal compacta

α'' - Fase martensítica do tipo ortorrômbica

β - Fase do tipo cúbica de corpo centrado

ω - Fase metaestável do tipo trigonal ou hexagonal compacta

θ - Ângulo de incidência de Raios-X

[graus]

λ - Comprimento de onda de difração dos raios-X

[Å]

ν - Coeficiente de Poisson

.....

Abreviações

DRX - Difração de Raios-X

DSC - Calorimetria Diferencial de Varredura

FRX - Fluorescência de Raios-X

JCPDS - Joint Comitee for Powder Difrraction Standards

MEV - Microscopia Eletrônica de Varredura

MO - Microscopia Óptica

TEM - Microscopia Eletrônica de Transmissão

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	1
1.1 OBJETIVOS	5
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	6
2.1 CARACTERÍSTICAS DO TITÂNIO	6
2.2 CLASSIFICAÇÃO DAS LIGAS DE TITÂNIO	8
2.3 FASES DO TITÂNIO	11
2.3.1 FASES DE EQUILÍBRIO	11
2.3.2 FASES METAESTÁVEIS	13
2.4 TRANSFORMAÇÃO DE FASES EM LIGAS DE TITÂNIO	15
2.5 LIGAS DE TITÂNIO EM APLICAÇÕES ESTRUTURAIS	21
3 MATERIAIS E MÉTODOS	26
3.1 INTRODUÇÃO	26
3.2 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS	27
3.3 CONFORMAÇÃO A QUENTE	30
3.4 TRATAMENTOS TÉRMICOS DE ENVELHECIMENTO	31
3.5 TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS	34
4 RESULTADOS E DISCUÇÕES	44
4.1 COMPOSIÇÃO QUÍMICA	44
4.2 LIGA TI-5553	45
4.3 LIGA TI-6525	53
4.4 LIGA Ti-12553	60
4.5 ENSAIOS DE TRAÇÃO	67

5 CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA PRÓXIMOS TRABALHOS	77
5.1 CONCLUSÕES	77
5.2 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	79
REFERÊNCIAS	80

1 INTRODUÇÃO

Na indústria aeroespacial, na médica e em outros setores, o uso do titânio tem viabilizado diversos tipos de aplicações. O uso industrial do titânio foi iniciado em fins dos anos 40 quando esse metal tornou-se disponível (Lütjering, 2003). O titânio tem aplicação diversificada em razão de suas propriedades, ou seja, exibe favorável razão entre resistência mecânica e peso, alta resistência à corrosão e elevada biocompatibilidade. Enquanto a sua densidade é de $4,5 \text{ g/cm}^3$ e a do aço é de $7,8 \text{ g/cm}^3$ (Leyens, 2003), a resistência mecânica das ligas de titânio apresenta valores semelhantes a de aços de alta resistência. Além disso, ainda comparado ao aço, o módulo de elasticidade do titânio puro é duas vezes menor. A figura 1.1 mostra a evolução da razão entre resistência mecânica e densidade com o aumento da temperatura de trabalho de diversos materiais metálicos. Nota-se nessa ilustração que as ligas de titânio exibem, sem dúvida, o melhor desempenho entre os principais materiais metálicos estruturais.

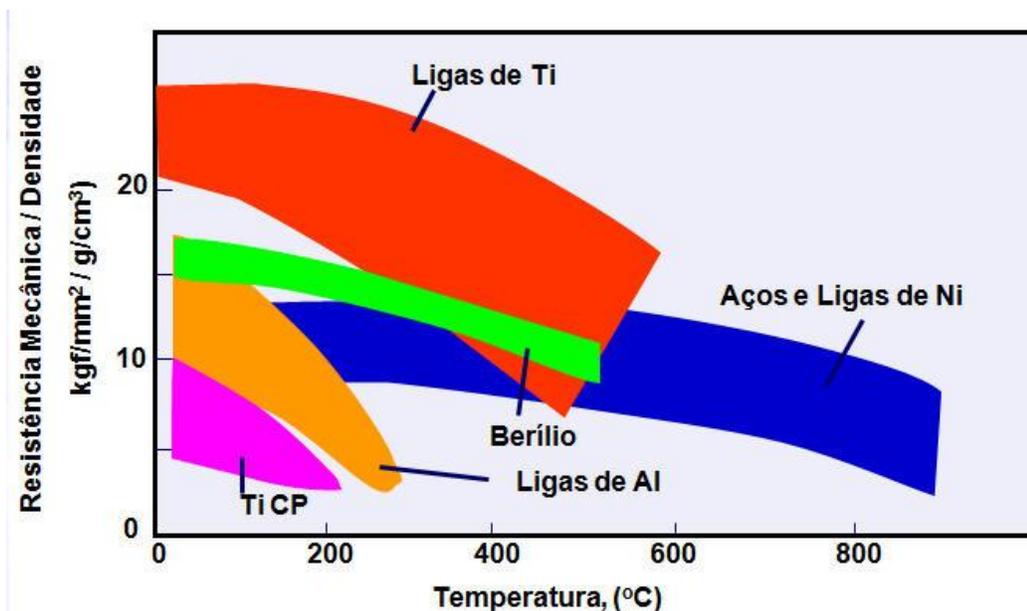
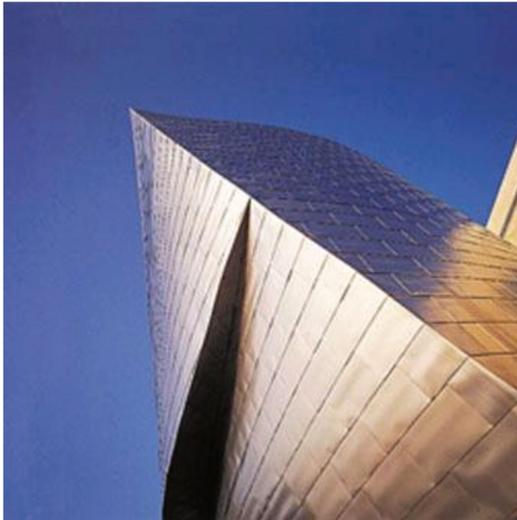
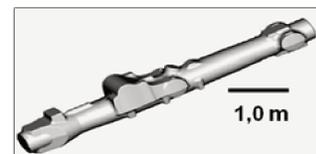


Figura 1.1 - Evolução da razão entre resistência mecânica e densidade com o aumento da temperatura de trabalho dos principais materiais metálicos estruturais.

Tais características tornam o titânio e suas ligas muito interessantes para diversos setores, particularmente em aplicações estruturais (Peters, 2003). A figura 1.2 mostra aplicações típicas do titânio nas indústrias de construção civil, aeroespacial, automotiva e química e petroquímica.



Museu Guggenheim, Bilbao, Espanha



Componente do trem de pouso do Boeing 777



Trocadores de calor

Figura 1.2 – Exemplos de aplicações do titânio e suas ligas nas indústrias de construção civil, aeroespacial, automotiva e química e petroquímica.

Como ocorre com as ligas ferrosas, especialmente ligas do sistema Fe-C, as variações alotrópicas do titânio permitem conceber ligas metálicas com ampla diversidade de microestruturas e também, de propriedades. À temperatura de 882,5°C, no aquecimento, a estrutura cristalina desse elemento transforma-se de hexagonal compacta (fase α) para a estrutura cúbica de corpo centrado (fase β). A adição de diferentes elementos de liga resulta em diferentes combinações de fases estáveis e metaestáveis, o que produz ampla variedade de microestruturas e consequentemente, também de comportamento mecânico. Tais atributos fazem dessas ligas materiais ideais para a indústria aeroespacial, química, petroquímica, de construção civil, médica e odontológica. Entretanto, em que pese o grande interesse de tais indústrias por produtos à base de titânio, o custo elevado do mesmo limita em muito seu uso em grandes quantidades. Caso o custo do titânio fosse semelhante ao do alumínio e dos aços, padrões de desempenho de diversos produtos industriais seriam muito mais elevados: o uso de aeronaves comerciais supersônicas seria bastante comum, a eficiência no consumo de combustíveis por automóveis seria substancialmente mais elevada, bem como as estruturas de engenharia seriam bem mais seguras.

Apesar do custo elevado do titânio, aplicações em alguns setores justificam o uso desse metal. Por exemplo, a demanda desse metal pela indústria aeroespacial tem crescido continuamente nos últimos anos. No Boeing 777, o uso do titânio e suas ligas é de aproximadamente 60 ton. Por outro lado, no Airbus A380, o uso desse elemento chega a quase 150 ton e parcela significativa desse montante é aplicado na construção dos quatro motores que impulsionam essa aeronave.

A produção mundial de titânio é essencialmente dependente da indústria aeroespacial e próxima a 100.000 toneladas, o que é muito menor que a de alumínio ou dos aços. Um mercado ainda pouco dependente do titânio é o automobilístico, o que possivelmente se deve a alta volatilidade do preço mundial desse elemento. Pesquisas recentes indicam que se metade dos 80.000.000 de automóveis produzidos em 2011 utilizasse apenas $\frac{1}{2}$ kg de titânio, a demanda por esse elemento aumentaria em cerca de 30%, o que certamente resultaria em maior estabilidade de preços e possivelmente, redução do mesmo.

O alto custo desse metal resulta não apenas dos custos envolvidos na etapa de refino, mas também dos processos de fabricação empregados. O titânio, apesar de ser muito abundante na crosta terrestre, tem produção muito reduzida quando comparada à do alumínio ou à do ferro. A

obtenção do titânio na forma de esponjas, além de complexa, pode consumir até semanas. A conformação do titânio e suas ligas em produtos com geometrias específicas constitui tarefa de alta complexidade. Sua alta resistência mecânica, baixa trabalhabilidade e elevada reatividade com o oxigênio limitam o uso de processos convencionais de conformação plástica em altas temperaturas (Jackson, 2010). A absorção mesmo de baixas quantidades de elementos intersticiais como o oxigênio e o nitrogênio causa elevada queda nas propriedades de fadiga do titânio e suas ligas. Por outro lado, técnicas de conformação por usinagem encontram como obstáculo o baixo módulo de elasticidade e o elevado limite de escoamento, que resultam em significativo efeito mola (Jackson, 2010).

Recentemente, a demanda por materiais com elevada razão entre resistência mecânica e peso resultou na concepção de ligas de titânio do tipo β metaestáveis. Essa classe de ligas exibe a fase β à temperatura de forma metaestável. A fase β em ligas de titânio apresenta baixa resistência mecânica e baixo módulo de elasticidade. No entanto, tratamentos térmicos de envelhecimento em médias temperaturas podem levar à precipitação da fase α . Se a microestrutura resultante exibir a fase α finamente dispersa na matriz β é possível alcançar níveis de resistência mecânica, bem como de resistência à fadiga tão elevados como de aços de alta resistência mecânica (Nag, 2008), (Ferrandini, 2007), (Afonso, 2010). Um exemplo de tal caso é visto na liga Ti-5553, de composição Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr (% em peso) (Huang, 2011). Essa liga originou-se da liga de alta resistência mecânica VT-22 de composição Ti-5.7Al-5.1V-4.8Mo-1Cr-1Fe (% em peso) (Jones, 2009), que foi desenvolvida pela indústria russa e largamente utilizada em componentes estruturais de aeronaves Ilyushin, Tupolev, Antonov e Yakovlev.

A liga Ti-5553 é do tipo β metaestável e uma de suas principais aplicações refere-se à substituição do aço 4340 na fabricação de partes do trem de pouso dos Boeings 777 e 787 e do Airbus A380 (Boyer, 2010a). Nessa substituição é possível reduzir o peso do conjunto em quase 600 kg (Boyer, 2010b). A alta resistência mecânica da liga Ti-5553 é obtida a partir da precipitação extremamente fina e dispersa da fase α , de estrutura cristalina hexagonal, no interior da matriz de fase β de estrutura cristalina cúbica de corpo centrada. A combinação dos elementos de liga Al, Mo, V, Cr e também, do ferro (0,5% em peso) resulta em cinética de transformação de fases muito baixa, o que permite, após a solubilização da liga em altas temperaturas, resfriá-la ao ar e ainda obter a retenção da fase β (Boyer, 2010b). Tal característica permite obter alta

temperabilidade e como resultado é possível obter a fase β mesmo em componentes com espessuras superiores a 150 mm no resfriamento ao ar.

Na liga Ti-5553, a estabilização da fase β é alcançada principalmente por meio da adição dos elementos Mo e V. O Nb é também um elemento com alto poder β estabilizador, além de ter o Brasil como seu maior produtor. A substituição do V por Nb na liga Ti-5553 poderia resultar em material com custo inferior a aquele atualmente disponível.

1.1 Objetivos

O objetivo deste trabalho é preparar, processar e caracterizar amostras da liga Ti-5553 (Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr) (% em peso), bem como avaliar a viabilidade de substituição do elemento V pelo elemento Nb. Tal objetivo geral será alcançado por meio da realização dos seguintes estudos:

- a. Avaliação do processo de obtenção por meio de fusão a arco, tratamentos térmicos de homogeneização e forjamento rotativo das ligas Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr, Ti-5Al-5Mo-2.5V-6Nb-3Cr e Ti-5Al-5Mo-12Nb-3Cr;
- b. Avaliação do efeito de diferentes tratamentos térmicos na microestrutura das ligas produzidas;
- c. Avaliação do efeito de diferentes tratamentos térmicos no comportamento mecânico das ligas produzidas.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 - Características do titânio

Por séculos, a presença do elemento titânio na crosta terrestre passou despercebida como resultado da sua aparente semelhança com outros elementos. Descoberto em 1791 pelo clérigo inglês William Gregor, que investigava as terras da Cornualha (Inglaterra), o titânio foi descoberto em um mineral conhecido como Ilmenita (FeTiO_3). Alguns anos mais tarde, em 1795, o químico alemão Martin Heinrich Klaproth também identificou tal elemento em um mineral denominado rutilo, batizando-o como titânio (do latim *titans*, que significa filhos da Terra).

Diversas foram as tentativas de se isolar tal elemento, o que apenas foi alcançado em 1910 por Matthew Albert Hunter, que obteve o titânio metálico com teor de pureza de 99,9%. Nessa ocasião, Hunter utilizou a redução de tetracloreto de titânio (TiCl_4) por meio da adição de sódio. Apesar de isolado no início do século 20, a utilização comercial do titânio metálico não ocorreu até 1946, quando William J. Kroll desenvolveu um método comercialmente viável para produzi-lo. O processo “Kroll” permite obter titânio a partir do rutilo (TiO_2), convertendo o óxido em tetracloreto de titânio (TiCl_4), empregando o magnésio na redução do cloreto, obtendo como produtos o titânio na forma de esponjas e o cloreto de magnésio. Embora seja um processo caro, é ainda hoje o mais eficiente na produção de titânio.

Mesmo sendo o quarto metal mais abundante da crosta terrestre (Schweitzer, 2003), a produção mundial de titânio na forma de esponja é muito pequena quando comparada à do aço ou à do alumínio. A produção mundial de titânio é de 80.000 a 100.000 toneladas anuais enquanto que as de alumínio e de aço são, respectivamente, 25 milhões e 1 bilhão de toneladas (Fray, 2008). Essa produção relativamente pequena está principalmente associada ao alto custo do processo de redução. Em geral, a redução do titânio envolve período de tempo relativamente longo, podendo consumir até 15 dias entre a extração do minério e a produção da esponja.

Em função das corridas espacial e armamentista ocorridas após a 2^a Guerra Mundial, o titânio e suas ligas passaram a receber grande atenção pela indústria. Essa atenção se deve principalmente a excelente razão entre resistência mecânica e peso, extremamente importante quando o produto final refere-se a aeronaves civis e militares. Nos EUA, com o objetivo de desenvolver ligas de alto desempenho e usando o alumínio como elemento de liga, criou-se a primeira liga de titânio tipo α , própria para aplicações em altas temperaturas e com composição Ti-5Al-2,5Sn (% em peso). Para aplicações envolvendo solicitações mecânicas elevadas foram criadas as ligas do tipo $\alpha+\beta$. Um exemplo dessa classe de ligas refere-se à de composição Ti-6Al-4V, que em função de sua excelente combinação entre propriedades mecânicas, facilidade de produção e custo é ainda responsável por mais de 50% do mercado de titânio metálico nos EUA (Lütjering, 2003).

Classificado como metal de transição do grupo 4 da tabela periódica (IUPAC), o titânio é representado pelo símbolo “Ti”, tem número atômico 22, cor prateada brilhante, é leve e com ótima razão entre resistência mecânica e densidade. Seu ponto de fusão é de 1.660°C e devido a sua configuração eletrônica incompleta, permite solução sólida substitucional com elementos com até $\pm 15\%$ de seu raio atômico (0,145 nm). Possui vários estados de oxidação, como (+2), (+3), (+4), sendo este último o mais comum.

Mesmo sem adição de elementos de liga, o titânio exibe razoável resistência mecânica, com limite de resistência à tração próximo de 400 MPa à temperatura ambiente e excelente resistência à corrosão em baixas temperaturas, sendo praticamente imune a uma grande variedade de meios, incluindo água salina e ambientes industriais (Callister, 2002). O titânio apresenta transformação alotrópica à temperatura de 882,5°C (temperatura β *transus*) fazendo com que sua estrutura cristalina hexagonal compacta (HC), denominada fase α , se transforme em estrutura cristalina cúbica de corpo centrado (CCC) denominada fase β . A temperatura β *transus* pode ser manipulada com a adição de elementos α estabilizadores e β estabilizadores. A adição de elementos α estabilizadores faz com que a temperatura de transição aumente, enquanto que a adição de elementos β estabilizadores resulta na diminuição da temperatura β *transus*. Essa manipulação da temperatura de transição permite otimizar de maneira significativa as propriedades mecânicas do material, como resistência mecânica, resistência à fadiga, módulo de elasticidade, ductilidade, resistência à fluência e conformabilidade.

2.2 - Classificação das ligas de titânio

Normalmente, as ligas de titânio são divididas em três tipos, quais sejam ligas α , ligas $\alpha+\beta$ e ligas β , com subdivisões em quase α e β metaestável (Leyens, 2003). É importante mencionar que alguns elementos afetam de forma significativa a temperatura de transição de fases do titânio. Elementos como o Al, B, Ga, La, Ce, Ge, C, O e N aumentam a temperatura β *transus* e são conhecidos como elementos α estabilizadores (Boyer, 1994). Com o propósito de comparar os efeitos dos elementos α estabilizadores em ligas de Ti com diversos componentes, utiliza-se o conceito de alumínio equivalente (Rosenberg, 1970) que é dado pela equação 2.1 (% em peso):

$$[\text{Al}]_{\text{eq}} = [\text{Al}] + 0,17[\text{Zr}] + 0,33 [\text{Sn}] + 10[\text{O}] \quad 2.1$$

Outros elementos, como o V, Mo, Nb, Hf, Ta, Mn, Cr, Cu, Ni, Fe, Co, Au, Ag, W, Pt e Pd têm efeito oposto, diminuindo a temperatura β *transus* e dessa forma, são denominados como elementos β estabilizadores (Rosenberg, 1970). Tais elementos podem ser classificados como β isomorfos (no caso do V, Nb, Mo, Ta e Hf) e β eutetóides (Fe, Cr, Mn, Co, Ni, Cu, W, Au, Ag, Pt e Pd). Assim como os elementos α estabilizadores, o efeito dos elementos β estabilizadores pode ser expresso em termos de Mo equivalente, dado pela equação 2.2 (% em peso):

$$[\text{Mo}]_{\text{eq}} = [\text{Mo}] + 0,2[\text{Ta}] + 0,28[\text{Nb}] + 0,4[\text{W}] + 0,67[\text{V}] + 1,25[\text{Cr}] + 1,25[\text{Ni}] + \\ + 1,7[\text{Mn}] + 1,7[\text{Co}] + 2,5[\text{Fe}] \quad 2.2$$

Além de elementos α estabilizadores e β estabilizadores existem alguns elementos neutros (Zr, Sn), que não alteram de forma significativa a temperatura de β *transus* (Long, 1998).

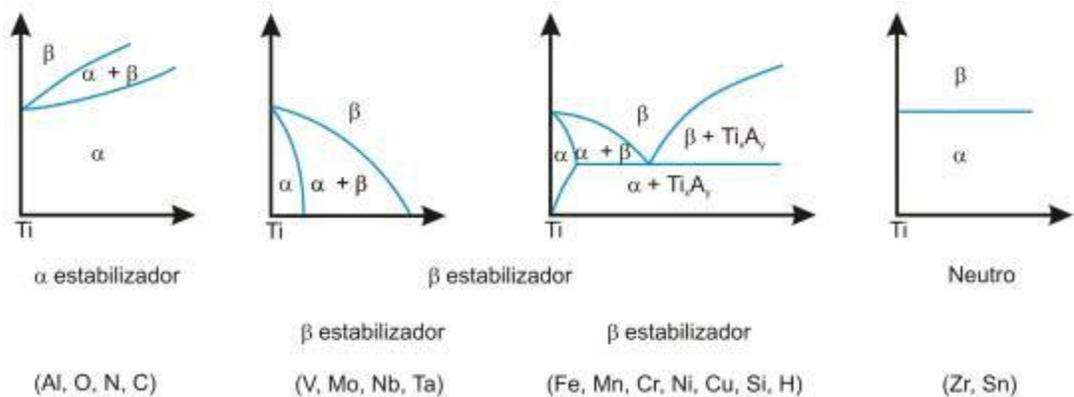


Figura 2.1 - Influência dos elementos de liga nos diagramas de fase das ligas de titânio [Leyens, 2003].

Ligas tipo α

Essa classe de ligas inclui o titânio comercialmente puro (Ti c.p.), bem como ligas com baixa fração volumétrica de fase β estável (2 - 5 % em volume) e que resultam da adição de elementos β estabilizadores. Dessa forma, exibem estrutura hexagonal compacta (HC) do titânio puro à temperatura ambiente. O Ti c.p. é subdividido em quatro graus de pureza, classificados de acordo com a quantidade de elementos intersticiais como o oxigênio, hidrogênio e outras impurezas, como o ferro, conforme mostra a tabela 2.1.

Tabela 2.1 - Composição (% em peso) dos diferentes tipos de Ti c.p. (ASTM F67, 2006)

Elemento	Grau 1 UNS R50250	Grau 2 UNS R50400	Grau 3 UNS R50550	Grau 4 UNS R50700
Nitrogênio, máx	0,03	0,03	0,05	0,05
Carbono, máx	0,08	0,08	0,08	0,08
Hidrogênio, máx	0,015	0,015	0,015	0,015
Ferro, máx	0,20	0,30	0,30	0,50
Oxigênio, máx	0,18	0,25	0,35	0,40

Em geral, as ligas tipo α possuem bom comportamento à corrosão, porém à temperatura ambiente, mostram resistência mecânica moderada.

Ligas $\alpha + \beta$

As ligas do tipo $\alpha + \beta$ envolvem a presença dessas duas fases. Em geral, a fração volumétrica da fase β varia entre 10 e 50% à temperatura ambiente. Tais ligas são obtidas pela adição de elementos α e β estabilizadores, resultando na ampliação do campo de coexistência dessas duas fases, até a temperatura ambiente (Ahmed, 1996). A microestrutura desse tipo de fase pode ser de três formas, dependendo dos tratamentos termomecânicos aplicados: equiaxial, lamelar, ou bi-modal (α equiaxial em matriz $\alpha + \beta$ lamelar).

O clássico exemplo de liga do tipo $\alpha + \beta$ é a liga Ti-6Al-4V, que foi criada para aplicações na indústria aeroespacial por exibir combinação de propriedades mecânicas, incluindo alta resistência mecânica, boa ductilidade, elevada resistência à fadiga e ótima tenacidade à fratura. Esse conjunto de propriedades faz com que tal liga seja muito atraente como material estrutural sob condições extremas.

Ligas β - Metaestável e Estável

Ligas de titânio do tipo β exibem teores de elementos β estabilizadores em quantidade suficiente para alterar a linha β *transus* de modo que a fase β exista à temperatura ambiente. Conforme mostra o diagrama de fases da figura 2.2, quando o teor de elementos β estabilizadores ultrapassa um valor crítico, β_m e sob resfriamento rápido a partir do campo β , não é formada a fase martensítica. Assim, a fase β é mantida à temperatura ambiente de forma metaestável. Porém, como esta composição situa-se dentro do campo $\alpha+\beta$, sob tratamento térmico de envelhecimento em médias temperaturas é possível a precipitação da fase α . Quando o teor de elementos β estabilizadores ultrapassa o valor crítico β_e é possível obter a fase β estável. Tratamentos térmicos subsequentes não provocam a precipitação de outras fases (Long, 1998).

O processamento de ligas β metaestáveis tem recebido muita atenção recentemente. A principal motivação para tal interesse é a possibilidade de impor tratamentos térmicos a essas ligas e obter, de forma controlada, a precipitação da fase α e conseqüentemente, alterar a microestrutura e o comportamento mecânico dessas ligas. Dependendo do tipo de tratamento térmico aplicado, é possível obter combinação otimizada de propriedades mecânicas, como alta resistência mecânica, alta tenacidade e baixo módulo de elasticidade.

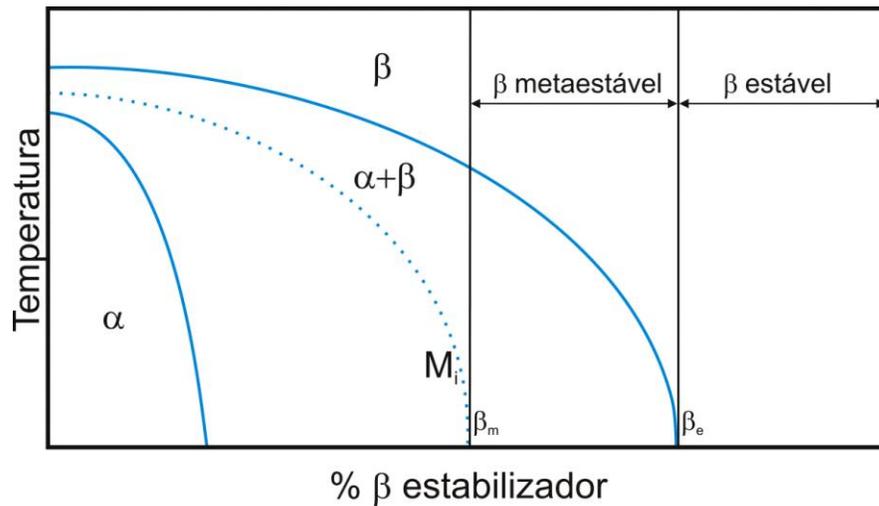


Figura 2.2 - Diagrama de fase binário parcial com elemento β estabilizador (Long, 1998)

2.3 - Fases do Titânio

A descrição dos tipos de ligas de titânio inclui a descrição das fases estáveis α e β . Além dessas fases, as ligas de titânio apresentam diversas outras fases metaestáveis, que são formadas em função da composição, taxas de resfriamento ou imposição de tensões externas.

