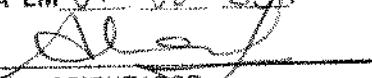


Universidade Estadual de Campinas

Faculdade de Engenharia Mecânica

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE A REDAÇÃO FINAL
DA TESE DEFENDIDA POR Luis Rogerio de
Oliveira Hein E APROVADA PELA
COMISSÃO JULGADORA EM 04 / 03 / 93.



ORIENTADOR

Dissertação de Mestrado:

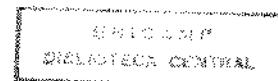
**Efeitos da Deformação a Frio
Sobre o Comportamento
Mecânico da Liga
Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al**

Luis Rogerio de Oliveira Hein

Engenheiro Mecânico

Orientado pela
Profa. Dra. Ana Maria Martinez Nazar, OR

Campinas, 4 de março de 1993



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA

Tese de Mestrado

Título da Tese: **Efeitos da deformação a frio sobre o comportamento mecânico da liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al**

Autor: **Luis Rogerio de Oliveira Hein**

Orientador: **Profa. Dra. Ana Maria Martinez Nazar**

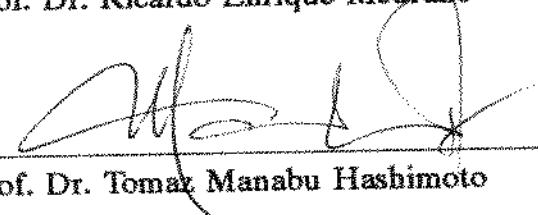
Aprovado por



Prof. Dr. Ana Maria Martinez Nazar, Presidente



Prof. Dr. Ricardo Enrique Medrano



Prof. Dr. Tomaz Manabu Hashimoto

Campinas, 4 de março de 1993

Resumo do Trabalho:

Os efeitos da pré-deformação a frio sobre o comportamento mecânico em tração da liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al são analisados em função das modificações microestruturais decorrentes da aplicação de tratamentos térmicos em amostras com diferentes níveis de estiramento uniaxial.

A importância deste trabalho vem a ser, basicamente, a obtenção de dados sobre o material em condições similares às de uso em estruturas aeronáuticas, em virtude da escassa bibliografia sobre o assunto. Por se tratar de uma liga metaestável desenvolvida para aplicações em componentes estruturais obtidos por processos de conformação plástica de superfícies (como estampagem e dobramento), torna-se necessário o amplo conhecimento sobre o equilíbrio das fases e sua relação com o desempenho mecânico.

Para tanto, foram empregadas técnicas de caracterização da microestrutura (como difração de raios-X, espectrometria de energia dispersiva, microscopia ótica e de varredura) e procedimentos de avaliação do comportamento mecânico (ensaios de dureza, microdureza e tração), visando correlacionar variáveis como distribuição e morfologia das fases em equilíbrio com propriedades como limite de escoamento, microdureza e dutilidade.

Desta forma, avaliam-se, experimentalmente, efeitos da deformação a frio sobre a cinética de formação das fases, sobre os aspectos de fratura e sobre as regiões de nucleação e crescimento de trincas, estabelecendo bases para trabalhos futuros que visem a otimização de tratamentos térmicos e o controle da microestrutura.

Abstract:

The effects of cold deformation on the mechanical behaviour under quasi-static tensile loading are studied for the Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al alloy. These effects are associated with the microstructural modifications introduced by the application of heat treatments combined with uniaxial stretching, observing the metastable equilibrium of β phase.

This work relates the data obtained in some aeronautic structural job conditions, simulated by prolonged heat treatments. In this way, microstructure characterization technics and mechanical testings were employed to identify relations between phases aspects and mechanical properties.

Moreover, the effects of cold deformation on the kinetics of phases formation, crack nucleation and growth, fracture paths and mechanical behaviour are described, establishing basis for future researchs in the fields of heat treatments optimization and microstructural control of titanium alloys.

À memória de Maria Aparecida, minha avó materna, que sempre me contava alguma estória simples para solucionar os meus problemas mais difíceis.

Agradecimentos:

A realização deste trabalho se deve, sobretudo, à cooperação e ao incentivo de inúmeras pessoas, às quais gostaria de reiterar todo o meu respeito e afeto.

Agradeço à minha orientadora, Ana Maria Martinez Nazar, pelo perfeito trabalho de orientação, por sua dedicada amizade e por ter construído um ambiente extremamente agradável, ético e produtivo para nosso grupo de pesquisa, que pretendo retribuir com empenho, dedicação e sincera amizade.

Agradeço à Sra. Rita Helena Buso Jacon pelo inestimável apoio técnico em diversas etapas deste trabalho. Rita tem sido, sobretudo, uma grande amiga, e apresento aqui minha admiração por seu trabalho e pelo seu caráter.

Ao aluno Marcos Eiji Kushima, com quem aprendi muito, por sua participação ativa no desenvolvimento dos procedimentos experimentais e sua amizade e incentivo.

Ao Sr. Laerte, Carmem, Maria José, José Luiz, Cláudia e Paulo pelo interesse, atenção e sua imprescindível colaboração.

Aos professores Sérgio Tonini Button, Rubens Caram, Itamar Ferreira e Ricardo Enrique Medrano pelo auxílio quanto ao esclarecimento de dúvidas, sugestões e empréstimo de equipamentos.

Aos colegas Manassés, Eugênio, Fernando, Joaquim, Paula, Ernandes, Wyser, Humberto, Tadeu, Ricardo, Ângelo, Marcos, Evandro, Adriana, Jaime e Joseti, pelo incentivo, por suas sugestões e por sua cooperação em diversas etapas deste trabalho.

Ao engenheiro Valdemir Soares de Campos, da EMBRAER, pelas sugestões, interesse e pelo fornecimento do material.

Ao engenheiro Luiz Fábio Santos Vieira, da EMBRAER-EDE, pelo apoio na usinagem dos corpos de prova e pelo seu particular interesse pelo trabalho.

Comportamento mecânico da liga Ti 15-3 / v

Aos funcionários das oficinas da FEG-UNESP, pelos serviços de usinagem prestados.

Ao pesquisador Carlos Ângelo Nunes e aos funcionários do Laboratório de Raios-X do CEMAR-FTI, e à técnica Helena do IQ-UNICAMP por seu apoio na realização das avaliações por difração de Raios-X.

Finalmente, agradeço aos meus pais, João Henrique e Maria do Carmo, e à minha namorada, Ana Lúcia, por sua compreensão e por seu amor, dando-me o apoio necessário para superar a ignorância da sociedade quanto à condição de pós-graduando.

Prefácio:

A complexidade das fases em ligas à base de Titânio e Metais de Transição possibilita um extenso campo de estudos nas áreas de Caracterização de Ligas Metálicas e Ensaios Mecânicos. Estes Materiais, especialmente as ligas β de Titânio, permitem, ao aluno de mestrado, o desenvolvimento do espírito crítico e investigativo essencial à sua formação. Em vista disto, a oportunidade de trabalhar com uma liga de composição química tão diversa como a Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al foi recebida com doses equilibradas de receio e empolgação.

As primeiras dificuldades foram sentidas já na pesquisa bibliográfica, onde se descobriu que a grande maioria dos trabalhos mais completos realizados sobre as ligas de Titânio foi publicada na forma de relatórios internos de instituições de pesquisa, o que se deve, provavelmente, ao amplo financiamento de estudos para o desenvolvimento deste materiais promovido pela Força Aérea Americana. Por este motivo, os três primeiros capítulos deste trabalho buscam fornecer, ao leitor, informações suficientes para iniciar sua própria pesquisa sobre estas ligas.

Na redação dos capítulos seguintes, buscou-se sempre reforçar a correlação entre a caracterização da microestrutura e o comportamento mecânico. Assim, foram substituídas, quando possível, as tabelas com resultados numéricos por gráficos e ilustrações, visando tornar mais dinâmica esta associação.

Cabe reforçar que, em virtude da impossibilidade de se utilizar equipamentos modernos e precisos (como, por exemplo, para medições de composição química por microssonda eletrônica), as análises desenvolvidas neste estudo têm, de forma geral, caráter qualitativo, baseando-se sempre na avaliação global de tendências.

Índice:

1. As Ligas de Titânio.....	01
<i>1.1. Introdução.....</i>	01
<i>1.2. Objetivos do trabalho.....</i>	02
<i>1.3. Fundamentos Teóricos.....</i>	03
<i>1.3.1. Princípio de adição de elementos de liga.....</i>	03
<i>1.3.2. Classificação das ligas de Titânio.....</i>	04
<i>1.3.2.1. Ligas α.....</i>	04
<i>1.3.2.2. Ligas near-α.....</i>	06
<i>1.3.2.3. Ligas $\alpha+\beta$.....</i>	07
<i>1.3.2.4. Ligas near-β.....</i>	08
<i>1.3.2.5. Ligas β.....</i>	09
<i>1.3.3. Classificação das Ligas de Ti quanto às suas propriedades</i>	10
<i>1.4. Fases no Equilíbrio.....</i>	10
<i>1.5. Sobre as Fases Martensíticas α''.....</i>	12
2. As Ligas β.....	18
<i>2.1. Aspectos Gerais.....</i>	18
<i>2.2. Fases Θ.....</i>	21
<i>2.3. Fase α e suas variantes.....</i>	26
<i>2.3.1. Precipitação.....</i>	26
<i>2.3.2. Microestruturas das Fases α.....</i>	27
<i>2.4. Efeito da Microestrutura no Comportamento Mecânico.....</i>	28
<i>2.5. Comportamento Mecânico das Ligas β.....</i>	32
3. A Liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al.....	37
<i>3.1. Histórico.....</i>	37
<i>3.2. Características da Liga Ti-15-3.....</i>	38
<i>3.2.1. Composição Química.....</i>	38

Comportamento mecânico da liga Ti 15-3 / iii

<i>3.2.2. Propriedades de Trabalhabilidade.</i>	41
<i>3.2.3. Comportamento Mecânico.</i>	43
<i>4. Procedimento Experimental.</i>	45
<i>4.1. Objetivos dos Experimentos.</i>	45
<i>4.2. Tratamentos Termomecânicos.</i>	46
<i>4.3. Análise Metalográfica.</i>	46
<i>4.3.1. Microscópio Ótico.</i>	46
<i>4.3.2. Microscópio de Varredura e Microssonda.</i>	48
<i>4.4. Avaliação do Material Recebido.</i>	49
<i>4.5. Análise por Difração de Raios-X.</i>	51
<i>4.6. Obtenção dos Espectros de Energia Dispersiva.</i>	51
<i>4.7. Medidas de Microdureza Vickers.</i>	52
<i>4.8. Ensaios de Dureza.</i>	54
<i>4.9. Ensaios de Tração.</i>	54
<i>5. Resultados e Discussões.</i>	56
<i>5.1. Forma de Apresentação.</i>	56
<i>5.2. Amostras na Condição Solubilizada.</i>	57
<i>5.3. Amostras Envelhecidas a 540°C por 8 horas e Resfriadas ao ar.</i>	63
<i>5.4. Amostras Envelhecidas a 540°C/8 horas e Submetidas a Temperaturas de Simulação.</i>	74
<i>5.5. Análise dos Aspectos de Fratura.</i>	88
<i>6. Conclusões.</i>	106
<i>7. Perspectivas de Futuros Trabalhos.</i>	109
<i>8. Referências Bibliográficas.</i>	111

1. As Ligas de Titânio:

1.1. Introdução:

As primeiras ligas comerciais de titânio surgiram no início da década de 50 com o objetivo de substituir as ligas de níquel e as de cobalto em equipamentos militares cujos componentes exigiam a manutenção de uma boa resistência mecânica em altas temperaturas. Seu desenvolvimento visava, por exemplo, a aplicação nos primeiros jatos, em substituição às ligas de alumínio em peças que requeriam uma alta relação entre resistência e peso a temperaturas elevadas^{1,2}.

As propriedades destas ligas logo se tornaram interessantes a outros setores da indústria, além do militar.³ Hoje, são empregadas em supercondutores, turbinas a vapor, equipamentos criogênicos, usinas nucleares, peças para aviação e em componentes de motores de combustão interna. Sua alta resistência à corrosão as tornam indicadas também para emprego na indústria química, naval, petroquímica e de papel e celulose, na fabricação de componentes para plataformas marítimas de prospecção de petróleo, em usinas de tratamento de resíduos, de desalinização, etc. Assim, sua produção mundial vem crescendo em torno de 8% ao ano, sendo que a demanda para o setor civil apresenta índices médios de crescimento de 13% ao ano desde 1960.

¹ COLLINGS, E. W. (ed.): *The Physical Metallurgy of Titanium Alloys*, pg. IX, ASM, Metals Park, 1984

² American Society for Metals: *Metals Handbook*, vol. 2: *Properties and Selection - Non-Ferrous Metals and Pure Alloys*, ASM, Metals Park, 8ª edição, 1979, págs. 1147-1156

³ GILBERT, J.R.B.: *The Uses of Titanium, Materials Science and Technology*, vol. 1, nº 4, 1985, págs. 257-262

1.2. Objetivos do trabalho:

As ligas de Titânio são extremamente complexas em função de uma série de fatores que afetam sua microestrutura e, consequentemente, seu comportamento mecânico, como será apresentado a seguir.

As ligas de Titânio do tipo β , especialmente, apresentam elevada dutilidade e resistência mecânica, sendo indicadas para a fabricação de componentes estruturais por processos de conformação plástica. Dentre estas, a liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al (ou Ti 15-3) se destaca em aplicações envolvendo processos de conformação de superfícies, tendo sido desenvolvida recentemente para reduzir custos de produção de estruturas aeronáuticas.

Como os processos de conformação de chapas finas empregados pela indústria aeronáutica são realizados, normalmente, a frio, os efeitos da deformação a frio sobre o comportamento mecânico do material serão analisados neste trabalho, em virtude da ausência de informações no meio tecnológico sobre este assunto.

Desta forma, os objetivos deste estudo serão analisar:

1.- Mudanças microestruturais por efeito da pré-deformação e dos tratamentos térmicos.

2.- Estabilidade microestrutural nas temperaturas de serviço.

3.- Correlação da microestrutura com o comportamento mecânico.

4.- Informações contidas nas superfícies de fratura, em corpos de prova rompidos por tração.

1.3. Fundamentos Teóricos:

1.3.1. Ligas de Titânio:

O Titânio puro apresenta-se com estrutura cristalina hexagonal compacta (hcp) à temperatura ambiente. Sofre transformação alotrópica a 882,5°C, passando ao arranjo cristalino cúbico de corpo centrado (ccc)⁴. A fase hcp é denominada fase α e a fase ccc é conhecida por fase β .

Metais simples dos grupos IIIA e IVA (como Al, Ga e Sn) e elementos intersticiais ou não-metais (como B, C, O e N) adicionados ao Titânio puro aumentam a temperatura de transformação alotrópica e são conhecidos como estabilizadores da fase α (ou elementos alfabênicos). Já a adição de metais de transição (MT) do grupo V (como V, Nb e Ta) reduz esta temperatura, estabilizando a fase β . Os elementos do grupo V, por sua vez, são denominados estabilizadores da fase β (ou elementos betabênicos). As figuras 1.1 a e b mostram os efeitos da adição de elementos de liga na matriz de titânio.

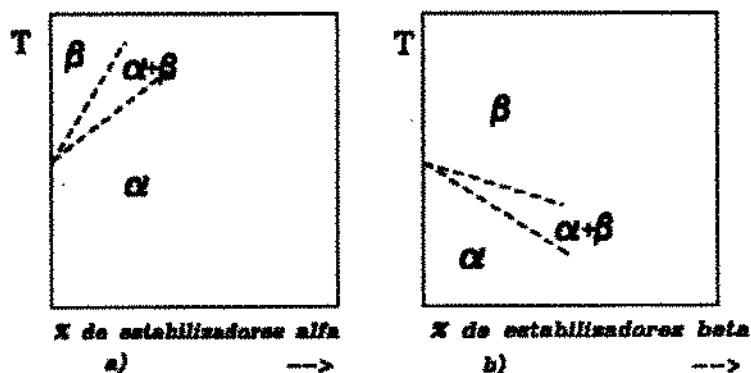


Fig. 1.1- Efeito da adição de elementos de liga no Ti puro:
a) estabilizadores α b) estabilizadores β

⁴ Brick, Pense e Gordon: Structure and Properties of Engineering Materials, cap.10, McGraw-Hill Book Co., 4^a edição, 1977

E, basicamente, na manutenção de uma ou outra fase em equilíbrio termodinâmico que se baseia a adição de elementos de liga. Através de tratamentos térmicos ou termomecânicos pode-se obter grandes variações microestruturais e, consequentemente, alterar significativamente suas propriedades.

1.3.2. Classificação das ligas de Titânio:

Uma classificação muito ampla das ligas de Ti ^{5,6} é feita com referência às linhas de transformação martensítica inicial (M_I) e final (M_F), que são, geralmente, muito próximas ou quase coincidentes. Assim, de acordo com a figura 1.2, as ligas podem ser divididas em cinco classes, sempre relacionadas com a retenção de β à temperatura ambiente, que é função da posição da(s) linha(s) M_I/M_F , a saber:

- α
- $near-\alpha$
- $\alpha+\beta$
- $near-\beta$
- β

1.3.2.1. Ligas α :

As ligas α são aquelas em que qualquer retenção de β à temperatura ambiente, até mesmo na forma metaestável, não é possível. A presença de elementos intersticiais e/ou de metais simples, ou estabilizadores α , como solutos na matriz de Ti eleva as linhas de transformação $\alpha/\alpha+\beta$ e $\alpha+\beta/\beta$, fazendo com que, mesmo que a liga seja resfriada do campo $\alpha+\beta$, a porção de β verificada esteja sempre à esquerda da linha M_I/M_F à temperatura ambiente

⁵ Flower, H. M.: Microstructural development in relation to hot working of Titanium alloys, *Materials Science and Technology*, vol. 6, nº 11, 1990, págs. 1082-1092

⁶ *id. ibid* ref. 1, pág. 4

sendo, então, termodinamicamente instável, transformando-se em a.

Quanto ao aspecto microscópico, suas microestruturas apresentam grãos equiaxiais de α , quando resfriadas do campo α , ou grãos muito grandes de α (β -transformado), se resfriadas do campo β . Assim, a morfologia microestrutural destas ligas depende da composição, da temperatura de tratamento e da taxa de resfriamento.

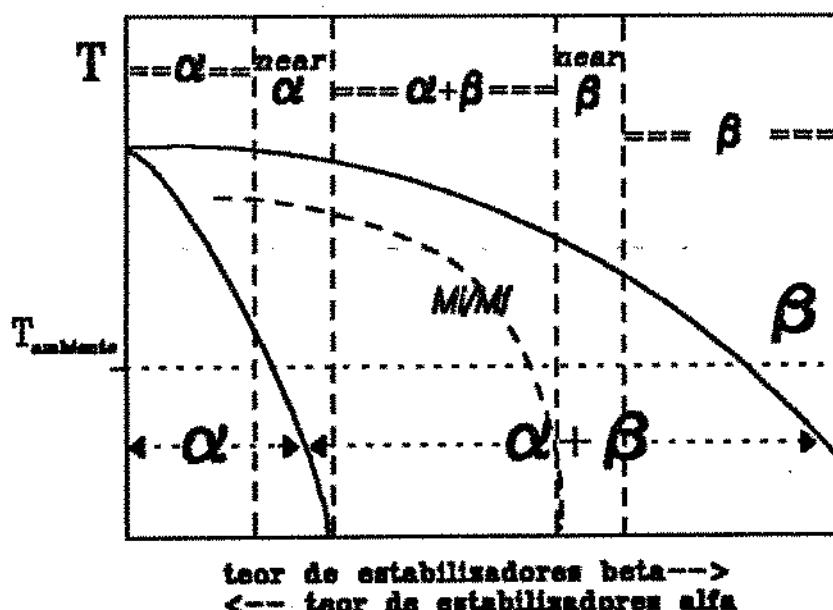


Fig. 1.2- Seção esquemática aproximadamente vertical para ligas ternárias de Titânio contendo estabilizadores α e β (ref. 5).

Como propriedades, estas ligas se caracterizam por apresentarem boa resistência mecânica, tenacidade, resistência à fluência e soldabilidade sendo, porém, de baixa conformabilidade. Por terem estrutura hcp, não apresentam transição dútil-frágil, sendo apropriadas para aplicações criogênicas. Por não apresentarem transformação martensítica, não são tratáveis termicamente. Assim, suas propriedades mecânicas só podem ser alteradas pela adição de estabilizadores α, que causam endurecimento por solução sólida.

A liga Ti-5Al-2,5Sn é um exemplo desta classe de ligas. É empregada em aplicações criogênicas e na indústria química.

1.3.2.2. Ligas *near- α* :

As ligas *near- α* (ou *lean- α* , ou *super- α*) também contêm elementos estabilizadores da fase α , mas apresentam pequenos teores de elementos estabilizadores de β (metais de transição), que aumentam o campo $\alpha+\beta$ e permitem que uma pequena quantidade de β possa ser retida à temperatura ambiente em equilíbrio metaestável. Em função desta composição, pode ocorrer a transformação martensítica de β em α' (que é uma fase martensítica de estrutura hcp) dentro de uma faixa muito estreita, obtida com altas taxas de resfriamento a partir do campo $\alpha+\beta$.

A morfologia de suas estruturas depende também da taxa de resfriamento, composição e temperatura de recozimento. Para ligas resfriadas da região β (aproximadamente 1100°C) em óleo, ou mesmo em condições pouco menos severas, um pequeno volume de β metaestável fica retido nos contornos dos grãos de α . Em ligas tratadas no campo $\alpha+\beta$, verifica-se um volume ainda menor de β e, no caso de ocorrer transformação martensítica, pode-se observar a presença de α' nos contornos de α .

Quanto às propriedades mecânicas, apresentam comportamento ligeiramente superior ao das ligas α , com destaque para a resistência à fluência e para a sua soldabilidade, particularmente quando contêm teores de Silício. São indicadas para componentes empregados em temperaturas muito elevadas (acima de 600°C).

As ligas *near- α* mais modernas, como as ligas Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo/Si (Ti-6242), Ti-5.5Al-3.5Zr-3Sn-1Nb-0.25Mo-0.3Si (IMI 829) e Ti-5.5Al-4Sn-3.5Zr-0.8Nb-0.5Mo-0.3Si-0.06C (IMI 834), apresentam razoável forjabilidade⁷ e têm sido adotadas na

⁷ Froes, F. H.: Titanium Products and Applications, *Journal of Metals*, vol. 39, nº 3, 1987, págs. 12-14

produção de componentes para motores aeronáuticos e automotivos s.

1.3.2.3. Ligas $\alpha+\beta$:

A composição das ligas $\alpha+\beta$ visa ampliar significativamente o campo de estabilidade da fase $\alpha+\beta$, trazendo-o até a temperatura ambiente. Para isto, possuem estabilizadores das fases α e β em teores apropriados.

Com relação às linhas M_1 e M_r (isto é, fora do equilíbrio), verifica-se na figura 1.2 que a faixa de composição de β para a qual há a retenção de β e de estruturas martensíticas α^m (α' e α'') é muito pequena. No resfriamento rápido a fase β pode ser transformada completamente em martensita ou ficar retida na forma metaestável. A fase metaestável pode conter o precipitado Θ , que se forma atermicamente durante o resfriamento.

A estabilidade de α e β à temperatura ambiente, para uma mesma composição química, permite obter uma variedade muito grande de microestruturas através de tratamentos térmicos.

Com relação às suas propriedades, as ligas $\alpha+\beta$ são as mais versáteis dentre as ligas de titânio, por combinarem propriedades das fases α e β e serem tratáveis termicamente. Possuem boa resistência mecânica em qualquer faixa de temperatura acima da ambiente, boas condições de conformabilidade e usinabilidade, razoável soldabilidade, ótima relação resistência/peso, além da boa resistência à corrosão.

A liga Ti-6Al-4V (IMI 318), que é a mais empregada dentre as ligas de Titânio, pertence a esta classe. É utilizada nas mais diversas áreas da engenharia, desde estruturas aeronáuticas até próteses ortopédicas.

^a Allison, J.E., Sherman, A. M. e Bapna, M. R.: Titanium in Engine Valve Systems, *Journal of Metals*, vol. 39, nº 3, 1987, págs. 15-18

1.3.2.4. Ligas *near-β*:

Também chamadas *lean-β*, são ligas com elementos estabilizadores da fase β (isto é, metais de transição) em quantidade suficiente para que as linhas de transformação martensítica passem abaixo da temperatura ambiente e para que a linha $\beta/\alpha+\beta$ *transus* fique bem abaixo da temperatura de transformação alotrópica do titânio puro. Estas ligas podem, ainda, apresentar baixos teores de solutos estabilizadores α. A cinética de nucleação e crescimento da fase estável α é muito baixa, permitindo a manutenção da fase β metaestável à temperatura ambiente mesmo sem resfriamento rápido.

Em casos de deformação induzida, a temperatura de início de transformação martensítica por deformação (M_a) ocorre acima da temperatura ambiente, possibilitando o crescimento de estrutura martensítica por trabalho mecânico à temperatura ambiente.

As ligas *near-β* são tratáveis termicamente por envelhecimento dentro do campo $\alpha+\beta$, podendo haver a formação da fase α metaestável e eliminação de martensitas obtidas por deformação. Podem ser temperadas ou, simplesmente, apresentar uma mistura estável de α e β, com α precipitando-se nos contornos de grão de β.

É nesta classe de ligas que se verificam os maiores níveis de resistência mecânica. Estas ligas têm boa conformabilidade, mas baixa soldabilidade. São frágeis em temperaturas criogênicas e também não são indicadas para uso acima de 350°C, pois a fase β não lhes permite uma alta resistência à fluência.