2.3.1 – Fases de Equilíbrio

Fase α

A estrutura cristalina hexagonal compacta (HC), denominada fase α , é encontrada no titânio puro em condições normais de temperatura e pressão. Nessa estrutura, dois átomos são posicionados na posição $(0, 0, 0)$ e $(1/3, 2/3, 1/2)$, como mostra a figura 2.3, com parâmetros de rede $a = 0,295$ nm e $c = 0,468$ nm, proporcionando a razão $c/a = 1,587$. Essa estrutura apresenta

comportamento anisotrópico, o módulo de elasticidade (E) varia entre 145 GPa (tensão aplicada paralela ao eixo “C”) e 100 GPa (aplicada perpendicular ao eixo “C”)

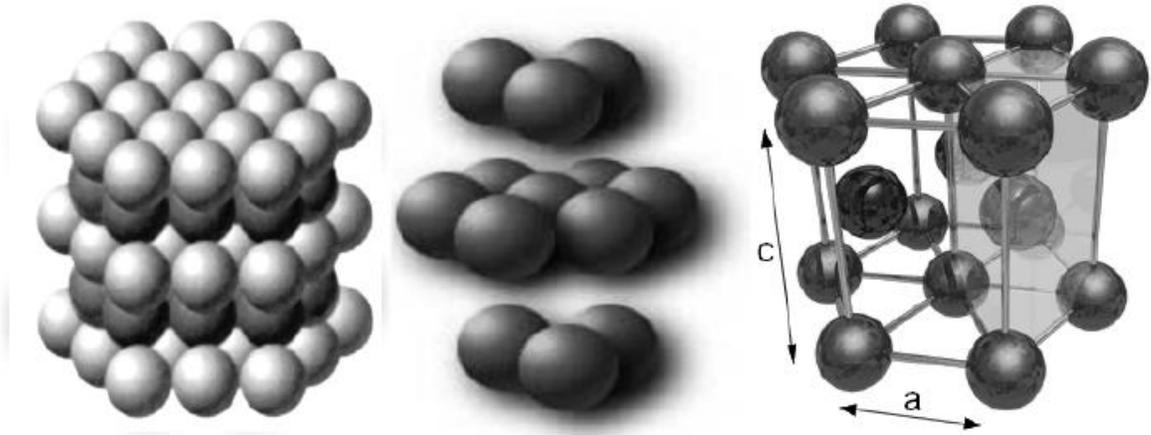


Figura 2.3 - Representação esquemática da célula unitária hexagonal compacta (HC).

Fase β

O titânio puro apresenta estrutura cúbica de corpo centrado (CCC) ou fase β em temperaturas superiores a $882,5^{\circ}\text{C}$. Essa fase é estável até a temperatura de fusão, em 1.660°C . Como mostra a figura 2.4, essa estrutura apresenta dois átomos nas posições $(0, 0, 0)$ e $(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2})$, com parâmetro de rede $a = 0,328 \text{ nm}$.

Na estrutura CCC da fase β , os planos de maior densidade atômica são $\{110\}$, $\{112\}$ e $\{123\}$. Por outro lado, a direção mais compacta é $\langle 111 \rangle$. De modo geral, é possível afirmar que as ligas β apresentam módulo de elasticidade menor que o das ligas $\alpha + \beta$, que por sua vez possuem módulo de elasticidade menor que as ligas α (Leyens, 2003).

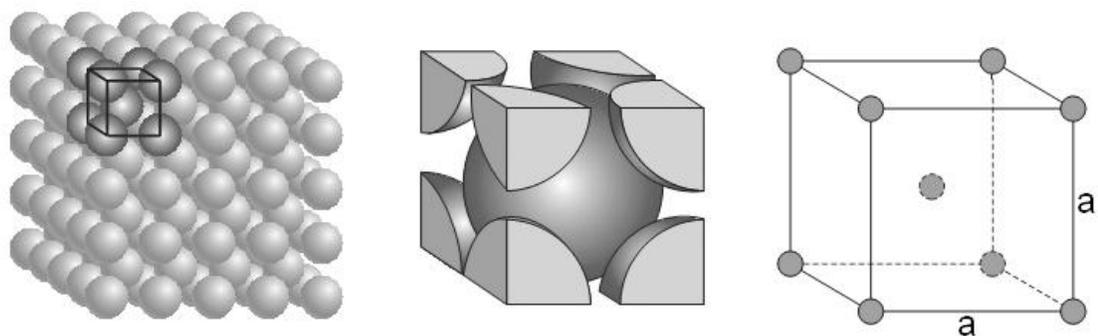


Figura 2.4 - Representação esquemática da célula unitária cúbica de corpo centrado da fase β com $a = 0,331$ nm com os átomos posicionados em $(0,0,0)$ e $(1/2, 1/2, 1/2)$.

2.3.2 - Fases Metaestáveis

Fases metaestáveis envolvem qualquer fase que não esteja em equilíbrio. Em geral, tais fases exibem algum tipo de restrição que impede que as mesmas atinjam estado termodinâmico mais estável. Tais fases podem ser formadas pela limitação de tempo para reorganização de átomos em função de variações de temperatura ou devido à imposição de tensões externas à amostra. Nas ligas de titânio, algumas fases metaestáveis são formadas principalmente por cisalhamento de planos atômicos, colapso de planos e separação de fases. A seguir, é apresentada breve descrição das fases metaestáveis encontradas em ligas de titânio.

Fase α'

É definida como martensita hexagonal e resulta do resfriamento rápido de ligas com baixos teores de elementos β estabilizadores, resfriadas a partir do campo β . Ao se impor tal resfriamento rápido, uma estrutura supersaturada de fase α é produzida por transformação martensítica (cisalhamento de planos). A morfologia da fase α' pode ser na forma de agulhas, semelhante à estrutura martensítica formada nos aços ou outra de identificação mais complexa, denominada martensita acicular. Por ser produto de transformação de fases sem difusão atômica, deve apresentar a mesma composição e estrutura hexagonal da matriz.

Fase α''

Essa fase também é formada por transformação martensítica, porém ocorre quando a liga de titânio em questão exibe altos teores de elementos β estabilizadores (Boyer, 1994). A tabela 2.2 mostra teores mínimos necessários de elementos β estabilizadores para a formação da fase α'' . O resfriamento de ligas com elevados teores a partir do campo β provoca distorções na estrutura cristalina da fase α' , o que resulta na fase martensítica ortorrômbica, definida como fase α'' . Ao contrário da fase α' , que pode originar-se apenas da têmpera, a fase α'' também pode ser formada

por meio da aplicação de forças externas, induzida por tensão mecânica à temperatura ambiente (Duerig, 1984; Laheurt, 2005).

Tabela 2.2 - Teores mínimos necessários de elementos β estabilizadores para a formação da fase α'' .

Elemento de liga	V	Nb	Ta	Mo	W	Re
Soluto (% em peso)	9,4	10,5	26,5	4,0	8	< 10
Soluto (% em átomos)	8,9	5,7	8,7	2,0	2,2	< 2,8

Fase ω

A partir dos anos 60, após ser descoberta por Frost et al. em 1954, a fase ω despertou grande interesse por influenciar de forma significativa as propriedades mecânicas em ligas do sistema Ti-Zr (Frost, 1954) e até hoje, muitos estudos são dedicados a investigar sua formação e influências em várias ligas de titânio. Trata-se de um precipitado nanométrico (5-300 nm), que supostamente é a fase de transição entre a fase β e a fase α em ligas de titânio metaestáveis (Nag, 2008). Observada em ligas de titânio que tendem a estabilizar a fase β , apresenta-se como uma estrutura distorcida do cristal CCC da fase β . Sua existência pode promover enorme fragilização na liga, bem como exibe dureza muito elevada. Pode apresentar estrutura hexagonal ou, no caso de transformação incompleta, estrutura trigonal, denominada ω difusa (Huang, 2008).

Em sistemas à base de titânio, a fase ω ocorre principalmente após o resfriamento rápido, durante o envelhecimento a baixas temperaturas (100 a 500°C) e durante deformação a frio em ligas β metaestáveis (Hickman, 1969). A formação da fase ω durante o resfriamento rápido a partir do campo β de uma liga com altos teores de elementos betagênicos ocorre pelo colapso de planos na estrutura cristalina CCC da fase β (Tang, 2000). Esse colapso é decorrente da instabilidade da fase β após o processo de resfriamento (Mello, 2004). Assim, é produzida a fase ω intermediária, denominada como ω atérmica (ω_{ate}). Essa denominação representa o mecanismo de instabilidade estrutural na rede cristalina, cuja ativação independe da temperatura (Cook,

1973). Como não ocorre difusão atômica no resfriamento rápido, a composição da fase ω_{ate} é a mesma da matriz.

A fase ω isotérmica (ω_{iso}) ocorre durante o envelhecimento em temperaturas entre 100 e 500°C. Sua formação ocorre por nucleação e crescimento e depende do tempo de envelhecimento e da taxa de resfriamento. Mais precisamente, a fração volumétrica de fase ω aumenta com o aumento do tempo de envelhecimento e diminuição com a taxa de resfriamento (Nag, 2008). A fase ω_{iso} é considerada importante na formação da fase α , atuando como sítios de nucleação da mesma. Durante o tratamento térmico de envelhecimento existem condições para a difusão atômica, a fase ω_{iso} rejeita o soluto, apresentando composição química diferente da matriz (Lopes, 2009). Estudos mostram que a deformação plástica à temperatura ambiente pode gerar a fase ω (Nag, 2008). As duas formas de fase ω podem ser diferenciadas por seu tamanho, morfologia, padrão de difração de área de microscopia eletrônica de transmissão (Tang, 2000) e pelo gradiente de composição ao longo da interface ω/β .

Fase β'

Assim como a fase ω , a fase β' é uma fase metaestável, com estrutura CCC e pobre em soluto, sendo formada em médias temperaturas ou quando a concentração de soluto na liga é muito alta, não permitindo que a fase ω_{iso} se precipite, ocorrendo reação de separação de fases $\beta \rightarrow \beta' + \beta$. Os precipitados desta fase originam-se da diferença de composição entre átomos de soluto e solvente (Collings, 1986). Essa reação pode ser observada em alguns sistemas binários como Ti-V, Ti-Cr, Ti-Mo e Ti-Nb (Lopes, 2009). Um fenômeno interessante é que elementos α estabilizadores, como o Al, quando adicionados a ligas dos sistemas Ti-V e Ti-Mo, em quantidades suficientes podem aumentar a estabilidade da estrutura CCC e dessa forma, a formação da fase ω_{iso} pode ser suprida e a manutenção da fase β favorecida. Dessa forma, os solutos considerados α estabilizadores, atuam como estabilizadores da fase β e desestabilizadores da fase ω .

2.4 - Transformação de fases em ligas de titânio

As transformações de fases em ligas de titânio podem ocorrer por meio da variação de temperatura ou da aplicação de tensões mecânicas. No presente trabalho, são analisadas apenas as transformações presentes em ligas β metaestáveis. As principais transformações que ocorrem em ligas β metaestáveis são:

- a. $\beta \rightarrow \alpha$
- b. $\beta \rightarrow \alpha' + \alpha''$ (Cisalhamento da rede cristalina)
- c. $\beta \rightarrow \omega$
- d. $\beta \rightarrow \beta + \beta'$ (Separação de fases)

Transformação $\beta \rightarrow \alpha$

Essa transformação de fases é tema atual de inúmeros estudos, o que se deve à otimização de comportamento mecânico que pode ser obtida tratando termicamente ligas do tipo β . Nesses tratamentos térmicos, em geral, objetiva-se a nucleação e o crescimento controlados da fase α . O crescimento da fase α no interior da fase β pode ocorrer em diferentes direções ou variantes (Nag, 2008). As relações de orientação mais comumente observadas entre as fases α e β são:

Burgers: $(0001)_\alpha // \{011\}_\beta$; $\langle 11-20 \rangle_\alpha // \langle 1-11 \rangle_\beta$; $\{1-100\}_\alpha // \{121\}_\beta$

Pitsch-Schrader: $(0001)_\alpha // \{011\}_\beta$; $\langle 11-20 \rangle_\alpha // \langle 100 \rangle_\beta$; $\{1-100\}_\alpha // \{0-11\}_\beta$

Potter: $(0001)_\alpha$ segundo a partir da família $\{011\}_\beta$; $\langle 11-20 \rangle_\alpha // \langle 1-11 \rangle_\beta$; $\{1-101\}_\alpha // \{110\}_\beta$

Rong-Dunlop: $(0001)_\alpha // \{021\}_\beta$; $\langle 11-20 \rangle_\alpha // \langle 100 \rangle_\beta$; $\{1-100\}_\alpha // \{0-12\}_\beta$

A precipitação da fase α durante o resfriamento a partir do campo β ocorre preferencialmente junto a contornos de grão. Posteriormente, essa fase α cresce em direção ao interior do grão da fase β , mantendo a mesma relação de orientação de Burgers (Lopes, 2009). A figura 2.6 mostra a relação de Burgers entre as fases α e β . Dessa maneira, o comportamento mecânico de ligas $\alpha + \beta$ e β depende diretamente da maneira como a fase α é nucleada na matriz β , que por sua vez, definem morfologia, distribuição e tamanho da fase α (Lopes 2009).

Além de contornos de grão, a precipitação da fase α também pode ocorrer em regiões onde existe a fase martensítica α'' , em regiões ricas em precipitados da fase ω , junto à fase α primária e em discordâncias. Quando nucleada a partir de precipitados de fase ω , a fase α apresenta-se na forma de precipitados muito finos e dispersos na matriz (Nag, 2008).

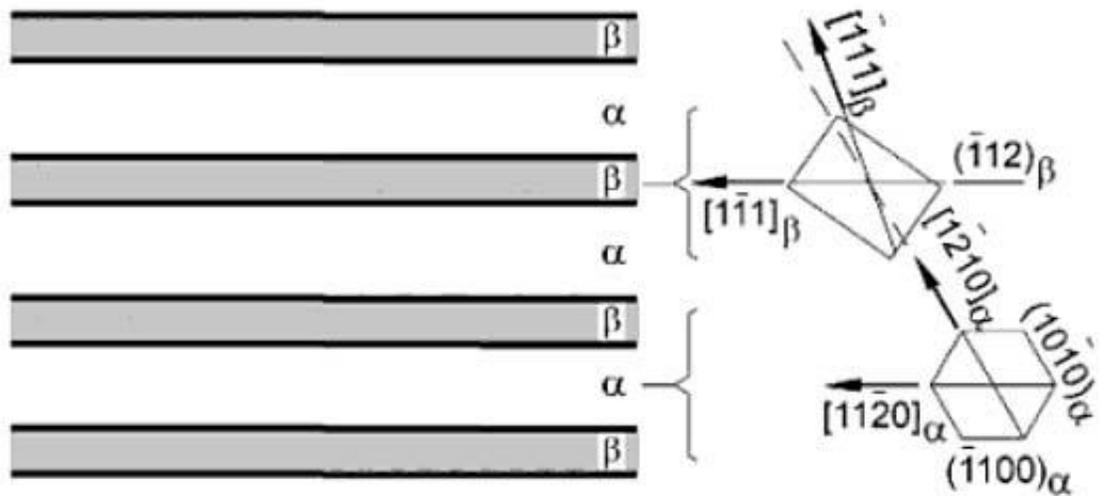


Figura 2.5 – Representação esquemática da relação cristalográfica entre placas de fase α e a matriz de fase β (Lütjering, 2003).

Transformação $\beta \rightarrow \alpha' + \alpha''$

Essa transformação caracteriza-se pelo cisalhamento da rede cristalina que ocorre quando a liga é resfriada rapidamente a partir de altas temperaturas. Em tal situação são geradas estruturas martensíticas do tipo hexagonal, α' ou ortorrômbica, α'' . A ocorrência de uma ou outra forma de martensita depende do teor de elementos β estabilizadores presente na liga. Em ligas com baixos teores de elementos β estabilizadores, após o resfriamento é gerada a martensita α' que exibe além de estrutura hexagonal, morfologia constituída de pequenas colônias de agulhas com tamanhos entre 50 a 100 μm , subdivididas em placas com estruturas menores que 1,0 μm no interior dos grãos da fase β , como mostra a figura 2.7 (Lopes, 2009). Tratamentos térmicos de

envelhecimento aplicados à martensita α' permitem otimizar propriedades mecânicas em ligas de titânio (Lopes, 2009). Quando submetida ao processo de envelhecimento, a fase martensita rejeita átomos de soluto, que podem se agrupar e formar fases intermetálicas, como nos sistemas Ti-Cu e Ti-Al, ou restabelecer a fase β (Kobayashi, 2004).

Em ligas com teores mais elevados de elementos β estabilizadores, após o resfriamento rápido ou sob solitação mecânica à temperatura ambiente (Mantani, 2006), forma-se a martensita ortorrômbica α'' . O aumento do teor de soluto e a menor temperatura de transformação martensítica resulta em estrutura definida como hexagonal distorcida (ortorrômbica).

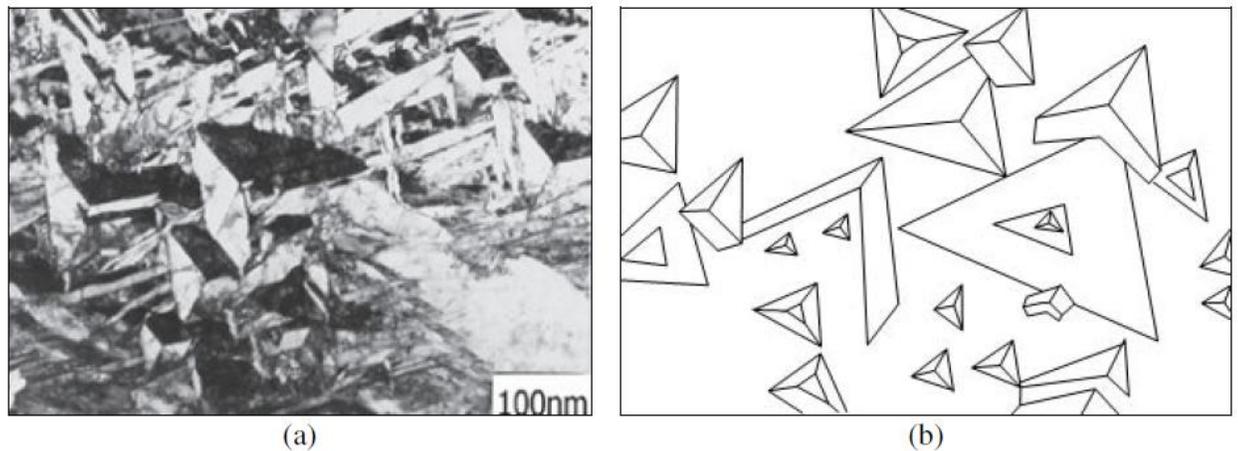


Figura 2.6 - (a) Microscopia TEM mostrando as agulhas de martensita e (b) diagrama esquemático mostrando a orientação das agulhas (Banerjee, 2007)

Em alguns casos, o aquecimento da martensita ortorrômbica resulta na transformação reversa $\alpha'' \rightarrow \beta$, que é acompanhada por pequena variação de volume e resulta em recuperação de deformação imposta (Aleixo, 2009).

Transformação $\beta \rightarrow \omega$

A importância desta transformação nas ligas de titânio tipo β se deve ao fato de influenciar significativamente as propriedades mecânicas. Durante alguns tipos de tratamentos térmicos, a presença da fase ω pode ser útil na precipitação da fase α , atuando como sítios de nucleação dessa fase. Na têmpera, a fase β pode transformar-se parcialmente em fase ω_{ate} dependendo da taxa de resfriamento e da composição da liga. Essa transformação acontece sem a presença de

difusão atômica e segundo Laheurte et. al. (Laheurte, 2005), durante o resfriamento rápido da fase β ocorrem instabilidades locais da rede cristalina, envolvendo movimentações de discordâncias, o que conduz à precipitação da fase ω (Aleixo, 2009). Esses precipitados de fase ω_{ate} são extremamente pequenos (~ 5 nm) e bem distribuídos (Lopes, 2009). Como mostra a figura 2.8, a formação da fase ω_{ate} ocorre pelo colapso de planos (222) na direção $\langle 111 \rangle$ da fase β .

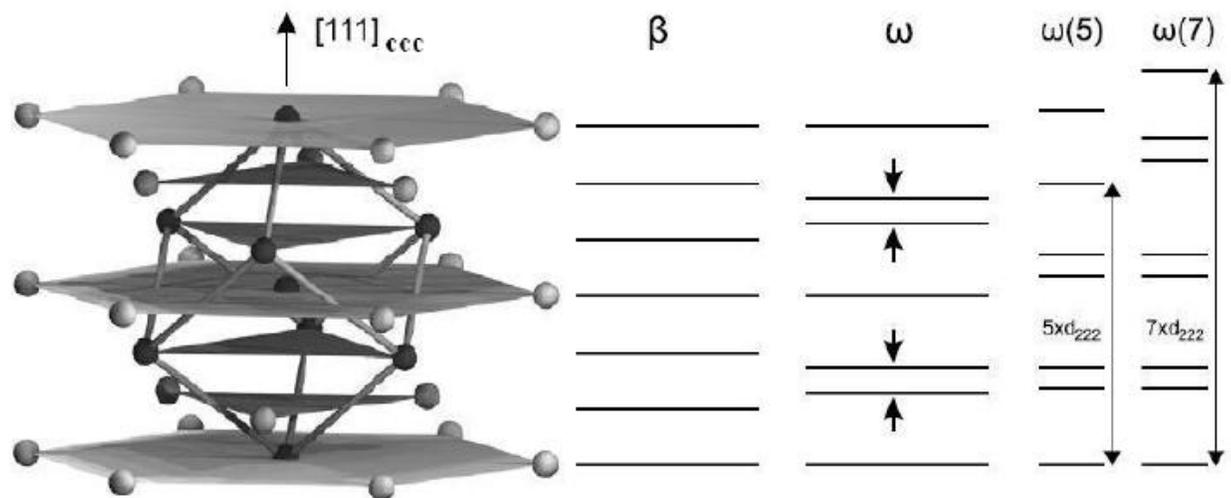


Figura 2.7 – Representação esquemática da transformação $\beta \rightarrow \omega$ por deslocamento concêntrico de dois planos (222) da estrutura β (Ramsteiner, 2008).

Ao serem envelhecidas em temperaturas entre 100 e 500°C, as ligas de titânio β metaestáveis propiciam a formação da fase ω_{iso} . Durante essa formação, ocorre a rejeição de elementos β estabilizadores, o que resulta em gradiente de composição na interface ω/β . Tal fenômeno se deve à existência de tempo suficiente para ocorrer segregação de soluto, principalmente nos sistemas Ti-Nb, Ti-Mo, Ti-Cr e Ti-Mn. Nos sistemas de Ti-V e Ti-Fe ocorre o inverso, o teor de elementos β estabilizadores na fase ω é maior. Processos de agregação, segregação e coalescimento de partículas ocorrem de maneira contínua durante o processo de envelhecimento, até que na falta de soluto β estabilizador, essas partículas atuam como agentes nucleadores de fase α (Lopes, 2009).

Segundo Azimzadeh et al. (1998), ao estudar a liga Ti-6.8Mo-4,5Fe-1.5Al foi notado que partículas de fase α são nucleadas junto às interfaces ω/β . Essa hipótese foi confirmada por Nag et al. (2009), que realizou experimentos utilizando sonda atômica 3D (3DAP), evidenciando que é possível a nucleação da fase α a partir de interfaces ω/β enriquecidas com Al, embora não seja descartada a proposta feita por Prima et al. (2006) de que a nucleação da fase α envolve difusão atômica e movimentação de planos, onde os sítios de nucleação localizam-se no interior da partícula da fase ω . Assim, a fase ω é consumida por difusão atômica pela fase α nucleada em seu interior, possibilitando que a mesma cresça na forma lamelar. A figura 2.9 mostra a nucleação da fase α das duas maneiras propostas.

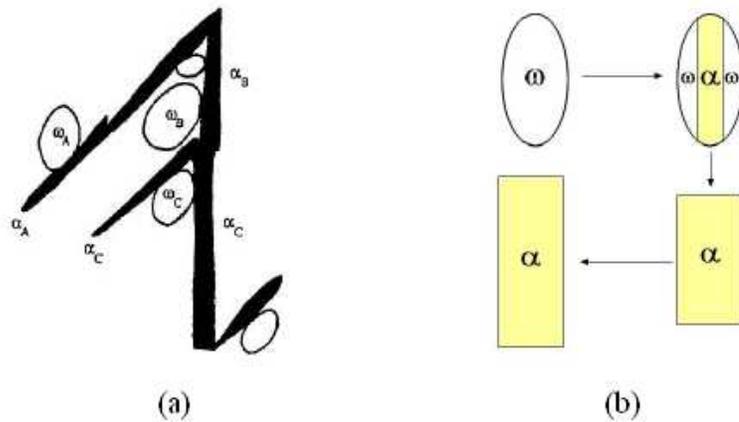


Figura 2.8 – Modelos de nucleação da fase α : (a) Modelo esquemático de nucleação da fase α a partir da interface ω/β (Azimzadeh, 1998) e (b) modelo esquemático de nucleação da fase α a partir do interior da fase ω (Prima, 2006).

Transformação $\beta \rightarrow \beta + \beta'$

Esta transformação caracteriza-se por separação da fase β em uma fase rica (β) e outra pobre em soluto (β') em ligas com teores muito altos de elementos β estabilizadores. Segundo Nag et al., em ligas onde há a separação da fase β , a fase β' também favorece a nucleação da fase α (Nag, 2008). O processo de separação de fases pode ocorrer de maneira convencional por nucleação e crescimento ou por decomposição espinodal, onde a variação do teor de soluto gera

heterogeneidades ao longo de todo o material. A separação de fases antecede a precipitação da fase metaestável ω_{iso} e da fase estável α (Banerjee, 2007).

2.5 – Ligas de titânio em aplicações estruturais

A demanda industrial por ligas de titânio tem se elevado intensamente nos últimos anos, o que é resultado de aplicações cada vez mais amplas nas indústrias química, petroquímica, aeroespacial e principalmente, nas indústrias médicas e odontológicas. As relações entre microestrutura, processamento e propriedades em ligas de titânio são bastante complexas, o que é resultado direto da transformação alotrópica que o titânio exibe.

Compreender tais relações, o que envolve identificar processos de formação de fases estáveis e metaestáveis é um desafio que está sendo enfrentado em diversos centros de pesquisa no Brasil e no exterior. Basicamente, além de propriedades associadas à corrosão e à biocompatibilidade, na indústria, o titânio e suas ligas são principalmente utilizados em função da sua favorável razão entre resistência mecânica e peso. Algumas ligas de titânio exibem resistência mecânica semelhante à de aços, porém, a densidade dessas ligas é próxima da metade daquele material metálico. Essa característica torna o titânio de grande importância para a indústria, em particular a aeroespacial, a qual é o segundo tipo de indústria que mais se utiliza titânio, atrás apenas da indústria química (Boyer, 2010).

Na indústria aeroespacial, o titânio é utilizado na fabricação de diversas partes de aeronaves, incluindo componentes de motores a jato, em particular rotores submetidos a altos níveis de solicitações mecânicas. O uso do titânio em aeronaves teve início na década de 40, no início da era da propulsão a jato. Um dos fatos marcantes dessa época refere-se à construção do Lockheed SR-71 Blackbird. Essa aeronave foi utilizada em operações de espionagem durante a Guerra Fria. Tal utilização requeria altíssimas velocidades e altitudes. Esse avião era capaz de atingir velocidade de Mach 3.2, o que equivale a 3.800 km/h em altitudes próximas a 30.000 metros. Tal desempenho resultava no aquecimento da fuselagem, o que limitava o uso do

alumínio e suas ligas. A solução de tal problema resultou no desenvolvimento das ligas de titânio tipo β , capazes de serem laminadas e transformadas em chapas, que em seguida eram empregadas na fabricação da fuselagem dessas aeronaves.