Nesta classe, destaca-se a liga Ti-10V-2Fe-3Al (Ti-10-2-3) pela sua boa forjabilidade, apresentando, ainda, ótima relação resistência/peso em comparação às ligas comerciais de Titânio. É utilizada na fabricação de componentes estruturais forjados do Boeing 757 e 737-300. Devido à sua limitada

estabilidade térmica, determinada pela rápida difusividade do Ferro e do Vanádio no Titânio, é restrita a aplicações que envolvam temperaturas de exposição inferiores à 200°C ⁹.

1.3.2.5. Ligas β :

A princípio, são ligas com concentrações muito altas de solutos estabilizadores da fase β , apresentando somente esta fase em equilíbrio termodinâmico à temperatura ambiente ou, ainda, com cinética de nucleação e crescimento de α tão baixa que não há a ocorrência de α ou $\alpha+\beta$, predominando a fase β metaestável após os tratamentos térmicos convencionais. Na prática, nas ligas β comerciais, há sempre algum grau de precipitação de α durante o envelhecimento.

São ligas para trabalho a frio, com alta conformabilidade. Apresentam boa resistência mecânica (superior às ligas α), principalmente até 350°C, mas não são indicadas para aplicações em baixa temperatura por apresentarem transição dútil-frágil, como outros metais de estrutura cúbica de corpo centrado.

A primeira liga β a ser comercializada foi a Ti-13V-11Cr-3Al, desenvolvida em 1952 com o objetivo de combinar propriedades como alta relação resistência/peso e conformabilidade, tendo sido empregada no avião de reconhecimento Lockheed SR-71 *Blackbird*. Mais recentemente, as ligas Ti-3Al-8V-6Cr-4Zr-4Mo (Beta-C), empregada na fabricação de molas e barras de torção, e Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al (Ti 15-3 ou Ti-15-3-3-3), desenvolvida para otimizar os processos de conformação de chapas, vêm substituindo esta e outras ligas β e $\alpha+\beta$ mais antigas ¹⁰.

⁹ Savrun, C. E. e Polonis, D. H.: Precipitation and Reversion Processes in a β -Ti Alloy, *Materials Science and Engineering*, A119, 1989, págs. 135-144

¹⁰ Froes, F. H. e Bomberger, H. B.: The Beta Titanium Alloys, *Journal of Metals*, vol. 37, nº 7, 1985, págs. 28-37

1.3.3. Classificação das ligas de Ti quanto às suas propriedades:

As ligas de Titânio são também descritas na literatura, de forma mais geral, através de duas classes principais quanto às suas propriedades¹¹, que são:

- Ligas resistentes à corrosão
- Ligas estruturais

Na classe das ligas resistentes à corrosão encontram-se, basicamente, o Titânio comercialmente puro e as ligas α, que são empregadas em ambientes quimicamente agressivos e/ou de elevada temperatura. Por apresentarem somente a fase α em equilíbrio, estas ligas têm, ainda, boa soldabilidade e fácil adaptação aos processos de fabricação, como usinagem e fundição.

Já as ligas estruturais são aquelas em que o comportamento mecânico pode ser otimizado com a presença da fase β metaestável, que ocorre nas ligas *near-α*, *α+β*, *near-β* e β.

De maneira aproximada, as ligas resistentes à corrosão representam 25% das ligas de Titânio vendidas pelos fabricantes norte-americanos, sendo o restante representado pelas ligas estruturais. A liga Ti-6Al-4V é responsável por 60% da demanda total destes fabricantes.

1.4. Fases no Equilíbrio:

A finalidade deste item é esclarecer alguns termos e notações empregados na literatura. A grande variação na forma dos diagramas de equilíbrio de fases em função da influência dos elementos dissolvidos na matriz de Ti causa uma certa confusão no estudo dessas ligas, de tal forma que, em muitos casos, a compreensão errônea de conceitos pode levar a conclusões

¹¹ KAHLES, J. F. et alii: Machining of Titanium Alloys, *Journal of Metals*, vol. 37, nº 4, 1985, págs. 27-35

imprecisas sobre os mecanismos de transformação e sobre a distribuição e morfologia das fases.

O estudo de MOLCHANOV¹² fornece uma classificação bastante coerente dos diagramas de fase de sistemas binários de Titânio. Em seu trabalho, apresenta duas classes principais de diagramas binários (ver figura 1.3):

- α -estabilizados: diagramas com estabilização completa da fase α à temperatura ambiente;
- β -estabilizados: diagramas com β estável ou metaestável à temperatura ambiente e estabilidade limitada de α .

Os diagramas α -estabilizados são subdivididos em:

a) peritéticos simples - onde há a transformação peritética $L+\alpha \rightarrow \beta$, com solubilidade sólida contínua de α . Estes sistemas são chamados α -isomorfos.

b) β -peritetóide - sistemas que se caracterizam pela transformação peritetóide $\beta+\gamma \rightarrow \alpha$, sendo γ um composto intermetálico formado com o soluto. Há miscibilidade parcial entre as fases α e β .

Os diagramas β -estabilizados, por sua vez, subdividem-se em:

a) β -isomorfos - onde ocorre a transformação simples de β em α , através da região $\alpha+\beta$, sendo β total ou parcialmente miscível em α , com solubilidade sólida contínua de β . Os elementos betagênicos isomorfos (como V, Nb e Mo) ocupam a rede cristalina do titânio por solução sólida substitucional.

b) β -eutetóide - onde ocorre a decomposição eutetóide da fase β , com miscibilidade parcial das fases α e β , sendo que a fase β é parcialmente solúvel em α , podendo se decompor em α mais

¹² id. ibid ref. 1, págs. 42-43

algum outro composto, dependendo do soluto. Os solutos betagênicos deste tipo formam, de maneira geral, compostos intermetálicos com o titânio (como é o caso do cromo, que forma o composto $TiCr_2$).

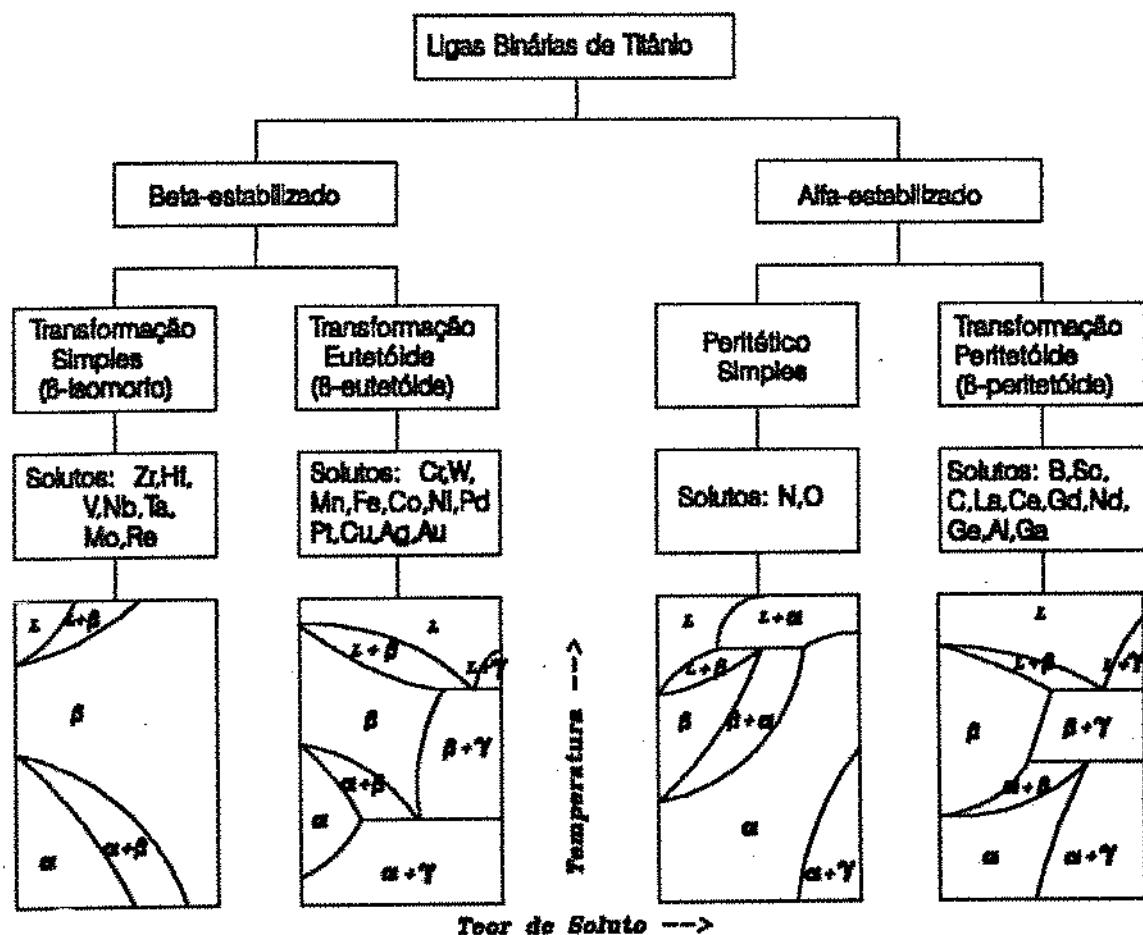


Fig. 1.3 - Classificação dos diagramas de fase de ligas binárias de Titânio (ref. 12)

1.5. Sobre as Fases Martensíticas α'' :

Enquanto que se verifica a transformação polimórfica da estrutura ccc da fase β para a estrutura hcp de α no Titânio puro, durante o seu resfriamento a partir de temperaturas superiores à temperatura de transformação alotrópica $\beta \rightarrow \alpha$, a

presença de elementos de liga modifica este equilíbrio entre os campos α e β , implicando no aparecimento do campo $\alpha+\beta$ e da temperatura da transformação martensítica $\beta \rightarrow \alpha^m$, como já foi visto.

Esta temperatura de transformação martensítica, denominada M_i neste trabalho, é dependente da composição da liga. Nas ligas α -estabilizadas, M_i ocorre abaixo da linha *transus* ($\alpha+\beta$)/ α ; já nas ligas β -estabilizadas aparece dentro do campo $\alpha+\beta$. A presença de elementos betagênicos influí, ainda, na relação entre M_i e a taxa de resfriamento crítica (r_c), sendo que, para uma dada temperatura de transformação martensítica, r_c diminui com o aumento do teor de soluto.

Embora seja verificado o caráter atérmico na transformação martensítica do Ti puro, com a adição de solutos o mecanismo deste processo torna-se muito mais complexo. A modificação dos parâmetros de elasticidade da rede, causada pela presença de átomos de soluto, inibe a maclação e, com isto, altera as condições propícias para a transformação atérmica (isto é, martensítica), o que é denominado como *efeito de longo alcance* da introdução de átomos de soluto. Além disso, há uma maior dificuldade na movimentação dos planos atômicos (fenômeno denominado *efeito de curto alcance*), implicando em menores distâncias interatômicas e na redução da velocidade de transformação, o que favorece os mecanismos de nucleação e crescimento na competição com o processo martensítico.

No caso das ligas Ti-MT (Metais de Transição)¹³ verifica-se que o processo de transformação é controlado pelo teor de soluto, que inibe a velocidade de transformação, favorecendo a difusão na competição com o mecanismo de cisalhamento atérmico na formação de martensita. Assim, o teor de elementos betagênicos influí na morfologia das fases martensíticas.

¹³ *Id. ibid* ref. 1, págs. 85-91

Para baixas concentrações de soluto observa-se uma fase martensítica com considerável coerência estrutural em larga escala, denominada *martensita macia ou grosseira*, que consiste em grandes regiões irregulares subdivididas em finas plaquetas paralelas com a ausência da fase β retida no seu interior. A figura 1.4 mostra um exemplo desta formação em uma amostra no sistema Ti-Cu.



Fig. 1.4 - Exemplo de martensita macia em amostra da liga Ti-1,78Cu resfriada rapidamente a partir de 900°C (ref. 13):

- a) largas colônias vistas por microscópio ótico
- b) plaquetas no interior das colônias observadas em microscópio eletrônico

Com o aumento do teor de soluto diminui a coerência entre as plaquetas, que se apresentam de maneira muito desordenada ao microscópio, formando o arranjo denominado *martensita acicular* (ver figura 1.5). Aumentando ainda mais o

teor de estabilizadores β , a transformação completa da fase β em martensita α'' é dificultada, e a fase β mantém-se de forma metaestável entre as plaquetas de martensita acicular.



Fig. 1.5 – Formação de martensita acicular na liga Ti-12V resfriada rapidamente a partir de 900°C (ref.13):
a) vista em microscópio ótico
b) vista em microscópio eletrônico mostrando plaquetas de forma lenticular

Com mais soluto, como no caso das ligas *near- α* e $\alpha+\beta$, verifica-se a formação de estruturas de Widmanstätten, que consistem em grupos de agulhas da fase α com os eixos principais alinhados aos planos {110} da matriz β retida (ver figura 1.6). A formação da estrutura de Windmanstätten é um sinal da ocorrência de processos de difusão, por haver a nucleação e crescimento da fase α .

A estrutura cristalina das fases martensíticas α'' também é função do teor de elementos betagênicos. Para o Ti puro ou para ligas com baixa concentração destes solutos observa-se a formação de uma fase martensítica hexagonal compacta após o resfriamento rápido que é denominada α' . No caso de ligas com

maior quantidade de estabilizadores β , tem-se a presença de uma fase martensítica com arranjo ortorrômbico, chamada α'' . Uma exceção a esta afirmação ¹⁴ é verificada no sistema Ti-V, onde não se observa a fase α'' , a menos que haja a adição ternária de Al na liga estabilizando a fase ortorrômbica para uma ampla faixa de composição.

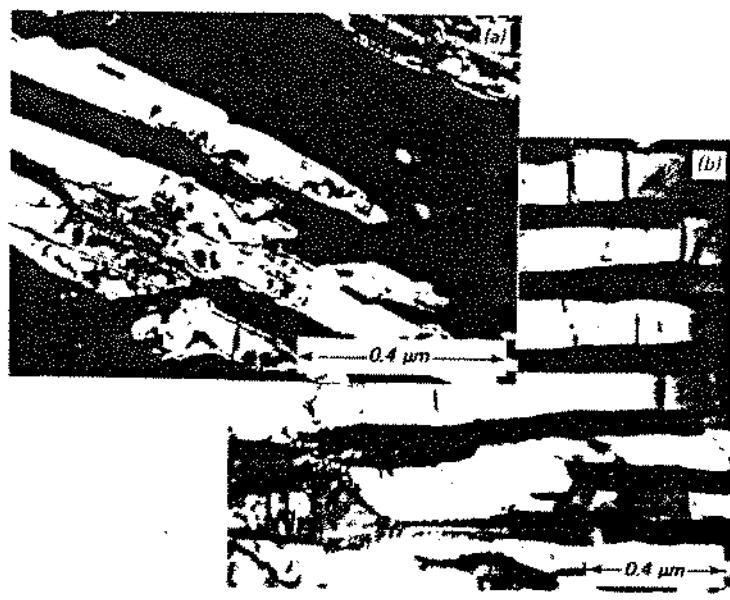


Fig. 1.6 - Exemplo de fase Widmanstätten α (ref. 13):

- a) indefinição da estrutura interna das plaquetas
- b) plaquetas α separadas pela matriz β

Teores muito elevados de elementos betagênicos, obviamente, implicam em uma estrutura completamente formada pela fase β . Segundo DAVIS, FLOWER e WEST ¹⁵, no caso do sistema Ti-Mo verifica-se a formação da fase α' para teores até 4% de

¹⁴ Williams, J. C.: Critical Review - Kinetics And Phase Transformations, publicado em Jaffe, R. I. e Burte, H. M. (eds.) - *Titanium Science and Technology*, vol.3, TMS-AIME, 1973, págs. 1433-1494

¹⁵ Davis, R., Flower, H. M. e West, D. R. F.: Martensitic Transformations in Ti-Mo Alloys, *Journal of Materials Science*, vol. 14, 1979, págs. 712-722

Molibdênio, com a precipitação de α'' ocorrendo entre 4 e 10% deste soluto no peso total; acima de 10% verifica-se apenas a fase β metaestável após o resfriamento rápido. Estes autores propõem que a decomposição da fase β no resfriamento rápido ocorra através da competição entre mecanismos de difusão e cisalhamento, sendo que o último predomina sobre o primeiro à medida que se amplia o teor de soluto. Entretanto, para ligas com mais de 4% de Mo, observa-se uma reação de decomposição que atua na formação da martensita ortorrômbica α'' e provoca um maior endurecimento da liga para menores tempos de envelhecimento.¹⁶ Para ligas contendo entre 6 e 8% de Mo em peso verifica-se que a estrutura formada após o resfriamento rápido não apresenta a fase β , constituindo-se basicamente em uma estrutura martensítica de aspecto acicular.

Este mecanismo de decomposição vem a ser um fenômeno associado à instabilidade na flutuação da composição verificada durante o resfriamento rápido¹⁷. A decomposição de α'' produz duas variantes ortorrômbicas desta fase, sendo uma rica e outra pobre em soluto.

A rápida resposta ao envelhecimento pode, então, ser explicada pela decomposição da martensita α'' através da equação dada a seguir:



Assim, a fase β é precipitada a partir da variante enriquecida de soluto, enquanto que a forma empobrecida de α'' se apresenta como sítio para a precipitação de α , no envelhecimento posterior.

¹⁶ Davis, R.; Flower, H. M. e West, D. R. F.: The Decomposition of Ti-Mo Alloy Martensites by Nucleation and Growth and Spinodal Mechanisms, *Acta Metallurgica*, vol. 27, 1979, págs. 1041-1052

¹⁷ Suzuki, T. e Wuttig, M.: Analogy Between Spinodal Decomposition and Martensitic Transformation, *Acta Metallurgica*, vol. 23, 1975, págs. 1069-1076

2. As Ligas β :

2.1. Aspectos Gerais:

As ligas β foram desenvolvidas como uma alternativa às ligas $\alpha+\beta$, apresentando maior facilidade de conformação e um maior potencial de endurecibilidade. Sua resistência mecânica, para temperaturas entre a ambiente e 350°C, também é mais elevada graças à distribuição de fases obtida por tratamentos térmicos.

Na condição recozida, as ligas β apresentam uma alta dutilidade devida à estrutura cúbica de corpo centrado da fase β , retida facilmente à temperatura ambiente neste caso, garantindo bons resultados mesmo em processos de conformação a frio.

Em condições de equilíbrio, ligas de Ti com elementos estabilizadores β -isomorfos apresentam, em seu diagrama de fases, a decomposição da fase metaestável β na fase α isomorfa. Já com a presença de estabilizadores do tipo β -eutetóide verifica-se, nas mesmas condições, a decomposição de β numa mistura eutetóide entre a fase α e um composto intermetálico. Então, a quantidade e o tipo de estabilizadores β modificam a forma e a posição das curvas de transformação em equilíbrio, alterando a distribuição e a morfologia das fases e, consequentemente, o comportamento mecânico da liga e sua resposta aos tratamentos térmicos. As figuras 2.1 a e b exemplificam estas afirmações.

As quantidades de elementos de liga que devem ser adicionadas para reter a fase β à temperatura ambiente dependem do elemento betagênico adicionado. Para altos teores de estabilizadores β , a fase β metaestável chega a ser obtida até mesmo com resfriamento ao ar. A tabela 2.1¹⁸ apresenta os teores mínimos de estabilizadores β para retenção total da fase β à temperatura ambiente em ligas binárias Ti-MT.

¹⁸ id. ibid ref. 10, págs. 28-37

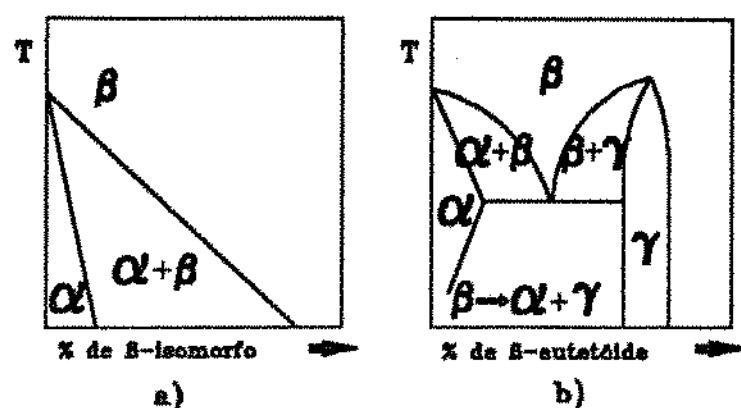


Fig. 2.1 - Diagramas de fases ilustrativos das classes de elementos betagênicos: a) β -isomorfo
b) β -eutetôide [Ref. 13]

TABELA 2.1 - Teores mínimos de estabilizadores β para 100% de retenção da fase β em ligas binárias Ti-MT

Elemento estabilizador β	Tipo de Diagrama de Fases	Teor mínimo para 100% de β
Mo	β -isomorfo	10,0
V	β -isomorfo	15,0
Nb	β -isomorfo	36,0
Ta	β -isomorfo	45,0
Mn	β -eutetóide	6,5
Fe	β -eutetóide	3,5
Cr	β -eutetóide	6,3
Co	β -eutetóide	7,0
W	β -eutetóide	22,5
Ni	β -eutetóide	9,0

Fora do equilíbrio, isto é, para taxas de resfriamento mais elevadas, a microestrutura final depende da composição química da liga e da história do processamento termomecânico posterior.

A figura 2.2 sintetiza as informações contidas em curvas TTT para diferentes composições e ilustra a influência do teor de estabilizadores β e da taxa de resfriamento na formação de fases metaestáveis nas ligas de titânio. Para as ligas β , as fases metaestáveis possíveis são, então: a matriz β , a fase α com suas variantes e a fase ω atêrmica ou isotérmica, também com suas respectivas variantes.

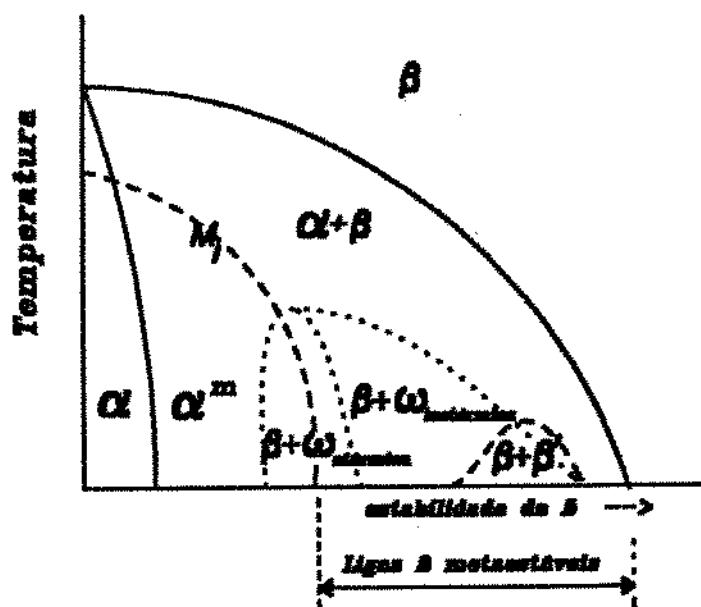


Fig. 2.2 - Diagrama de Fases esquemático, baseado em curvas TTT, indicando a faixa e composição das ligas β e as várias fases que podem ocorrer. Para estabilizadores β -eutetôides, há a precipitação de compostos. [Ref. 13]

2.2. A Fase ω :

A fase ω é resultado do resfriamento rápido, sendo um precipitado de estrutura hexagonal ou trigonal, e ocorre por vibração na rede cristalina cúbica de corpo centrado da fase β . Essa vibração na rede cristalina é causada pela instabilidade da fase β , decorrente do processo de resfriamento.

O princípio do mecanismo de transformação $\beta \rightarrow \omega$, segundo DE FONTAINE¹⁹, consiste em que a instabilidade da fase β excita determinados modos de vibração na rede ccc, que favorecem a formação de um arranjo de simetria hexagonal. Assim, essa transformação parcial da fase β numa fase metaestável ω se dá predominantemente sem difusão.

DE FONTAINE faz ainda uma analogia entre a tendência de transformação alotrópica da estrutura ccc de metais puros em hcp (como ocorre com alguns metais de transição) e a tendência de transformação $\beta \rightarrow \omega$, uma vez que o modo mais provável de instabilidade de uma estrutura ccc seria precisamente aquele necessário para o aparecimento de uma estrutura hexagonal (a fase ω).

Pela figura 2.2, observa-se que a fase ω atérmica ocorre numa faixa de composição betagênica muito estreita, justamente onde a inclinação da linha de transformação martensítica é mais acentuada, onde a relação e/a (parâmetro de concentração eletrônica) equivale, em média, a 4,13 elétrons/átomo (figura 2.3). Entretanto, estudos baseados em diagramas de energia livre realizados por GULLBERG, TAGGART e POLONIS²⁰ afirmam ser possível a nucleação da fase ω atérmica em

¹⁹ De Fontaine, D.: Mechanical Instabilities in the B.C.C. Lattice and the Beta to Omega Phase Transformation, *Acta Metallurgica*, vol. 18, nº 2, 1970, págs. 275-279

²⁰ Gullberg, R. B.; Taggart, R. e Polonis, D.H.: On the Decomposition of the Beta Phase in Titanium Alloys, *Journal of Materials Science*, vol. 6, 1971, págs. 384-389

ligas com concentrações de solutos betagênicos inferiores ao teor apontado para o equilíbrio metaestável.