Em aplicações estruturais, a liga de titânio mais utilizada ainda hoje refere-se a de composição Ti-6Al-4V. Entretanto, nos últimos anos, duas outras ligas estruturais, de composições Ti-10V-2Fe-3Al e Ti-5Al-5Mo-5V-3Fe foram concebidas e estão se tornando intensamente aplicadas em componentes aeronáuticos. A tabela 2.3 compara ligas de titânio a uma liga de alumínio de alta resistência e ao aço 4340M. Tal aço, após tratamento térmico exibe limite de resistência à tração elevadíssimo.

A liga Ti-6Al-4V é classificada como do tipo $\alpha+\beta$, sua microestrutura e conseqüentemente, seu comportamento mecânico podem ser alterados por meio de tratamentos térmicos. Na indústria aeroespacial, seu uso envolve desde a parte estrutural de aeronaves até partes vitais de motores. Entretanto, devido a sua grande disponibilidade, ótima trabalhabilidade e excelente comportamento mecânico, essa liga é utilizada também pela industrial médica, odontológica, química, petroquímica e de produção de energia. A adição de outros elementos de liga, além do vanádio e do alumínio, permite variações microestruturais, tornando-a, por exemplo, mais resistente à corrosão. A adição de rutênio, de níquel, de paládio em quantidades mínimas resulta em material de altíssima resistência à corrosão, mesmo em meios extremamente agressivos. Por outro lado, o controle do nível de elementos intersticiais, em particular do oxigênio, resulta em maior ductilidade, bem como maior tenacidade à fratura.

Nas gerações mais recentes de aeronaves comerciais, o titânio também é encontrado em diversos componentes, incluindo partes do trem de pouso e substituindo com vantagens aços de alta resistência mecânica. Tal substituição permite reduzir o peso do conjunto, aumentando assim, a eficiência no consumo de combustível no transporte de carga e passageiros. Nas novas aeronaves Airbus A380, Boeing 777 e Boeing 787 (em desenvolvimento), a utilização de grande quantidade de materiais compósitos à base de fibras de carbono exige, com freqüência, o uso de juntas e conexões metálicas. A existência de pares galvânicos nesses componentes (metal e carbono) pode levar à corrosão, à qual o titânio e suas ligas são completamente imunes. A substituição de aços por ligas de titânio no trem de pouso do Boeing 777 resulta em redução de

peso de até 600 kg (Boyer, 2010). A figura 2.10 mostra a evolução do uso de titânio em aeronaves do fabricante Boeing.

A liga Ti-10V-2Fe-3Al, denominada como Ti-10-2-3 é atualmente uma das ligas de titânio com amplo emprego na indústria aeroespacial. Graças a sua elevada resistência mecânica, facilidade de forjamento e alta tenacidade, essa liga é largamente empregada na fabricação de componentes de aeronaves sujeitos a altos níveis de tensão mecânica. Em algumas aeronaves, tal liga é mais empregada que a clássica liga Ti-6Al-4V.

Tabela 2.3 - Comparação entre limites de resistência à tração específicos de diversos materiais estruturais utilizados em aplicações aeroespaciais.

Liga	Limite de Resistência à Tração (LRT) Mpa	Densidade (ρ) g/cm³	LRT/ρ
7075-T6	538	2,8	192,1
Ti-6Al-4V	896	4,43	202,3
Ti-5Al-5Mo-5V- 3Cr	1241	4,65	266,9
Aço 4340M	1930	7,83	246,5

Na aeronave Boeing 787, que está em fase final de desenvolvimento e deverá entrar em operação comercial em breve, diversas partes estruturais serão fabricadas com a nova liga de titânio com composição Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr. Tal liga, designada como Ti-5553 e é do tipo β metaestável, apresenta alta resistência mecânica e facilidade de processamento. Seu comportamento mecânico é resultado da precipitação controlada da fase α na matriz β durante tratamentos térmicos de envelhecimento. Esses precipitados, quando finos e dispersos, resultam em alta densidade de contornos de grãos entre as fases α e β . Tais contornos atuam como obstáculos ao movimento de discordâncias, o que resulta em aumento da resistência mecânica da liga (Duering, 1984).

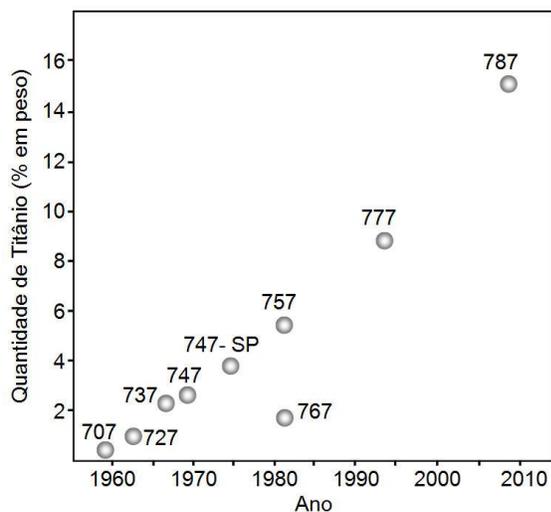


Figura 2.9. Evolução do uso de titânio em aeronaves do fabricante Boeing (Boyer, 2010).

O desenvolvimento da liga Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr ou Timetal 555 é recente e foi fundamentado na liga concebida na Rússia e denominada VT22 (Ti-5Al-5Mo-5V-1Cr-1Fe). A liga VT22 é do tipo β metaestável, exibe alta resistência mecânica e é principalmente utilizada em peças forjadas de grandes dimensões, como é o caso de componentes de trens de pouso de aeronaves. Uma de suas qualidades mais interessantes, além da resistência mecânica elevada, é a facilidade que a mesma pode ser tratada termicamente. No resfriamento após a solubilização no campo β é possível não apenas reter a fase β ao se resfriar ao ar, como também processar secções com espessuras superiores a 150 mm e ainda obter resultados altamente satisfatórios. Esse comportamento está relacionado à presença dos elementos Mo e Cr na liga, o que leva a cinética de precipitação da fase α ser extremamente lenta quando comparada à cinética da liga Ti-10-2-3. Dessa forma, sua temperabilidade é considerada excelente quando comparada a outras ligas, em particular com a liga Ti-10-2-3. No caso dessa última liga, não é possível processar secções com espessuras superiores a 70 mm e, além disso, a manutenção da fase β após a solubilização em altas temperaturas apenas é obtida sob resfriamento rápido em água (Boyer, 2005).

O envelhecimento da liga Ti-5553 é bastante influenciado pela temperatura de tratamento térmico. Clément et al. investigaram o efeito da temperatura de envelhecimento na microestrutura da liga Ti-5553. Em tal estudo foram estudadas três temperaturas de tratamento térmico, respectivamente iguais a 800 °C, 700 °C e 500 °C. Conforme exibe a figura 2.11, constatou-se que à temperatura de 800 °C, que é logo abaixo da temperatura β transus (870 °C), a nucleação da

fase α é bastante reduzida, enquanto que os precipitados formados têm morfologia equiaxial. Além disso, observa-se que os núcleos são formados lado a lado, indicando que provavelmente existe processo de nucleação cooperativo entre tais precipitados. À medida que a temperatura é reduzida para 700 °C, a nucleação da fase α aumenta, formando placas paralelas dessa fase. Finalmente, quando o envelhecimento ocorre à temperatura de 500 °C, a microestrutura formada consiste da matriz β abrigando finos precipitados da fase α formando um emaranhado das fases α e β . Dessa forma, conclui-se que o comportamento mecânico da liga Ti-5553 é muito dependente da temperatura de tratamento térmico.

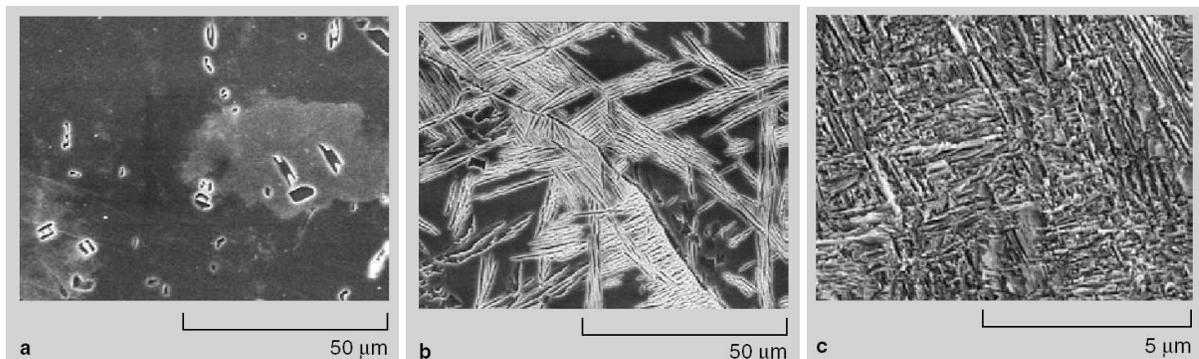


Figura 2.10 - Microestruturas da liga Ti-5553 solubilizada no campo β , resfriada até a temperatura ambiente e envelhecidas às temperaturas de 800 °C, 700 °C e 500 °C (Clément, 2007).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 - Introdução

O presente trabalho objetivou preparar, processar e caracterizar a liga Ti 5553, bem como modificá-la pela adição de Nb. A metodologia utilizada é mostrada na figura 3.1.

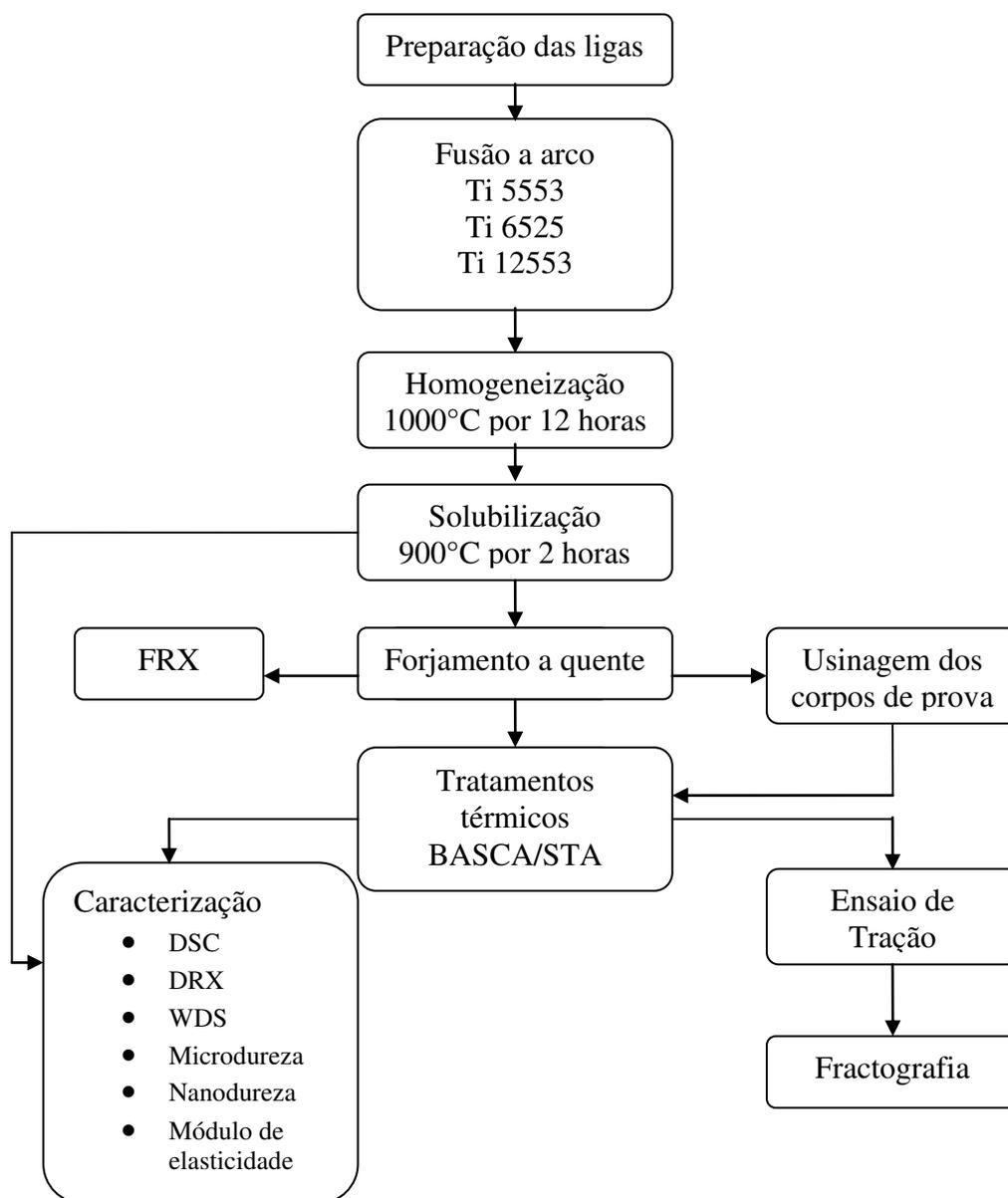


Figura 3.1 – Processos e técnicas de caracterização empregados neste trabalho.

3.2 - Preparação das amostras

O presente estudo foi iniciado pela obtenção da matéria prima de modo que os elementos empregados apresentassem forma e dimensões que permitissem que os mesmos fossem inseridos no cadinho de cobre do forno de fusão a arco voltaico. Após esse procedimento, foi feita a decapagem dos elementos titânio, alumínio, vanádio, cromo e nióbio para a remoção de eventuais camadas de óxidos sobre a superfície desses metais. As soluções de decapagem empregadas estão descritas na tabela 3.2.

Tabela 3.1 – Grau de pureza e procedência dos elementos utilizados.

Elemento	Grau de Pureza (%)	Procedencia
Titânio	99,81	Titânio Brasil Ltda
Alumínio	99,99	Alcoa
Vanádio	99,7	Aldrich Chemical Company
Molibdênio	99,7	Alfa Aesar
Cromo	99,5	Aldrich Chemical Company
Ferro	99,98	Alfa Aesar
Nióbio	99,9	CBMM*

*Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração

Tabela 3.2 – Soluções de decapagem.

Elemento	Solução
Titânio	3 HNO ₃ + 1 HF
Alumínio	Água Régia (1 HNO ₃ + 3HCl)
Vanádio	HNO ₃ + HF
Cromo	HNO ₃ + HF
Nióbio	2 H ₂ SO ₄ + 2 HNO ₃ + 2 HF + 1 H ₂ O

Os elementos Mo e Fe não precisaram ser decapados. Após a decapagem dos outros elementos, os materiais foram enxaguados e secos com o auxílio de um pequeno secador. Na sequência, foi realizada a pesagem individual dos metais com o objetivo de obter a composição

nominal planejada, conforme mostra a tabela 3.3. A pesagem foi realizada em balança analítica de alta precisão. Na tabela 3.3, a substituição do nióbio pelo vanádio obedeceu ao critério de molibdênio equivalente dado pela equação 2.2. Assim, 2,5% em peso de vanádio foram substituídos por 6% em peso de Nb, enquanto que 5% de V foram substituídos por 12% de Nb. A fusão dos elementos resultou em lingotes de 80 g. No caso das amostras utilizadas nos ensaios de tração, foram obtidos lingotes de 100 g.

Tabela 3.3 – Composição nominal das amostras estudadas.

Liga	Elementos (% em peso)						
	Ti	Al	V	Mo	Cr	Fe	Nb
Ti-5553	81,5	5,0	5,0	5,0	3,0	0,5	-
Ti-6525	78,0	5,0	2,5	5,0	3,0	0,5	6,0
Ti-12553	74,5	5,0	-	5,0	3,0	0,5	12,0

Os elementos foram fundidos em forno de fusão a arco, em cadinho de cobre refrigerado por fluxo de água e em atmosfera inerte. A figura 3.2 mostra detalhes do forno de fusão utilizado, o qual é constituído por câmara de fusão de parede dupla de aço inoxidável resfriada por fluxo de água para permitir refrigeração.

O conjunto possui sistema de vácuo e injeção de argônio, que permite obter atmosfera inerte. A câmara possui dois visores de vidro que auxiliam a visualização do material durante a fusão.

A abertura do arco voltaico é feita sem contato do eletrodo com a amostra, por meio de uma fonte de rádio-frequência e a posição do arco é controlada por meio de um sistema de fole e rolamentos, que permite o deslocamento do mesmo por toda a extensão do cadinho, permitindo a fusão e homogeneização da amostra.

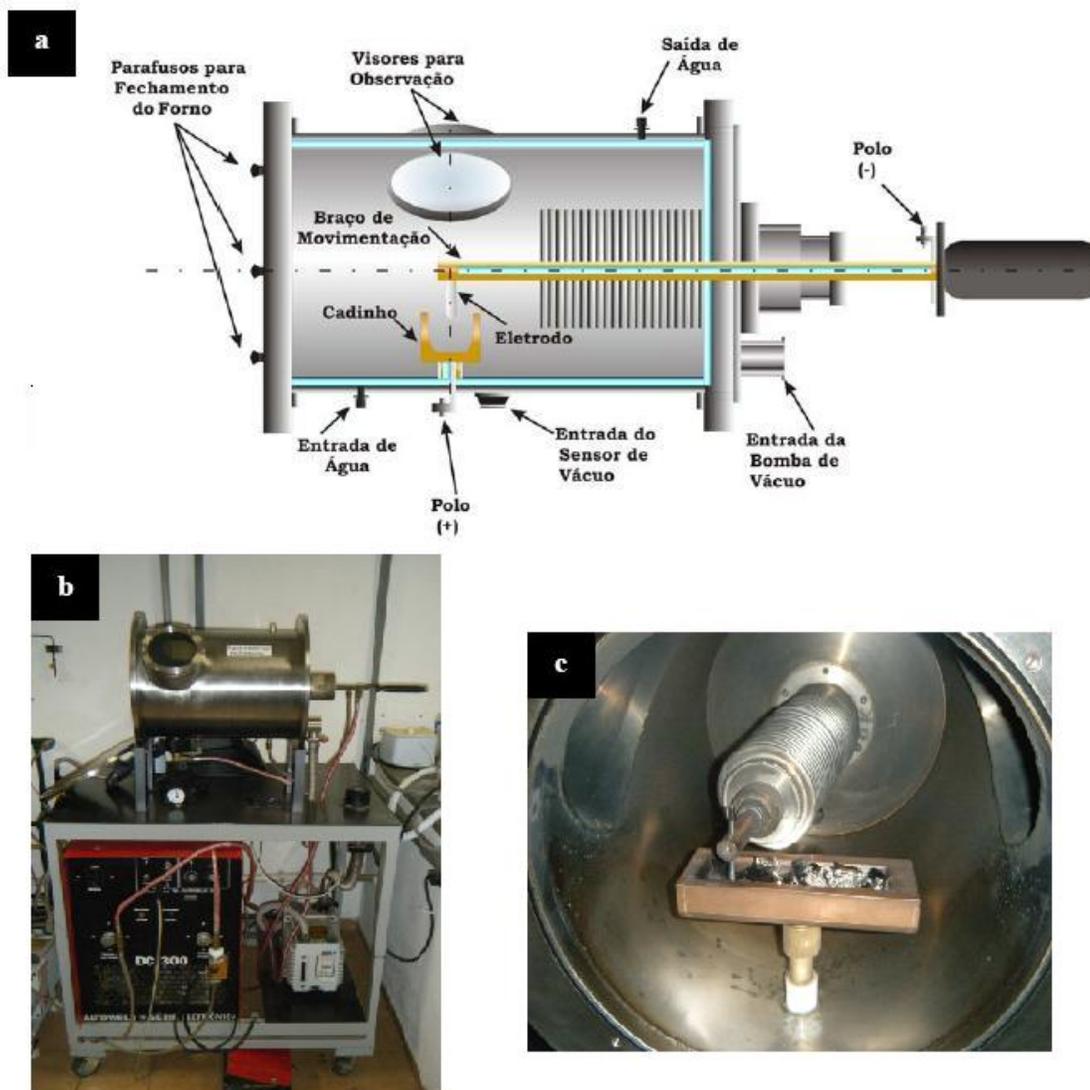


Figura 3.2 – Forno de fundição a arco voltaico (a) Desenho esquemático, (b) sistema completo, (c) cadinho e eletrodo.

O procedimento iniciou-se pela limpeza de toda a câmara e do cadinho com papel toalha e álcool etílico para eliminar possíveis contaminações. Após esta limpeza, os elementos foram colocados no cadinho por ordem de ponto de fusão. Os de temperatura de fusão mais baixos foram posicionados por baixo dos outros. Após o fechamento da câmara, iniciava-se o procedimento de vácuo. A cada dez minutos de operação da bomba de vácuo, argônio de alta

pureza era injetado na câmara. Este procedimento foi repetido por três vezes para produção de atmosfera inerte. O processo de fusão foi repetido de seis a dez vezes, com pequenos intervalos para permitir o resfriamento do lingote. A cada resfriamento, o lingote era girado de modo a obter a total fusão da matéria prima.

Após a retirada dos lingotes do forno de fusão, os mesmos foram encapsulados em tubos de quartzo sob atmosfera controlada por sistema de vácuo e injeção de argônio. Em seguida, os lingotes foram submetidos a tratamentos térmicos de homogeneização a 1000°C por período de 12 horas. O forno utilizado é do tipo mufla, com aquecimento resistivo, com controle eletrônico de temperaturas efetuado por meio de termopar tipo K. Após a homogeneização composicional, os lingotes encapsulados em tubo de quartzo foram resfriados rapidamente em água, o que resultou em microestrutura formada pela fase β .

3.3 - Conformação a quente

Após a solubilização, os lingotes foram deformados a quente por forjamento rotativo (swaging) com o objetivo de quebrar os grãos da estrutura β e fornecer geometria favorável à obtenção de corpos de prova. A forja utilizada é do tipo rotativa, marca FENN, modelo 3F-4, vista na figura 3.3. O processo de forjamento foi realizado pelo aquecimento dos lingotes em forno resistivo tipo mufla, à temperatura de 1000°C por período de 10 minutos para estabilização térmica. O forjamento rotativo foi realizado em temperaturas entre 900°C e 1000°C, com resfriamento ao ar. O processo foi repetido até a obtenção de geometria desejada. Foram obtidas barras de formato cilíndrico com 10 mm de diâmetro para a caracterização do material. A realização de ensaios de tração exigiu barras com 9 mm de diâmetro.



Figura 3.3 - Forja rotativa FENN.

3.4 - Tratamentos térmicos de envelhecimento

Microestruturas de ligas de titânio tipo β solubilizadas em altas temperaturas e resfriadas rapidamente podem exibir a fase β metaestável. O comportamento mecânico dessas ligas pode ser alterado pela precipitação da fase α na matriz β . Tal precipitação pode ser obtida por meio de tratamentos térmicos de envelhecimento. No caso da liga Ti-5553, dois tipos de tratamento térmico podem ser aplicado: BASCA (*Beta-annealed Slow Cooled and Age*) e STA (*Solution Treatment and Age*). Em ambos os casos, foram utilizadas amostras na forma de discos obtidos das barras forjadas das três composições estudadas, com diâmetro de 10 mm e espessura de 3 mm. As amostras submetidas aos ensaios de tração também foram tratadas termicamente.

BASCA

O tratamento térmico denominado por BASCA (*Beta-annealed Slow Cooled and Age*) é um procedimento patenteado pela Boeing Company e aplicado à liga Ti-5553. Tal tratamento térmico permite obter aumento de tenacidade combinado com elevado nível de resistência mecânica e consiste, conforme indica a figura 3.4, em se elevar a temperatura logo acima da temperatura β transus à taxa de aquecimento de $11\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$, manutenção nessa temperatura por 90 minutos, resfriamento ao forno até $607\text{ }^{\circ}\text{C}$, manutenção nessa temperatura por 8 horas e resfriamento ao forno.

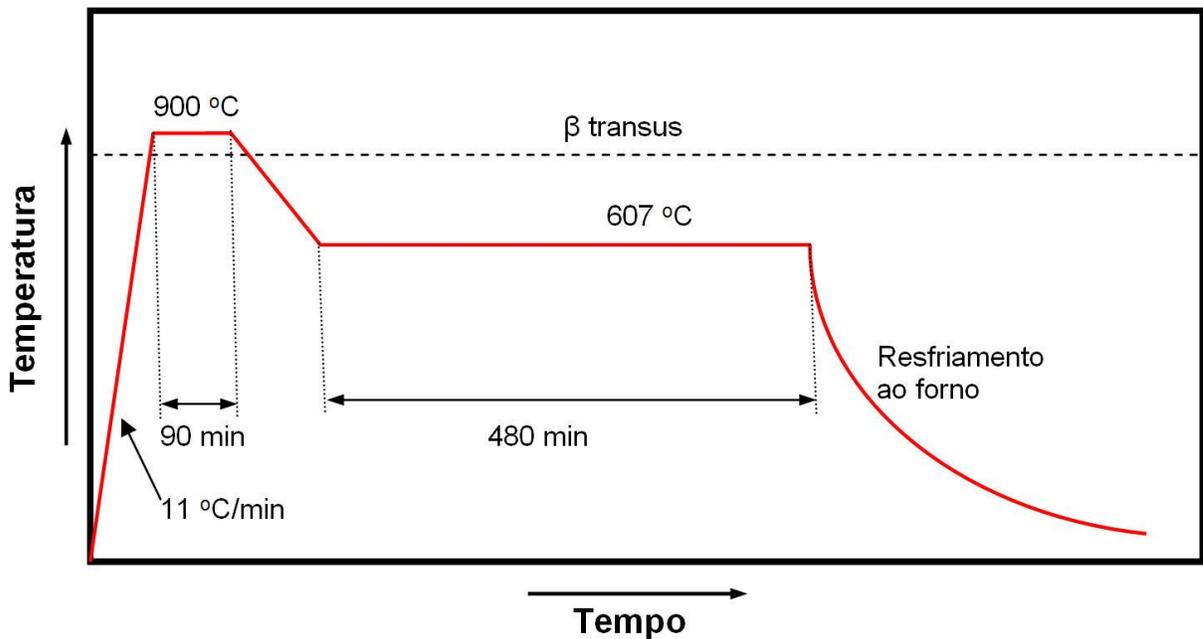


Figura 3.4 – Sequência de aquecimentos e resfriamentos no procedimento de tratamento térmico BASCA aplicado às ligas Ti 5553, Ti 6525 e Ti 12553.

O equipamento utilizado para obter tal sequência de tratamento térmico foi o forno de aquecimento resistivo mostrado na figura 3.5. Esse equipamento é constituído por um tubo de quartzo envolvido por resistência elétrica e isolado termicamente por manta cerâmica. Sua temperatura é controlada eletronicamente com o auxílio de um termopar do tipo K. O conjunto conta ainda com um sistema de vácuo e injeção de argônio para imposição de atmosfera inerte.

As amostras foram inicialmente inseridas em uma barqueta de quartzo e em seguida, todo o conjunto foi inserido no interior do forno de tratamento térmico. Com as amostras no interior do forno, era executada a operação de imposição de vácuo e injeção de argônio. Na sequência, o forno foi aquecido conforme o diagrama da figura 3.4.



Figura 3.5 - Forno de tratamento térmico utilizado no procedimento BASCA.

STA

O tratamento térmico STA (*Solution Treatment and Age*) é um tratamento térmico comumente aplicado às ligas de titânio quando é necessário aumentar a resistência mecânica do material. No presente estudo, as amostras foram encapsuladas em tubos de quartzo com atmosfera inerte de argônio e tratadas termicamente em forno resistivo do tipo mufla.