A relação e/a é uma medida da composição química dada por²¹:

$$\frac{e}{a} = 4 + \Delta NG \cdot \frac{c}{100} \quad (2.1)$$

Onde: - NG é o número do grupo na tabela periódica,

- ΔNG é a diferença entre $NG_{sóluto}$ e

$NG_{metaestável}$ (no caso, $NG_{metaestável} = 4$),

- c é a concentração atômica do soluto, em %, a 400°C ,

- e refere-se ao número de elétrons e,

- a é o número de átomos.

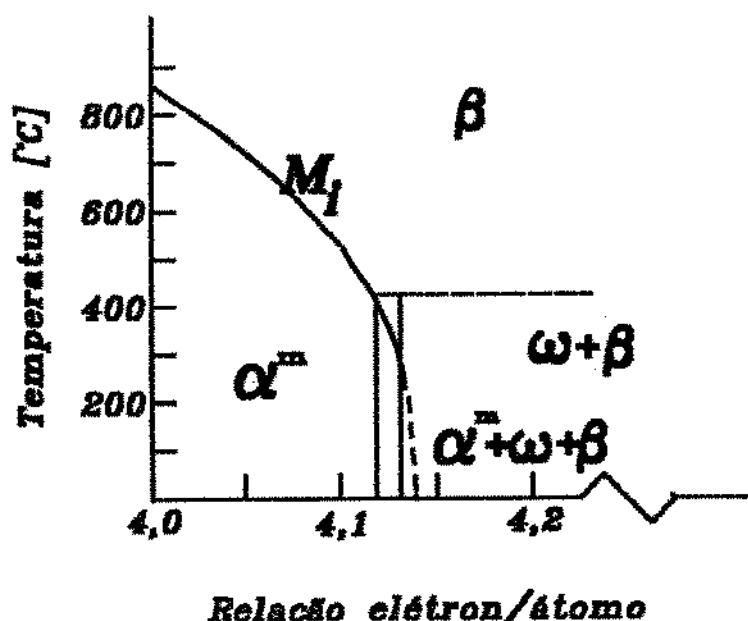


Fig. 2.3 - Formação da fase ω atérnica [ref. 13]

²¹ Id. ibid. ref. 1, pág. 187

A transformação da fase β em ω atérmica dá-se praticamente sem difusão atômica, sendo este um processo completamente reversível e caracterizado por uma pequena histerese de temperatura ²² (ou seja, onde as estruturas são função aproximada da temperatura, independentemente do resfriamento ou do aquecimento do material). O emprego da denominação *atérmica* representa o mecanismo de instabilidade estrutural na rede cristalina cuja ativação é dependente da temperatura ²³.

A fase ω atérmica possui, então, a mesma composição química da fase β anterior. Entretanto, haverá necessariamente a coexistência das fases ω e β após a transformação $\beta \rightarrow \omega$, pois esta situação apresenta menor energia livre que a presença isolada de uma ou outra fase em equilíbrio metaestável ²⁴. Assim, a fase ω atérmica é coerente com β e é dispersa homogeneamente em longo alcance na matriz ccc.

Conforme a figura 2.3, para uma extensa faixa de composições à direita da zona de formação de ω atérmica, ocorre a formação de um precipitado hexagonal, durante o envelhecimento a temperaturas entre 350°C e 400°C, como produto da decomposição da fase β , denominado ω isotérmico devido ao fato de ocorrer sob temperatura constante.

A presença da fase ω atérmica pode ser relacionada a picos nos valores dos modos de elasticidade longitudinal (E) e transversal (G), como mostra o diagrama da figura 2.4. Já a fase ω isotérmica pode provocar o escoamento descontínuo (*serrated*

²² De Fontaine, D.; Paton, N. E. e Williams, J. C.: The Omega Phase Transformation in Titanium Alloys as an Example of Displacement Controlled Reactions, *Acta Metallurgica*, vol. 19, nº 11, 1971, págs. 1153-1162

²³ Cook, H. E.: On The Nature Of The Omega Transformation, *Acta Metallurgica*, vol. 21, nº 10, 1973, págs. 1445-1449

²⁴ Cook, H. E.: A Theory Of The Omega Transformation, *Acta Metallurgica*, vol. 22, nº 2, 1974, págs. 239-247

yielding), observado em ensaios de tração. O escoamento descontínuo, entretanto, não caracteriza a presença da fase ϵ isotérmica, uma vez que também pode ser causado por envelhecimento dinâmico^{25,26,27}.

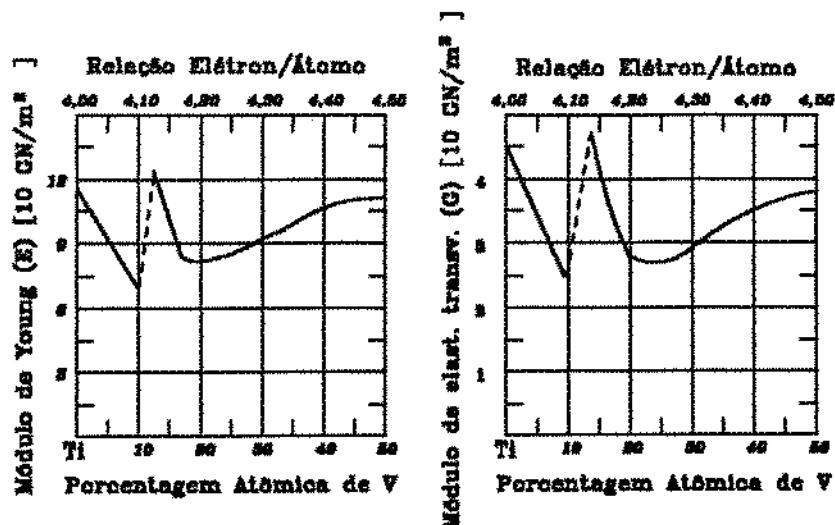


Fig. 2.4 - Variação dos módulos de elasticidade longitudinal (E) e transversal (G) em função da composição de ligas Ti-V resfriadas rapidamente²⁸

²⁵ Monteiro, S. n. e Reed-Hill, R. E.: Efeito do Envelhecimento Dinâmico Sobre o Encruamento do Titânio, *Metalurgia*, ABM, vol. 30, nº 199, 1974, págs. 415-422

²⁶ Garde, A. M.; Santhanam, A. T. e Reed-Hill, R. E.: The Significance of Dynamic Strain Aging in Titanium, *Acta Metallurgica*, vol. 20, nº 2, 1972, págs. 215-220

²⁷ Reed-Hill, R. E.: Princípios de Metalurgia Física, Ed. Guanabara Dois, 2ª edição, 1982

²⁸ Fedotov, S. G.: Peculiarities of Changes in Elastic Properties of Titanium Martensite, em *Titanium Science and Technology (Proc. Second Int. Conf. on Titanium, Boston)*, editado por R. I. Jaffe e H. M. Burte, Plenum Press, 1973, vol. 2, págs. 871-881

A fase ω também pode ser induzida por deformação nas ligas β metaestáveis. Neste caso, a fase ω é tida como uma estrutura intermediária na transformação induzida por deformação de β na martensita α' . Em sistemas Ti-V ²⁹, observa-se apenas uma variante de ω com estrutura hcp, acompanhada de uma pequena fração de α' , verificada em bandas de deslizamento. Ligas com 15% de Vanádio em peso, deformadas a frio por tração, apresentaram esta fase intermediária.

A precipitação destas fases induzidas por tensões inibe o deslizamento cruzado, o que reduz a conformabilidade da liga, provocando também seu endurecimento cíclico, o que é prejudicial à fadiga de baixo ciclo ³⁰.

Outro sistema β -isomorfo, Ti-Mo, pode apresentar até quatro variantes de ω induzidas por deformação (ω_1 , ω_2 , ω_3 e ω_4), observadas principalmente em bandas de deformação formadas por maclação ³¹.

A presença destas fases, contudo, não é função apenas da composição química da liga, mas também da temperatura de solubilização e da taxa de resfriamento, surgindo sempre em condições em que a fase β é muito instável, da mesma forma que se verifica na formação de ω atérnica ³².

Finalmente, as fases ω , precipitando-se na matriz β ,

²⁹ Kuan, T.S., Ahrens, R.R. e Sass, S.L.: The Stress-Induced Omega Phase Transformation in Ti-V Alloys, *Metallurgical Transactions*, vol. 6A, nº 9, 1975, págs. 1767-1774

³⁰ Chakrabortty, S.B., Mukhopadhyay, T.K. e Starke, E. A.: The cyclic stress-strain response of Titanium-Vanadium alloys, *Acta Metallurgica*, vol. 26, 1978, págs. 909-920

³¹ Sukedai, E., Hashimoto, H., Hida, M. e Mabuchi, H.: Formation of the ω phase in Ti-Mo alloys after aging and deforming, *Materials Science and Technology*, vol. 8, nº 1, 1992, págs. 3-8

³² Hanada, S. e Izumi, O.: Transmission Electron Microscopic Observations of Mechanical Twinning in Metastable Beta Titanium Alloys, *Metallurgical Transactions*, vol. 8A, nº 8, 1986, págs. 1409-1420

provocam um encruamento na rede cristalina e, geralmente, aumentam a dureza e a resistência mecânica da liga, reduzindo, contudo, a sua dutilidade.

2.3. Fase α e suas Variantes:

2.3.1. Precipitação:

A decomposição da fase β , em função do seu equilíbrio metaestável abaixo da temperatura de transformação alotrópica, leva à obtenção da fase α em diferentes morfologias no envelhecimento ou durante o resfriamento após a solubilização.

Além dos mecanismos de nucleação de α a partir do envelhecimento das fases martensíticas ^{a.m} citados no capítulo anterior, podem haver, basicamente, três formas de precipitação da fase α em ligas β , *near- β* e $\alpha+\beta$ ^{ss}:

a) transformação direta de β em α com o resfriamento após a solubilização levando a uma posição no interior do campo $\alpha+\beta$ (ver figura 2.2), seguido ou não do envelhecimento nesta região;

b) precipitação de α na forma lamelar a partir de interfaces ω/β ou da conversão direta de ω em β (verificada em sistemas Ti-V). Isto ocorre em virtude do superenvelhecimento no campo das fases $\omega+\beta$ (figura 2.2), com a nucleação de α ocorrendo a partir de defeitos como discordâncias ou contornos de grãos;

c) precipitação de α a partir do envelhecimento prolongado no campo das fases $\beta+\beta'$ (figura 2.2).

O campo $\beta+\beta'$ representa uma decomposição da fase β ,

^{ss} *id. ibid* ref. 1, págs. 192-193

observada no envelhecimento de ligas β resfriadas rapidamente do campo de equilíbrio $\alpha+\beta$, beirando a zona de equilíbrio metaestável $\omega+\beta'$, onde β' é uma fase ccc pobre em soluto.

As interfaces entre a matriz β e o precipitado β' (isto é, β/β'), ou mesmo o próprio interior dos precipitados β' , são sítios de precipitação fina da fase α durante o envelhecimento. A transformação $\beta' \rightarrow \alpha$, a partir da condição metaestável $\beta+\beta'$, permite o crescimento de α acicular (finamente dispersa na forma de estrelas) ou da sua forma globular³⁴.

A fase α pode ser classificada, basicamente, em dois tipos: α -primária e α -secundária. O recozimento ou o trabalho mecânico em temperaturas pouco inferiores à β -transus origina fases do tipo primário, enquanto que o envelhecimento em temperaturas mais baixas provoca a formação de α -secundária. Para as ligas β comerciais, na prática, sempre haverá um certo volume de α primária após a solubilização, como foi dito, independentemente das condições deste tratamento.

A fase α primária sempre se forma em tratamentos envolvendo recozimento e resfriamento no campo β , sendo que a sua quantidade à temperatura ambiente dependerá da taxa de resfriamento. Quanto mais lento for o resfriamento, maior será a presença de α primária. Tratamentos envolvendo resfriamento rápido a partir do campo β até a temperatura ambiente favorecerão, por sua vez, a precipitação da fase α secundária através de um envelhecimento posterior.

2.3.2. Microestruturas das fases α :

A morfologia mais comum da fase α primária consiste em uma estrutura de plaquetas ou agulhas entrelaçadas, sendo denominada fase α de Widmanstätten (ou *Widmanstätten- α*),

³⁴ Williams, J.C.: Precipitation in Titanium-Base Alloys, citado na ref. 1, pág. 193

orientadas paralelamente aos planos {110} _{α} , como foi visto no item 1.4. Outras morfologias desta fase são a α -globular, a em contornos de grãos β (α GB) e em forma de estrias.

São observadas duas formas da fase α -secundária após o envelhecimento³⁵:

- α *Tipo 1*: formada no envelhecimento entre 400°C e 650°C por tempos curtos ou médios, apresentando aspectos de plaquetas ou agulhas monolíticas em função da composição química da liga. É sempre coerente com a matriz β , ocorrendo a partir de defeitos na rede da matriz e tendo sua rápida cinética de formação como decorrência dos mecanismos de difusão.

- α *Tipo 2*: formada em interfaces β/α Tipo 1, substituindo as estruturas do Tipo 1 após o envelhecimento em temperaturas mais altas ou por períodos mais longos. Ocorre por mecanismos como macelação das partículas do Tipo 1 ou através de processos de nucleação e crescimento controlados por difusão, apresentando-se como colônias de partículas mais finas que as observadas na forma anterior. É, portanto, a forma mais estável de α após o envelhecimento.

Assim, a fase α primária, em suas diferentes morfologias, tem, via de regra, aspecto mais grosso que a fase α secundária. Estas diferenças de tamanho e morfologia entre as fases α primária e α secundária afetam sensivelmente o comportamento mecânico das ligas β -estabilizadas, como será discutido no item 2.5.

2.4. Efeito da Microestrutura no Comportamento Mecânico:

No caso das ligas de Titânio β -estabilizadas, a dispersão das fases α na matriz β modifica, de forma notória, as

³⁵ Rhodes, C. G. e Williams, J.C.: The Precipitation of α -Phase in Metastable β -Phase Ti Alloys, *Metallurgical Transactions*, vol. 6A, nº 11, 1975, págs. 2103-2114

suas propriedades mecânicas, sendo que uma fina distribuição de α nos grãos β leva a condições de alta resistência mecânica com manutenção da dutilidade.

A precipitação fina da fase α nos contornos de grão da matriz β e, especialmente, em regiões no interior dos grãos β com acúmulo de discordâncias é, então, o mecanismo primário de aumento da resistência mecânica das ligas β. Embora as fases α e β, independentemente, apresentem baixa resistência mecânica, em termos relativos, as interfaces α/β constituem-se em eficientes obstáculos ao movimento de discordâncias e à propagação de trincas no interior dos grãos de α ou β.

Entretanto, nos contornos de grãos onde não há uma terceira fase na interface α/β³⁶ (com α nos contornos dos grãos β) ou em contornos com fases de interface coerentes³⁷, ocorre deslizamento extensivo mesmo para baixos níveis de tensões aplicados. Nestes casos, a interface α/β é sítio preferencial de nucleação de vazios e caminho para propagação de trincas, tanto em carregamentos monotônicos como em fadiga, através do deslizamento intenso^{38,39,40}.

³⁶ Mahajan, Y., Becker, D. e Baeslack III, W. A.: Grain-boundary deformation behaviour in a metastable beta-titanium alloy, *Journal of Materials Science - Letters*, vol. 16, 1981, págs. 2031-2035

³⁷ Rhodes, C.G. e Paton, N.E.: The Influence Of Microstructure on Mechanical Properties in Ti-3Al-8V-6Cr-4Mo-4Zr (Beta-C), *Metallurgical Transactions*, vol. 8A, nº 11, 1977, págs. 1749-1761

³⁸ Mahajan, Y. e Margolin, H.: Surface Cracking in α-β Titanium Alloys Under Unidirectional Loading, *Metallurgical Transactions*, vol. 9A, nº 3, 1978, págs. 427-431

³⁹ Stubbington, C.A. e Bowen, A.W.: Improvements in the fatigue strength of Ti-6Al-4V through microstructure control, *Journal of Materials Science*, nº 9, 1974, págs. 941-947

⁴⁰ Yoder, G.R., Cooley, L.A. e Crocker: Observations on Microstructurally Sensitive Fatigue Crack Growth in a Widmanstätten Ti-6Al-4V Alloy, *Metallurgical Transactions*, vol.

É importante observar que isto não é verificado em interfaces α/β dispersas no interior dos grãos β e que, como não são percebidas deformações significativas nos grãos adjacentes aos contornos onde ocorrer deslizamento (bem como na própria estrutura dos contornos α), o deslizamento em α/β não é governado por deformação plástica nas interfaces, sendo provocado por processos de cisalhamento.

A natureza e morfologia das interfaces α/β são, então, determinantes para o comportamento mecânico das ligas das classes $\alpha+\beta$, *near- β* e β . Uma grande diversidade de estruturas pode ser encontrada nas interfaces α/β , havendo formas coerentes, semi-coerentes e completamente incoerentes com a matriz β e com α .

Fases incoerentes com α e β nos contornos de grãos e restrições ao comprimento de interfaces coerentes levam à melhoria da resistência mecânica, com o aumento do limite de escoamento. Ou seja, a predominância de fases incoerentes ou mesmo a presença dispersa de fases coerentes nos contornos levam à alta resistência mecânica.

A composição química da liga, considerando-se o teor e a classe dos elementos betagênicos encontrados, a quantidade de hidrogênio e de estabilizadores α , bem como a história térmica e mecânica da liga definem a distribuição, morfologia e natureza das fases em interfaces α/β ⁴¹.

Ligas com Cr apresentam contornos de grão alotriomórficos (isto é, sem forma própria, sendo definida pela vizinhança) de α , conhecidos como α GBA, dispostos geralmente em estruturas parcialmente coerentes na forma de múltiplos veios originados por escalagem, surgindo no resfriamento a partir de temperaturas abaixo da linha *transus* $\beta/\beta+\alpha$. Estas estruturas se

SA, nº 11, 1977, págs. 1737-1743

⁴¹ Rhodes, C.G. e Williams, J.C.: *Observations of an Interface Phase in the α/β Boundaries in Titanium Alloys*, *Metallurgical Transactions*, vol. 6A, nº 8, 1975, págs. 1670-1671

caracterizam pela ausência ou dificuldade de movimentação de discordâncias.

Sistemas Ti-Cr e Ti-Fe, por exemplo, podem apresentar compostos intermetálicos nas interfaces eutetóides α/β .

Ainda, ligas com excesso de hidrogênio apresentam até três tipos de hidreto de titânio (TiH_2 ou TiH) nos contornos α/β , com estrutura tetragonal de face centrada (tfc δ , tfc γ e tfc ϵ , dependendo das dimensões do retículo cristalino), com o hidrogênio em solução intersticial ⁴². Estes hidretos apresentam-se geralmente na forma de plaquetas fragilizando a liga, sendo que este efeito é mais evidente em ligas com regiões contínuas de β que em estruturas com α intensamente dispersa em β . Também neste caso, as interfaces α/β servem como caminho para a propagação de trincas, com a fratura apresentando aspectos de separação intergranular e transgranular por clivagem ^{43.44.45}.

A velocidade de resfriamento, por exemplo, influí sobre o tamanho, morfologia e composição química da interface. O tamanho destas fases será maior para baixas taxas de resfriamento; já o teor de elementos betagênicos em sua composição será maior com altas velocidades de resfriamento ou baixas temperaturas de solubilização, apesar dos processos de difusão não serem, necessariamente, os principais mecanismos de

⁴² Mahan, B. H.: Química, um Cursa Universitário, 2^a ed., Edit. Edgard Blücher, São Paulo, 1972, pág. 436

⁴³ Nelson, H.G., Williams, D.P. e Stein, J.E.: Environmental Hydrogen Embrittlement of an $\alpha\text{-}\beta$ Titanium Alloy: Effect of Microstructure, *Metallurgical Transactions*, vol. 3, nº 2, 1972, págs. 469-475

⁴⁴ Nelson, H.G.: A Film-Rupture Model of Hydrogen-Induced, Slow Crack Growth in Acicular Alpha-Beta Titanium, *Metallurgical Transactions*, vol. 7A, nº 5, 1976, págs. 621-627

⁴⁵ Koch, G.H., Bursle, A.J., Liu, R. e Pugh, E.N.: A Comparison of Gaseous Hydrogen Embrittlement, Slow-Strain-Rate Hydrogen Embrittlement, and Stress-Corrosion Cracking in Ti-8Al-1Mo-IV, *Metallurgical Transactions*, vol. 12A, nº 10, 1981, págs. 1833-1843

controle da formação das fases de interface ⁴⁶.

Estruturas cúbicas de face centrada (cfc) de aspecto monolítico são verificadas para baixas taxas de resfriamento. Estruturas cfc na forma de estrias são encontradas após o resfriamento rápido ⁴⁷. Estas estruturas constituem uma fase de transição da transformação $\beta \rightarrow \alpha$, denominada *fase L*, com parâmetro de rede variando entre 4,2 e 4,5 Å para as duas morfologias, estriada (*EL*) e monolítica (*ML*). A relação entre suas orientações, quando se apresentam juntas, é dada por CHENU, SERVANT e LACOMBE como ⁴⁸:

$$\langle 111 \rangle_{EL} // \langle 001 \rangle_{ML}$$

$$\langle 110 \rangle_{EL} // \langle 110 \rangle_{ML}$$

Assim, a combinação de fases diferentes nas interfaces α/β nos contornos de grão é um fator importante na definição das propriedades mecânicas da liga. A dutilidade e, consequentemente, a conformabilidade de uma liga β -estabilizada dependerá fortemente da natureza, morfologia e distribuição destas fases.

⁴⁶ Grewal, G. e Ankem, S.: Particle Coarsening Behaviour of α/β Titanium Alloys, *Metallurgical Transactions*, vol. 21A, nº 6, 1990, págs. 1645-1654

⁴⁷ Furuhara, T., Lee, H.J., Menon, E.S.K. e Aaronson, H.I.: Interphase Boundary Structures Associated with Diffusional Phase Transformations In Ti-Base Alloys, *Metallurgical Transactions*, vol. 21A, nº 6, 1990, págs. 1627-1643

⁴⁸ Chenu, F., Servant, C. e Lacombe, P.: La Phase à L'Interface α/β Dans L'Alliage de Titane Ti 685, *Scripta Metallurgica*, vol. 13, nº 10, 1979, págs. 951-957

2.5. Comportamento Mecânico das Ligas β :

A precipitação da fase α no interior e nos contornos dos grãos β , a morfologia e a distribuição de fases nas interfaces α/β e a presença de ω são determinantes no comportamento mecânico das ligas tratáveis de Titânio. Assim, há sempre a necessidade de um grande controle sobre as suas condições microestruturais para a obtenção das propriedades mecânicas requisitadas pelos processos de fabricação e pelo projeto mecânico.

É a distribuição da fase α primária que, particularmente, exerce as maiores influências sobre estas propriedades. Na forma de plaquetas (ou de Widmanstätten), a precipitação de α primária é particularmente favorável à resistência mecânica, em detrimento de sua dutilidade. Já a presença de α primária em morfologias equiaxiais ou globulares é benéfica, geralmente, à dutilidade em tração, reduzindo, entretanto, a resistência mecânica. Partículas finas de α , resultantes de trabalho mecânico no campo β , causam grande anisotropia no comportamento mecânico, com valores mais elevados de resistência mecânica em sua direção longitudinal ⁴⁸.

De modo geral, a presença de α primária no interior dos grãos β leva a melhores condições quanto ao desempenho mecânico da microestrutura, uma vez que sua precipitação nos contornos dos grãos β é prejudicial às propriedades mecânicas das ligas tratáveis, na maioria dos casos.

A fase α secundária, obtida por envelhecimento, influí diretamente sobre o nível de resistência mecânica. A precipitação fina desta fase no interior de β melhora bastante este valor.

⁴⁸ Froes, F. H., Chesnutt, J.C., Rhodes, C.G. e Williams, J.C.: Relationship of Fracture Toughness and Ductility of Microstructure and Fractographic Features in Advanced Deep Hardenable Titanium Alloys, *Toughness and Fracture Behavior of Titanium*, ASTM STP 651, American Society for Testing and Materials, 1978, págs. 115-153

Ainda, a fina dispersão das fases α -secundárias no interior dos grãos β afeta diretamente a tenacidade à fratura e a dutilidade da liga, restringindo o tamanho da zona plástica através do aumento localizado da resistência mecânica.

A temperatura de solubilização também é determinante na relação entre resistência mecânica e tenacidade⁵⁰. Temperaturas elevadas de solubilização no campo β levam à formação de precipitados lamelares de α após o envelhecimento, com predominância de α secundário, resultando em alta resistência mecânica e tenacidade moderada. Já temperaturas de solubilização mais baixas, pouco superiores ao campo $\alpha+\beta$, produzem, após o envelhecimento na região $\alpha+\beta$, arranjos de α em forma de agulhas ou de finas plaquetas no interior e nos contornos da matriz β , com a presença mais intensa de α primária. Estes arranjos permitem uma combinação de alta tenacidade e moderada resistência mecânica.

A figura 2.5 ilustra os efeitos da composição química das ligas de Titânio e das diferentes morfologias da fase α dispersa na matriz β sobre a tenacidade à fratura e o limite de escoamento.

Em relação às propriedades de fadiga, contornos de grão com precipitação intensa de α , formando partículas finas, têm uma distribuição mais homogênea de bandas de deslizamento, sendo mais resistentes pela inibição do cisalhamento entre as próprias bandas de deslizamento. Além disso, devido à multiplicidade de sistemas de deslizamento, há a formação de muitas trincas nesta região, distribuindo melhor as tensões e aumentando a vida em

⁵⁰ Ulrichny, M.G., Rack, H.J. e Dawson, D.B.: Mechanical and Microstructural Properties Characterization of Heat-Treated, Beta-Extruded Ti-6Al-6V-2Sn, *Toughness and Fracture Behavior of Titanium*, ASTM STP 651, American Society for Testing and Materials, 1978, págs. 17-42

fadiga⁵¹.

Ainda, a vida em fadiga dependerá do tamanho da fase β presente na estrutura estabilizada, sendo tanto maior quanto maior for a espessura e a fração volumétrica desta fase. A fase β , mais dútil e menos rígida que α , possibilita um certo arredondamento na ponta da trinca, o que retarda sua propagação⁵².

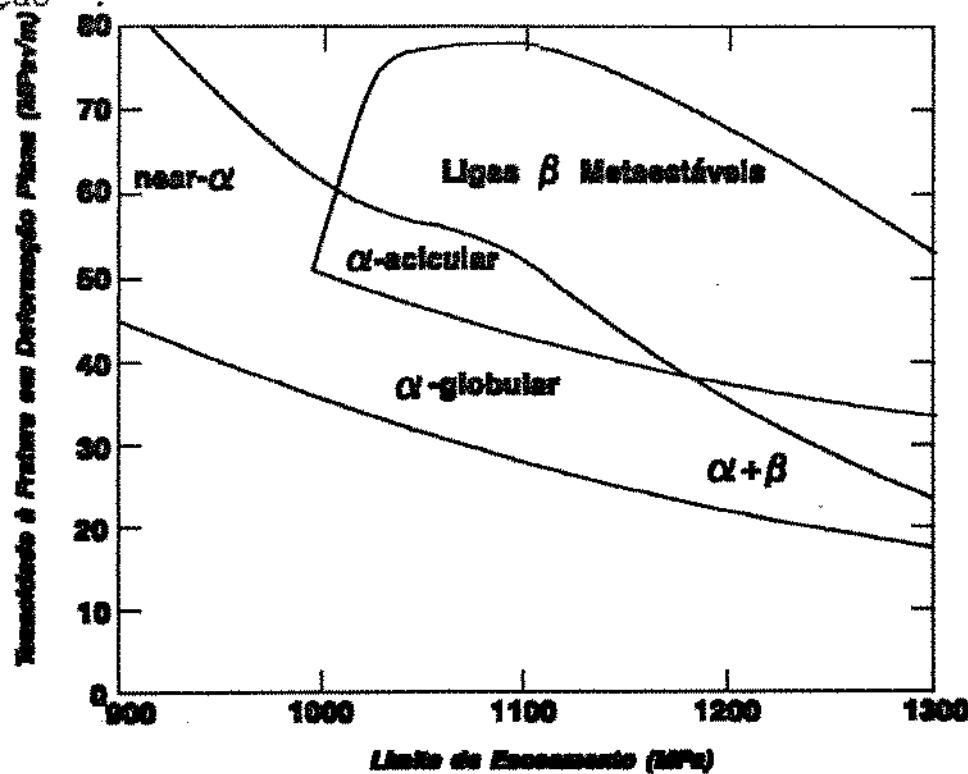


Fig. 2.5 - Relações entre microconstituintes, tenacidade à fratura e resistência mecânica para as Ligas de Titânio⁵³

⁵¹ Mahajan, Y. e Margolin, H.: Deformation Associated With Surface Cracks and Alpha Particles in an α - β Titanium Alloy, *Scripta Metallurgica*, vol. 13, nº 6, 1979, págs. 451-456

⁵² Ravichandran, K.S.: Near Threshold Fatigue Crack Growth Behaviour of a Titanium Alloy: Ti-6Al-4V, *Acta Metallurgica et Materialia*, vol. 39, nº 3, 1991, págs. 401-410

⁵³ Hertzberg, R.W.: *Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials*, Wiley, New York, 3ª edição, 1989, págs. 379-380

Assim, a presença de regiões contínuas de β , obtidas através de resfriamento lento após a solubilização, provoca, geralmente, o retardamento na propagação de trincas, atuando como obstáculo ao seu avanço e ocasionando desvios em suas trajetórias (através das interfaces α/β ou das colônias de α lenticular dispostas nos contornos de β). Nestas condições, as frações volumétricas de α e dos produtos da decomposição de β têm pouca influência sobre a fadiga mecânica das ligas β , *near- β* e $\alpha+\beta$ ⁵⁴.

Segundo EGOROV e SHORSHOROV, o tratamento termomecânico ótimo de uma liga de Ti com α e β em equilíbrio, para a resistência à propagação de trincas, consiste na deformação a quente na região inferior do campo β , seguida da deformação em regimes superplásticos com resfriamento rápido mais envelhecimento, visando o maior endurecimento. Estes autores afirmam que ligas pré-deformadas, com o equilíbrio metaestável da fase β , são mais sensíveis a tratamentos térmicos através da precipitação de α ⁵⁵.

⁵⁴ Bazaikina, T.V. *et alli*: Effect of the Dimensions of the Alpha and Beta Phases on the Fatigue Life of Titanium Alloys, *Metal Science Heat Treatment*, vol. 32, 7-8, 1991, págs. 531-534

⁵⁵ Egorov, E.B. e Shorshorov, M.Kh.: Effect of Thermomechanical Treatment on the Crack Resistance of Titanium Alloys, *Metal Science Heat Treatment*, vol. 32, 5-6, 1990, págs. 377-379

3. A Liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al:

3.1. Histórico:

Com o aumento do emprego das ligas de Titânio em estruturas aeronáuticas, a preocupação com a sua adequação aos processos de fabricação tornou-se mais efetiva, visando a redução dos custos de produção de componentes. Dentre as classes das ligas de Titânio, como já foi visto, a classe β apresenta as melhores condições de conformabilidade e, por isto, é a mais empregada no desenvolvimento dos processos de conformação.

A liga β Ti-13V-11Cr-3Al foi empregada por muitos anos em diversos projetos aeronáuticos visando substituir as ligas de aço inoxidável nos processos de conformação de superfícies (como estampagem e dobramento). Entretanto, dificuldades com a reproduzibilidade de suas propriedades mecânicas e a tendência à fragilização desta liga indicaram a necessidade do desenvolvimento de uma nova liga β dedicada às aplicações que exigissem a conformação plástica de chapas finas.

Para esta finalidade, era fundamental que a nova liga apresentasse certas características, como uma elevada conformabilidade a frio, boa relação resistência *versus* peso, reproduzibilidade das propriedades mecânicas, isotropia, homogeneidade microestrutural e resistência à corrosão, entre outras.

Assim, a Força Aérea Americana financiou, na década de 60, um programa de desenvolvimento de ligas de Titânio para conformação a frio ⁵⁶. Com este incentivo, a LOCKHEED obteve resultados promissores através de sua pesquisas sobre ligas β metaestáveis, originando o interesse da TIMET por esta classe de

⁵⁶ Ferraz, F.C.: Comportamento em Fadiga da Liga de Titânio Beta 15-3 em Condições de Utilização Aeronáutica, Dissertação de Mestrado, COPPE/UFRJ, maio de 1991, pág. 6-9

ligas. Finalmente, em 1976, foi apresentada a liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al (ou, simplesmente, Ti 15-3), que apresentava uma boa combinação das propriedades citadas acima, sendo que, a partir de 1984, a TIMET iniciou a comercialização desta liga, homologada pela *Society of Automotive Engineers* através das especificações da norma AMS 4914⁵⁷.

3.2. Características da Liga Ti 15-3:

3.2.1. Composição Química:

A composição química da liga Ti 15-3 reúne elementos betagênicos (β -isomorfos e β -eutetóides) e alfaníticos buscando favorecer atributos de conformabilidade e soldabilidade, associados a uma baixa densidade.

A composição química da liga Ti-15-3 é apresentada na tabela 3.1, descrita pela norma AMS 4914. Convém destacar que a liga Ti-15-3 foi projetada visando minimizar a presença de fases que provocassem a fragilização numa liga β endurecível por solução sólida e pela precipitação de α através de envelhecimento, em vista da necessidade de sua adequação aos processos industriais de conformação plástica.

As funções dos principais elementos em sua composição são descritas abaixo:

- *Vanádio*: atua como estabilizador da fase β , através de solução sólida substitucional na rede do Titânio, sendo o principal componente desta liga com tal função. Apresenta peso atômico menor que outros elementos β -isomorfos, como Molibdênio e Nióbio, o que minimiza a densidade da liga.

- *Cromo*: elemento β -eutetóide, atua como estabilizador

⁵⁷ Society of Automotive Engineers, Inc.: Titanium Alloy Sheet and Strip 15V-3.0Cr-3.0Sn-3.0Al Solution Heat Treated, Aerospace Material Specification AMS 4914, editada em 01/04/84

da fase β e, principalmente, como supressor de ω . Também aumenta

TABELA 3.1 - Composição química da liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al.

Valores determinados de acordo com a norma ASTM E120.

Elemento	Mínimo (% em peso)	Máximo (% em peso)
Vanádio	14,0	16,0
Cromo	2,5	3,5
Estanho	2,5	3,5
Alumínio	2,5	3,5
Ferro	---	0,25
Oxigênio	---	0,13
Carbono	---	0,05
Nitrogênio	---	0,05
Hidrogênio	---	0,015
El. residuais, cada	---	0,10
El. residuais, total	---	0,40
Titânio	o restante	

o endurecimento da liga por solução sólida. A decomposição eutetóide, no sistema Ti-Cr, é muito lenta, o que não prejudica a dutilidade da liga; entretanto, a cinética da decomposição eutetóide é acelerada com a presença de elementos intersticiais, como H, N e O. O produto desta transformação eutetóide é um composto intermetálico, o $TiCr_2$, cuja estrutura cristalina é função da temperatura (hcp acima de 1300°C, onde é conhecido por

β -TiCr₂, e cfc abaixo de 1000°C, com a denominação α -TiCr₂) ^{ss}. A presença deste composto, em determinadas condições, provoca a fragilização do material. A liga Ti-13V-11Cr-3Al, por exemplo, sofre fragilização durante o serviço a 300°C, através da precipitação de TiCr₂.

- *Estanho*: a adição de Estanho em sistemas Ti-V reduz o limite de estabilidade da fase ω e reduz sua fração volumétrica na liga ^{se}. Desta forma, favorece a conformabilidade a frio. Por ser um elemento estabilizador da fase α , melhora a cinética de precipitação desta fase, resultando numa melhor resposta ao envelhecimento.

- *Alumínio*: é empregado para restringir o limite de estabilidade da fase ω , aumentando o campo para a separação da fase β (da forma $\beta+\beta'$), e favorecer o envelhecimento, do mesmo modo que o Estanho. Por outro lado, sua adição permite uma redução do custo e da densidade da liga, em comparação ao próprio Sn e a outros metais alfabéticos.

As quantidades destes componentes foram determinadas em função de certas restrições decorrentes das propriedades almejadas para a liga.

A fração de 15% em peso para o Vanádio foi definida visando obter a retenção total da fase β à temperatura ambiente, conforme os dados da tabela 2.1. Entretanto, como foi visto no item 2.3, a formação da fase ω atérmica é observada para uma faixa de concentração eletrônica em torno de 4,13 elétrons/átomo. O teor de 15% de Vanádio em peso corresponde a uma concentração atômica de 14%, que resulta numa concentração eletrônica igual a 4,14 elétrons/átomo, que é bastante favorável à formação de ω .

^{ss} *Id. Ibid. ref. 1, págs. 57-59*

^{se} Williams, J.C., Hickman, B.S. e Leslie, D.H.: *The Effect of Ternary Additions on the Decomposition of Metastable Beta-Phase Titanium Alloys*, *Metallurgical Transactions*, vol. 2, nº 2, 1971, págs. 477-484

atérmica, nociva à utilidade da liga. Portanto, outros elementos foram adicionados à liga como inibidores da transformação atérmica $\beta \rightarrow \alpha$.

O teor de Cromo foi limitado em 3% em peso (ou 4,05 elétrons/átomo) para minimizar a formação do composto TiCr₂, bem como evitar sua segregação durante a fusão.

Já a relação entre Vanádio e Alumínio de 15 para 3 corresponde a um limite para a garantia de homogeneidade durante a solidificação.

No caso do Estanho, o seu teor está vinculado à associação dos seus efeitos com os efeitos da fração de Alumínio presente, complementando este último quanto às necessidades de restringir a formação de ω e permitir a precipitação fina de α com o envelhecimento.

3.2.2. Propriedades de Trabalhabilidade:

As ligas β de Titânio apresentam três mecanismos de deformação plástica, que são: deslizamento convencional, maclação e plasticidade induzida por transformação (TRIP). Este último mecanismo não é predominante nas ligas comerciais de Titânio. Por outro lado, as deformações provocadas por maclação são muito pequenas no contexto das características dos processos de conformação plástica. Assim, as ligas β mais adequadas para as operações inerentes à conformação de superfícies são aquelas onde o mecanismo de deslizamento na deformação a frio é predominante.

A liga Ti 15-3 caracteriza-se por ter o deslizamento como o seu mecanismo primário de deformação a frio ⁵⁰. A curva tensão versus deformação convencional obtida por tração da liga recozida apresenta-se, do mesmo modo que para as ligas α , aproximadamente reta e paralela ao eixo das abscissas além do

⁵⁰ Rosenberg, H.W.: Ti-15-3: A New Cold-Formable Sheet Titanium Alloy, *Journal of Metals*, vol. 35, nº 11, 1983, págs. 30-34

limite de escoamento (figura 3.1), o que significa que a *Equação de Hollomon* (ou *Modelo Elástico-Exponencial de Encruamento*) que descreve o comportamento plástico da maioria das ligas metálicas para fins estruturais, da forma $\sigma = k \cdot \epsilon^n$, não é válida para a liga Ti-15-3 nesta região. Neste caso, a relação entre tensão e deformação é dada por:

$$\sigma = \sigma_{\text{esc}} \exp \epsilon \quad (3.1)$$

Onde:

- σ é a tensão verdadeira, dentro do regime plástico;
- σ_{esc} é o limite de escoamento;
- ϵ é a deformação verdadeira.

Como o encruamento não é constante, o controle dos processos de conformação para esta liga é feito através de medições da deformação, dadas pelo deslocamento do atuador, ao invés do uso da carga aplicada como parâmetro principal.

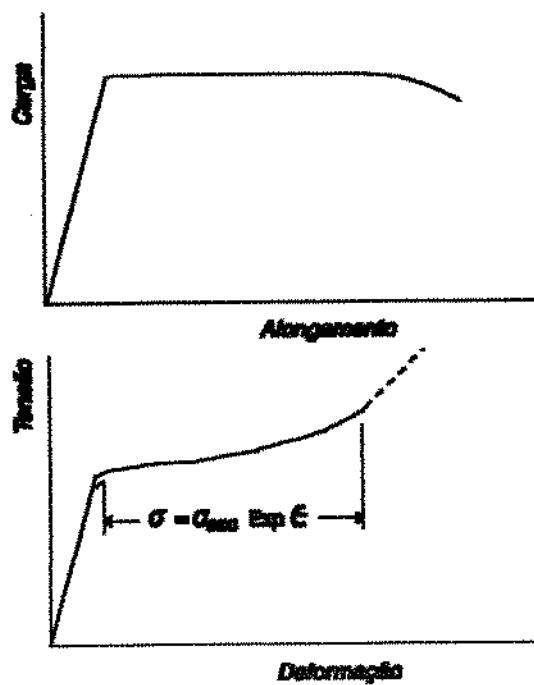


Fig. 3.1 - Forma da curva de Carga X Alongamento da Liga Ti-15-3 na condição recozida

A liga Ti-15-3 é economicamente interessante por sua alta conformabilidade a frio, reunindo condições propícias para substituir os aços inoxidáveis na produção de componentes mecânicos por processos de conformação plástica.

Embora tenha sido projetada para processos de conformação a frio, também é adequada para processos de conformação em regime superplástico, verificando-se alongamentos entre 300% e 810% em ensaios de tração realizados nesta condição ^{sz1}.

Esta liga também apresenta boas condições de soldabilidade, em decorrência da adição de Alumínio e Cromo nos teores adequados. Apesar de ocorrer uma redução da ordem de 50% na dutilidade de juntas soldadas, após o envelhecimento, seu desempenho em relação à liga Ti-13V-11Cr-3Al é notavelmente superior. Destaca-se ainda por uma razoável tolerância à absorção de Hidrogênio e aos efeitos do ambiente, o que simplifica o processo de soldagem, que pode ser soldagem por arco elétrico com atmosfera de gás tungstênio ou soldagem por feixe de elétrons ^{sz2}.

3.2.3. Comportamento Mecânico:

Como toda liga β , a liga Ti-15-3 também apresenta alta resistência mecânica e tenacidade em temperaturas entre a ambiente e 300°C. Contudo, a liga Ti-15-3 apresenta níveis mais elevados de resistência mecânica em temperaturas criogênicas que na ambiente, além de manter moderada dutilidade. Em particular, em temperaturas inferiores a -100°C observa-se um substancial aumento na dutilidade, associado à ativação de mecanismos de

^{sz1} Yavin, M. e Rosen, A.: Enhanced Plasticity in β -Titanium, *Scripta Metallurgica*, vol. 20, nº 6, 1986, págs. 833-837

^{sz2} Reinsch, W.A. e Rosenberg, H.W.: Three Recent Developments in Titanium Alloys, *Metal Progress*, março de 1980, págs. 64-70

maciação da fase β ⁸³.

Apresenta excelente resposta aos tratamentos térmicos, atingindo condições de estabilidade microestrutural para tempos de envelhecimento sensivelmente curtos, quando comparada à liga Ti-13V-11Cr-3Al. Após a solubilização, a fase β é retida mesmo com resfriamento ao ar. Após o envelhecimento, que é usualmente realizado a temperaturas entre 480 e 600°C, ocorre predominantemente a precipitação da fase a secundária do Tipo 1, com morfologia acicular no interior dos grãos e plaquetas em seus contornos. Além das condições do tratamento térmico, o tamanho destes precipitados é função do tamanho de grão, sendo que os precipitados mais finos são observados em amostras com grãos pequenos ⁸⁴.

Para exemplificar o efeito do envelhecimento sobre o comportamento mecânico da liga Ti 15-3, são apresentados, abaixo, valores típicos de suas propriedades mecânicas, nas condições solubilizada e solubilizada e envelhecida:

a) Solubilizada a 790-815°C por 3-30 minutos (ref. 56):

- Limite de Escoamento (0,2%): 690-835 MPa
- Limite de Resistência à Tração: 705-945 MPa
- Alongamento: mínimo de 12%

b) Envelhecida entre 480 e 540°C por 8 horas (ref. 63):

- Limite de Escoamento (0,2%): 1020-1255 MPa
- Limite de Resistência à Tração: 1115-1370 MPa
- Alongamento: 5,9-14,2%
- Tenacidade à Fratura: 71,5-90,0 MPa/m

⁸³ Ninomi, M., Kobayashi, T., Inagaki, I. e Thompson, A.W.: The Effect of Deformation-Induced Transformation on the Fracture Toughness of Commercial Titanium Alloys, *Metallurgical Transactions*, vol. 21A, nº 6, 1990, págs. 1733-1744

⁸⁴ Breslauer, E. e Rosen, A.: Relationship Between Microstructure and Mechanical Properties in Metastable β Titanium 15-3 Alloy, *Materials Science and Technology*, vol. 7, nº 5, 1991, págs. 441-446

4. Procedimento Experimental:

4.1. Objetivos dos Experimentos:

Com a finalidade de relacionar microestrutura e propriedades mecânicas da liga em diferentes estados termomecânicos, as técnicas experimentais empregadas neste trabalho tiveram, basicamente, duas funções:

- *Caracterização da microestrutura*
- *Avaliação do comportamento mecânico*

Para caracterização da microestrutura, as técnicas utilizadas visaram determinar, para cada condição termomecânica, o tipo, a distribuição e a morfologia das fases presentes. Tentou-se, ainda, descrever um perfil da composição química ao longo dos grãos. Para tanto, foram realizadas inspeções por microscópio ótico e eletrônico de varredura, difratômetro de raios-X e microssonda para determinação de espectros de energia dispersiva de raios-X (EDS).

A avaliação do comportamento mecânico consistiu de ensaios de microdureza Vickers (para análise da resistência dos grãos, homogeneidade e estabilidade da microestrutura e para a determinação das condições mais representativas para outros experimentos), dureza Vickers (apenas para verificar a representatividade dos ensaios de microdureza a nível macroscópico), tração (para levantamento de propriedades mecânicas mediante as diferentes condições de tratamento termomecânico e estudar a formação de trincas, buscando localizar regiões de sua nucleação e propagação).

4.2. Tratamentos Termomecânicos:

As condições termomecânicas de preparação das amostras envolveu combinações entre diferentes níveis de pré-deformação a frio, proporcionados por estiramento uniaxial (entre 0, 3, 4, 7, 8, 10 e 12%) no comprimento de 100mm em máquina universal de testes com controle servo-hidráulico do modelo MTS 810 à razão de $1,2 \cdot 10^{-4}$ mm/s, e envelhecimento a $540 \pm 15^\circ\text{C}$ por 8 ± 2 horas com resfriamento ao ar, em forno de aquecimento por resistência elétrica sem controle de atmosfera, a partir da condição solubilizada da norma AMS 4914 ($790-815^\circ\text{C}$ por 3-30 minutos com resfriamento ao ar).

Em alguns casos, foi feito um envelhecimento posterior também em forno de resistência elétrica sem controle de atmosfera, buscando simular as condições de uso do material. Nestes casos, foram empregadas duas temperaturas de justificada relevância: $300 \pm 10^\circ\text{C}$, representando a condição extrema de uso recomendada para as ligas β em função da formação de ω isotérmica^{66,68}, e $150 \pm 10^\circ\text{C}$, temperatura usual da nacele do motor segundo FERRAZ⁶⁷, por períodos entre 1,5 e 168 horas, com resfriamento em água.

4.3. Análise Metalográfica:

4.3.1. Microscópio Ótico:

As amostras para observação em microscópio ótico foram embutidas a frio em resina de poliéster, evitando-se, assim, a formação eventual de TiH₂ ou a precipitação de fases metaestáveis.

⁶⁶ id. ibid. ref. 5

⁶⁸ Id. Ibid. ref. 3

⁶⁷ Id. Ibid. ref. 55 , pág. 2

Para o lixamento das amostras embutidas foram empregadas lixas de grana 220, 320, 400, 600, 1200 e 2400 com parafina e água para lubrificação. O seu polimento envolveu as seguintes etapas:

a) polimento grosseiro com pasta de diamante de 6 µm em pano de nylon Strüers DP-DUR, lubrificado com etanol p.a.;

b) polimento com pasta de alumina de 1 µm em solução de 30% de óxido crômico (CrO_3) em água destilada, sobre pano macio do tipo Strüers DP-NAP, lubrificado com água destilada;

c) Polimento químico final, para remoção da superfície deformada pelo polimento, com solução de 5% de ácido oxálico (HOOC-COOH) em pano macio do tipo Strüers DP-NAP, sem lubrificante adicional.

Para o ataque químico das amostras polidas, optou-se por uma solução de ação oxidante, revelando as diferentes fases através de variações na sua coloração ^{ss}. Este ataque foi escolhido por permitir uma maior distinção das fases aliada à grande definição dos traços do relevo da estrutura, como contornos de grãos e formas de precipitados, que as variações da solução de Kroll empregadas na maioria dos trabalhos encontrados na literatura. Além disso, o uso da côn favorece a análise metalográfica, facilitando sobremaneira a identificação das microestruturas.

A solução empregada foi preparada com:

- 30 ml de fluoreto ácido de amônio , ou $(\text{NH}_4)\text{HF}_2$;
- 50 ml de metanol (CH_3O);
- 70 ml de água destilada

^{ss} WECK, E. e LEISTNER, E.: Metallographic Instructions for Colour Etching by Immersion - Part III: Non-Ferrous Metals, Cemented Carbides and Ferrous Metals, Nickel-base and Cobalt-base Alloys, Deutscher Verlag für Schweißtechnik GmbH, Düsseldorf, vol. 77, 1986, págs. 7-9 e 65-67

Para o preparo de 100 ml de $(\text{NH}_4)\text{HF}_2$ foram empregados:

- 4,7 ml de ácido fluorídrico (HF) à 38% em peso;
- 3,7 g de fluoreto de amônio (NH_4F);
- água destilada até completar 100 ml

O ataque ocorreu por imersão da amostra seca, com agitação, em banho da solução acima por um intervalo de tempo definido em função da amostra. Para amostras na condição solubilizada, o tempo de ataque variou entre 90 e 150 segundos, sendo definido pela formação de uma camada opaca e homogênea de cor bronze sobre a superfície especular da amostra polida. Para amostras envelhecidas, o tempo de ataque variou entre 45 e 90 segundos, com a formação de uma camada de cor azul médio.

As amostras foram observadas em microscópio ótico NEOPHOT-ZEISS 32, com uso de lâmpada de Xenônio, polarizador e, em alguns casos, filtro de contraste por interferência. Buscou-se realçar o relêvo das amostras solubilizadas e aumentar o contraste e a definição das amostras envelhecidas.

4.3.2. Microscópio de Varredura e Microssonda:

Para observação em microscópio eletrônico de varredura, para posicionamento da microssonda, o ataque químico empregado para microscopia ótica mostrou-se pouco eficiente, apresentando níveis muito baixos de contraste para algumas amostras, resultando numa baixa resolução de imagem, sendo empregado apenas na observação da superfície formada após a ruptura por tração. Na maioria dos casos, após o emprego dos mesmos procedimentos de lixamento e polimento do item anterior, o ataque foi feito por

imersão da amostra seca em uma variação da solução de Kroll ^{ee}, cuja composição é dada a seguir:

- 2 ml de ácido fluorídrico (HF)
- 10 ml de ácido nítrico (HNO₃)
- 88 ml de água destilada

Para a visualização de superfícies de fratura no microscópio de varredura não foi empregado qualquer tipo de ataque, sendo que a preparação destas amostras envolveu apenas limpeza por ultrassom. Procurou-se manter sempre o mesmo ângulo de observação em todos os casos.