O tratamento STA consiste em aquecer a amostra abaixo da temperatura de solubilização, no caso 827°C , com uma taxa de aquecimento de $11^{\circ}\text{C}/\text{minuto}$, manutenção nesse patamar por 2 horas e resfriamento ao ar. Esse procedimento resulta na obtenção da fase β combinada com pequena fração volumétrica de fase α . Em seguida é feito o envelhecimento, onde a amostra é aquecida até 593°C com a mesma taxa de aquecimento empregada inicialmente, mantida nessa temperatura por 8 horas e resfriada ao ar.

A figura 3.6 mostra o diagrama esquemático do tratamento térmico STA.

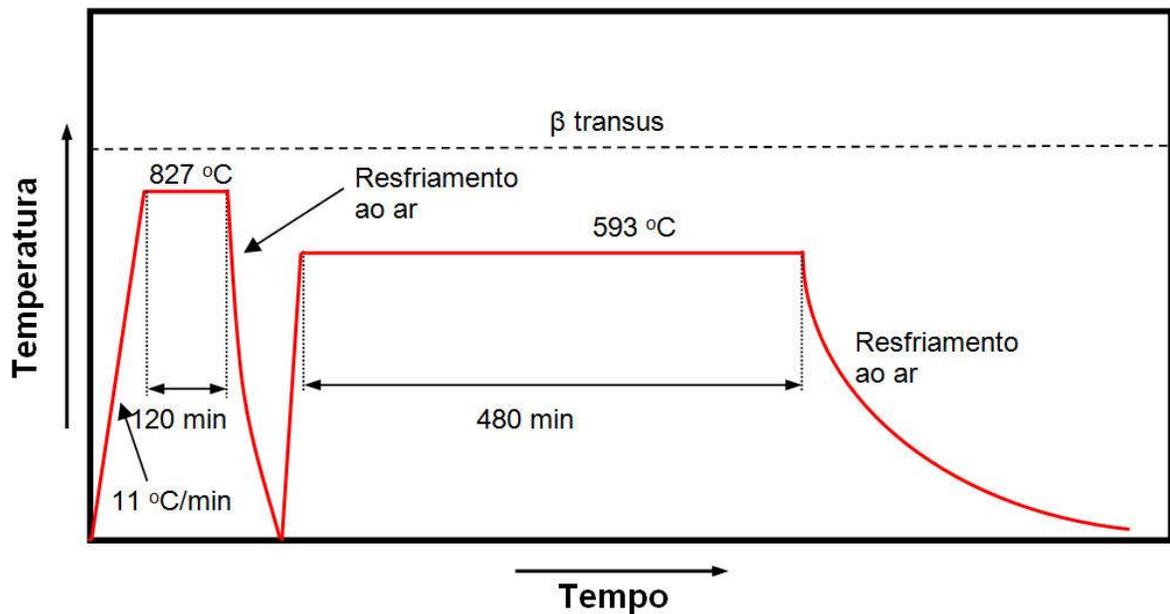


Figura 3.6 - Sequência de aquecimentos e resfriamentos no procedimento de tratamento térmico STA aplicado às ligas Ti-5553, Ti-6525 e Ti-12553.

3.5 – Técnicas de caracterização das amostras

A etapa de caracterização das amostras envolveu análise química por espectrometria de fluorescência de raios-X, análise microestrutural por meio de microscopia óptica e eletrônica de varredura e difração de raios-X e análise térmica por meio de calorimetria diferencial de varredura. No tocante ao comportamento mecânico, foram executados ensaios de nano-indentação, dureza Vickers e de tração. As amostras submetidas ao ensaio de tração tiveram suas superfícies de fratura analisadas.

Análise química por fluorescência de raios-X (FRX)

A partir das barras forjadas foram obtidas amostras por corte em cortadora ISOMET 4000 usando disco abrasivo. Uma amostra de cada liga foi empregada para a análise química. Para tanto foi necessário prepará-las por meio de lixamento com lixas d'água na seqüência de

granulometria 200, 400, 600, 800 e 1200. A espectrometria de fluorescência de raios-X é um método de análise não destrutivo para análise quantitativa de elementos em uma determinada amostra. Tal método baseia-se na medida dos comprimentos de ondas e intensidade de linhas espectrais emitidas pela excitação secundária de elétrons dos átomos da amostra. O equipamento utilizado é da marca Rigaku, modelo RIX 3100, mostrado na figura 3.7.



Figura 3.7 - Espectrômetro de fluorescência de raios-X marca Rigaku, modelo RIX 3100, empregado na análise química das amostras.

Calorimetria Diferencial de Varredura - DSC

A estabilidade térmica da microestrutura das ligas de titânio foi avaliada por meio da técnica de análise térmica de calorimetria diferencial de varredura, DSC. Esta técnica envolve a determinação do fluxo de calor absorvido ou liberado por uma amostra submetida a variações de temperatura. Quando tal amostra experimenta transformações de fases, sejam elas endotérmicas ou exotérmicas, haverá liberação ou absorção de energia, o que é detectado como fluxos de calor entre a amostra estudada e outra de referência.

Amostras das três diferentes composições estudadas neste trabalho foram inicialmente solubilizadas em altas temperaturas dentro do campo β e em seguida, resfriadas em água, lixadas, inseridas em cadinhos de platina e ensaiadas em equipamento STA 409C, da marca Netzsch. Foram executados dois ciclos de aquecimento e resfriamento, utilizando taxa de aquecimento/resfriamento de $10^{\circ}\text{C}/\text{minuto}$ até a temperatura máxima de 1000°C em atmosfera de hélio. A figura 3.8 mostra o equipamento utilizado na análise de DSC.



Figura 3.8 – Sistema de análise térmica Netzsch STA 409.

Análise microestrutural

Após os tratamentos térmicos, as amostras foram preparadas para análise metalográfica de acordo com a norma ASTM E3 (2001). As amostras foram lixadas com lixas d'água na seguinte ordem de granulometria: 400, 600, 800 e 1200. Em seguida, as mesmas foram enxaguadas em banho de ultrassom por 2 minutos para retirada de partículas geradas durante o lixamento. O polimento foi realizado em panos com pasta de diamante de 6 μm e 3 μm , utilizando álcool como lubrificante. Após cada troca de pasta, as amostras eram lavadas com álcool em banho de ultrassom. O polimento final foi realizado com o uso de solução de 90 mL de sílica coloidal (OP-S) e 10 mL de água oxigenada (H_2O_2).

O ataque químico empregado na revelação da microestrutura foi do tipo Kroll (6 HNO_3 + 3HF + 91 H_2O). A observação da microestrutura das ligas foi realizada por meio de microscopia óptica usando microscópio óptico marca Olympus, modelo BX60M, equipado com câmera digital Evolution LC Color e também, por meio de microscopia eletrônica de varredura usando equipamento marca Zeiss, modelo EVO, equipado com acessórios para análises de EDS e WDS.

Difração de raios-X

Em adição à microscopia óptica e à microscopia eletrônica de varredura, a microestrutura também foi avaliada por meio de difração de raios-X. A técnica de difração de raios-X permite

estudar a natureza dos arranjos atômico dos materiais. Quando um feixe de raio-X incide sobre um conjunto de átomos da amostra estudada, elétrons desses átomos são excitados e vibram com a mesma frequência do feixe incidente, o que provoca emissão de raio-X em todas as direções com a mesma frequência do feixe incidente. No caso de uma estrutura cristalina, os átomos estão ordenados e a emissão dos diferentes átomos poderá resultar em interferência construtiva em algumas direções e destrutiva em outras. A figura 3.9 mostra a interação de um feixe de raios-X com um conjunto de átomos de uma estrutura cristalina.

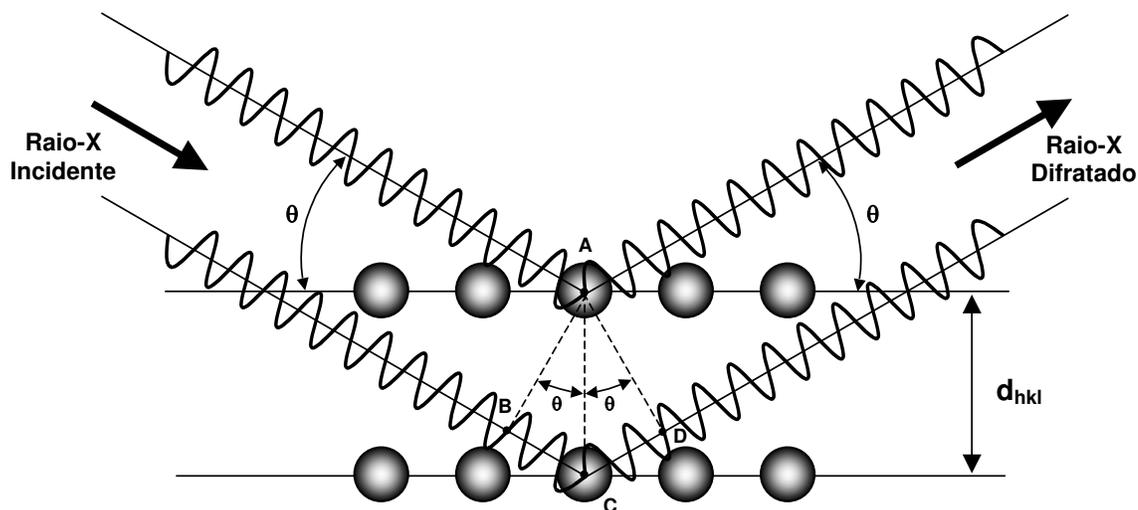


Figura 3.9 - Reflexão de raios-X de natureza monocromática por planos de um cristal.

De acordo com tal ilustração, o feixe de raios-X incide na estrutura cristalina e raios-X são emitidos (e refletidos). Dependendo do ângulo de incidência (θ), do comprimento de onda (λ) e da distância entre os planos (d_{hkl}) da família $\{hkl\}$, ocorrerá ou não interferência construtiva. Quando interferência construtiva ocorre, constata-se um pico no difratograma. De acordo com a lei de Bragg, essa interferência construtiva ocorrerá quando:

$$n\lambda = 2d_{hkl} \text{ sen } \theta \quad 3.1$$

Tais picos estão intimamente associados à estrutura cristalina do material estudado e de posse dos mesmos, é possível determinar a natureza de tal estrutura cristalina, o que pode ser

realizado com auxílio do banco de dados cristalográficos do JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*).

As análises por difração de raios-X foram realizadas em difratômetro da marca Panalytical, modelo X'pert PRO com detector PixCel ultra rápido, equipado com tubos de raios-X com alvo de cobre - K_{α} e filtro de níquel. O tubo de cobre resulta em radiação com comprimento de onda de $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$. O equipamento foi operado com tensão e corrente de 40 kV e 30 mA, respectivamente, varredura angular de $30^{\circ} \leq 2\theta \leq 90^{\circ}$ com passo de $0,02^{\circ}$. Antes de serem analisadas, as amostras foram lixadas e limpas com acetona.



Figura 3.10 – Difratômetro de raios-X Panalytical X'pert PRO e detector PIXcel ultra rápido

Ensaio de ultra-som para medida módulo de elasticidade

O módulo de elasticidade foi determinado por meio da análise da interação de emissões de ultrassom com o meio estudado. Em tal técnica, a amostra estudada é acoplada a transdutores que permitem a emissão e recepção de ondas de ultrassom longitudinais e transversais. O princípio dessa técnica baseia-se no fato de que a velocidade do som em um meio depende das propriedades elásticas do mesmo. Quando um pulso de ultrassom é emitido pelo transdutor, esse viaja ao longo da espessura da amostra e ao atingir a superfície oposta ao transdutor, retorna. Esse pulso/eco é medido em um osciloscópio, o que permite determinar o tempo de voo (Δt) e

consequentemente, a velocidade do som ($V = 2d/\Delta t$), onde d é a distância entre as faces da amostra. Tal procedimento permite determinar as velocidades longitudinal (equação 3.2) e transversal (equação 3.3). A densidade da amostra (ρ) é determinada pela técnica de Arquimedes, usando balança analítica de precisão. O coeficiente de Poisson (ν) e o módulo de elasticidade (E) são obtidos por meio das equações 3.4 e 3.5.

$$V_L = \sqrt{\frac{E(1-\nu)}{\rho(1-\nu)(2-\nu)}} \quad 3.2$$

$$V_T = \sqrt{\frac{E}{2\rho(1+\nu)}} = \sqrt{\frac{G}{\rho}} \quad 3.3$$

$$\nu = \frac{1 - 2\left(\frac{V_T}{V_L}\right)^2}{2 - 2\left(\frac{V_T}{V_L}\right)^2} \quad 3.4$$

$$E = 2\rho V_T^2(1+\nu) \quad 3.5$$

A medida do tempo de propagação das ondas de ultrassom foi realizada por meio de equipamento de emissão/recepção de ultrassom marca Panametrics-NDT, modelo 5072 PR, equipado com transdutores para ondas longitudinais e transversais que operam com frequência de 5 MHz. O acoplamento entre o transdutor e a amostra foi otimizado com o uso de gel à base de glicerina (para ondas longitudinais) e de SWC (substância orgânica de alta viscosidade) para medição de ondas transversais. Foram realizadas medidas em amostras após o forjamento a quente e após os tratamentos térmicos BASCA e STA. Foram realizadas três medidas por amostra.

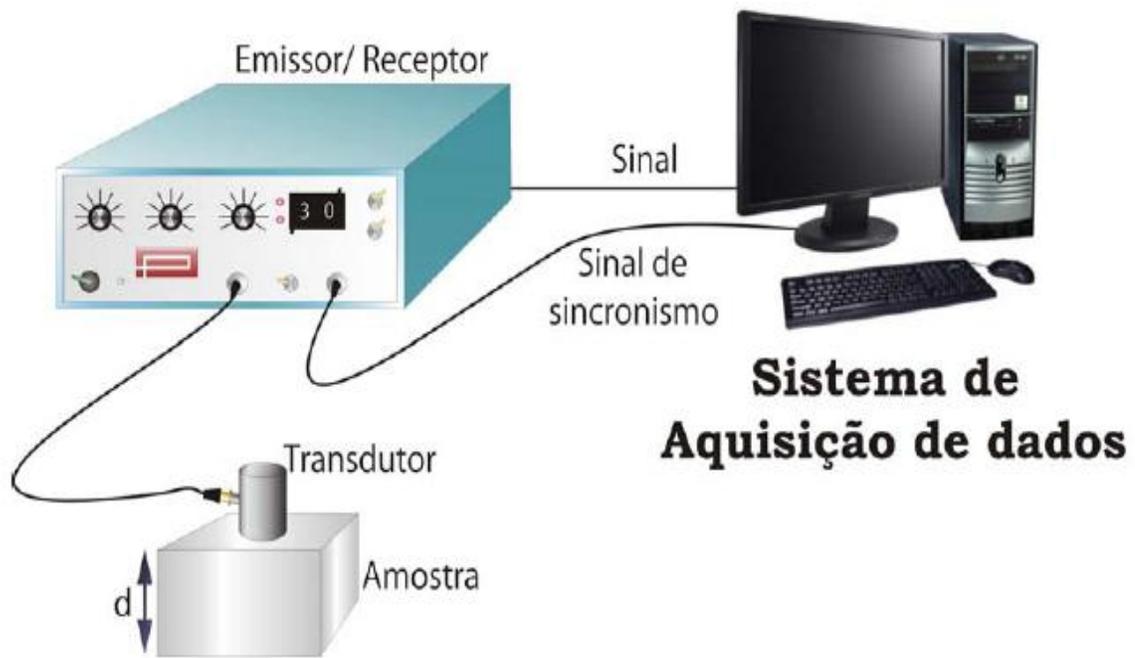


Figura 3.11 – Diagrama esquemático do equipamento de medição do módulo de elasticidade (Aleixo, 2009).

Ensaio de microdureza

O ensaio de microdureza foi realizado em amostras lixadas e polidas, em equipamento da marca Buehler, modelo 2100. Tal equipamento é equipado com penetrador piramidal de base quadrada, com ângulo entre as faces de 136° e com microscópio óptico que permite a medida direta das dimensões da indentação. Foram realizadas 10 indentações em regiões aleatórias de cada amostra com carga de 200 gf, aplicada por período de 15 segundos. Os resultados são obtidos em função da média das diagonais impressas na amostra (d) e da carga aplicada (P), conforme indica a equação 3.6.

$$HV = \frac{1,854 P}{d^2}$$

3.6

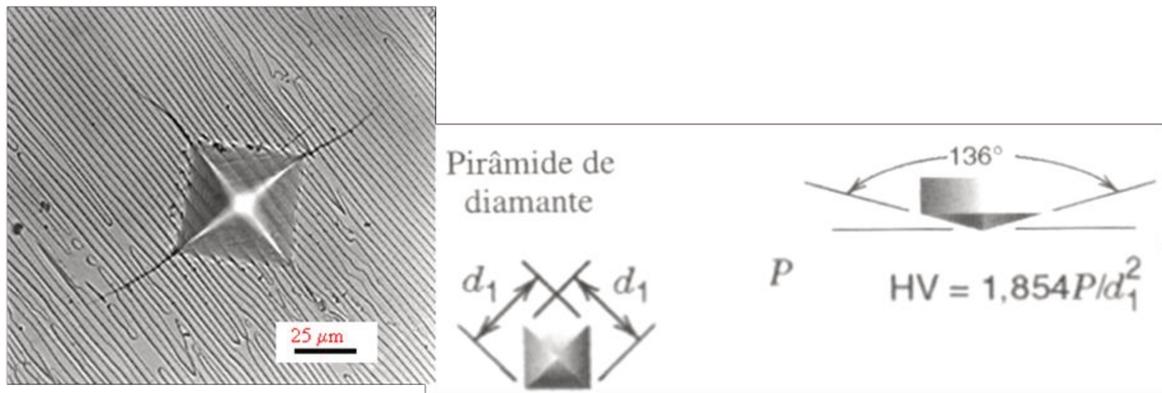


Figura 3.12 - Impressão de dureza Vickers e relações entre dimensões da indentação, valores de carga e de dureza.

Ensaio de nano-indentação

Na técnica de nano-indentação, a carga aplicada é relacionada à profundidade da indentação, o que resulta em relações entre carga e deformação, que após tratamento matemático, leva a valores de nanodureza e também, do módulo de elasticidade. Na técnica de nano-indentação, o indentador de diamante é carregado contra a superfície da amostra, enquanto a profundidade de indentação é continuamente determinada. O ensaio de nano-indentação foi empregado com o objetivo de determinar valores de dureza em microrregiões da microestrutura das amostras. Para tanto foi empregado um nanoindentador marca CSM Instruments, modelo Nano-Hardness Tester, usando indentador de diamante do tipo Berkovick, mostrado na figura 3.12.



Figura 3.13 - Nanoindentador marca CSM Instruments, modelo Nano-Hardness Tester usando indentador de diamante do tipo Berkovick.

Ensaio de Tração

Após o forjamento a quente, os lingotes foram usinados na forma de corpos de prova para ensaio de tração. Em seguida, tais corpos foram encapsulados em tubos de quartzo sob atmosfera inerte de argônio e submetidos aos tratamentos térmicos BASCA e STA. Os ensaios de tração foram realizados em máquina universal de ensaios mecânicos marca MTS, modelo 810, com capacidade para 100 kN, à temperatura ambiente e com velocidade de deformação de 2 mm/minuto, seguindo a norma ASTM E8M (2004). As dimensões dos corpos de prova utilizados são apresentadas na figura 3.13. Foram utilizados três corpos de prova para cada condição de tratamento térmico.

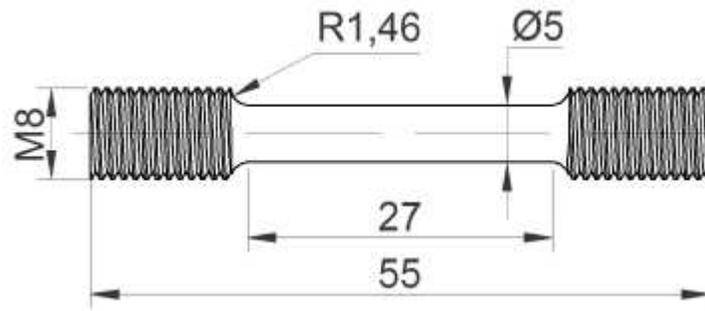


Figura 3.14 - Detalhes do corpo de prova de tração.

Após os ensaios, a superfície de fratura dos corpos de prova submetidos ao ensaio de tração foi analisada. Tais superfícies foram retiradas dos corpos de prova por meio do corte com disco abrasivo em cortadora ISOMET 4000 e limpas com álcool em banho de ultrassom. As fractografias foram realizadas utilizando-se microscópio eletrônico de varredura (MEV) marca Zeiss, modelo EVO.

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

A meta principal do presente trabalho foi explorar a possibilidade de substituir o V pelo Nb na liga β metaestável Ti-5553. Nesse sentido, além da liga Ti-5553 foram preparadas ligas de titânio de duas outras composições contendo Nb. A seguir, são apresentados e discutidos os resultados associados à preparação, ao processamento e à caracterização química, microestrutural e mecânica das amostras aqui investigadas.

4.1. Composição química

A liga Ti-5553 contém 5% em peso do elemento vanádio. A substituição desse elemento pelo nióbio foi efetivada a partir da equação 2.2. Optou-se por investigar duas composições contendo Nb: uma onde 100% do teor de V foram substituídos pelo Nb e outra, onde apenas 50% do teor de V previamente existente foram substituídos pelo Nb. Dessa maneira, a aplicação da equação de Mo equivalente (equação 2.2) resultou nas ligas Ti-6Nb-5Al-5Mo-3Cr-2,5V-0,5Fe e Ti-12Nb-5Mo-5Al-3Cr-0,5Fe, aqui denominadas por Ti-6525 e Ti-12553, respectivamente. Após a preparação de lingotes das três composições em forno a arco e forjamento rotativo a quente, os mesmos foram analisados pela técnica de espectrometria de fluorescência de raios-X. Os resultados obtidos são apresentados na tabela 4.1.

Os resultados obtidos indicam que apenas o alumínio não exhibe valores dentro do esperado. Possivelmente, tal diferença está associada a menor massa atômica do alumínio quando comparada às massas atômicas dos outros elementos de liga.

Tabela 4.1 - Composição química obtida por espectrometria de fluorescência de raios-X (% em peso).

Liga	Composição nominal	Composição medida						
		Ti	Al*	V	Mo	Cr	Fe	Nb
Ti-5553	Ti-5Al-5V-5Mo-3Cr-0,5Fe	81,18	4,95	5,22	5,62	3,51	0,67	0,00
Ti-6525	Ti-6Nb-5Al-2,5V-5Mo-3Cr-0,5Fe	80,94	5,15	2,8*	5,60	3,55	0,65	6,23
Ti-12553	Ti-12Nb-5Al-5Mo-3Cr-0,5Fe	76,03	4,8	0,00	5,75	2,54	0,73	11,85

* Medida de EDS

4.2. Liga Ti-5553

A investigação da liga Ti-5553 foi iniciada por meio da aplicação de ensaios de análise térmica de DSC. Amostras dessa liga foram inicialmente aquecidas até 900 °C, resfriadas em água e na sequência, ensaiadas por meio de aquecimento até 1000 °C e resfriamento até a temperatura ambiente aplicando-se taxa de 10°C/min. Os ensaios de DSC envolveram dois ciclos de aquecimento/resfriamento. A figura 4.1 apresenta os dois ciclos de aquecimento das amostras, os quais indicam diversos picos endotérmicos e exotérmicos, sugerindo a transformação de fases metaestáveis, particularmente, da fase β metaestável. No 1º aquecimento, ocorre liberação de energia em temperatura próxima a 400 °C, que possivelmente refere-se à precipitação da fase α . Tal pico exotérmico é precedido de outro endotérmico, provavelmente devido à nucleação da fase ω . No 2º aquecimento, aparentemente, não há transformação de fases metaestáveis. Em ambos os termogramas, entre 750 e 800 °C, ocorre liberação de energia, possivelmente associada à temperatura β transus.

A figura 4.2 exibe a microestrutura dessa liga após a mesma ter sido submetida ao tratamento térmico de solubilização a 900 °C por 2 horas e resfriada em água. Tal temperatura é superior à temperatura β transus da liga Ti-5553, que de acordo com a literatura é próxima de 850 °C (Nag, 2008). Constata-se que a microestrutura dessa liga é formada essencialmente pela fase β metaestável. O teor de solutos β estabilizadores é suficientemente alto para manter a temperatura de início da formação de estruturas martensíticas abaixo da temperatura ambiente.

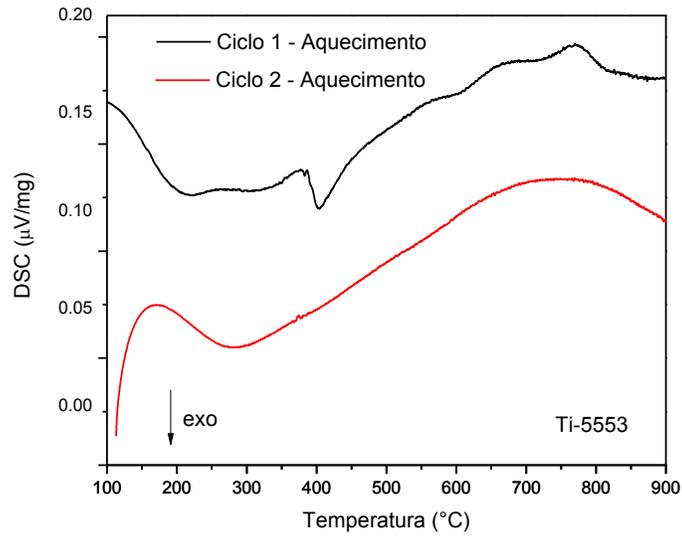


Figura 4.1 – Termograma de DSC da liga Ti-5553 solubilizada à temperatura de 900 °C e resfriada em água (aquecimento).

A micrografia exposta indica que apenas grãos da fase β com contornos bem definidos foram formados. Por meio de ensaios de difração de raios-X é possível confirmar a presença única da fase β . Finalmente, ensaios de microdureza Vickers indicam que a dureza obtida nessa microestrutura tem valor médio de 314 ± 16 HV. Tal valor é compatível com a dureza da fase β .

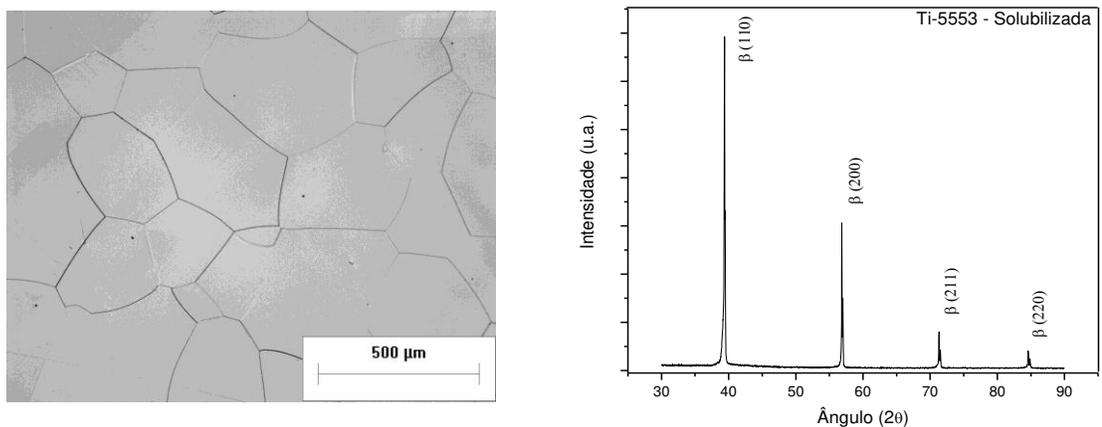


Figura 4.2 – Micrografia obtida por MO e difratograma de raios-X da liga Ti-5553 após solubilização à temperatura de 900 °C e resfriamento em água.