4.4. Avaliação do Material Recebido:

As amostras foram obtidas a partir de chapas finas de 1,0 mm de espessura (0,04 pol) da liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al, produzidas pela TIMET Co., sendo fornecidas na condição solubilizada descrita pela norma AMS 4914, apresentada no capítulo anterior. Este material foi gentilmente doado pela EMBRAER S.A., através do Engenheiro Valdemir Soares de Campos, já estando aprovada pelo Setor de Recebimento da empresa segundo especificações da referida norma.

Amostras retiradas deste material apresentaram grãos equiaxiais do nº 6, predominantemente, com grãos eventuais do nº 2 conforme especificado na norma ASTM E112 ^{7º}, atendendo à AMS 4914, conforme mostra a figura 4.1. Não se verificaram grãos alongados ou com sinais de deformação residual, isto é, sem indícios de texturização, ou mesmo de fibração mecânica,

^{ee} Vander Voort, G.F., Metallography: Principles and Practice, McGraw-Hill Book Co., 1984, pág.

^{7º} American Society for Testing and Materials, ASTM E112 - Estimating the Average Grain Size of Materials, Philadelphia

decorrentes da etapa prévia de laminacão. Esta ausência de indicadores de texturização foi avaliada, também, por difração de raios-X.

A homogeneidade da microestrutura em relação aos sentidos longitudinal e transversal de laminacão foi avaliada por

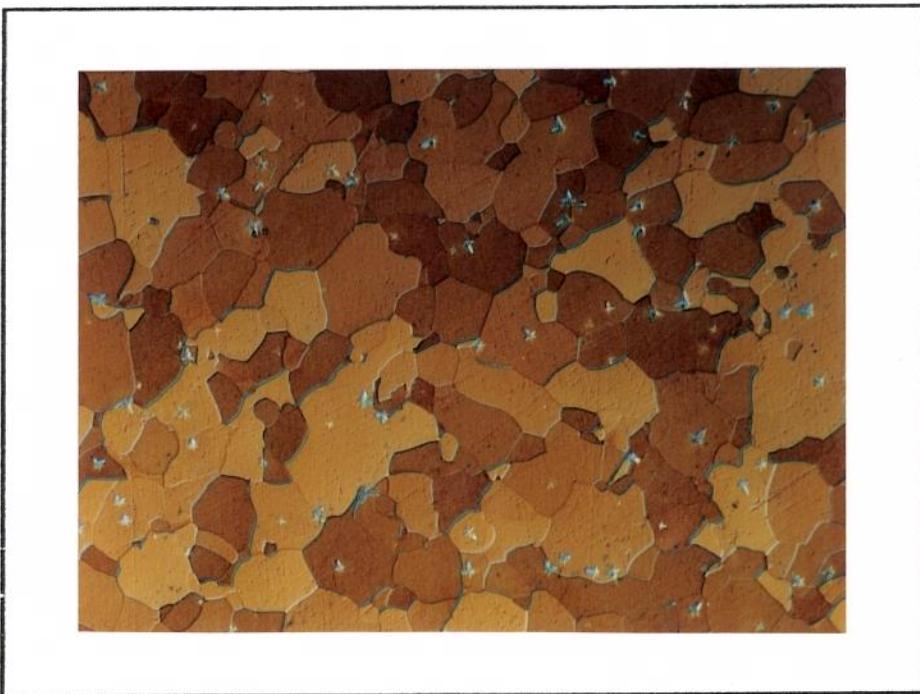


Figura 4.1. Microestrutura da amostra na condição de recebimento. Aumento: 250X (M.O.)

ensaios de microdureza nestes sentidos. Os resultados destes ensaios são apresentados na tabela 4.1.

Tabela 4.1. Ensaio de Microdureza Vickers com o Material Recebido

Superfície medida	Superfície Laminada		Superfície Lateral	
	HV	desvio	HV	desvio
Interior do Grão	293,95	16,14	267,01	7,77
Contorno de Grão	286,37	9,93	265,39	5,14

4.5. Análise por Difração de Raios-X:

O objetivo específico deste experimento foi determinar as fases presentes em cada condição de tratamento, de forma qualitativa. Estes experimentos foram realizados nos difratômetros RIGAKU da Faculdade de Engenharia Mecânica e do Instituto de Química da Unicamp e confirmados no equipamento REICHERT do CEMAR-FTI.

As amostras, após tratamento termomecânico, foram lixadas com lixas de grana 220, 320 e 600, para garantia de uma superfície plana e remoção da camada oxidada, no caso de amostras envelhecidas. As suas dimensões (15 x 15 mm e 15 x 10 mm) foram definidas de modo a preencher toda a área de varredura do feixe de raios-X incidente.

Nos ensaios realizados no CEMAR-FTI, foi feita uma calibração do posicionamento dos picos de difração com uma amostra de Silício puro ($2\theta=28,44^\circ$) a cada três ensaios realizados, permitindo uma precisão de $0,01^\circ$ em 2θ . Os espectros obtidos foram comparados com os dados contidos na literatura⁷¹.

4.6. Obtenção dos Espectros de Energia Dispersiva (Microssonda):

A avaliação da composição química por microssonda eletrônica de energia dispersiva foi feita com o dispositivo LINK SYSTEMS 290 instalado no microscópio eletrônico de varredura CAMBRIDGE STEREOSCAN S4-10 do DEMa-FEM-UNICAMP. Esta avaliação foi feita apenas em amostras envelhecidas a 540°C por 8 horas, em duas condições: sem pré-deformação e pré-estirada em 4%.

As pequenas dimensões dos precipitados, com espessuras

⁷¹ JCPS - Joint Committee on Powder Diffraction Standards: Powder Diffraction File Search Manual - Inorganic Compounds, Publ. SMA-23, Park Lane, 1973

menores que 1 μm , não permitiram avaliar a composição isolada das fases. Além disso, há a coincidência entre as posições relativas de alguns picos de energia dispersiva, como mostra a figura 4.2, impedindo uma análise quantitativa dos resultados.

Em vista destas dificuldades, optou-se por avaliar a distribuição qualitativa dos elementos de liga ao longo dos grãos (pontos no centro, periferia e junto aos contornos), buscando traçar um perfil da variação da composição química. Para isto, adotou-se como padrão de referência o pico K_{α} do Titânio em cada medição, tomado-se os valores relativos dos demais picos para a análise.

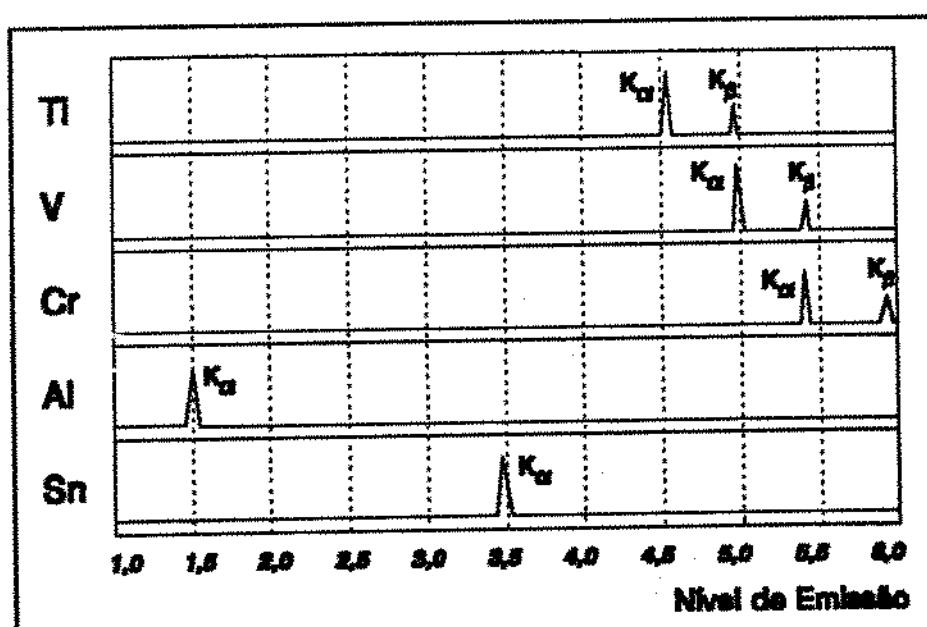


Figura 4.2. Posições dos picos de emissão de energia dispersiva dos principais componentes da liga

4.7. Medições de Microdureza Vickers:

As medições de microdureza foram feitas com o microdurômetro do sistema NEOPHOT-ZEISS 32, empregando carga de

40 gramas-força, de acordo com a norma ASTM E384-84⁷², sobre regiões no interior e nos contornos dos grãos, como mostra esquematicamente a figura 4.3.

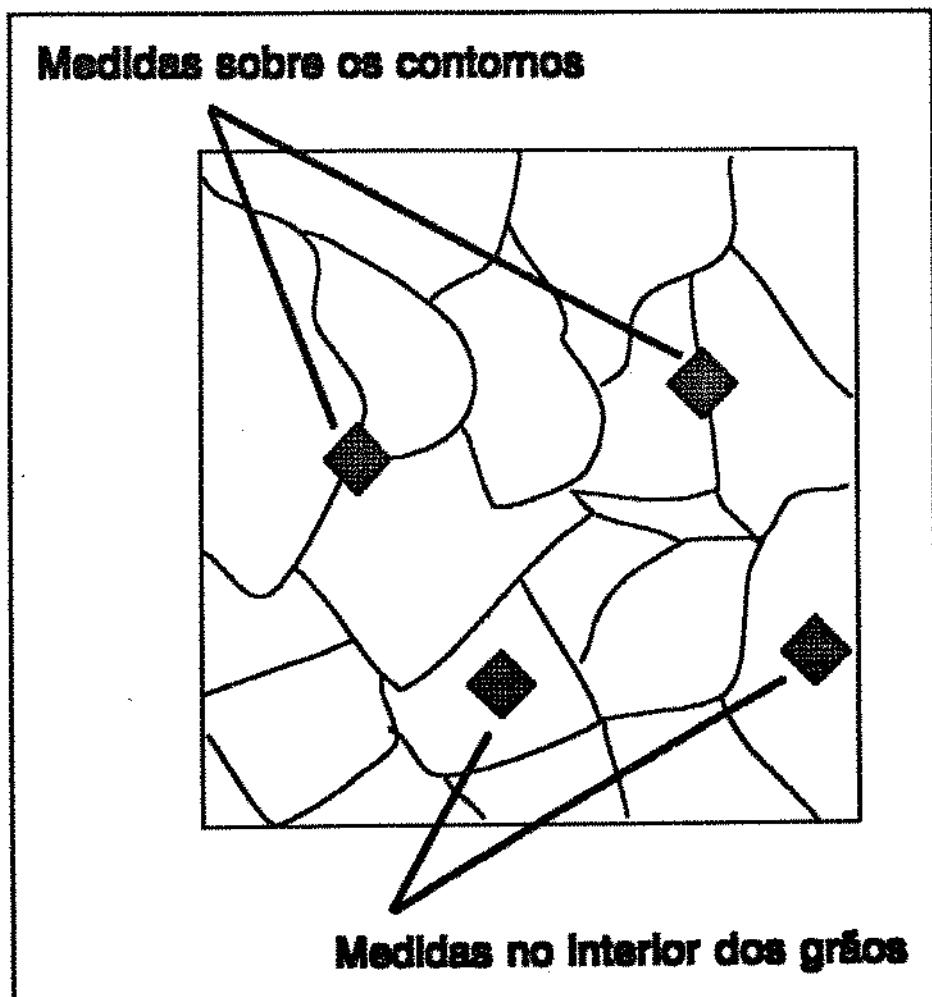


Figura 4.3. Localizações típicas das impressões para medição de microdureza

As medições de microdureza visaram determinar modificações na resistência mecânica das microestruturas em relação às alterações nos tratamentos termomecânicos. Estes ensaios foram empregados, ainda, como forma de avaliação da

⁷² American Society for Testing and Materials, ASTM E384-84: Standard Test Method for Microhardness of Materials, publicada em julho de 1984

estabilidade microestrutural em função do tempo de exposição às temperaturas de 150 e 300°C, para definição do conjunto de amostras a ser ensaiado em tração.

4.8. Ensaios de Dureza:

Ensaios de dureza Vickers foram realizados em amostras na condição solubilizada, pré-estiradas a frio em 4, 7 e 12%, além de amostras sem pré-deformação. Estes ensaios foram realizados no durômetro Vickers do DEMa-FEM-UNICAMP, com carga de 20 kgf (196 N), de acordo com norma DIN.

4.9. Ensaios de Tração:

Os ensaios quase estáticos de tração foram realizados em máquina universal de testes, de controle servo-hidráulico, do modelo MTS 810, localizada no DEMa-FEM-UNICAMP. Os ensaios foram feitos à temperatura ambiente (23°C) em corpos de prova preparados conforme a norma JIS Z 2201 ⁷³(ver figura 4.4). Ainda, foram observadas as instruções de procedimento dispostas na norma AMS 4914 a menos da taxa de deformação, que foi escolhida em função de resultados experimentais como sendo da ordem de $4 \cdot 10^{-4}$ m/m/s e obedecendo à norma ASTM E8M-89b ⁷⁴, buscando representar melhor as situações de serviço de componentes estruturais. Estes resultados são apresentados na tabela 4.2, que mostra que a taxa de deformação empregada foi escolhida em função da menor dispersão e maior intensidade dos valores medidos.

⁷³ Japanese Industrial Standard, JIS z 2201: Test Pieces for Tensile Test for Metallic Materials, editada em 1980

⁷⁴ American Society for Testing and Materials, ASTM E8M-89b: Standard Testing of Metallic Materials [Metric], publicada em dezembro de 1989

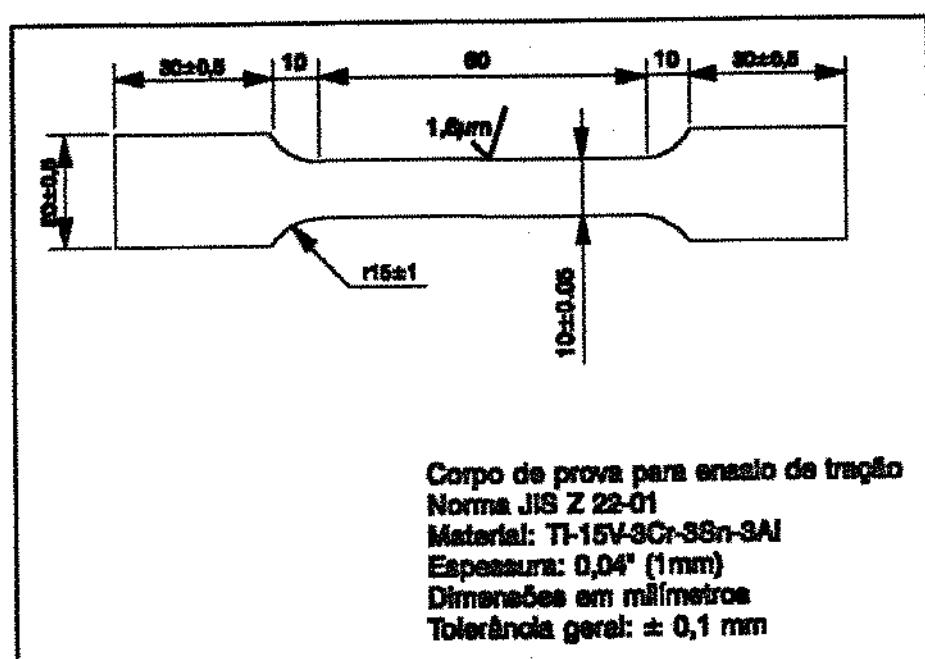


Figura 4.4. Corpo de Prova empregado nos ensaios de tração

Tabela 4.2. Determinação da taxa de deformação

Taxa de deformação [m/m/s]	Límite de Recuoamento à 0,2% [MPa]	Alongamento [%]
$4 \cdot 10^{-5}$	$839,82 \pm 26,79$	$6,35 \pm 1,90$
$4 \cdot 10^{-4}$	$889,14 \pm 7,23$	$8,88 \pm 0,18$
$4 \cdot 10^{-3}$	$868,75 \pm 26,52$	$7,43 \pm 0,95$

Ainda, para observação da formação das bandas de deslizamento, dos caminhos de trinca e da nucleação de trincas secundárias e vazios, corpos de prova na condição envelhecida a 540°C por 8 horas (com 0 e 7% de pré-estiramento) foram polidos de acordo com o procedimento empregado na preparação das amostras para análise em microscópio ótico (item 4.3.1), com exceção da etapa final de polimento químico.

5. Resultados e Discussões:

5.1. Forma de Apresentação:

Buscando dar melhor continuidade à apresentação dos resultados e favorecer comparações entre estado microestrutural e comportamento mecânico, este capítulo está dividido em quatro partes principais.

As três primeiras (itens 5.2, 5.3 e 5.4) apresentam, sempre de forma comparativa, a evolução dos resultados em função do grau de estiramento a frio, para uma mesma condição de tratamento térmico da liga, a saber:

a - Solubilização entre 790-815°C por 3-30 minutos (*Condição Solubilizada*);

b - Solubilização entre 790-815°C por 3-30 minutos e envelhecimento a 540±15°C por 8±% horas com resfriamento ao ar (*Condição Envelhecida a 540°C*);

c - Solubilização entre 790-815°C por 3-30 minutos, envelhecimento a 540±15°C por 8±% horas com resfriamento ao ar até a temperatura ambiente, seguido de aquecimento até uma das temperaturas de simulação das condições de serviço (150 ou 300±10°C), com retenção por um intervalo de tempo entre 1,5 e 168 horas (*Condição de Simulação*).

O último ítem (5.5) apresenta uma comparação entre comportamento mecânico e aspectos fractográficos e de formação de trincas, observados em microscópio eletrônico de varredura, de amostras pré-deformadas ou não, nas condições b e c apresentadas acima.

5.2. Amostras na Condição Solubilizada:

Este item apresenta a sequência de resultados de todos os experimentos e métodos de estudo empregados em amostras solubilizadas entre 790 e 815°C, por 3 à 30 minutos (condição de recebimento conforme AMS 4914), estiradas a frio por tração, em situação quase-estática, em níveis de 0, 3, 4, 6, 7, 8, 10 e 12% do comprimento de referência de 100 mm.

Os objetivos da avaliação destas amostras foram a obtenção de dados de referência e o estudo dos efeitos da deformação introduzida a frio no equilíbrio das fases e na estrutura dos grãos.

Para a observação das amostras solubilizadas em microscópio ótico, o uso de luz polarizada com filtro de contraste por interferência permitiu uma maior resolução do relevo da superfície de estudo, considerada adequada para a visualização de contornos de grãos e de bandas de deslizamento.

Nota-se uma grande homogeneidade da microestrutura não deformada, com precipitação quase nula de núcleos esféricos de α (figura 5.1).

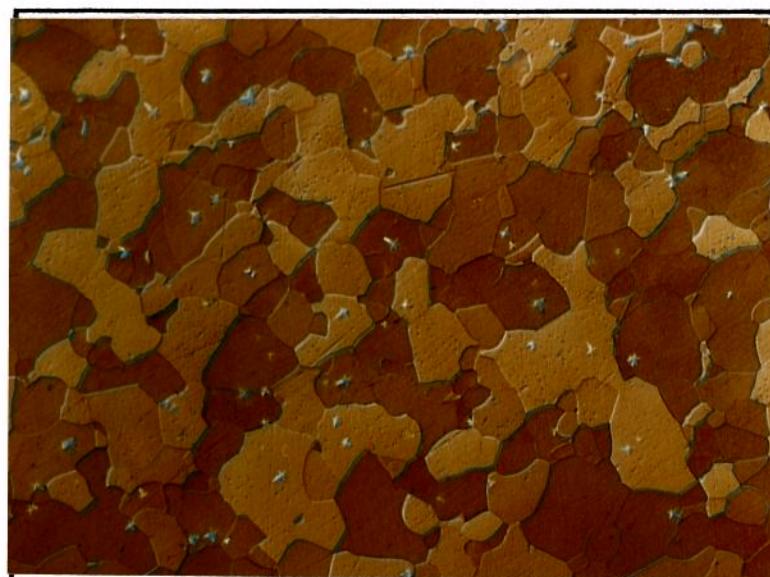


Figura 5.1. Amostra solubilizada sem deformação. Aumento: 250X

O ataque químico revela, ainda, sinais de deformação residual provocada pelo polimento. Embora a etapa final de polimento visasse a remoção deste efeito, houve grande dificuldade na obtenção de superfícies isentas das marcas associadas à presença localizada de discordâncias (pites de ataque).

Já no caso das amostras deformadas, verifica-se que ocorre a ativação de múltiplos sistemas de deslizamento, mesmo em baixos níveis de estiramento, como em 4% (figura 5.2b). Nestes casos, a formação de precipitados é mais intensa, embora não venha a ser, contudo, significativamente frequente, o que coincide com o proposto em COLLINGS⁷⁵, onde se afirma que a presença de discordâncias e outros defeitos provoca uma nucleação heterogênea da fase α, modificando sua cinética de precipitação.

Com o aumento do grau de deformação induzido, há uma maior definição das bandas de deslizamento, ficando mais evidente a ativação dos sistemas secundários (figuras 5.2c e 5.2d). Não são observadas macras de longo alcance, o que sugere que o mecanismo básico de deformação da liga nestas condições é mesmo o de deslizamento de planos cristalinos⁷⁶, embora fosse esperada sua ocorrência em maior escala⁷⁷, devido à estabilidade da fase β⁷⁸.

A análise dos resultados da investigação por difração de raios-X confirma a maior precipitação incipiente da fase α do

⁷⁵ id. ibid. ref. 1, págs. 192-193

⁷⁶ id. ibid. ref. 5

⁷⁷ MOSTAFA, I. et alii: Crack Layer Analysis of Fatigue Fracture in a Metastable Titanium Alloy, *Mat. Sci. and Tech.*, A111, 1989, págs. 85-94

⁷⁸ id. ibid. ref. 62

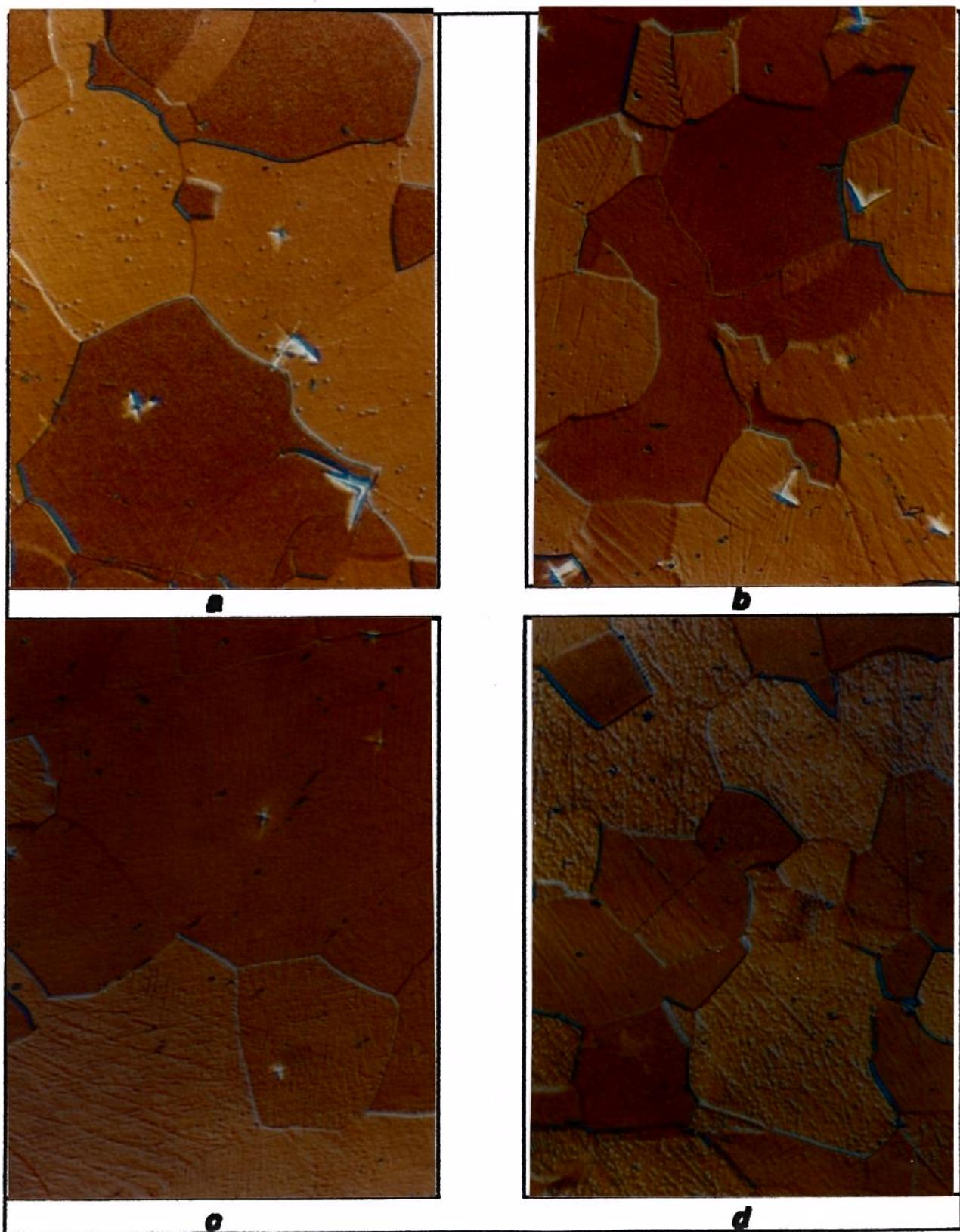


Figura 5.2. Microestrutura de amostras solubilizadas e estiradas a frio (1000X) a)0% de estiramento b)4% c)7% d)12%