De acordo com literatura (Lopes, 2009), a fase β exibe baixa dureza, baixa resistência mecânica e também, baixo módulo de elasticidade. Essa fase envolve a estrutura cristalina cúbica de corpo centrado, que exibe diversos sistemas de deslizamento e assim, boa ductilidade. O seu baixo módulo de elasticidade está intimamente relacionado com as elevadas distâncias interatômicas da estrutura CCC.

Amostras solubilizadas da liga Ti-5553 foram deformadas plasticamente por meio de forjamento rotativo em temperatura acima de β transus. Obteve-se microestrutura formada essencialmente pela fase β com leve precipitação da fase α , conforme indica a figura 4.3. Apesar do forjamento ter sido executado em temperaturas próximas a 1000 °C, o resfriamento lento e a deformação plástica podem ter provocado a precipitação da fase α .

A fração volumétrica de fase α precipitada na matriz de fase β é muito reduzida para ser detectada por meio de difração de raios-X, conforme indica a mesma figura 4.3. A dureza média das amostras forjadas foi de $319,0 \pm 8,5$ HV, ligeiramente maior do que a mesma amostra na condição solubilizada. Provavelmente, a deformação plástica e a possível precipitação da fase α são responsáveis pelo aumento da dureza.

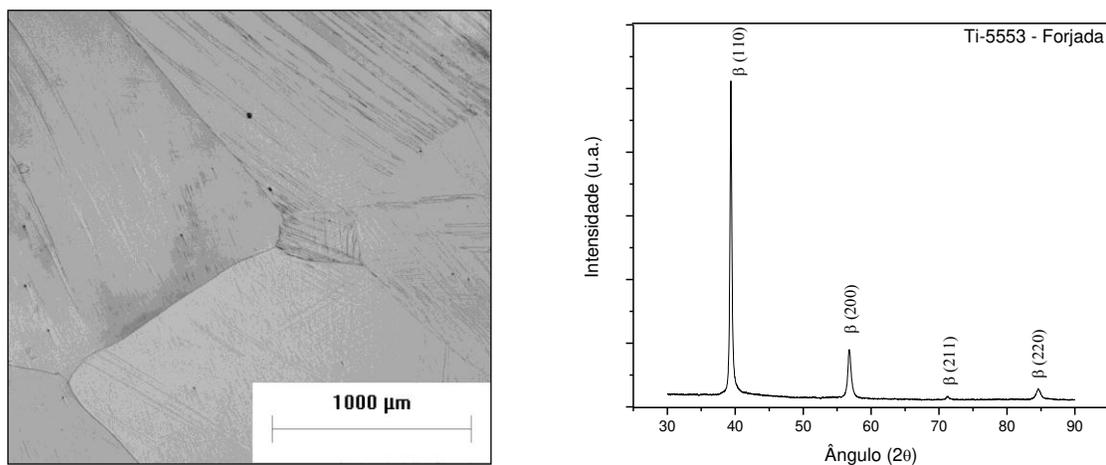


Figura 4.3 - Micrografia obtida por MO e difratograma de raios-X da liga Ti-5553 deformada plasticamente por forjamento rotativo a quente.

A fase β , conforme já mencionado, exibe baixa resistência mecânica e boa ductilidade. Quando é necessário elevar essa resistência, o caminho mais indicado é a precipitação controlada

da fase α . Nesse sentido, o tratamento térmico definido como BASCA e mencionado anteriormente é indicado. Tal tratamento térmico consiste em aquecer a amostra até temperaturas acima de β transus para permitir a solubilização da amostra. Em seguida, a temperatura é reduzida até temperatura próxima de 600 °C, que está dentro do campo $\alpha+\beta$. Nessa temperatura, a difusão atômica é elevada, o que resulta na precipitação controlada da fase α .

A figura 4.4 exibe micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura de amostras da liga Ti-5553 submetidas ao tratamento térmico BASCA. A imagem em menor ampliação mostra grãos da fase β com precipitados da fase α . Tais precipitados foram formados no interior dos grãos, de forma fina e dispersa, mas também nos contornos de grãos da fase β . A fase α é vista na forma de agulhas muito finas e segmentadas. A precipitação da fase α segue orientação cristalográfica bem definida, mas não exatamente similar ao padrão de Widmanstätten. Provavelmente, se a segmentação da fase α não fosse tão intensa, a precipitação dessa fase seguiria o padrão de cesta trançada ou de Widmanstätten. O arranjo bastante disperso da fase α no interior da fase β resultou em dureza bem mais elevada do que a da microestrutura de amostras solubilizadas, com valor médio de $381,7 \pm 32,9$ HV. A coexistência das fases α e β na microestrutura é confirmada por resultados de difração de raios-X expostos na figura 4.5.

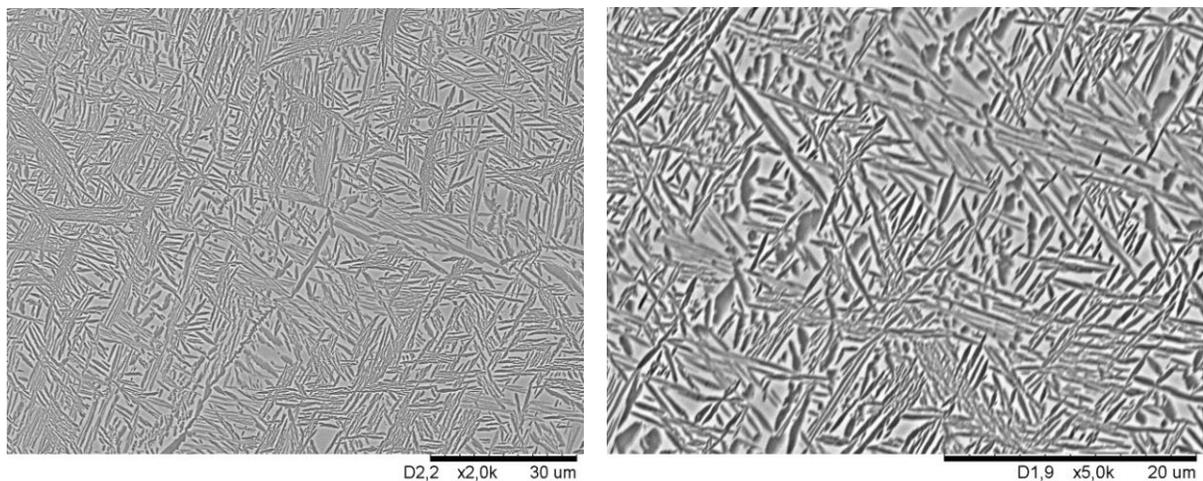


Figura 4.4 - Micrografias obtidas por MEV da liga Ti-5553 após tratamento térmico BASCA.

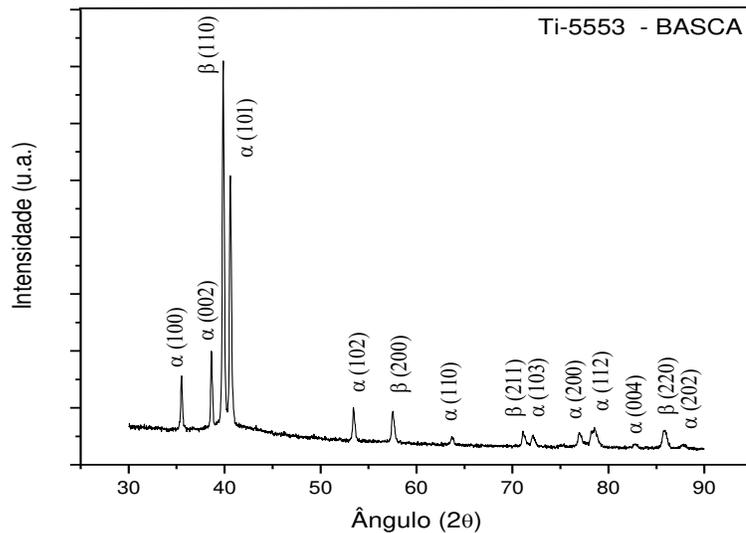


Figura 4.5 – Difratoograma de raios-X da liga Ti-5553 após tratamento térmico BASCA.

Com a finalidade de estudar a precipitação e o crescimento da fase α durante o tratamento térmico BASCA foram realizadas análises microestruturais, de dureza e de difração de raios-X no início da etapa de envelhecimento da amostra e os resultados são expostos na figura 4.6. A microestrutura obtida nesta etapa é composta por precipitados muito finos da fase α , bem distribuídos nos grãos de fase β .

Essas micrografias revelam que o resfriamento lento até o início da etapa de envelhecimento produz nucleação da fase α bastante dispersa. Nesse momento do tratamento térmico, a fase α apresenta fração volumétrica bastante limitada, o que não produz dureza acentuada. Durante essa etapa de envelhecimento, os precipitados da fase α crescem, coalescendo e gerando microestrutura vista na figura 4.4.

A aplicação do tratamento térmico STA resultou em maiores valores de dureza, superiores aos valores obtidos com o tratamento BASCA. O objetivo principal do tratamento STA é produzir microestrutura com maior fração volumétrica da fase α , que é responsável pelo endurecimento da microestrutura.

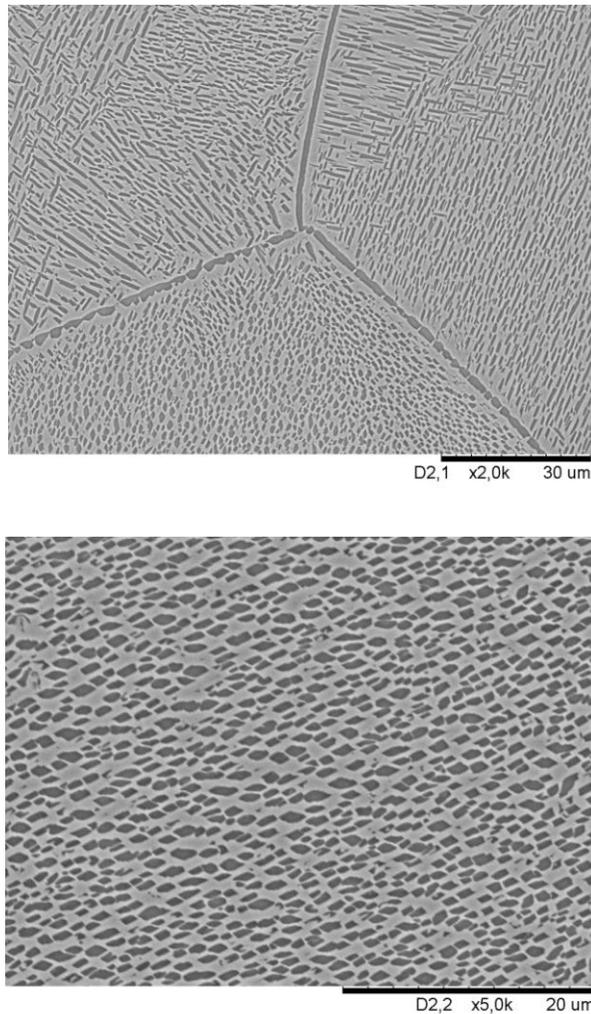


Figura 4.6 - Micrografias obtidas por MEV da liga Ti-5553 após solubilização a 900°C e resfriamento até 607 °C em forno, seguido de resfriamento ao ar.

A dureza média obtida ao final do tratamento térmico foi de $470,7 \pm 9,9$ HV. As micrografias apresentadas na figura 4.7 indicam que o tratamento STA promoveu a formação de dois tipos de precipitados da fase α . O precipitado primário foi formado em altas temperaturas e exibe tamanho mais grosseiro. Já os precipitados secundários da fase α são mais finos e muito dispersos e foram formados durante a etapa de envelhecimento. Os precipitados secundários são mais finos e melhor distribuídos que os precipitados da fase α formados durante o tratamento

térmico BASCA. Essa combinação de microestrutura contribui para grande aumento na dureza do material.

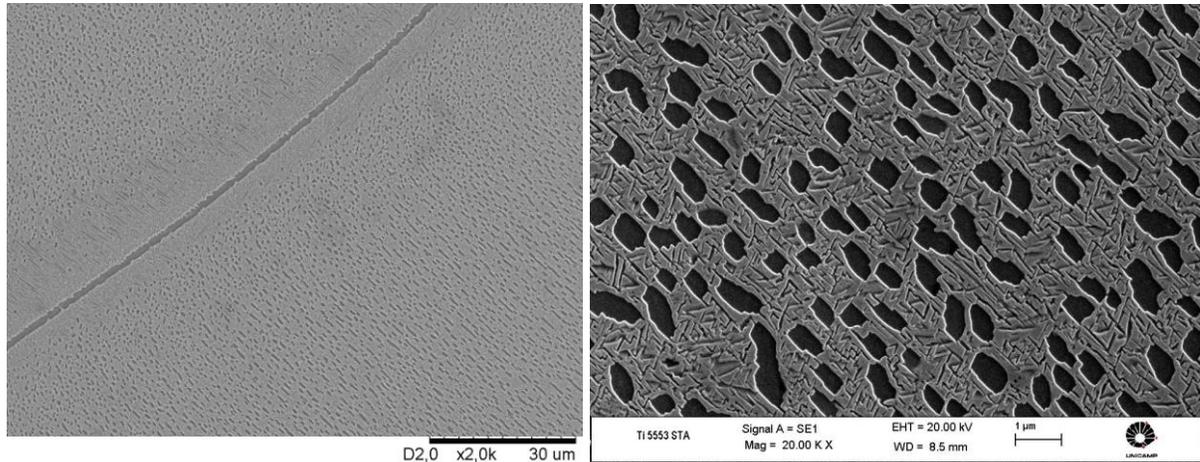


Figura 4.7 – Micrografias obtidas por MEV da liga Ti-5553 após tratamento térmico STA.

Os resultados da técnica de difração de raios-X aplicada a amostras submetidas ao tratamento STA são semelhantes aos obtidos do tratamento BASCA, apresentando os mesmos picos de difração, porém alguns com maior intensidade. Essa maior intensidade de alguns picos resulta da maior fração volumétrica da fase α . O difratograma de raios-X mostrado na figura 4.8 indica a coexistência das fases α e β .

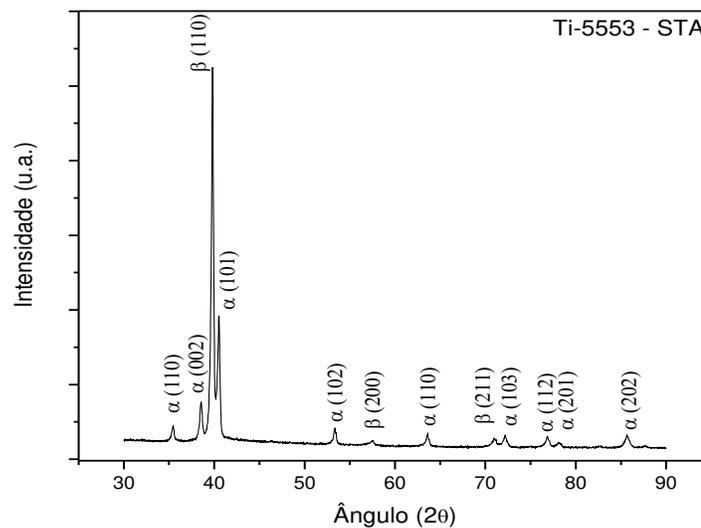


Figura 4.8 - Difratoograma de raios-X da liga Ti-5553 após tratamento térmico STA.

De forma semelhante à conduzida na análise das amostras submetidas ao tratamento BASCA, também foram realizadas análises das microestruturas após a primeira etapa do tratamento STA. Nesse caso, a amostra foi tratada a 827°C por duas horas e resfriada ao ar. Nesta etapa inicial, a dureza obtida foi de $338,3 \pm 18,7$ HV, que pode ser explicada pela baixa fração volumétrica de fase α .

Uma das razões do tratamento STA apresentar maior dureza e maior fração volumétrica da fase α está relacionada à formação da fase α no estágio inicial do tratamento. Como a amostra é mantida abaixo da temperatura beta *transus*, a fase α não é totalmente solubilizada, de modo que o envelhecimento inicia-se com precipitados de fase α na matriz β , como mostra a figura 4.9. Tal figura exhibe a microestrutura e o difratograma de amostra dessa liga. Após essa etapa inicial, é imposto o envelhecimento em temperaturas próximas a 600 °C. No decorrer desse envelhecimento, é formada a fase α na forma de precipitados finos, com morfologia acicular de ordem nanométrica e uniformemente distribuídos. Vale mencionar que os precipitados iniciais permanecem na microestrutura, porém crescem.

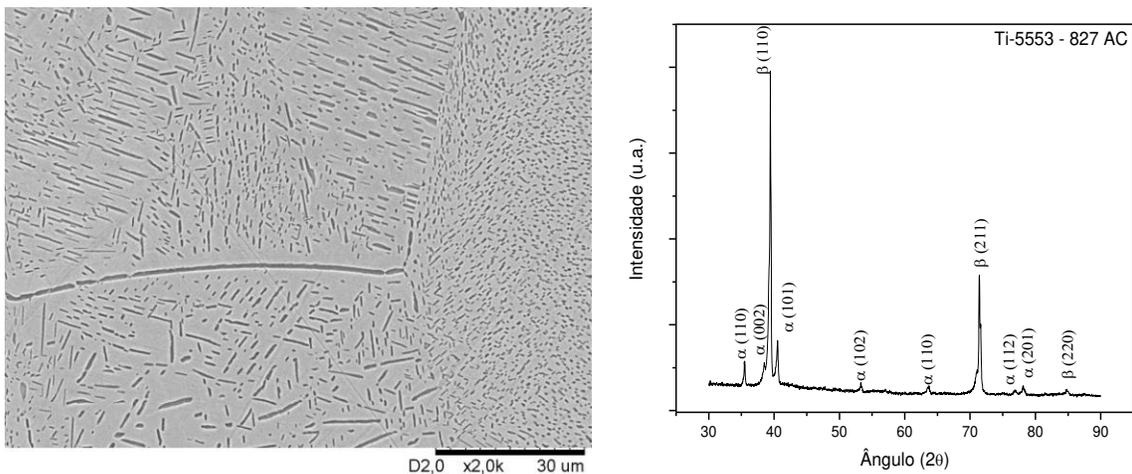


Figura 4.9 - Micrografia obtida por MEV e difratograma de raios-X da liga Ti-5553 após solubilização parcial a 827 °C e resfriamento ao ar.

A figura 4.10 mostra a comparação entre difratogramas de raios-X obtidos nas três diferentes condições de processamento: amostra forjada, após o tratamento BASCA e finalmente,

após o tratamento STA. Essa comparação permite observar que após os tratamentos térmicos surgem vários picos de difração referentes à fase α . Entretanto, os picos da fase β são mantidos. Medidas de dureza Vickers obtidas de amostras nas três condições de processamento citadas da liga Ti-5553 resultaram em $319,0 \pm 8,5$ HV, $381,7 \pm 32,9$ HV e $470,7 \pm 9,9$ HV para as condições forjada, após BASCA e após STA, respectivamente. De acordo com os resultados obtidos, o tratamento térmico STA resultou no maior valor de dureza Vickers.

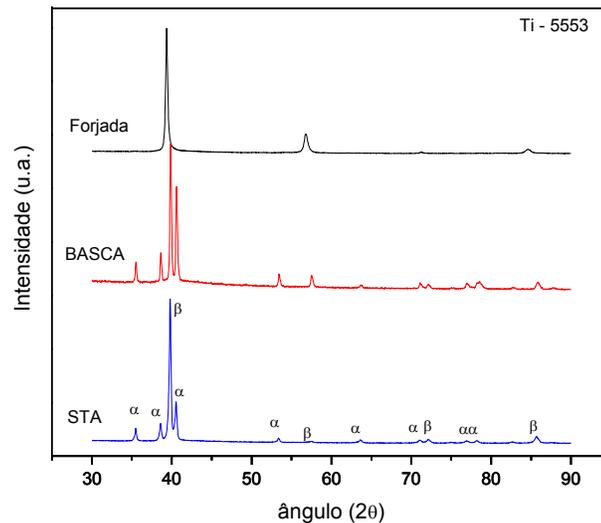


Figura 4.10 - Comparação entre difratogramas de raios-X para amostras da liga Ti-5553 forjada a quente, após tratamento térmico Basca e após tratamento térmico STA.

4.3. Liga Ti-6525

Visando estabelecer as possíveis alterações nas transformações de fases decorrentes da substituição parcial do V pelo Nb, amostras da liga Ti-6525 foram solubilizadas, resfriadas em água e em seguida, submetidas a ensaios de DSC. A solubilização foi executada à temperatura de 900 °C. Os ensaios de DSC foram executados pelo aquecimento até 1000 °C e resfriamento até a temperatura ambiente utilizando-se de taxas de 10°C/min. A figura 4.11 mostra os resultados obtidos com a liga Ti-6553. São constatadas diferenças entre o sinal de DSC do 1º aquecimento e

do 2º aquecimento. Novamente, no 1º aquecimento é observado um pico endotérmico seguido de outro exotérmico, que pode estar associado à formação da fase ω e na sequência, a precipitação da fase α . No 2º aquecimento, é observado um pico exotérmico, possivelmente referente à precipitação da fase α em decorrência de fase β não transformada. Mais uma vez, nota-se que entre 750 e 800 °C, ocorre liberação de energia, possivelmente associada à temperatura β transus.

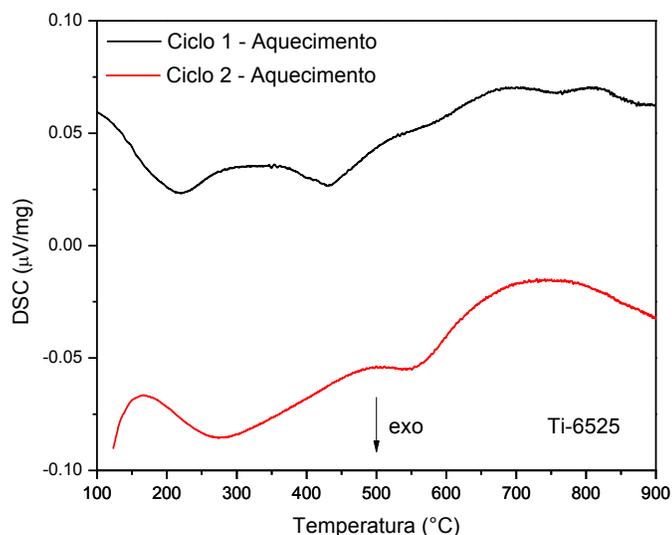


Figura 4.11 – Termograma de DSC da liga Ti-6525 solubilizada à temperatura de 900 °C e resfriada em água (aquecimento).

A figura 4.12 mostra micrografia e difratograma de raios-X de amostras dessa liga no estado solubilizado e resfriado em água. Constata-se microestrutura formada essencialmente pela fase β , com grãos bastante grosseiros. O difratograma de raios-X dessa amostra revela apenas picos de difração correspondentes à fase β . Dessa forma, é possível afirmar que a substituição parcial do V não alterou a condição de liga do tipo β metaestável e com baixa cinética de transformação de fases. Tal ensaio de difração de raios-X não revelou a precipitação da fase ω atérmica. Ensaio de dureza Vickers resultaram no valor médio de $312,7 \pm 15,4$ HV.

A figura 4.13 mostra a microestrutura da liga Ti-6525 após deformação por forjamento rotativo a quente. Assim como na condição solubilizada, apenas a fase β está presente. A microestrutura exhibe grãos de diferentes tamanhos. Possivelmente, essa microestrutura sofreu

processo de recristalização. A dureza Vickers dessa amostra foi determinada como sendo igual a $314,5 \pm 25,2$ HV.

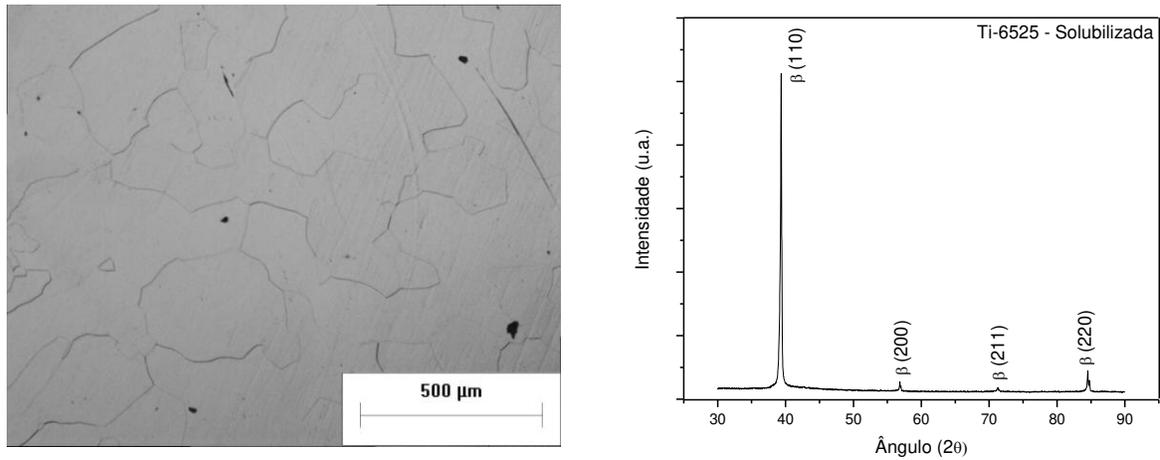


Figura 4.12 - Micrografia obtida por MO e difratograma de raios-X da liga Ti-6525 após solubilização à temperatura de 900 °C e resfriamento em água.

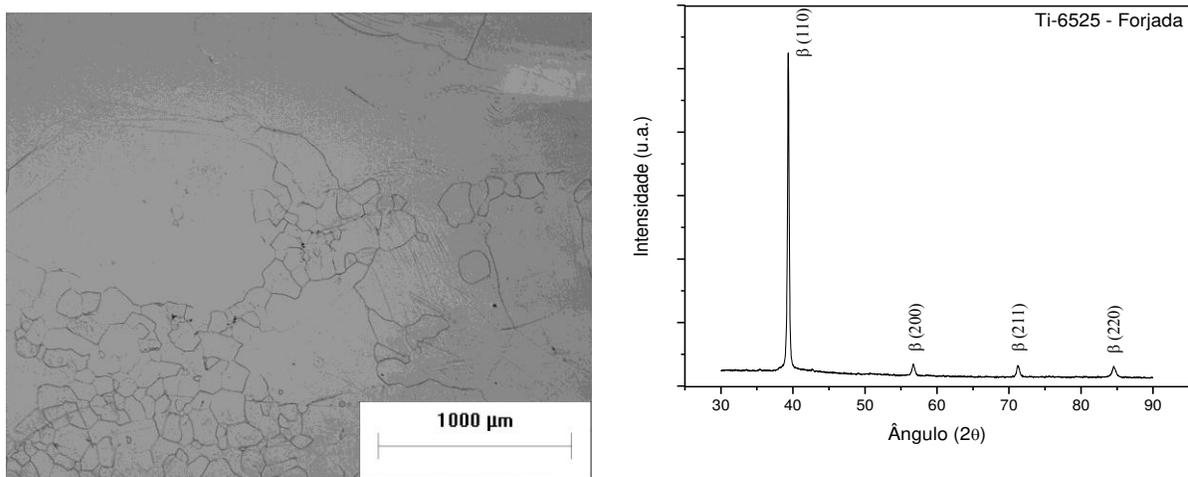


Figura 4.13 - Micrografia obtida por MO e difratograma de raios-X da liga Ti-6553 deformada plasticamente por forjamento rotativo a quente.

Ao se aplicar o tratamento térmico BASCA à liga Ti-6525 obteve-se microestrutura muito similar à microestrutura da liga Ti-5553 tratada nas mesmas condições. Aparentemente, a

resposta da liga Ti-6525 foi igual a da liga Ti-5553 em termos de cinética de transformações de fase. Assim, é possível notar que a substituição parcial do V não alterou a cinética de precipitação e crescimento da fase α na matriz β . Obteve-se a fase α ainda mais refinada que no caso anterior. A morfologia dessa fase é do tipo acicular e bem distribuída na matriz β , conforme indica a figura 4.14. O resultado de dureza Vickers determinado na microestrutura da amostra tratada termicamente também supera a dureza da liga Ti-5553 e é igual a $431,1 \pm 10$ HV. Esse maior valor pode ser resultado da fase α mais fina e melhor distribuída na matriz de fase β .

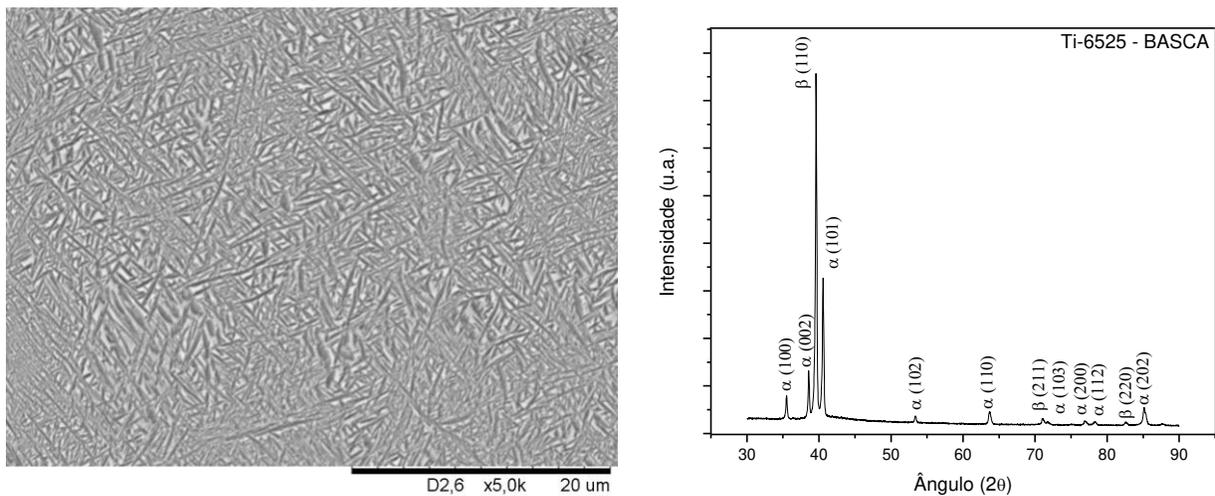


Figura 4.14 - Micrografia obtida por MEV e difratograma de raios-X da liga Ti-6525 após tratamento térmico BASCA.

Assim como no estudo da liga Ti-5553, investigou-se o fenômeno de precipitação da fase α ao final da primeira etapa do tratamento térmico BASCA, ou seja, aquecimento por 2 h a 900°C , resfriamento em forno até a temperatura de envelhecimento e na sequência, resfriamento ao ar até a temperatura ambiente. A figura 4.15 mostra micrografia e difratograma de raios-X para essa condição. É possível observar a precipitação da fase α em contornos de grãos e no interior dos grãos da fase β na forma de agulhas muito refinadas. A continuidade do tratamento térmico BASCA permite que tais precipitados cresçam e resultem em microestrutura semelhante à mostrada na figura 4.14.

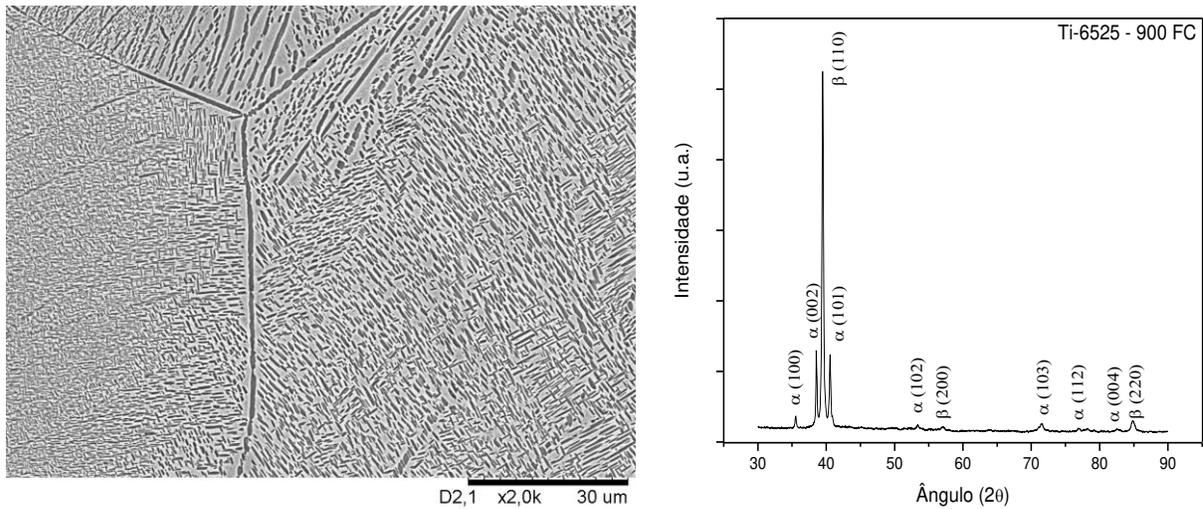


Figura 4.15 - Micrografia obtida por MEV e difratograma de raios-X da liga Ti-6525 após solubilização a 900 °C, resfriamento até 607 °C em forno, seguido de resfriamento ao ar.

A figura 4.16 mostra micrografias de amostra da liga Ti-6525 submetida ao tratamento térmico STA. Nota-se novamente microestrutura formada pelas fases α e β . A fase α é rica em Al e dessa forma, seus precipitados são vistos por meio de microscopia eletrônica de varredura com tonalidade mais escura. A fase β , rica em elementos β estabilizadores mais pesados que o Ti e o Al, é vista com tonalidade mais clara. A figura 4.17 exhibe difratograma de raios-X onde constam picos de difração de ambas as fases. A microestrutura da liga Ti-6525 submetida ao tratamento STA mostra precipitados da fase α mais grosseiros resultantes do tratamento logo abaixo da temperatura β transus e de precipitados mais finos que foram formados durante o envelhecimento em temperaturas mais baixas. Nota-se que a substituição parcial do V pelo Nb não alterou de forma perceptível a cinética de transformação de fases, especificamente, a cinética de precipitação da fase α . Ensaio de dureza Vickers das amostras Ti-6525 submetidas aos dois tipos de tratamentos térmicos, BASCA e STA, sugerem mais uma vez que o tratamento STA confere maior dureza às amostras.

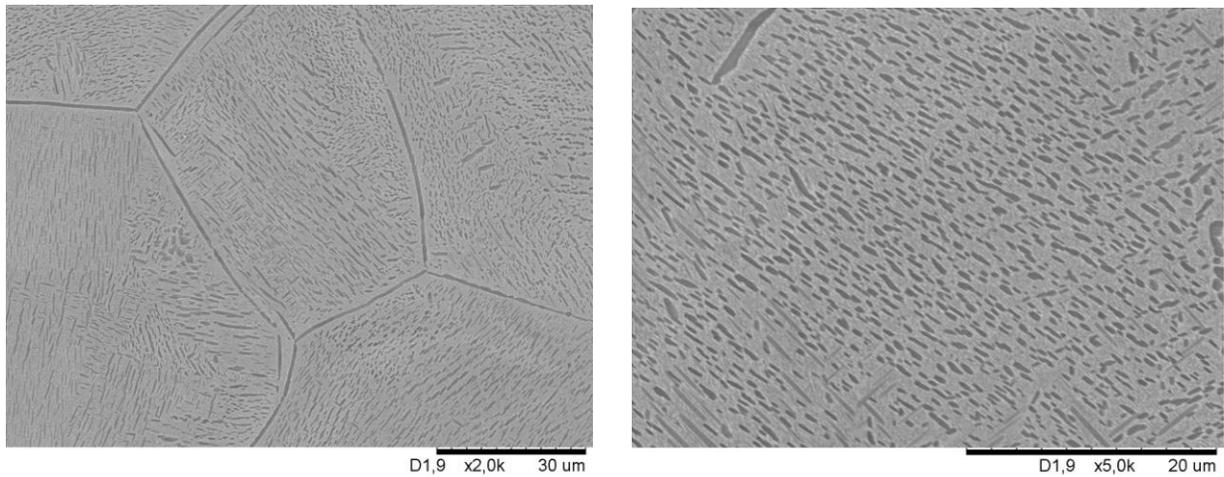


Figura 4.16 - Micrografias obtidas por MEV da liga Ti-6525 após tratamento térmico STA.

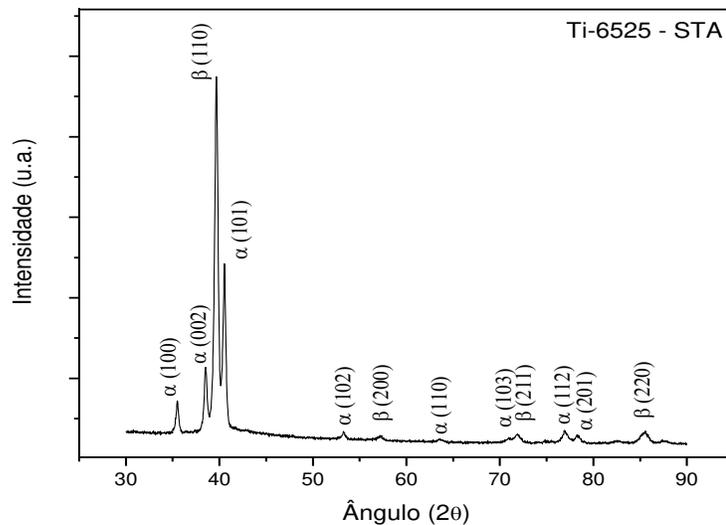


Figura 4.17 - Difratograma de raios-X para a liga Ti-6525 após tratamento térmico STA.

Quando a microestrutura de amostra da liga Ti-6525 submetida ao tratamento STA é comparada com a microestrutura de amostra da liga Ti-5553 submetida ao mesmo tratamento térmico nota-se que a microestrutura da liga Ti-5553 exibe precipitados levemente mais finos, o que pode explicar os maiores valores de dureza Vickers.

A figura 4.18 mostra a microestrutura de amostra da liga Ti-6525 após a primeira etapa do tratamento STA, ou seja, após aquecimento por 2 horas a 827°C e resfriamento ao ar. A mesma

figura exibe também resultados de difração de raios-X. Nota-se a precipitação bastante fina da fase α no interior dos grãos da fase β e também, precipitação junto a contornos de grãos. O difratograma de raios-X dessa amostra indica o início da precipitação da fase α , com picos de difração da fase α de baixa intensidade.

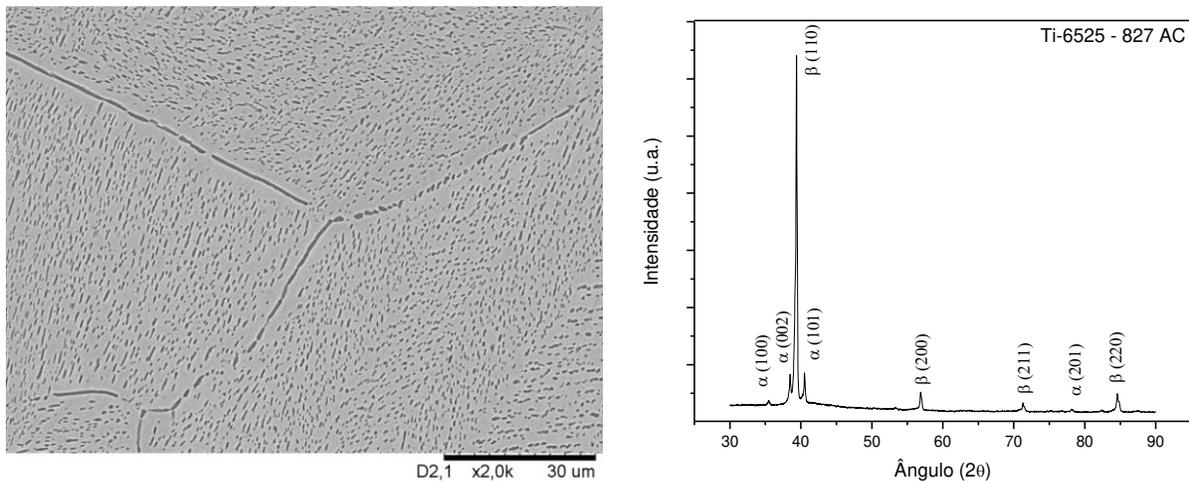


Figura 4.18 - Micrografia obtida por MEV e difratograma de raios-X da liga Ti-6525 após solubilização parcial a 827 °C e resfriamento ao ar.

A figura 4.19 exibe comparação entre difratogramas de raios-X da liga Ti-6525 em três condições de processamento: após forjamento, após tratamento BASCA e após tratamento STA. Nota-se a ocorrência de picos referente à fase α e a manutenção dos picos da fase β . A intensidade do pico de difração da fase α referente ao plano (101) é maior nas amostras submetidas ao tratamento térmico STA que nas amostras submetidas ao tratamento térmico BASCA. Tal fato decorre da maior fração volumétrica dessa fase nas amostras STA. A dureza Vickers foi medida em amostras da liga Ti-6525 processadas nestas três condições, obtendo-se $308,9 \pm 20,6$ HV para a amostra forjada, $430,6 \pm 40,5$ HV para a amostra submetida ao BASCA e finalmente, $444,2 \pm 15,6$ para a amostra submetida ao tratamento STA. Como no estudo da liga Ti-5553, a aplicação do tratamento STA à liga Ti-6525 resultou em maior dureza Vickers, certamente com custo da ductilidade.

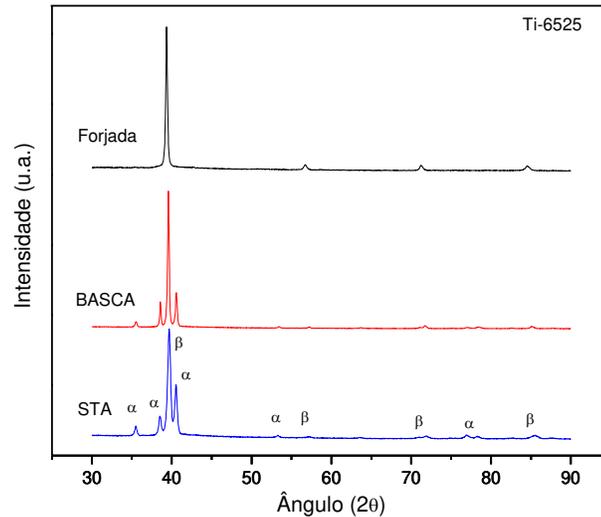


Figura 4.19 - Comparação entre difratogramas de raios-X para amostras da liga Ti-6525 forjada a quente, após tratamento térmico Basca e após tratamento térmico STA.

4.4. Liga Ti-12553

A substituição total do V pelo Nb resultou na liga Ti-12Nb-5Al-5Mo-3Cr-0,5Fe. Visando avaliar as transformações de fase dessa liga, amostras da mesma foram submetidas ao tratamento de solubilização a 900 °C por duas horas, resfriadas em água e em seguida, ensaiadas por meio da técnica de DSC. A figura 4.20 exhibe dois termogramas obtidos no aquecimento da amostra. No 1º aquecimento, observa-se um leve pico endotérmico seguido de outro exotérmico. Novamente, tais picos estão ligados à precipitação das fases ω e α . Aparentemente, a adição de Nb modificou a cinética de transformação de fase, pois a precipitação da fase α ocorreu em temperatura mais elevada e de forma menos intensa. Essa conclusão é fundamentada pela ocorrência de precipitação complementar da fase α durante o 2º aquecimento em temperaturas próximas a 575 °C. Nota-se novamente que entre 750 e 800 °C ocorre liberação de energia, possivelmente associada à temperatura β transus.

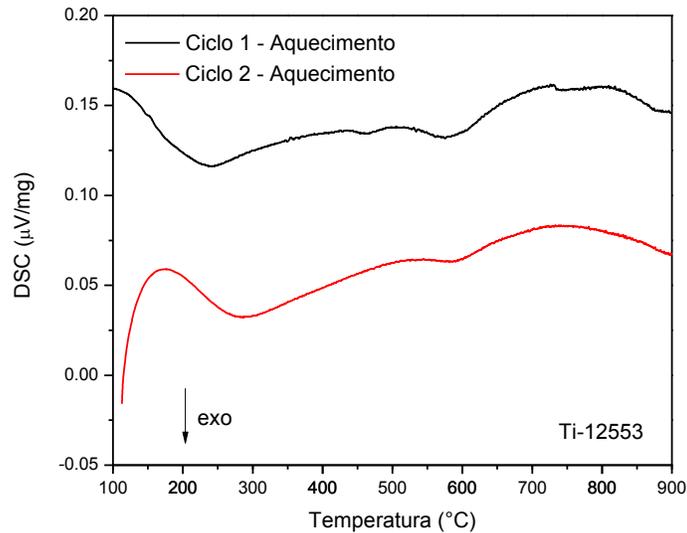


Figura 4.20 - Termograma de DSC da liga Ti-12525 solubilizada à temperatura de 900 °C e resfriada em água (aquecimento).

Em termos microestruturais, o procedimento de solubilização e resfriamento em água resultou na manutenção da fase β , como mostra a figura 4.21. São vistos grãos da fase β e nenhuma evidência da precipitação da fase α ou de martensita. A total manutenção da fase β é confirmada por meio do difratograma de raios-X mostrado na mesma figura. Ensaio de dureza Vickers revelaram dureza semelhante a das amostras das ligas Ti-5553 e Ti-6525 nas mesmas condições e igual 301,8 HV.

A figura 4.22 mostra micrografia e resultados do ensaio de difração de raios-X de amostras da liga Ti-12553 após o forjamento a quente. A análise microestrutural revela grãos pequenos e outros bem maiores. Foi observado que os grãos menores estavam localizados junto às bordas da amostra e certamente eles foram submetidos à deformação plástica mais intensa. Já os grãos de maior tamanho ocupavam posições mais centrais da amostra. Durante o processo de forjamento a quente, as regiões com maior deformação plástica podem ter sofrido recristalização da microestrutura, o que justificaria essa diferença no tamanho dos grãos. O ensaio de raios-X não revelou evidências da precipitação da fase α . Ensaio de dureza Vickers revelaram valores médios de $387,0 \pm 39,1$ HV.

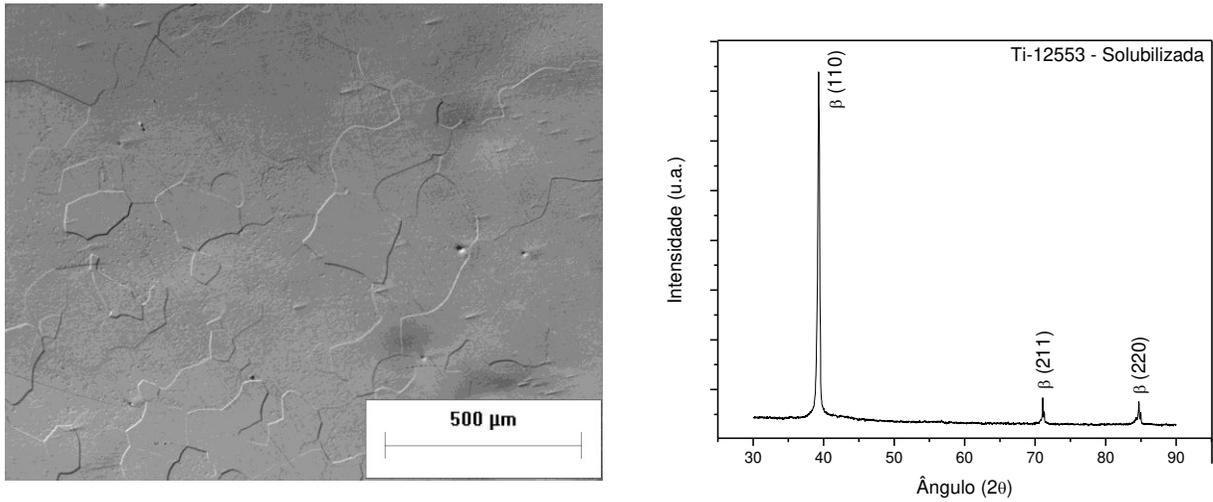


Figura 4.21 - Micrografia obtida por MO e difratograma de raios-X da liga Ti-12553 após tratamento térmico de solubilização à temperatura de 900 °C e resfriamento em água.

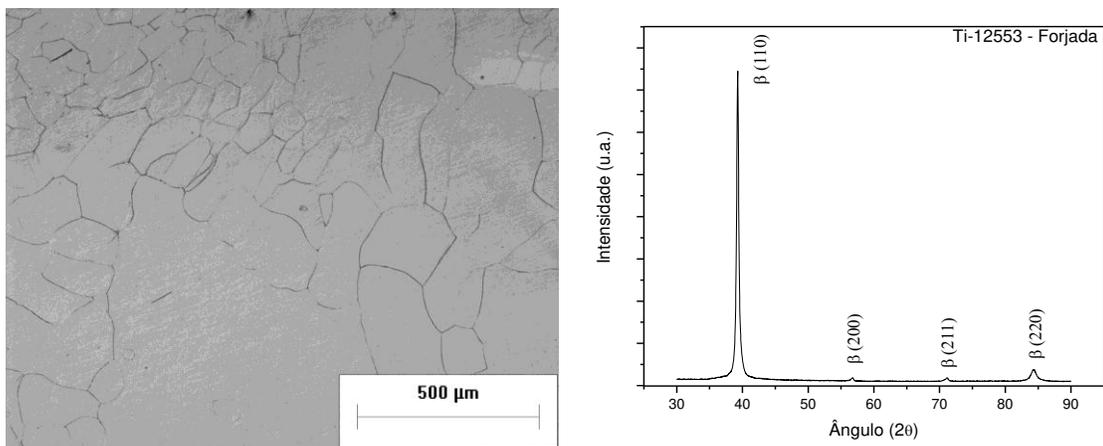


Figura 4.22 - Micrografia obtida por MO e difratograma de raios-X da liga Ti-12553 deformada plasticamente por forjamento rotativo a quente.

A aplicação do tratamento térmico BASCA à liga Ti-12553 resultou em microestrutura pouco homogênea onde dois tipos de morfologia foram identificados. Enquanto parte da amostra exibiu microestrutura refinada (figura 4.23a) e semelhante à encontrada nas ligas Ti-5553 e Ti-6525 submetidas ao mesmo tratamento térmico, a outra parte exibiu microestrutura com precipitados grosseiros da fase α (4.23b).

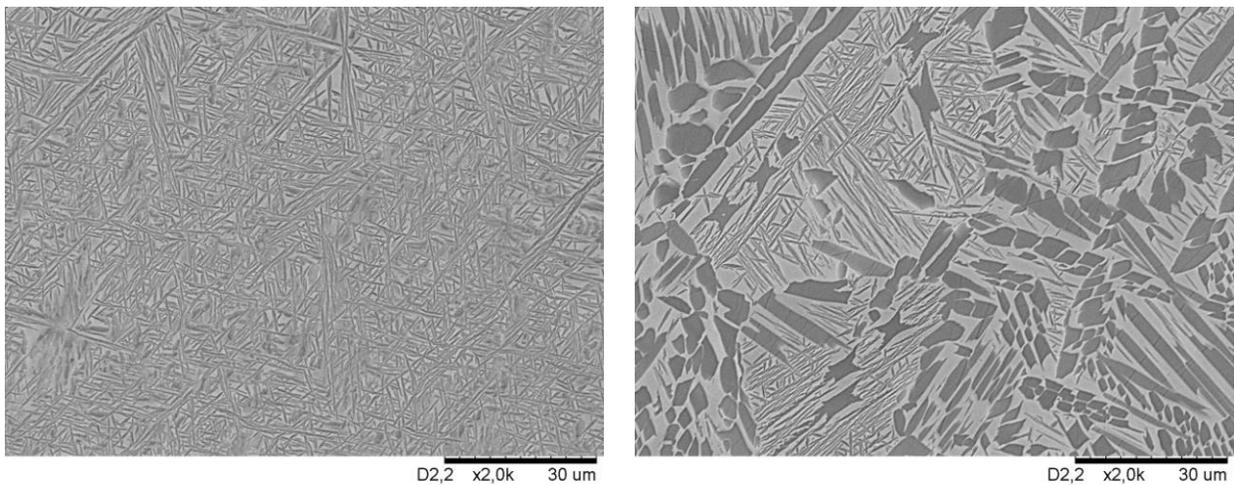


Figura 4.23 - Micrografias obtidas por MEV de diferentes regiões de amostra da liga Ti-12553 após tratamento térmico BASCA.

Apesar de parte da microestrutura exibir precipitados da fase α finamente distribuídos na matriz de fase β , os precipitados grosseiros eram predominantes na amostra. Como resultado dessa precipitação mais intensa da fase α , a dureza Vickers da amostra foi elevada e com valor médio de $446,1 \pm 64,4$ HV. Com o intuito de analisar esses precipitados maiores, foram realizados ensaios de nano-indentação. Os resultados de nano-indentação mostram que a dureza dessa fase é bastante elevada e superior a 500 HV. Medidas de nano-indentação devem ser avaliadas com cuidado e a maneira mais adequada de utilizá-las é de forma comparativa. A figura 4.24 mostra um exemplo de indentação realizada na fase analisada.

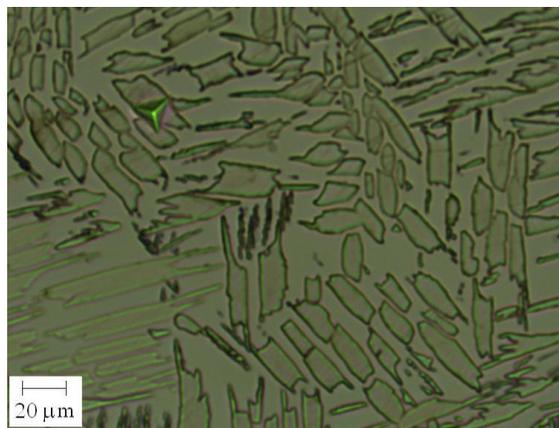


Figura 4.24 – Impressão de indentedor Berkovich em microestrutura da liga Ti-12553 após tratamento térmico BASCA.

A figura 4.25 mostra o difratograma de raios-X da amostra da liga Ti-12553 após o tratamento térmico BASCA. São vistos apenas picos das fases α e β e nenhuma evidência da precipitação de outras fases ou de compostos intermetálicos, o que indica que os precipitados grosseiros na microestrutura da figura 4.23b referem-se à fase α .