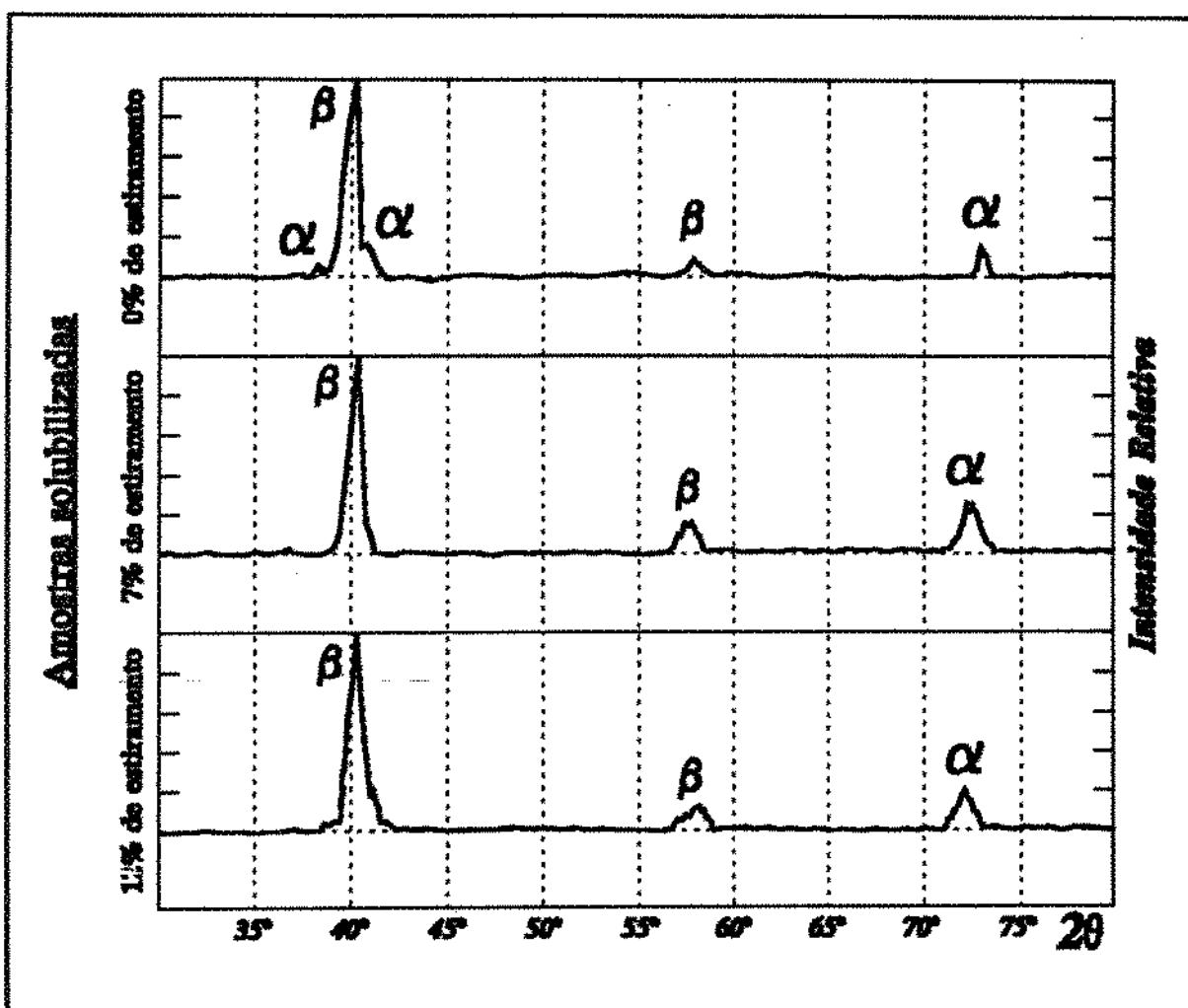


Figura 5.3. Representação dos difratogramas obtidos com a exposição de amostras solubilizadas aos raios-X

Tipo 1^{7e} em amostras estiradas a frio. Nota-se também uma maior texturização da microestrutura, representada por um menor espalhamento do pico principal da fase β ($\beta(110)$), pela intensificação de $\beta(200)$ (que comprova a ativação de sistemas alternativos de deslizamento, como foi visto por NIINOMI^{so}) e pela eliminação de picos secundários atribuídos à presença de variantes da fase α , com o aumento relativo da intensidade dos demais picos.

^{7e} id. ibid. ref. 34

^{so} id. ibid. ref. 62

Não ocorre a transformação $\beta \rightarrow \alpha$ em volume significativo em virtude do resfriamento após a solubilização, ou devido à deformação plástica provocada pelo estiramento. Ainda, não se observa, dentro dos limites de precisão e acuidade do difratômetro, a precipitação de TiCr₂.

A figura 5.3 ilustra, esquematicamente, alguns espectros obtidos e a tabela 5.1. apresenta as fases correspondentes à cada pico, de acordo com os dados da literatura.

Os ensaios de microdureza, realizados sobre regiões no interior dos grãos, mostram haver uma tendência ao amolecimento da microestrutura em função da pré-deformação. No entanto, para medições realizadas sobre os contornos dos grãos não se observam modificações sensíveis na microdureza. Os valores de dureza obtidos reproduzem estas tendências, como mostra a figura 5.4.

Tabela 5.1. Fases correspondentes aos picos assinalados nos espectros obtidos de difração de raios-X em amostras solubilizadas

Ângulo (2θ±0,5°)	38,5°	40°	41°	58°	72,5°
Fase Correspondente	α -hcp / Ti ₂ Sn (0002), Ti ₂ Al (0002), Ti ₂ Al (0002), Ti ₂ Sn (1120), (1012)	β -ccc (110), α -hcp / Ti ₂ Al (201)	α -hcp / Ti ₂ Al (2021), Ti ₂ Al (4041)	β -ccc (200)	α -hcp Ti ₂ Al (2023), Ti ₂ Al(4 043)

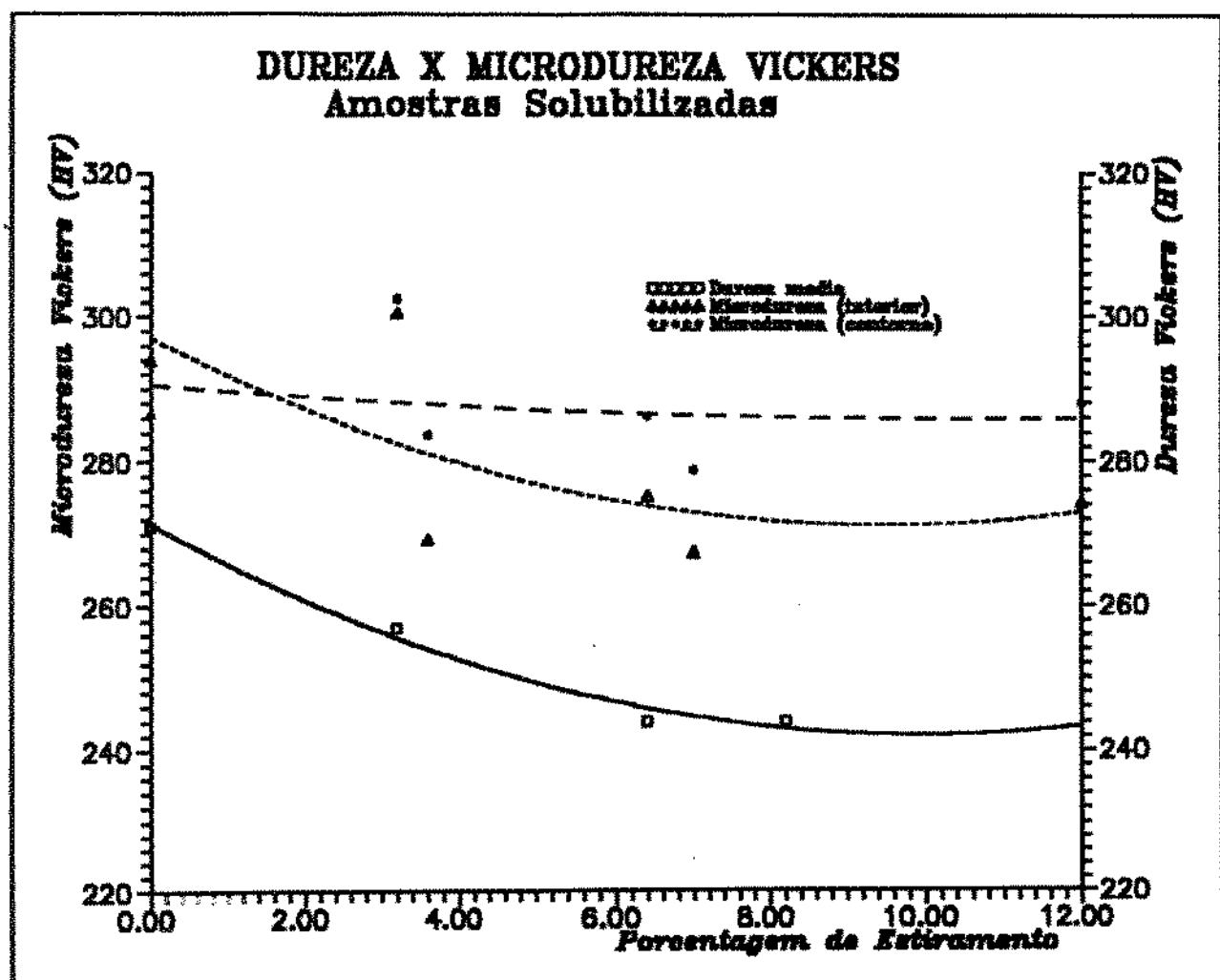


Figura 5.4. Variação da dureza e microdureza Vickers em função do grau de estiramento

Este comportamento atípico era esperado uma vez que a liga não apresenta encruamento em ensaios de tração^{s1} na condição solubilizada e, como foi verificada uma maior texturização da estrutura em função da pré-deformação, o maior alinhamento de β em (110) (plano preferencial de deslizamento em arranjos ccc^{s2}), associado à pequena presença de precipitados e à semelhança entre

^{s1} *id. ibid.* ref. 59

^{s2} COURTNEY, T.H.: *Mechanical Behaviour of Materials*, McGraw-Hill Book Co, 1990, pág. 153

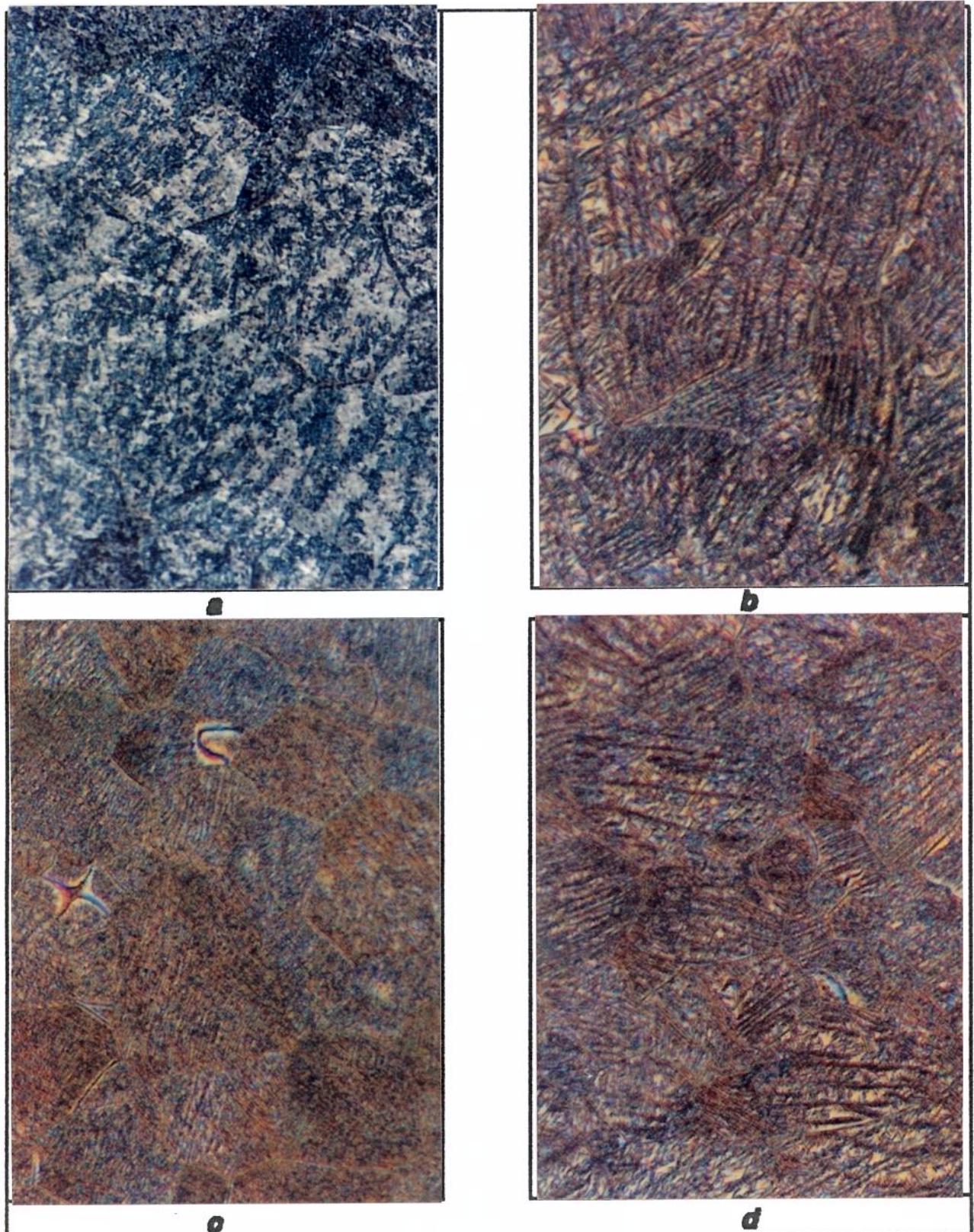


Figura 5.5. Microestruturas de amostras pré-estiradas a frio e envelhecidas a 540°C por 8 horas. a) 0% b)3% c)7% d)12% (1000x)

os raios atômicos de Ti e Vss, favorece a movimentação de discordâncias, seja por deslizamento cruzado ou por escalagem, minimizando seu bloqueio.

5.3. Amostras envelhecidas a 540°C por 8 horas resfriadas ao ar:

A precipitação da fase α , durante o envelhecimento a 540°C, ocorre na forma de pequenas agulhas ou lamelas dispostas uniformemente no interior e nos contornos de grãos, com a morfologia de Widmanstätten, como ocorre com a liga β -III⁸⁴ (ver figura 5.5a).

No caso das amostras pré-deformadas, os precipitados são nucleados principalmente ao longo das bandas de deslizamento ou de contornos de grão, crescendo na direção do escorregamento de planos decorrente do estiramento a frio, isto é, paralelamente ao $\beta(110)$, principalmente, e ao $\beta(200)$ (figuras 5.5 b, c e d).

As medidas de microdureza mostraram, assim, que a distância entre as formações preferenciais de precipitados a nestas amostras varia com o grau de deformação imposto, sendo mínima para o nível de 7%.

Isto explica a tendência das curvas de microdureza Vickers versus estiramento (figura 5.6), que apresentam valores médios máximos para amostras deformadas entre 3 de 7% e sugere que a pré-deformação a frio influí sobre a cinética de precipitação da fase α durante o envelhecimento a 540°C.

⁸³ FLEISCHER, R. L.: Substitutional Solid Solution Hardening of Titanium, *Scripta Metallurgica*, vol. 21, nº 8, 1987, págs. 1083-1085

⁸⁴ KALISH, D. e RACK, H.J.: The Structure and Properties of Thermomechanically Treated β -III Titanium, *Met. Trans.*, vol. 3, nº 7, 1972, págs. 1885-1892

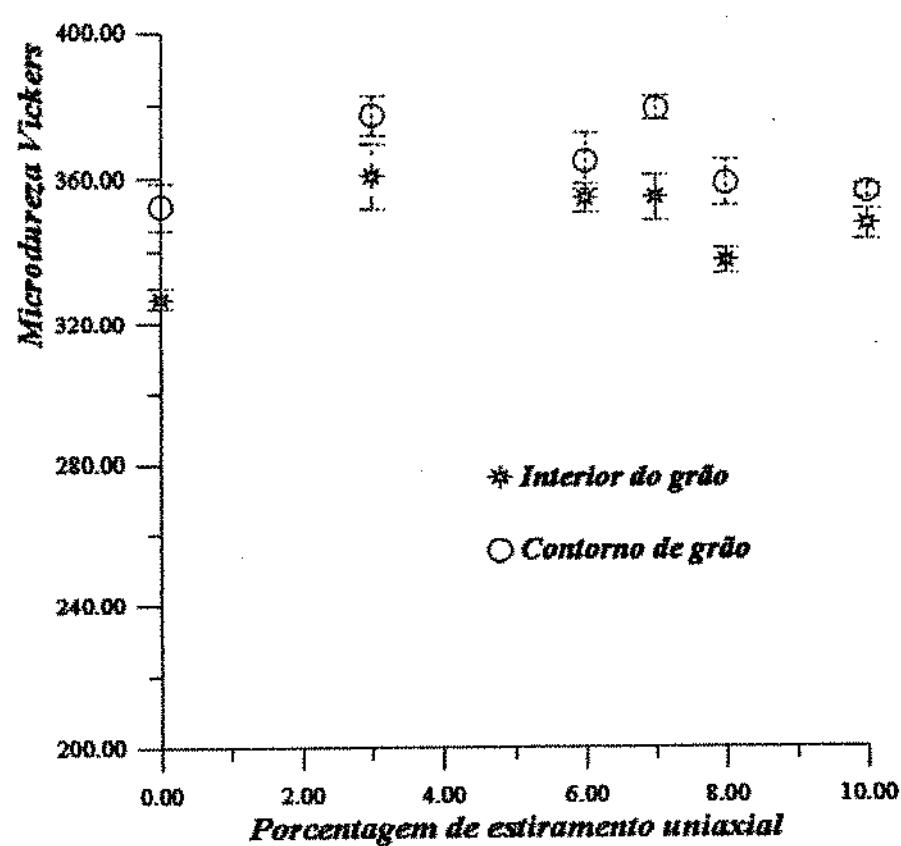


Figura 5.6. Comportamento da microdureza Vickers de amostras envelhecidas a 540°C/8 horas

Para comprovação deste efeito, um experimento simples foi realizado: duas amostras, uma estirada em 6% e outra sem deformação, foram envelhecidas por 30 minutos a 540°±15°C em forno sem atmosfera controlada e resfriadas em água.

Através das microestruturas obtidas, apresentadas nas figuras 5.7 a e b, verifica-se claramente que a precipitação ocorre mais intensamente na amostra deformada, indicando que houve uma redução no tempo necessário para a precipitação em relação à condição não-deformada. Então, a nucleação e o crescimento de precipitados durante o envelhecimento nesta temperatura depende, também, do estado de deformação residual da estrutura, e este fator deve ser observado na utilização deste material.

Outra característica importante observada em estruturas envelhecidas é a presença de uma fase de coloração escura disposta principalmente junto a contornos de grãos, de aparência monolítica e alotriomorfa (assemelhando-se a uma trinca), circundada ou não por estruturas de aspecto brilhante, com coloração levemente azulada, apresentando plaquetas muito pequenas em seu interior (ver figuras 5.5 a, b, c e d e, ainda, a figura 5.8). Esta fase de estrutura cfc, a fase L, foi reconhecida através dos resultados obtidos com microssonda de energia dispersiva (tabela 5.2) e da análise dos difratogramas (figura 5.9 e tabela 5.3).

A fase L, neste estudo, ocorreu sempre com o envelhecimento a 540°C em todas as condições de pré-deformação avaliadas sendo, portanto, independente do grau de estiramento uniaxial a frio na faixa de 0 à 12%, quanto à sua formação. Outra característica importante da fase L em contornos de grão, observada em todas as amostras, é que esta frequentemente ocupa toda a extensão de ao menos uma fronteira de grão, parecendo não depender da relação entre as orientações de grãos vizinhos para a sua precipitação.

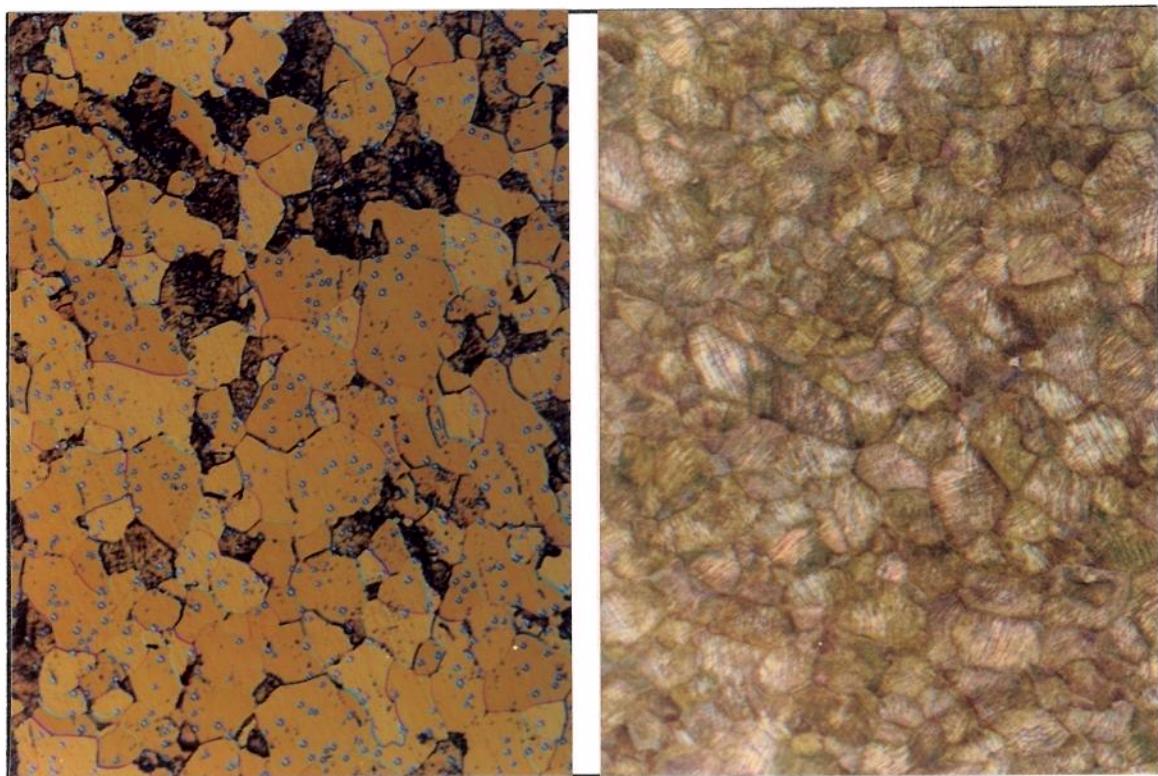


Figura 5.7. Microestruturas de amostras envelhecidas a 540°C por 30 minutos. Aumento de 250X: a)sem pré-estiramento b)estirada em 6%

Tabela 5.2. Emissões de energia dispersiva de raios-X da amostra estirada em 4%; valores relativos ao pico Ti-K α

Regiões	Al	Sn	Ti+V	V+Cr	Cr
Centro do grão	2,22 ± 0,17%	1,75 ± 0,20%	29,80± 1,24%	4,10 ± 0,30%	0,33 ± 0,01%
Periferia	2,07 ± 0,19%	1,71 ± 0,25%	29,29%± 1,38%	3,91 ± 0,20%	0,33 ± 0,01%
Contorno	2,11 ± 0,18%	1,70 ± 0,23%	29,46± 1,16%	4,39 ± 0,15%	0,31 ± 0,07%
Fase L no contorno	1,85 ± 0,10%	1,49 ± 0,09%	27,56± 0,43%	3,72 ± 0,23%	0,37 ± 0,14%



Figura 5.8. Fase L em contornos de grãos de amostra pré-estirada em 7% e envelhecida a 540°C por 8 horas. Aumento:5000X (MEV)

Pelos difratogramas apresentados na figura 5.9, não se verifica nenhuma relação entre a fração volumétrica da fase L e o grau de deformação imposto anteriormente ao envelhecimento a 540°C, o que sugere que a precipitação da fase L ocorre essencialmente em função da temperatura de tratamento, como afirmam CHEN⁸⁵ e RHODES⁸⁶ em seus trabalhos, independentemente das condições de processamento mecânico anterior da liga Ti 15-3.

Como apresenta a figura 5.9, não ocorreu formação significativa da fase ω (dada por $2\theta=31^\circ$) em virtude do envelhecimento a 540°C/8 horas, mesmo em níveis elevados de pré-deformação; não houve, ainda, precipitação significativa do composto intermetálico TiCr₂.