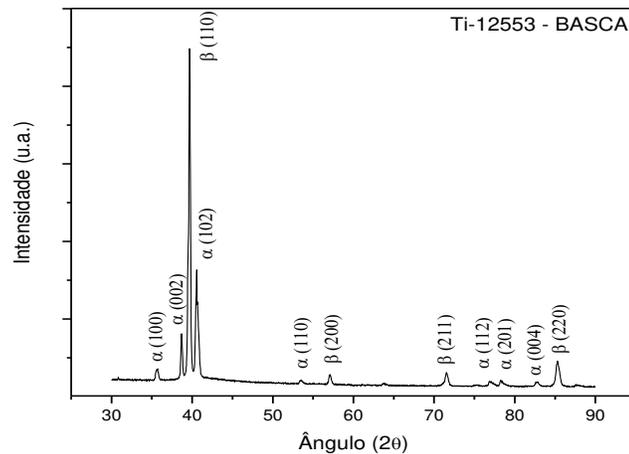


Figura 4.25 - Difratograma de raios-X da liga Ti-12553 após tratamento térmico BASCA.

A figura 4.26 mostra a microestrutura da liga Ti-12553 após a primeira etapa do tratamento BASCA. Nessa etapa, a amostra é aquecida por 2 horas a 900°C, resfriada ao forno até a temperatura de envelhecimento e em seguida, resfriada ao ar. Ao final desse procedimento constata-se que os precipitados da fase α já são bastante evidentes, indicando que a cinética de precipitação dessa fase em altas temperaturas é muito elevada. Esse fato se opõe à baixa cinética de precipitação da fase α em baixas temperaturas observada anteriormente.

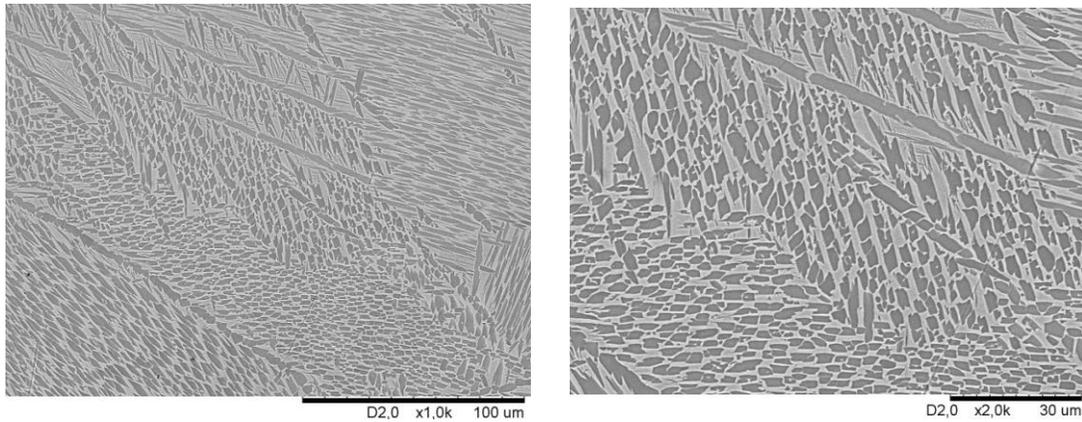


Figura 4.26 – Micrografias obtidas por MEV da liga Ti-5553 após solubilização a 900°C e resfriamento até 607 °C em forno, seguido de resfriamento ao ar.

A figura 4.27 mostra micrografias da microestrutura de amostra da liga Ti-12553 após tratamento térmico STA. É possível observar que tal tratamento térmico resultou em microestrutura com a fase α na forma de finas lamelas segmentadas. Vale lembrar que no tratamento térmico STA, a etapa de solubilização parcial ocorre em temperatura inferior à do tratamento BASCA, o que resulta em cinética de precipitação e crescimento da fase α um pouco menor que a do tratamento BASCA.

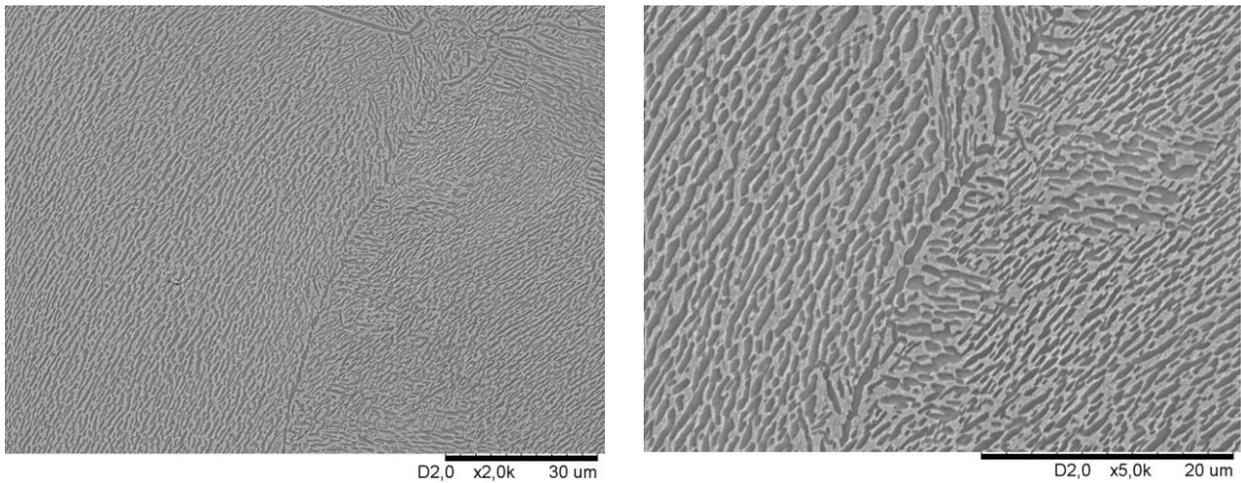


Figura 4.27 - Micrografias da liga Ti-12553 obtidas por MEV após tratamento térmico STA.

Além disso, a precipitação da fase α de forma diferenciada está associada com a taxa de resfriamento aplicada. Enquanto que no tratamento STA, todo o resfriamento é feito ao ar, no

tratamento BASCA, o resfriamento inicial ocorre em forno. A dureza Vickers da amostra submetida ao STA foi determinada e o resultado obtido é levemente inferior ao resultado obtido com a amostra BASCA. Possivelmente, a menor fração volumétrica da fase α na amostra STA levou a um menor valor de dureza, $410,2 \pm 16,6$ HV. Ensaios de difração de raios-X da amostra submetida ao STA mostraram apenas picos de difração de planos das fases α e β , como indica a figura 4.28.

Novamente, após a primeira etapa do tratamento STA, o mesmo foi interrompido e a amostra examinada. A microestrutura dessa amostra submetida à solubilização parcial a 827°C e resfriada ao ar é mostrada na figura 4.29.

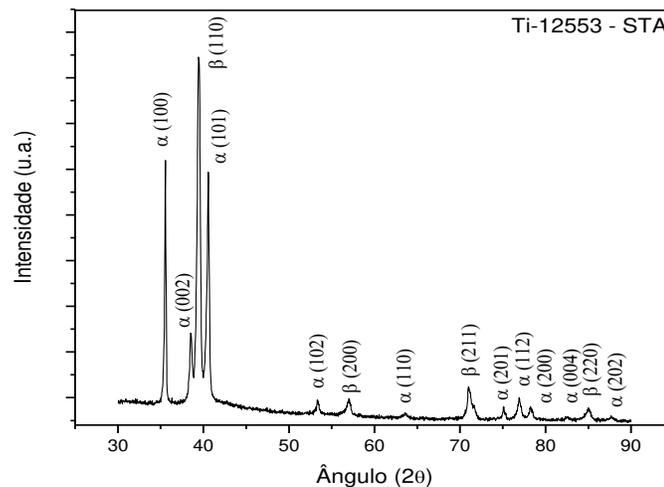


Figura 4.28 - Difratograma de raios-X da liga Ti-12553 após tratamento térmico STA.

São vistos precipitados da fase α muito finos e bem distribuídos na matriz da fase β , indicando que não houve nessa primeira etapa, precipitação de fase exagerada. A baixa intensidade dos picos correspondentes a planos da fase α corroboram tal observação.

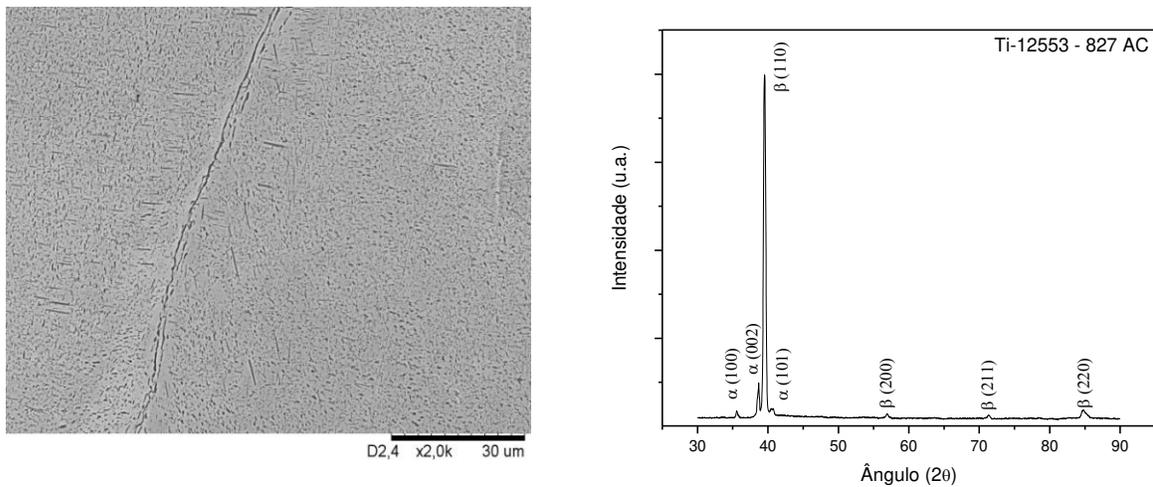


Figura 4.29 - Micrografia obtida por MEV e difratograma de raios-X da liga Ti-12553 após solubilização parcial a 827 °C e resfriamento ao ar.

Da mesma forma realizada anteriormente, a figura 4.30 apresenta comparação entre difratogramas de raios-X da liga Ti-12553 após forjamento a quente, após tratamento BASCA e após tratamento STA. Enquanto que o forjamento a quente não provocou a precipitação da fase α , os tratamentos térmicos BASCA e STA provocaram tal precipitação. Novamente, constata-se que a intensidade de alguns picos de difração da fase α é maior nas amostras submetidas ao tratamento térmico STA que nas amostras submetidas ao tratamento térmico BASCA, o que está associado à fração volumétrica dessa fase nas amostras STA.

A dureza Vickers foi medida em amostras da liga Ti-6525 processadas nestas três condições, obtendo-se $387,0 \pm 39,1$ HV para a amostra forjada, $446,1 \pm 64,4$ HV para a amostra submetida ao BASCA e finalmente, $410,2 \pm 16,6$ HV para a amostra submetida ao tratamento STA.

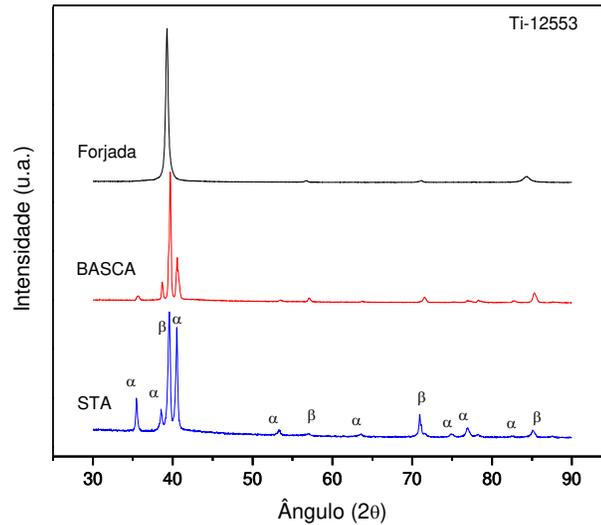


Figura 4.30 - Comparação entre difratogramas de raios-X para amostras da liga Ti-12553 forjada a quente, após tratamento térmico Basca e após tratamento térmico STA.

4.5. Ensaio de Tração

Os resultados dos ensaios de tração estão sintetizados na tabela 4.2. Tais valores foram obtidos de curvas de tensão versus deformação dos ensaios de tração mostrados na figura 4.31. Tais resultados são bastante coerentes com os resultados da análise microestrutural e medidas de dureza. O tratamento BASCA envolve a total solubilização da fase α e precipitação controlada da mesma, o que resulta em microestrutura contendo precipitados dessa fase finamente dispersos. Já o tratamento STA envolve a solubilização parcial da fase α , seguida da precipitação fina dessa fase. Essa condição resulta em grãos mais grosseiros combinados com grãos mais finos. Enquanto que a fase β caracteriza-se por ser macia e dúctil, a fase α é mais resistente, tem maior dureza e também, é mais frágil. Dessa maneira, à medida que a fase α precipita-se ganha-se em resistência mecânica e perde-se em ductilidade. As amostras submetidas ao tratamento BASCA exibem na média menor resistência mecânica e maior ductilidade que aquelas submetidas ao tratamento STA.

Nota-se também que à medida que o V é substituído pelo Nb, a ductilidade é reduzida. É possível que o Nb adicionado às ligas tenha facilitado a precipitação da fase ω , o que explicaria a maior fragilidade das ligas Ti-6525 e Ti-12553. Em nenhum ensaio de difração de raios-X a fase ω foi detectada. Entretanto, tal fato não exclui a possibilidade dessa fase existir nas amostras tratadas termicamente.

As superfícies das amostras submetidas ao ensaio de tração foram avaliadas e os resultados obtidos permitiram estabelecer a natureza da fratura em função da composição e dos tratamentos térmicos aplicados. Inicialmente, são apresentados os resultados relativos ao tratamento térmico BASCA e na sequência, os relativos ao STA. A figura 4.32 exhibe detalhes fractográficos da liga Ti-5553 submetida ao BASCA.

Tabela 4.2. Propriedades mecânicas obtidas por ensaio de tração de amostras submetidas aos tratamentos térmicos BASCA e STA.

<i>Amostra</i>	Módulo de Elasticidade (GPa)	Limite Resistência (MPa)	Alongamento (%)	Limite de Escoamento (MPa)
Ti-5553 BASCA	113,87 ± 4,68	1146,77 ± 53,51	10,26 ± 5,6	1051,94 ± 56,29
Ti-5553 STA	115,97 ± 4	1440,02 ± 12,54	4,73 ± 0,74	1369,13 ± 23,91
Ti-6525 BASCA	118,89 ± 7,57	1173,15 ± 165,89	9,06 ± 1,0	1085,57 ± 151,39
Ti-6525 STA	107,83 ± 3,25	1356,18 ± 23,22	1,6 ± 1,4	1342,33 ± 48,19
Ti-12553 BASCA	122,3 ± 12,6	1226,8 ± 26,13	6,8 ± 1,05	1148,5 ± 24,69
Ti-12553 STA	117,26 ± 5,56	1293,04 ± 10,15	4 ± 0,4	1220,33 ± 18,31

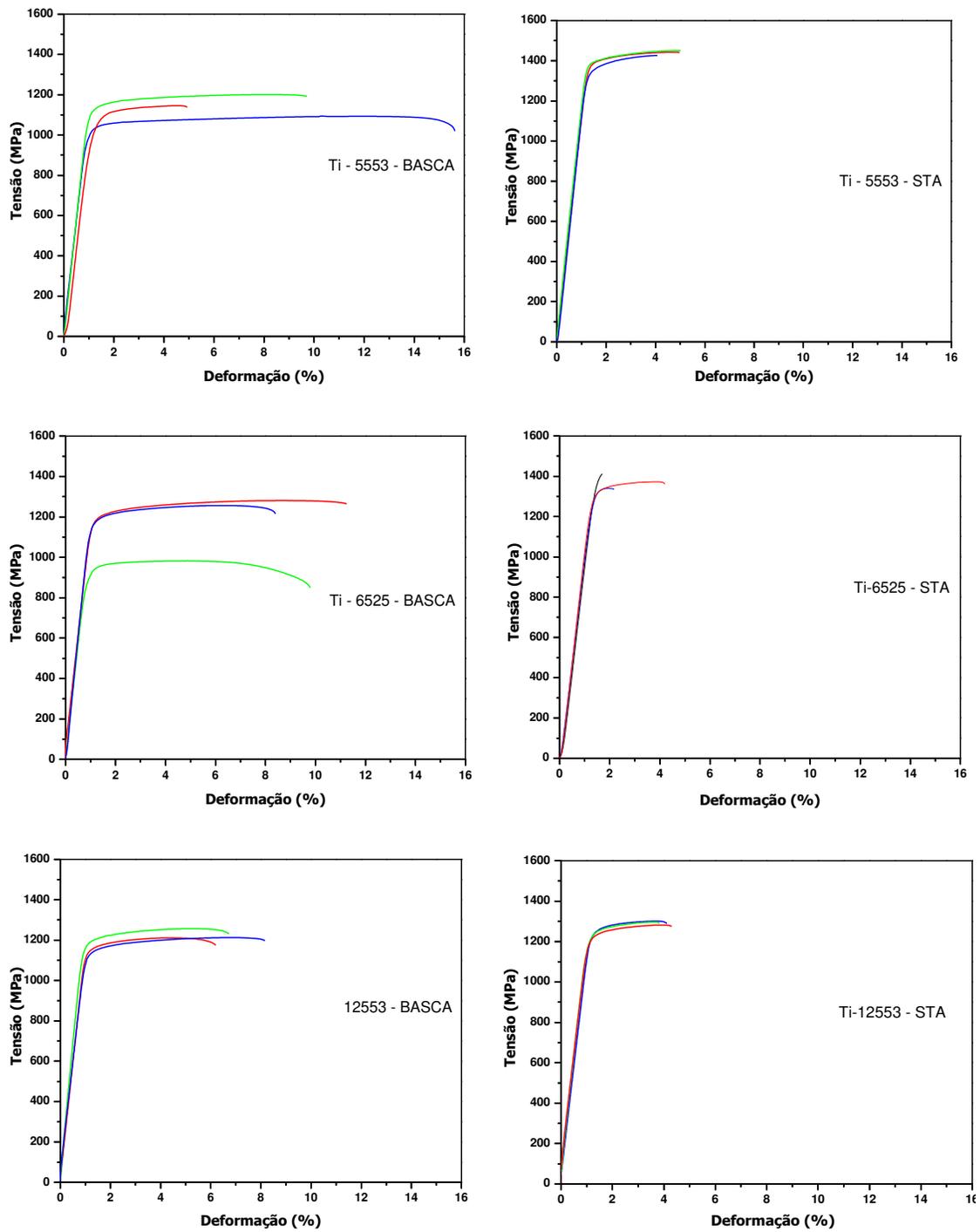


Figura 4.31. Curvas tensão *versus* deformação, obtidas de ensaios de tração de amostras das ligas Ti-5553, Ti-6525 e Ti-12553 tratadas termicamente.

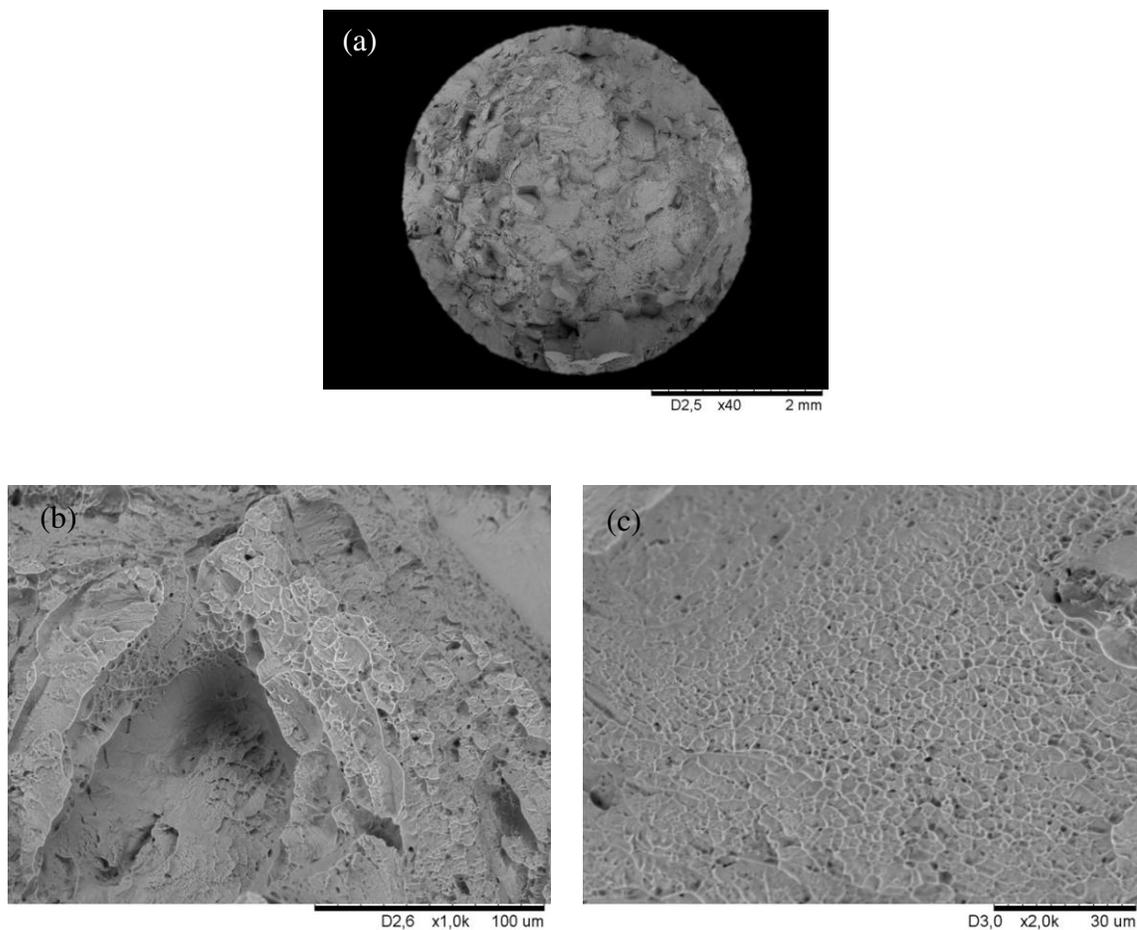


Figura 4.32. Superfície de fratura da liga Ti-5553 submetida a ensaio de tração após tratamento térmico BASCA: (a) Macrografia e (b-c) Micrografias da superfície de fratura. Fratura mista, composta por fratura transgranular e *dimples*.

São observadas regiões de *dimples* e de fratura transgranular, indicando mecanismos mistos, o que está em concordância com a precipitação medianamente intensa da fase α . A região com *dimples* aparenta ser predominante.

A fractografia de amostras da liga Ti-6525 após tratamento térmicos BASCA é vista na figura 4.33. Novamente, são vistas regiões com *dimples* e com fratura transgranular. A fratura transgranular aparenta estar mais presente em relação à amostra da liga Ti-5553, o que confirma a queda de ductilidade observada dos ensaios de tração.

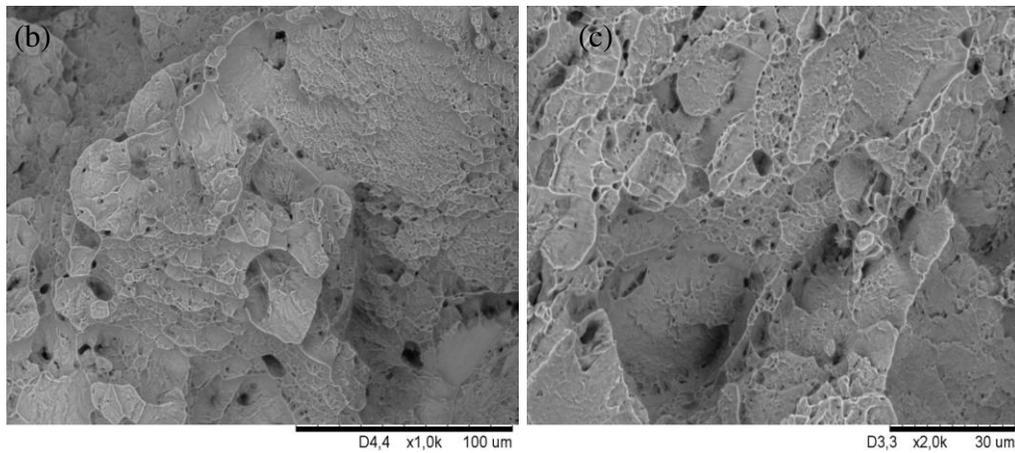
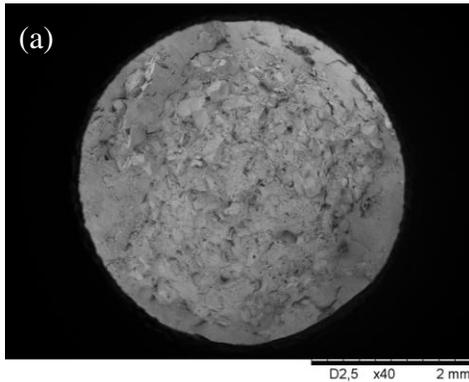


Figura 4.33. Superfície de fratura da liga Ti-6525 submetida a ensaio de tração após tratamento térmico BASCA: (a) Macrografia e (b-c) Micrografias da superfície de fratura. Fratura mista, composta por fratura transgranular e *dimples*.

Essa mesma morfologia de fratura também é observada na liga Ti-12553 após o tratamento térmico BASCA, com análise fractográfica vista na figura 4.34. Nota-se que a região com *dimples* reduziu-se em relação aos casos anteriores. Tal fato é coerente com a redução da ductilidade à medida que o teor de Nb elevou-se.