⁸⁵ *id. ibid.* ref. 47

⁸⁶ *id. ibid.* ref. 40

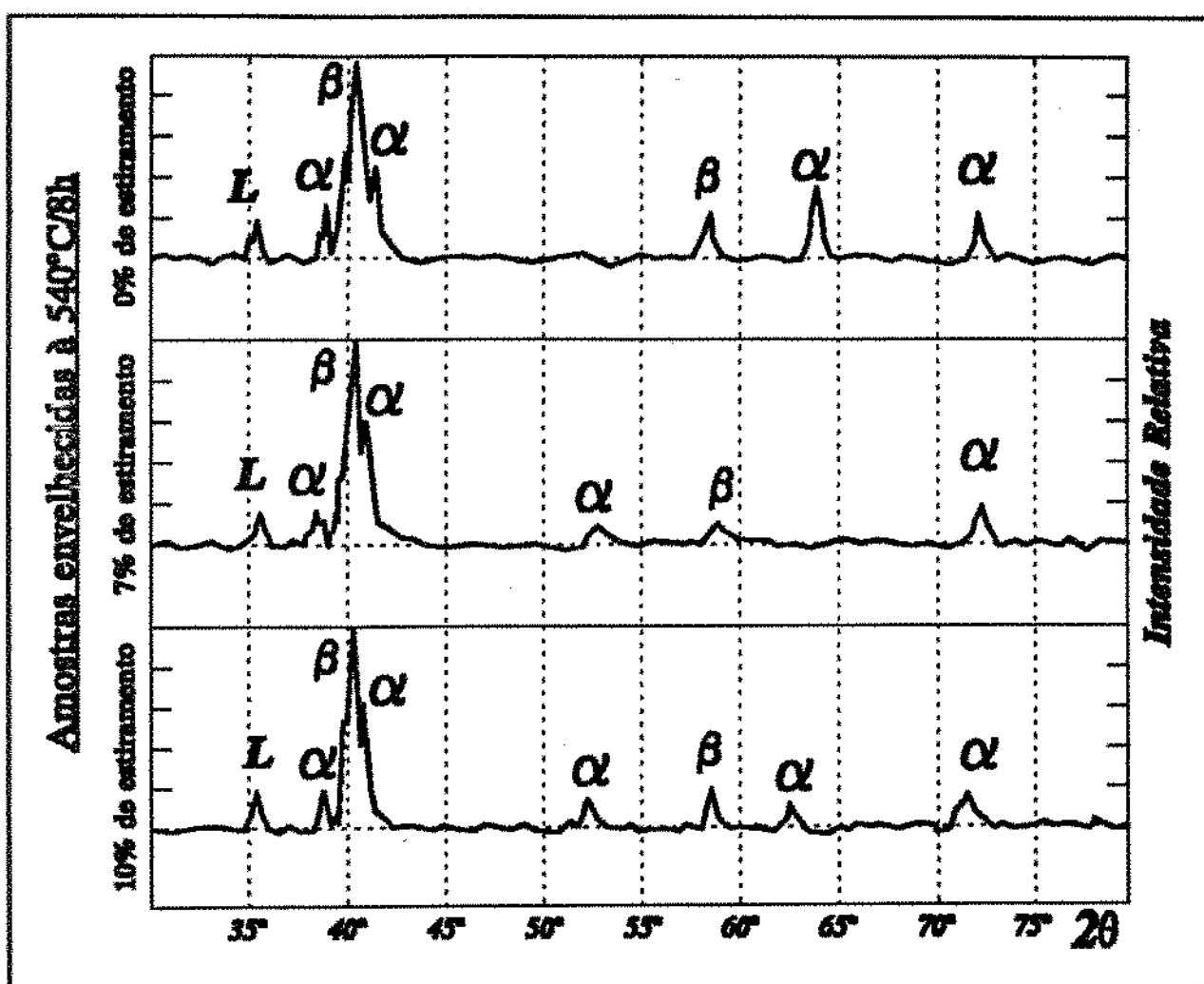


Figura 5.9. Representação dos difratogramas obtidos com amostras envelhecidas a 540°C/8h e diferentes níveis de pré-estiramento

A deformação a frio afeta substancialmente a presença de fases. De acordo com os difratogramas obtidos e com a tabela 5.3, verifica-se uma intensificação dos picos da fase α em 41° com o estiramento, bem como a eliminação do pico da fase α em $63,5^\circ$ e a sua transposição para 53° para amostras estiradas em 7%.

Já para níveis mais elevados de estiramento, como 10%, observa-se novamente um pico em $2\theta = 63,5^\circ$, com uma intensificação de $\beta(200)$ e a definição de $\alpha(10\bar{1}2)$, mantendo-se as intensidades dos picos α nas posições $38,5^\circ$ e 41° .

Tabela 5.3. Identificação das fases presentes segundo os difratogramas de amostras envelhecidas

Ângulo (2θ) 0,5°	Fases Correspondentes
35,3°	L(001) → cfc, monolítica
38,5°	α -hcp → Ti ₃ Sn(0002), Ti ₃ Al(0002) Ti ₂ Al(0002), Ti ₂ Sn(1120) e/ou (1012)
40°	β -ccc (110), α -hcp/Ti ₃ Al(2021)
41°	α -hcp → Ti ₂ Al(2021), Ti ₃ Al(4041)
53°	α -hcp (1012) → Tipo 2
58°	β -ccc (200)
63,5°	α -hcp → Tipo 2
72,5°	α -hcp → Ti ₂ Al(2023), Ti ₃ Al(4043)

Há, neste caso, uma maior dispersão da fase α e suas variantes, o que sugere que a ativação de planos secundários influí qualitativamente na precipitação destas estruturas.

A fase α (1012) é definida por RHODES e WILLIAMS⁸⁷ como sendo formada pela maclação de morfologias α do Tipo 1. Assim, embora não tenham sido observadas formações de maclas de longo alcance na condição solubilizada, a combinação entre a pré-deformação a frio e o envelhecimento a 540°C por 8 horas propicia a ocorrência deste mecanismo de deformação da estrutura.

Estas variações qualitativas e quantitativas no conjunto de fases presentes em função das condições termomecânicas da liga, bem como alterações na distribuição de

⁸⁷ *id. ibid.* ref.34

precipitados devido à deformação a frio, produzem efeito sobre o seu comportamento mecânico em tração.

As figuras 5.10 a e b apresentam estas variações no comportamento mecânico em tração. Como se pode observar nestas figuras, embora a deformação a frio não tenha produzido modificações excessivas nos valores das propriedades mecânicas do material (variação total de aproximadamente 8% no limite de escoamento, por exemplo), verifica-se uma tendência compatível com os resultados obtidos na avaliação das microestruturas.

Os corpos-de-prova sem pré-estiramento apresentaram valores mais elevados do limite de escoamento e menor dutilidade (menor alongamento, moderada resistência à tração e baixo coeficiente de encruamento, denotando pequena diferença entre os limites de escoamento e resistência à tração) que as amostras deformadas, de modo geral.

Este comportamento é explicado em virtude do menor volume da fase α do Tipo 2 nas amostras deformadas, associado à intensificação dos picos do Tipo 1. Segundo RHODES e PATON⁸⁸, a presença de precipitados α do Tipo 2 tende a ampliar a resistência ao escoamento de uma liga β -estabilizada, em maior proporção que a precipitação de α do Tipo 1. Por outro lado, a distribuição finamente dispersa de α do Tipo 2 tende a reduzir a dutilidade da estrutura $\beta+\alpha$, obtida após o envelhecimento.

Ainda, há um maior volume de precipitados α de morfologia globular que nas amostras não deformadas, formado anteriormente à etapa de envelhecimento. Este tipo de morfologia também favorece a dutilidade em detrimento à resistência ao escoamento e à tenacidade.^{89,90}

Em vista disto, o comportamento mecânico do material estirado em 7% (onde foram verificados os mais baixos valores na

⁸⁸ *id. ibid.* ref. 36

⁸⁹ *id. ibid.* ref. 10

⁹⁰ *id. ibid.* ref. 48

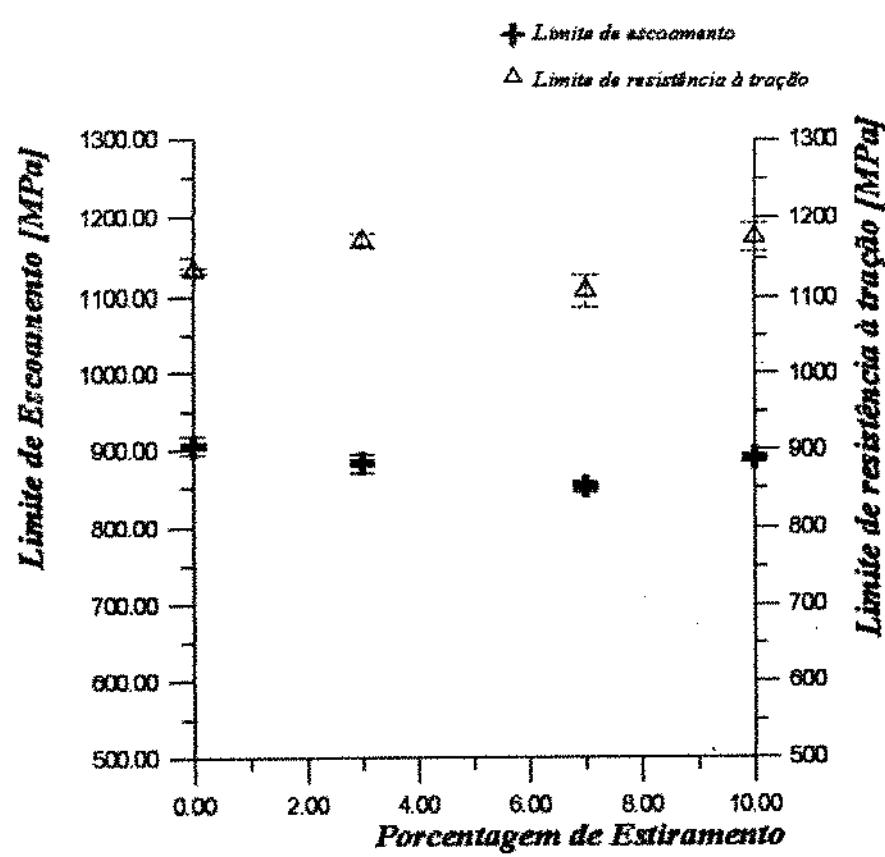


Figura 5.10a. Tração de amostras envelhecidas a 540°C/8 horas:
Limite de Escoamento X Limite de Resistência à Tração

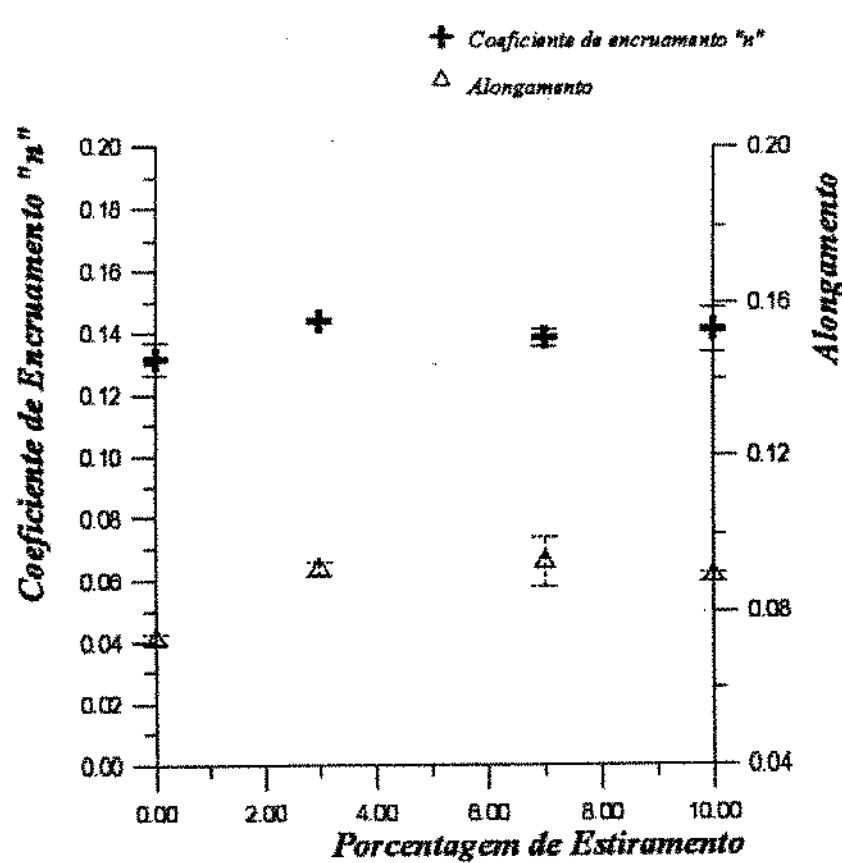


Figura 5.10b. Tração de amostras estiradas a frio e envelhecidas a 540°C por 8 horas. Coeficiente de Encruamento (n) X Alongamento

resistência à tração e no limite de escoamento, para o maior alongamento relativo, de acordo com a figura 5.10) pode, então, ser explicado em função do menor volume de precipitados α do Tipo 2 em relação às demais condições e da maior quantidade de precipitados do Tipo 1, relativamente à condição não estirada (figura 5.9).

Já para 10% de estiramento, há uma recuperação no volume das estruturas do Tipo 2 que implica em uma maior tenacidade e numa dutilidade ligeiramente inferior (uma vez que praticamente não se altera o volume de α do Tipo 1), em relação à condição pré-deformada em 7%, como se observa na figura 5.9.

Este tipo de comportamento provocado pela pré-deformação da liga, com redução no limite de escoamento associada a uma maior dutilidade, reproduz as tendências observadas no caso de superenvelhecimento de estruturas não deformadas^{s1}.

Assim, para aplicações que requeiram maior resistência ao escoamento de produtos obtidos por conformação plástica, o tempo de tratamento a 540°C da liga Ti 15-3 merece ser avaliado em função do grau de deformação imposto ao material.

Outro detalhe a ser observado quanto ao tratamento a 540°C se refere à atmosfera de forno. Em todas as amostras, mesmo com apenas 30 minutos de exposição à esta temperatura, ocorreu a formação de uma camada relativamente espessa de óxido. Apesar disto não causar, aparentemente, prejuízos ao comportamento mecânico do material, a formação desta camada de óxido de difícil remoção pode comprometer a qualidade de eventuais operações posteriores de soldagem. A oxidação da liga Ti 15-3 é um fator tão relevante que foi desenvolvida, recentemente, uma nova liga, denominada Beta 21-S (Ti-15Mo-2.7Nb-3Al-0.2Si), com propriedades

^{s1} BUTTINELLI, D., FELLI, F. e FESTA, G.B.: Evaluation of the Mechanical Behaviour of a Beta-C Titanium Alloy in Aged and Overaged Condition, *Metallurgical Science and Technology*, Vol. 9, nº 3, 1991, págs. 117-125

semelhantes à Ti 15-3, mas com maior resistência à oxidação.⁸² Assim, o controle da atmosfera de forno para o envelhecimento a 540°C, apesar de ter sido desprezado pela norma AMS 4914, deve ser considerado.

5.3. Amostras envelhecidas a 540°C/ 8 horas e submetidas a temperaturas de simulação:

As condições de estabilidade da microestrutura em serviço foram simuladas nas temperaturas de 150° e 300°C, utilizando tempos de retenção selecionados a partir dos resultados obtidos por microdureza. Estes resultados, apresentados nas figuras 5.11 a e b, mostram que para tempos de retenção acima de 42 horas, tanto a 150°C como a 300°C, as alterações em medições de microdureza da microestrutura passam a ser mínimas, representando estabilidade no comportamento nestas temperaturas.

Nos diagramas das figuras 5.11 a e b, observa-se uma maior dispersão dos resultados obtidos para os tratamentos a 300°C que a 150°C.

Embora nada se possa afirmar quanto à relação entre os valores de microdureza e a distribuição de precipitados, nas condições de simulação, através da observação das amostras em microscópio ótico (figuras 5.12 e 5.13), pode-se verificar uma sensível modificação morfológica em relação à microestrutura não estirada e envelhecida a 540°C/8 horas (figura 5.5a). Nas amostras submetidas aos tratamentos de simulação, os precipitados situados em regiões centrais dos grãos são maiores e melhor definidos, apresentando-se na forma de lamelas mais longas e espessas, que na condição envelhecida conforme a AMS 4914. Já em regiões de contorno de grão, especialmente, verifica-se, pelas figuras 5.12 e 5.13, a presença de formações ocasionais da fase

⁸² BOYER, R.R.:New Titanium Applications on the Boeing 777 Airplane, *JOM*, Vol. 44, nº 5, 1992, págs. 23-25

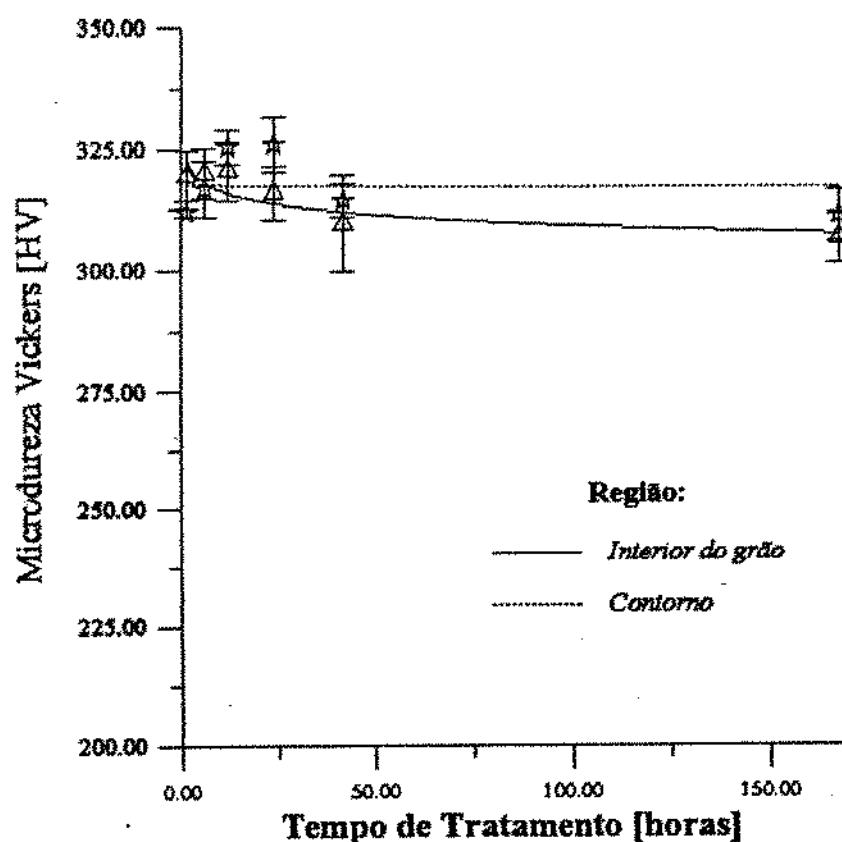


Figura 5.11a). Comportamento da microdureza em função do tempo de retenção à temperatura de simulação de 150°C.

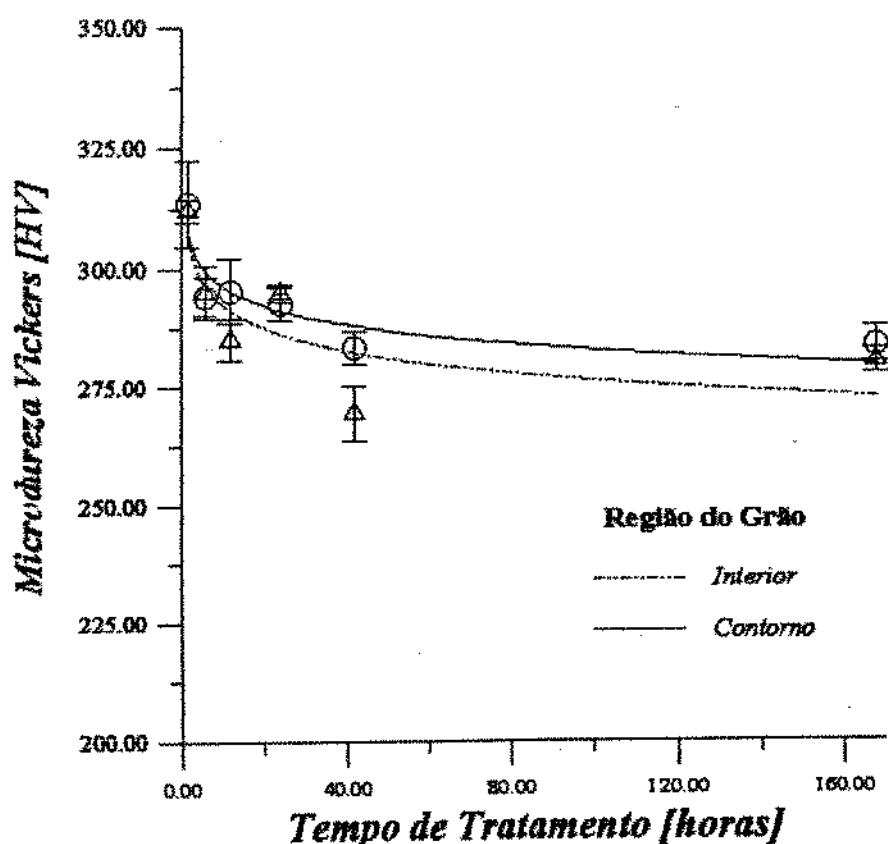


Figura 5.11b) Variação da microdureza Vickers em função do tempo de retenção na temperatura de simulação de 300°C

L, além da presença intensa de precipitados finos da fase α , de modo semelhante ao observado na figura 5.5a.

Os resultados das avaliações das fases presentes por difração de raios-X em amostras expostas às temperaturas de simulação por 168 horas (figura 5.14) comprovam a presença da fase L nestas condições. Isto sugere que, após sua precipitação com o envelhecimento a 540°C, esta formação se modifica muito lentamente, embora seja descrita na literatura como uma estrutura de transição na transformação $\beta \rightarrow \alpha$.^{93,94}

Pelos difratogramas da figura 5.14 e pela tabela 5.3, ainda, verifica-se que, somente na retenção a 150°C, ocorre a transformação de precipitados α do Tipo 2 orientados paralelamente ao plano (1012), que são formados pela maiação de estruturas α do Tipo 1, identificados por um pico em $2\theta = 53^\circ$. Simultaneamente à este fenômeno, tem-se uma redução em $\beta(200)$ e na outra formação de α do Tipo 2 (em $2\theta = 63,5^\circ$), com um aumento relativo do espalhamento dos demais picos correspondentes à precipitação de arranjos hexagonais compactos da fase α .

Já para o caso de amostras mantidas a 300°C por 168 horas, observa-se uma grande semelhança com o difratograma obtido para a condição somente envelhecida, apresentando, em relação à esta, apenas uma redução na intensidade da formação de precipitados α do Tipo 2 e um maior espalhamento dos demais picos associados à fase α , além de uma maior definição de $\beta(110)$ associado à dispersão mais acentuada de $\beta(200)$.

Esta semelhança entre os espectros das amostras envelhecidas e daquelas submetidas à temperatura de simulação de 300°C, bem como as diferenças entre estes difratogramas e o obtido para a retenção a 150°C, podem explicar os resultados obtidos nas avaliações do comportamento em tração.