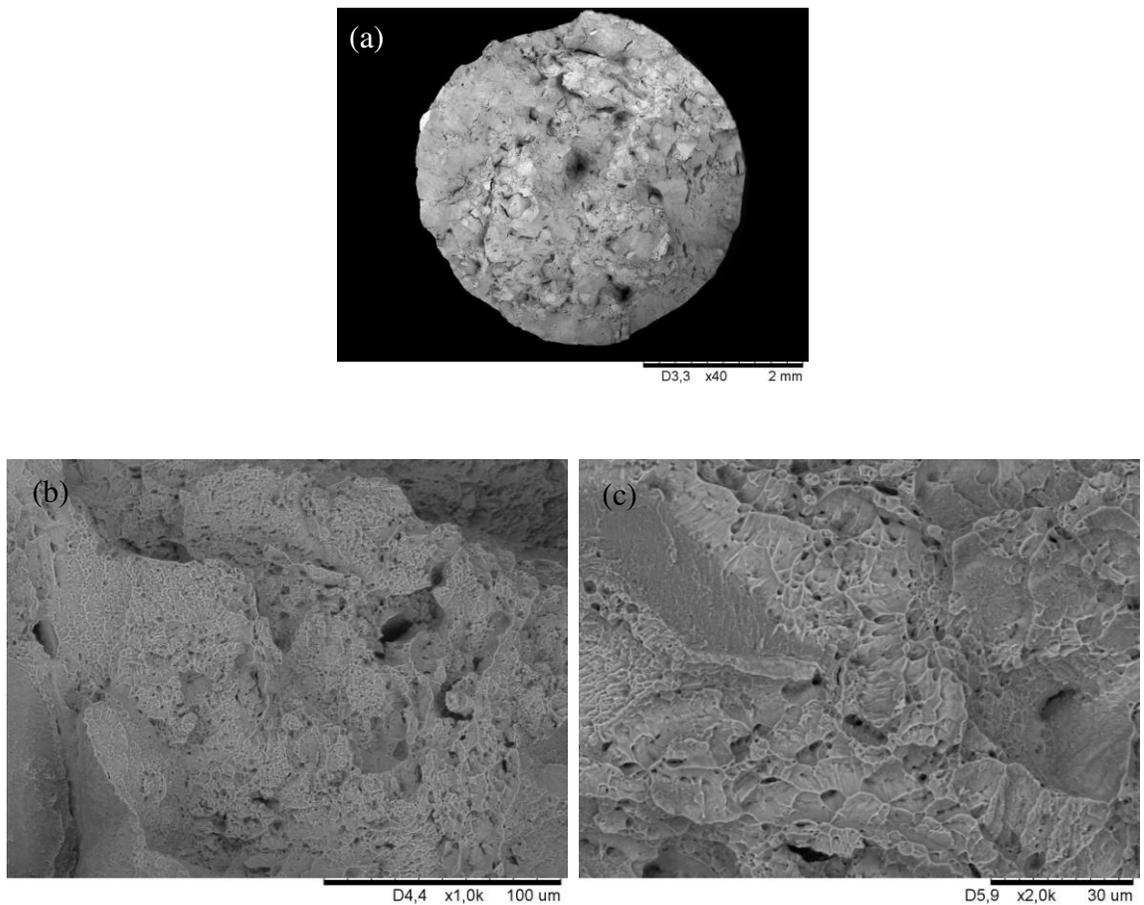


Figura 4.34. Superfície de fratura da liga Ti-12553 submetida a ensaio de tração após tratamento térmico BASCA: (a) Macrografia e (b-c) Micrografias da superfície de fratura. Fratura mista, composta por fratura transgranular e *dimples*.

As avaliações das superfícies de fratura das amostras das ligas Ti-5553, Ti-6525 e Ti-12553 após tratamento térmico STA indicaram mecanismos de fratura semelhantes entre si. As superfícies revelaram novamente regiões com *dimples* combinados com regiões com fratura transgranular. O procedimento de tratamento térmico aplicado provocou precipitação mais intensa da fase α , com precipitados maiores e isso acarretou em queda ductilidade.

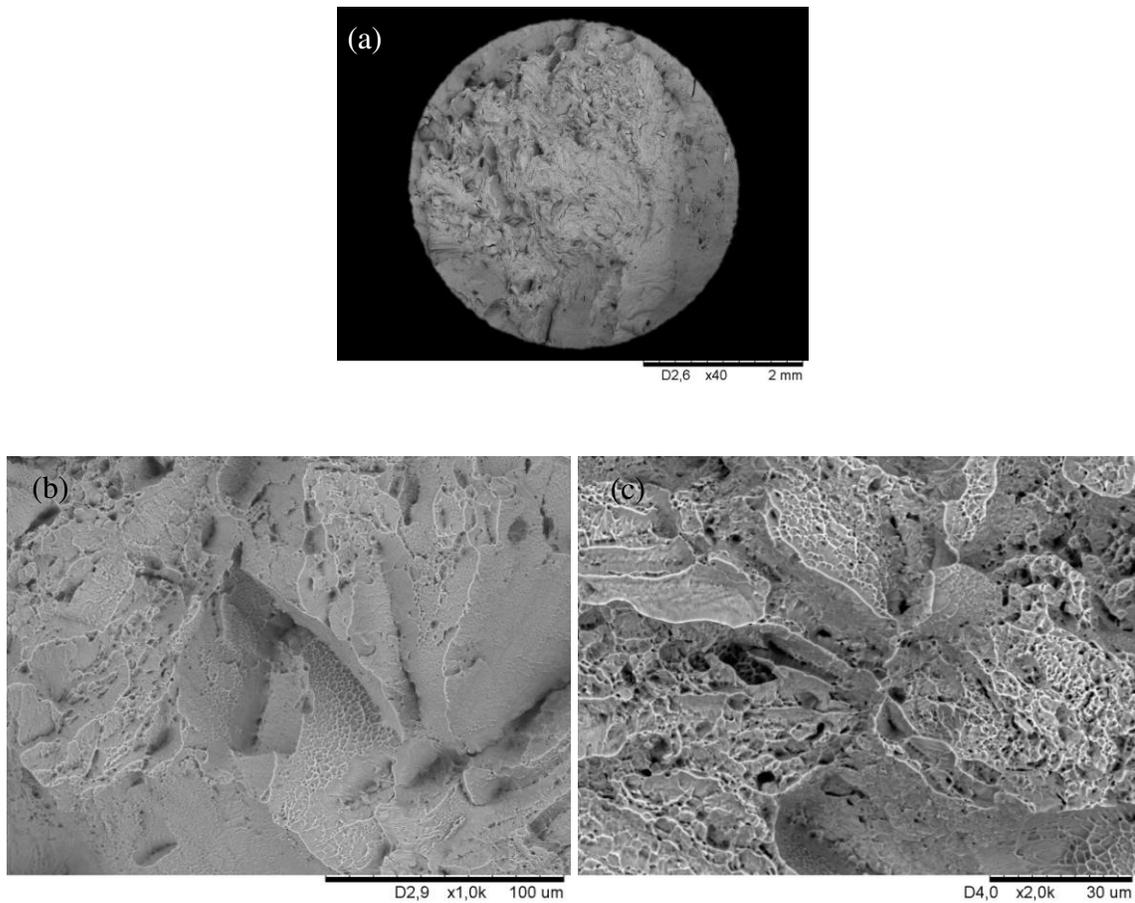


Figura 4.35. Superfície de fratura da liga Ti-5553 submetida a ensaio de tração após tratamento térmico STA: (a) Macrografia e (b-c) Micrografias da superfície de fratura. Fratura mista, composta por fratura transgranular e *dimples*.

Há clara predominância de regiões com fratura transgranular, resultado da precipitação mais intensa da fase α . Quando comparadas às amostras submetidas ao tratamento térmico BASCA, é claro o aumento de regiões com fratura transgranular. À medida que o Nb substitui o V, as amostras submetidas ao tratamento STA não apresentaram indícios evidentes de alteração do mecanismo de fratura.

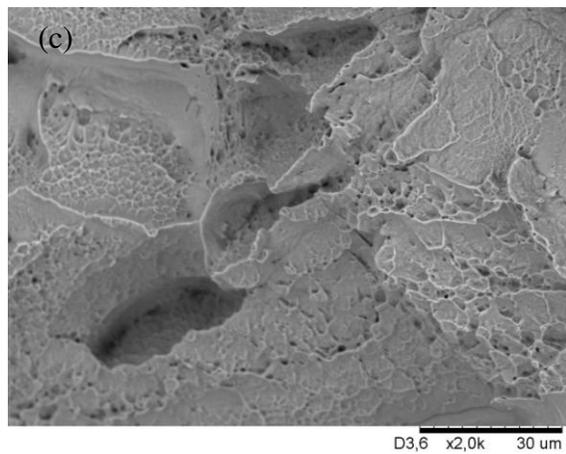
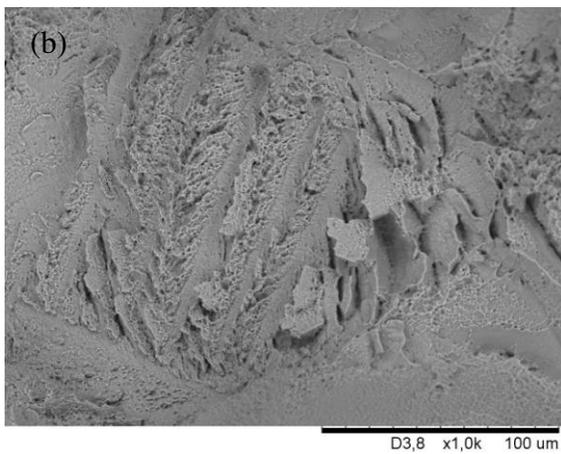
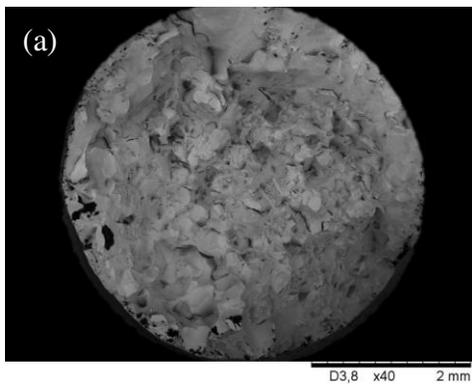


Figura 4.36. Superfície de fratura da liga Ti-6525 submetida a ensaio de tração após tratamento térmico STA: (a) Macrografia e (b-c) Micrografias da superfície de fratura. Fratura mista, composta por fratura transgranular e *dimples*.

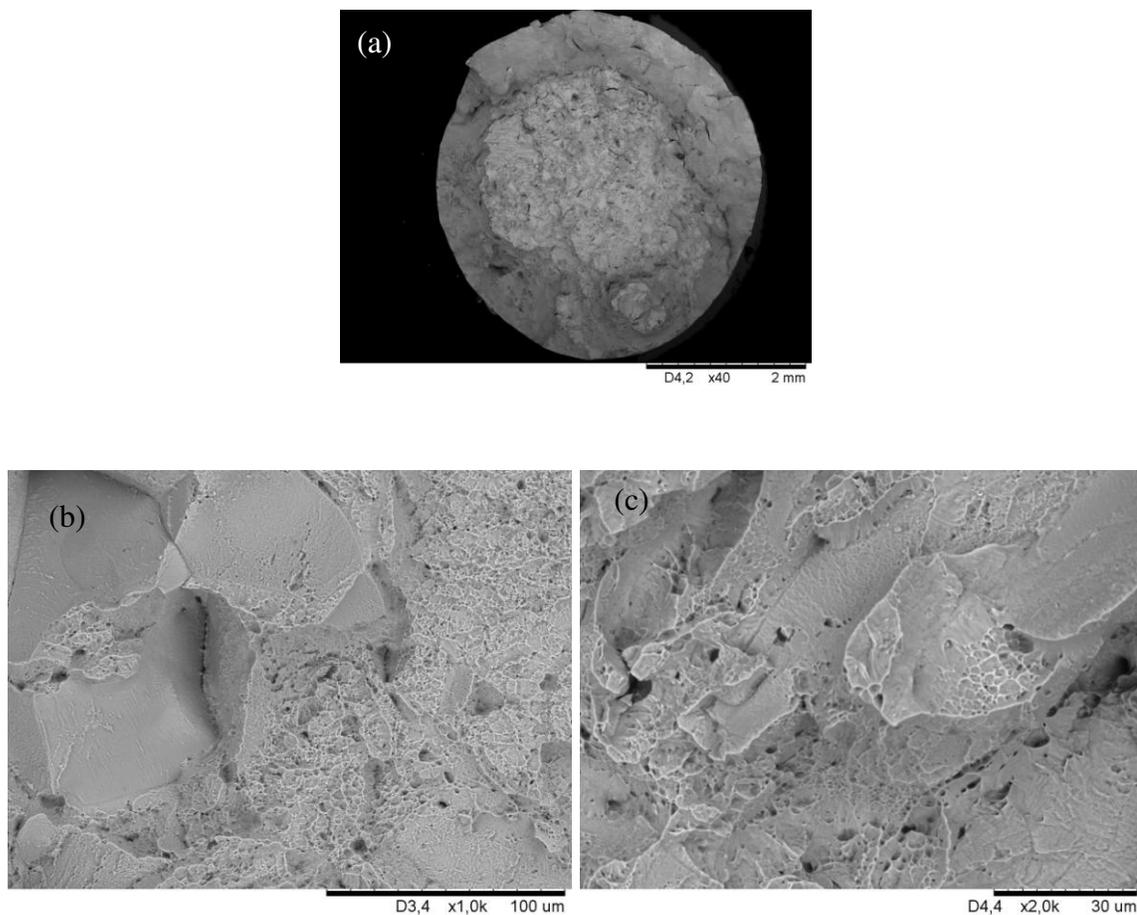


Figura 4.37. Superfície de fratura da liga Ti-12553 submetida a ensaio de tração após tratamento térmico STA: (a) Macrografia e (b-c) Micrografias da superfície de fratura. Fratura mista, composta por fratura transgranular e *dimples*.

Tabela 4.3 – Comparação dos resultados de dureza entre diferentes ligas após tratamento térmico de solubilização e após forjamento rotativo a quente

	Ti-5553 Solubilizada	Ti-5553 Forjada	Ti-6525 Solubilizada	Ti-6525 Forjada	Ti-12553 Solubilizada	Ti-12553 Forjada
Dureza (HV)	314 ± 16	319 ± 8	312,7 ± 15	314,5 ± 25	301,8 ± 12	387 ± 39
Fases Existentes	β	β	β	β	β	β

Tabela 4.4 – Comparação entre diferentes ligas após tratamento térmico BASCA

	Ti-5553	Ti-6525	Ti-12553
Dureza (HV)	381,7 ± 32	431,1 ± 10	446,1 ± 64
Módulo de Elasticidade (GPa)	113 ± 4	118 ± 7	122 ± 12
LRT (MPa)	1146 ± 53	1179 ± 165	1226 ± 26
Alongamento (%)	10,26 ± 5	9 ± 1	6,8 ± 1
LE (MPa)	1051 ± 56	1085 ± 151	1148 ± 18
Fases Existentes	α/β	α/β	α/β

Tabela 4.5 – Comparação entre diferentes ligas após tratamento térmico STA

	Ti-5553	Ti-6525	Ti-12553
Dureza (HV)	470,7 ± 9	444,2 ± 15	410,2 ± 16
Módulo de Elasticidade (GPa)	116 ± 4	107 ± 3	117 ± 5
LRT (MPa)	1440 ± 12	1356 ± 23	1293 ± 10
Alongamento (%)	4,73 ± 0,7	1,6 ± 1	4 ± 0,4
LE (MPa)	1369 ± 23	1342 ± 48	1220 ± 18
Fases Existentes	α/β	α/β	α/β

5. CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA PRÓXIMOS TRABALHOS

5.1. Conclusões

O presente trabalho analisou a possibilidade de substituir o V pelo Nb na liga β metaestável Ti-5553 (Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr-0,5Fe). Além da liga Ti-5553 foram preparadas, processadas e caracterizadas ligas de titânio de duas outras composições contendo Nb. Os resultados obtidos permitem extrair as seguintes conclusões:

- a. A preparação das ligas Ti-5553, Ti-6525 e Ti-12553 por meio de fusão em forno a arco voltaico mostrou-se eficiente. Usando essa técnica foi possível obter ligas homogêneas em relação à microestrutura e à composição química. A aplicação de tratamentos térmicos de solubilização em altas temperaturas às amostras da liga Ti-5553 e resfriamento rápido em água resultou na total retenção da fase β . Ao se aplicar o mesmo procedimento de solubilização e resfriamento rápido às ligas contendo 6% e 12 % em peso de Nb, obteve-se novamente completa retenção da fase β , sugerindo que a substituição do V pelo Nb é viável quando o objetivo é a obtenção de liga de titânio β metaestável;
- b. A aplicação da técnica de calorimetria diferencial de varredura às amostras solubilizadas e resfriadas em água com microestrutura formada pela fase β metaestável permitiu avaliar a decomposição dessa fase. Os resultados da técnica de DSC permitiram identificar a faixa de temperaturas (entre 400 e 500 °C) onde ocorre a precipitação das fases ω e α . A adição de Nb em substituição ao V elevou a temperatura de decomposição da fase β ;
- c. Foram aplicados dois tipos de tratamento térmico, BASCA e STA. Os resultados obtidos da análise microestrutural e por difração de raios-X mostraram que o tratamento térmico BASCA resulta em microestrutura com a fase α finamente dispersa na matriz β . Ao se substituir o elemento V pelo Nb observou-se que em altas temperaturas, a cinética de

transformação de fases (precipitação da fase α) torna-se mais intensa. Assim, em ligas contendo Nb e submetidas ao BASCA, o tamanho dos precipitados da fase α foram levemente maiores que na liga Ti-5553. Por outro lado, em temperaturas mais baixas, a adição de Nb aparentemente reduziu essa cinética. Os precipitados secundários em ligas submetidas ao STA têm seus tamanhos reduzidos ao se adicionar o Nb. Assim, no tratamento térmico STA, a substituição do V pelo Nb resultou em precipitação homogênea e dispersa da fase α na matriz β ;

- d. Amostras solubilizadas e resfriadas em água, independente da composição, resultaram em valores de dureza Vickers entre 300 HV e 320 HV. Após o envelhecimento, tais valores foram significativamente elevados, alcançando valores de até 470 HV. A aplicação do tratamento térmico STA resultou em medidas de dureza Vickers mais elevadas que a aplicação do tratamento BASCA. Maiores valores de dureza resultam da precipitação mais intensa da fase α . À medida que o Nb substituiu o V não houve alterações significativas na dureza;
- e. Os resultados dos ensaios de tração reproduzem os resultados dos ensaios de dureza. O tratamento térmico BASCA proporcionou maior ductilidade, enquanto que o tratamento STA resultou em maior limite de resistência. À medida que o V foi substituído pelo Nb, amostras submetidas ao tratamento térmico BASCA tiveram suas respectivas resistências mecânicas aumentadas, passando de 1.147 MPa para 1.227 MPa. À medida que o teor de Nb aumentou, a ductilidade reduziu-se de 10,3 % para 6,8 %. Por outro lado, amostras submetidas ao tratamento STA apresentaram redução de resistência mecânica com o aumento do teor de Nb. Ao mesmo tempo, a ductilidade foi levemente reduzida. No conjunto, a substituição do V pelo Nb não causou alterações profundas no comportamento mecânico em relação à liga Ti-5553;
- f. A análise das superfícies de fratura das amostras das ligas Ti-5553, Ti-6525 e Ti-12553 indicaram que o mecanismo de fratura é misto. Tais superfícies de fratura revelaram regiões de *dimples* combinadas com regiões com fratura transgranular. A substituição do V pelo Nb resultou em redução de área com *dimples* e dessa forma, em queda na

ductilidade de amostras submetidas ao tratamento BASCA. Por outro lado, quando o tratamento aplicado foi o STA, a variação no teor de Nb não resultou em alterações nos mecanismos de fratura e a fratura transgranular foi predominante.

5.2. Sugestões para Trabalhos Futuros

Os resultados obtidos sugerem que o presente trabalho pode ser continuado por meio dos seguintes estudos:

- a. Estudo da temperabilidade das ligas Ti-5553, Ti-6525 e Ti-12553 por meio da aplicação da técnica de ensaio Jominy instrumentado. Tal ensaio permitirá avaliar o efeito da substituição do V pelo Nb na temperabilidade (retenção da fase β no resfriamento de ligas solubilizadas em alta temperatura);
- b. Estudo da cinética de transformação de fases nos tratamentos térmicos BASCA e STA das ligas Ti-5553, Ti-6525 e Ti-12553 solubilizadas e resfriadas em água usando difração de raios-X em altas temperaturas;
- c. Estudo do efeito do tratamento térmico de envelhecimento nas propriedades de corrosão das ligas Ti-5553, Ti-6525 e Ti-12553 submetidas aos tratamentos térmicos BASCA e STA e
- d. Estudo das propriedades de fadiga das ligas Ti-5553, Ti-6525 e Ti-12553 submetidas aos tratamentos BASCA e STA.

Referências

AFONSO, C.R.M.; FERRANDINI, P.L.; RAMIREZ, A.J.; CARAM, R. High resolution transmission electron microscopy study of the hardening mechanism through phase separation in a β -Ti-35Nb-7Zr-5Ta alloy for implant applications, **Acta Biomaterialia** v.6, p.1625-1629, 2010.

AHMED, T.; RACK, H. J. Martensitic Transformation in Ti-(16-26 at.%) Nb alloys. **Journal of Materials Science**, v.31, p. 4267-4276, 1996

ALEIXO, Giorgia T. **Obtenção, Caracterização Microestrutural e Mecânica de Ligas Ti-Nb-Sn Aplicadas em Implantes Ortopédicos**. 2009. 176p. Tese (Doutorado) Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS, **ASTM E3**. Philadelphia. Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens. 2001.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS, **ASTM E8M**. Philadelphia. Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials. 2004

AZIMZADEH, S.; RACK, H. J. Phase Transformations in Ti-6.8Mo-4.5Fe-1.5Al, **Metallurgical and Materials Transactions A** v.29, p.2455-2467, 1998.

BANERJEE, S.; MUKHOPHADYAY, P. **Phase Transformations: Titanium and Zirconium Alloys**. Elsevier, 2007. 813p

BOYER^a, R. R. **Titanium and its alloys: Metallurgy, heat treatment and alloy characteristics**, **Encyclopedia of Aerospace Engineering**, Edited by R. Blockley and W. Shyy, John Wiley and Sons, Ltd, 2010.

BOYER^b, R. R. Attributes, characteristics, and applications of titanium and its alloys, **JOM** v.62, p.35-43, 2010

BOYER^c R. R.; WELSCH G.; COLLINGS E.W, “**Materials Properties Handbook: Titanium Alloys**”, ASM International, 1994. 1176p.

BOYER^d, R.R.; BRIGGS, R.D., The Use of Titanium Alloys in the Aerospace Industry. **Journal of Materials Engineering and Performance** v.14, p.681-685, 2005

CALLISTER, W.D. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**. São Paulo: Editora LTC, 2002, 260p.

CLÉMENT, N.; LENAIN, A.; JACQUES, P.J. Mechanical properties optimization via microstructural control of new metastable beta titanium alloys, **JOM** v.59, p.50-53 2007.

COLLINGS, E. W. **Fundamentals: alloy superconductors: their metallurgical, physical, and magnetic-mixed-state properties**. Springer, 1986. 808p.

COOK, H. E., On the nature of the omega transformation, **Acta Metallurgica**, v.21, p.1445-1449, 1973.

DUERIG T.W.; WILLIAMS J.C, "Overview: Microstructure and Properties of Beta Titanium Alloys", Beta Titanium alloys in the 80's: **Proceedings of the Symposium**, Atlanta, GA, United States, 1984. p. 19-67.

FERRANDINI, P.L.; CARDOSO, F.F.; SOUZA, S.A.; AFONSO, C.R.; CARAM, R. Aging response of the Ti-35Nb-7Zr-5Ta and Ti-35Nb-7Ta. **Journal of Alloys and Compounds** v.433, p.207-210, 2007.

FRAY, D. Novel methods for the production of titanium. **International Materials Reviews** v.53, p.317-325, 2008.

FROST P.D.; PARRIS W.M.; HIRSCH L.L.; DOIG J.R; SCHWARTZ C.M. Isothermal transformation of titanium-chromium alloys, **Transactions of the American Society of Metals** v.46, p.231-256, 1954.

HARPER M.L. **A Study of the Microstructural and Phase evolutions in TIMETAL 555**, 2004, Dissertação (Mestrado) - Ohio State University, Ohio

HICKMAN B.S. The Formation of Omega Phase in Titanium and Zirconium Alloys: A Review, **Journal of Material Science**, v.4, p.554-563, 1969.

HUANG, Z. W. Ordered ω phases in a 4Zr-4Nb-containing TiAl-based alloy. **Acta Materialia**, v. 56, p.1689-1700, 2008.

HUANG, J.; WANG Z.; AND ZHOU, J. Cyclic deformation response of β -annealed Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr alloy under compressive loading conditions, **Metallurgical and Materials Transactions A**, v.42, p.2868-2880, 2011.

JACKSON, M. and BOYER, R.R. **Titanium and its alloys: Processing, fabrication and mechanical performance**, Encyclopedia of Aerospace Engineering, Edited by R. Blockley and W. Shyy, John Wiley and Sons, Ltd, 2010.

JONES, N.G.; DASHWOOD, R.J.; JACKSON M. and DYE, D. β Phase decomposition in Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr, **Acta Materialia** v.57, p.3830-3839, 2009.

KOBAYASHI, S.; MATSUZAKI, A.; NAKAI, K.; OKAZAKI, Y. Decomposition processes of β phase in a Ti-15Zr-4Nb-4Ta alloy. **Materials Transactions** v.45, p.1624-1628, 2004.

LAHEURTE, P.; EBERHARDT, A.; PHILIPPE, M. J. Influence of microstructure on the pseudoelasticity of a metastable beta titanium alloy. **Materials Science and Engineering A** v.396, p.223-230, 2005.

LEYENS, C.; PETERS, M. **Titanium and Titanium alloys, Fundamentals and Applications**. DLR - German Aerospace Center - Institute of Materials Research, Wiley – VCH, Koln, 2003.

LONG, M.; RACK, H.J. Titanium alloys in total joint replacement -- a materials science perspective. **Biomaterials** v.19, p.1621-1639, 1998.

LOPES, Éder. S. N. **Correlação entre transformação de fases e comportamento mecânico de ligas Ti-Nb-Sn e sua aplicação na concepção de implantes ortopédicos com propriedades otimizadas.** 2009. 142p. Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

LÜTJERING, C.; Williams J.C., **Titanium**, Springer-Verlag, Berlin, 2003

MANTANI, Y.; TAJIMA, M. Phase transformation of quenched α' martensite by aging in Ti-Nb alloys. **Materials Science and Engineering A** v.438-440, p.315-319, 2006.

MELLO, Gisela. M. R. **Efeito de Elementos Betagênicos na Propriedade de Fases de Ligas de Titânio para Implantes Ortopédicos.** 2004. 113p. Tese (Doutorado) – Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, SP.

NAG, S. **Influence of Beta Instabilities on the Early Stages of Nucleation and Growth of Alpha in Beta Titanium Alloys.** 2008. Tese (Doutorado), Ohio State University, Ohio.

NAG, S.; BANERJEE, R.; SRINIVASAN, R.; HWANG, J.Y.; HARPER, M.; FRASER, H. L. ω -Assisted nucleation and growth of α precipitates in the Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr-0,5Fe β titanium alloy. **Acta Materialia** v.57, p.2136-2147, 2009.

PETERS, M.; KUMPFERT, J.; WARD, C.H.; LEYENS, C. Titanium alloys for aerospace applications, **Advanced Engineering Materials** v.5, p.419-427, 2003.

PRIMA, F.; VERMAUT, P.; TEXIER, G.; ANSEL, D.; GLORANT, T., Evidence of α -nanophase heterogeneous nucleation from ω particles in a β -metastable Ti-based alloy by high-resolution electron microscopy, **Scripta Materialia** v. 54, p.645-648, 2006.

RAMSTEINER, I.B.; SHCHYGLO, O.; MEZGER, M.; UDYANSKY, A.; BUGAEV, V.; SCHÖDER, S.; REICHERT, H.; DOSCH, H., Omega-like diffuse X-ray scattering in Ti-V caused by static lattice distortions, **Acta Materialia** v.56, p.1298-1305, 2008.

ROSENBERG H.W. **The Science, Technology and Application of Titanium**, Pergamon Press, Oxford, UK, 1970.

SCHWEITZER, A.P. **Metallic Materials – Physical, Mechanical and Corrosion Properties**. New York: Marcel Dekker, 702p, 2003.

TANG, X.; AHMED, T.; RACK, H.J. Phase transformations in Ti-Nb-Ta and Ti-Nb-Ta-Zr alloys. **Journal of Materials Science** v. 35, p.1805-1811, 2000.