Analizando as figuras 5.15 e 5.16, observa-se que, do

⁹³ *id. ibid.* ref. 47

⁹⁴ *id. ibid.* ref. 40

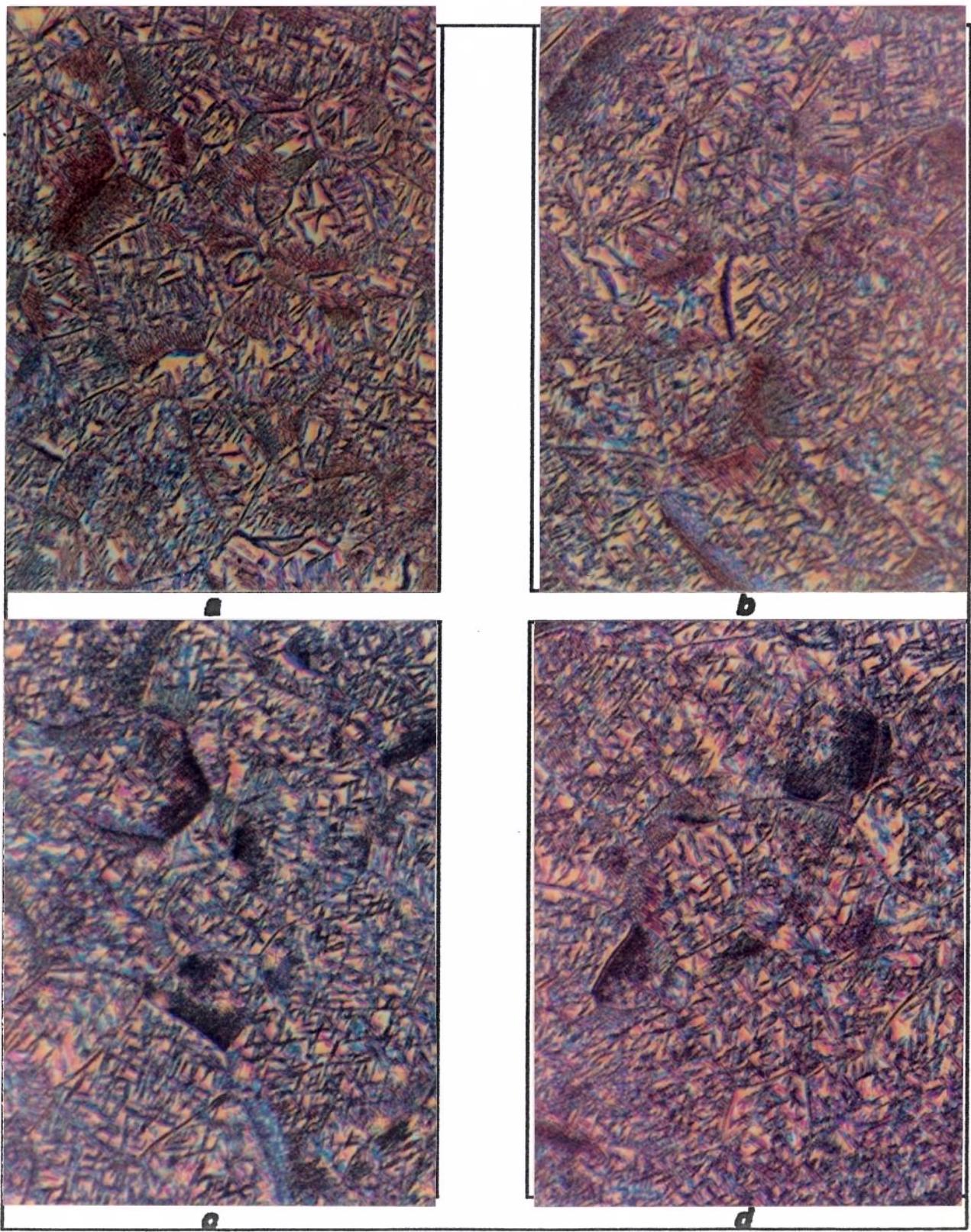


Figura 5.12. Microestruturas de amostras envelhecidas a 540°C por 8 horas e mantidas a 150°C por tempos diferentes (1000X): a)1,5 h b)12 h c)42 h d)168 h

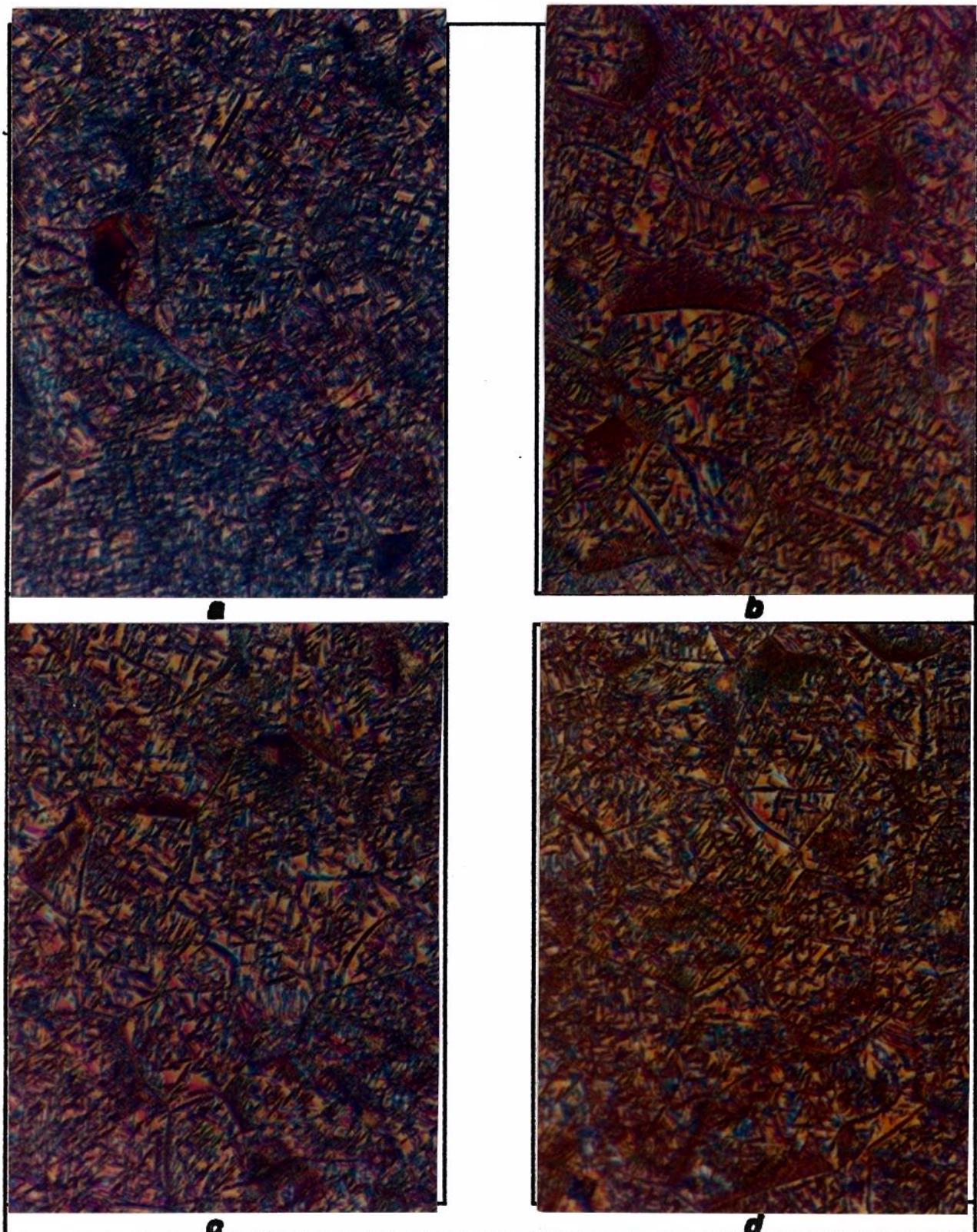


Figura 5.13. Microestruturas de amostras envelhecidas a 540°C/8 h e mantidas a 300°C por diferentes períodos (1000X): a)1,5 h b)12 h c)42 h d)168 h

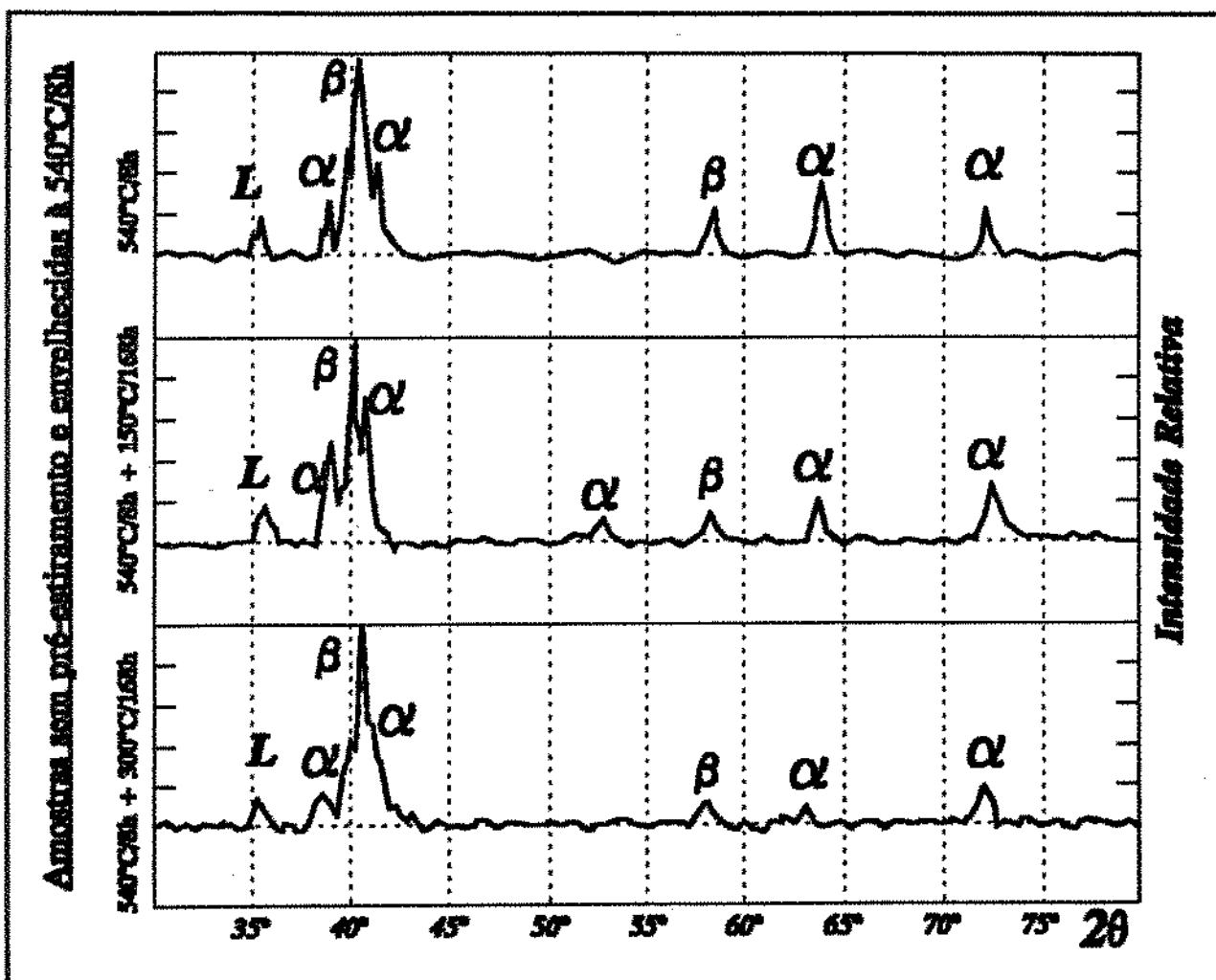


Figura 5.14. Representação de difratogramas obtidos na exposição de amostras envelhecidas e tratadas para as condições de simulação aos raios-X.

mesmo modo que para as amostras na condição envelhecida, os valores de limite de escoamento sofreram uma redução em função da pré-deformação a frio, enquanto que as propriedades relacionadas à dutilidade tiveram (figura 5.19), de forma geral, uma elevação suave em suas intensidades. As curvas apresentam sempre uma reversão de crescimento em torno de 7% de estiramento, exceto para a condição de simulação a 150°C.

De acordo com a figura 5.17, os resultados observados para o limite de escoamento das amostras mantidas a 300°C foram sempre muito próximos dos obtidos para o material na condição envelhecida, embora apresentassem sempre valores médios ligeiramente inferiores. Isto pode ser explicado pela menor

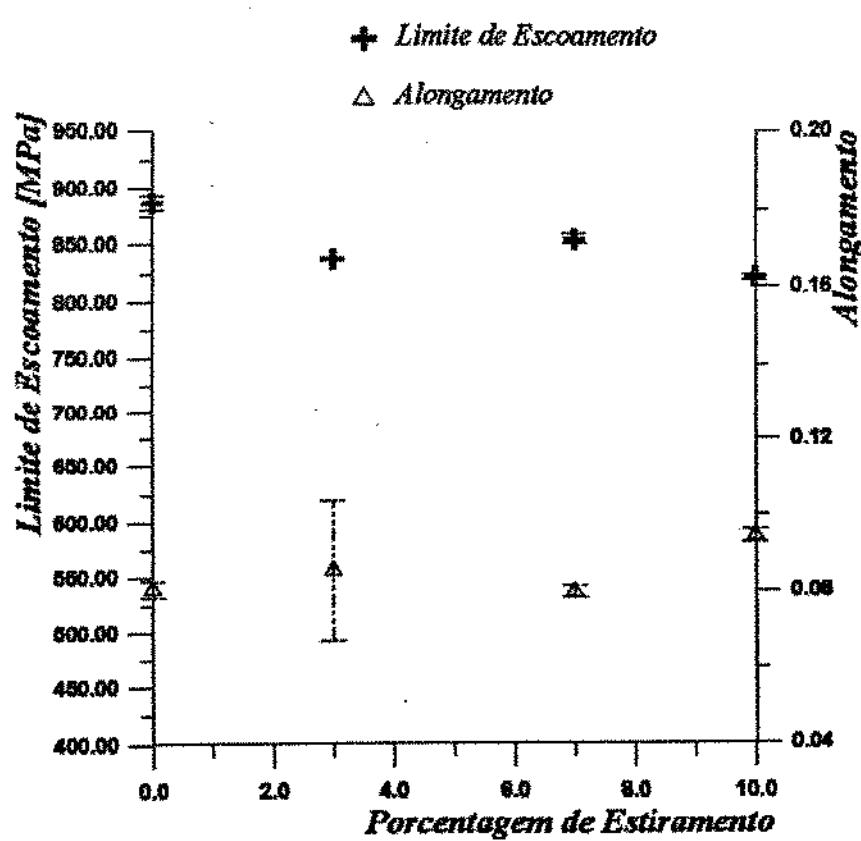


Figura 5.15. Comportamento em tração de amostras submetidas à temperatura de 150°C por 142 horas: Escoamento X Alongamento

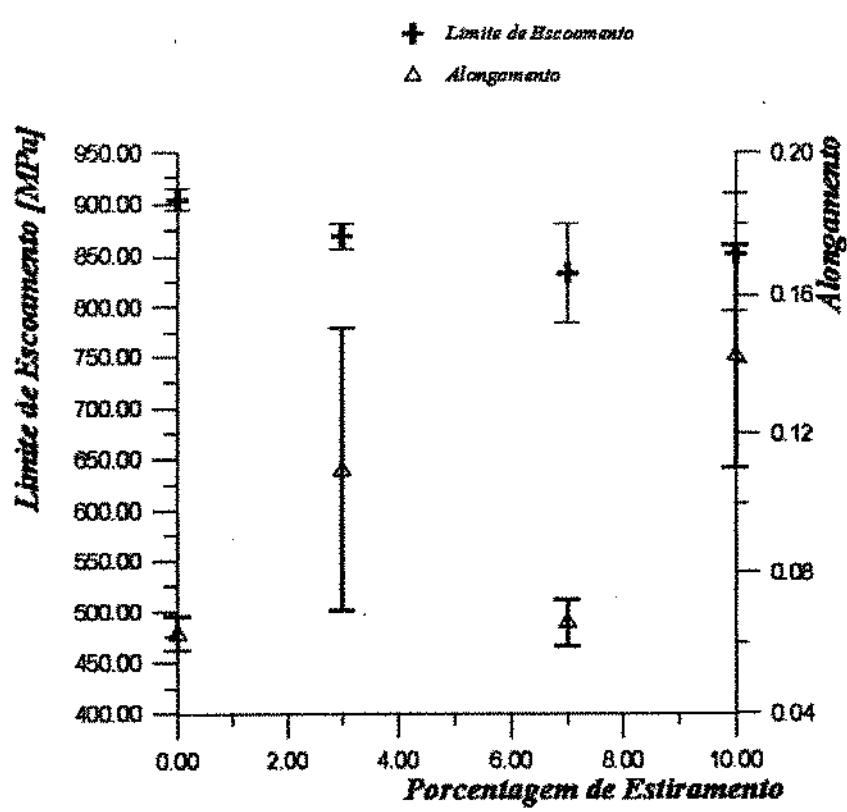


Figura 5.16. Comportamento mecânico de amostras envelhecidas e mantidas a 300°C por 72 horas: Limite de Escoamento X Alongamento

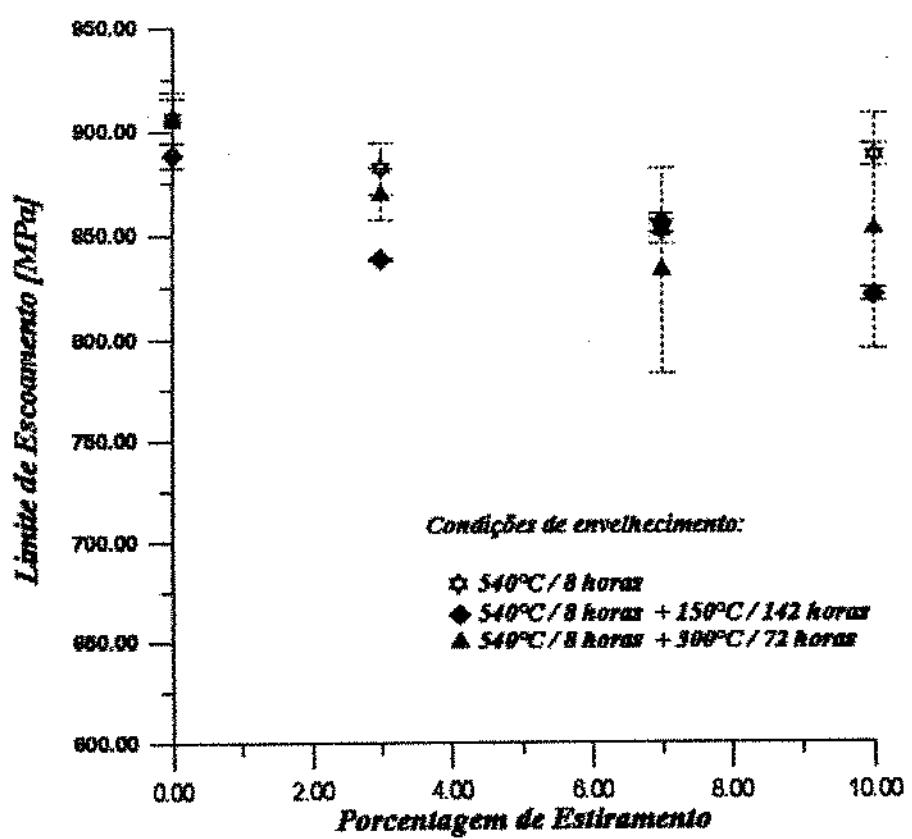


Figura 5.17. Comparação dos valores de limite de escoamento entre as amostras envelhecidas e as expostas às condições de simulação

proporção de precipitados α do Tipo 2 em relação às formações do Tipo 1 na simulação a 300°C, em comparação às amostras envelhecidas conforme o estabelecido na AMS 4914.

Como foi visto no item anterior, a presença de precipitados α do Tipo 2 favorece a tenacidade, o que explica também os valores mais elevados de resistência à tração apresentados nos ensaios com corpos-de-prova após o envelhecimento a 540°C em relação aos expostos a 300°C por 72 horas (figura 5.18). Ainda, o maior volume relativo de estruturas α do Tipo 1 verificado para a condição simulada trouxe consistente melhoria na dutilidade, como se pode averiguar na figura 5.19.

Para as amostras mantidas a 150°C por 142 horas, a precipitação da fase α do Tipo 2 orientada paralelamente a (1012) não é suficiente para manter os níveis verificados nas demais condições para o limite de escoamento. Isto ocorre, provavelmente, em virtude da precipitação adicional de morfologias globulares de α do Tipo 1, que provoca, ainda, a manutenção dos valores observados no alongamento e no limite de resistência à tração, em relação ao material envelhecido.

Em relação às curvas dadas pela variação do coeficiente de encruamento em função do estiramento (figura 5.20), pode-se afirmar que a exposição de amostras envelhecidas a 540°C por 8 horas às temperaturas de 150°C e 300°C por períodos prolongados de tempo acentua a sua inclinação, embora o parâmetro n aparente ser mais sensível ao grau de estiramento aplicado do que às condições de retenção nas temperaturas de serviço.

5.5. Análise dos aspectos de fratura:

Os resultados mais significativos obtidos nos ensaios de tração foram, sem dúvida, as variações nos aspectos de fratura entre as diferentes condições de tratamento termomecânico. Mais importantes que dados numéricos sujeitos à dispersão, a

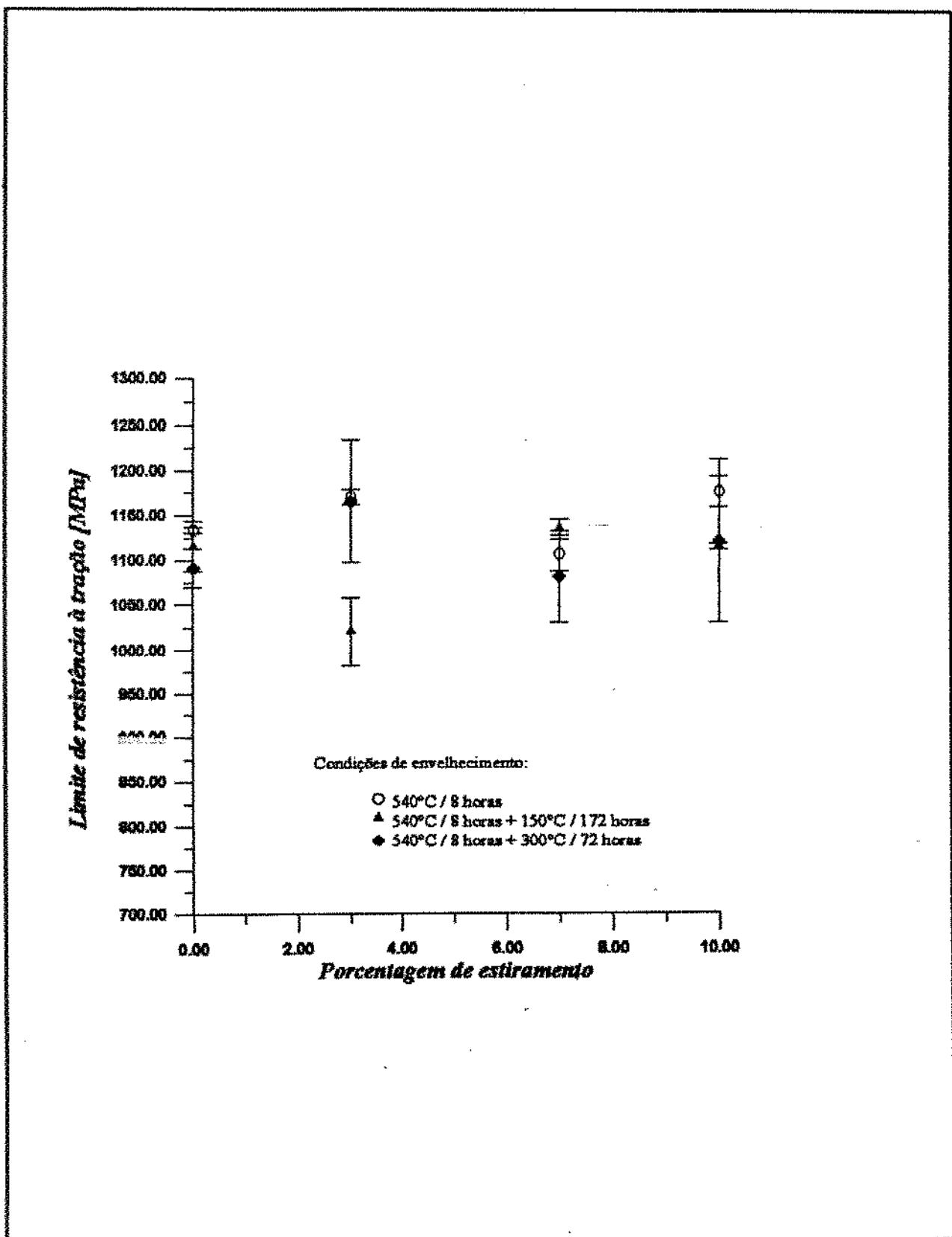


Figura 5.18. Relação entre os valores observados para o limite de resistência à tração nas condições de simulação

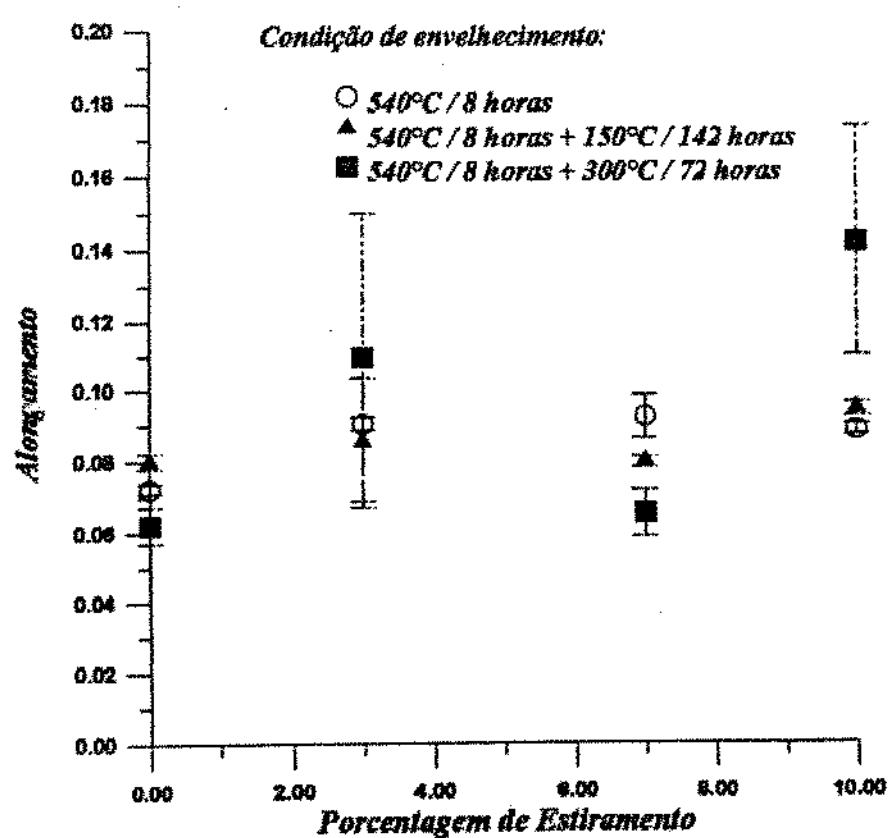


Figura 5.19. Relação entre as amostras nas condições de simulação quanto ao alongamento verificado em função da pré-deformação

superfície de fratura traz informações sobre características inerentes à cada microestrutura, possibilitando, inclusive, a otimização das propriedades mecânicas.

Com esta idéia, foram realizadas inspeções a olho nu, observações em microscópio ótico e em microscópio eletrônico de varredura, a fim de determinar possíveis modificações no comportamento em fratura de corpos-de-prova ensaiados por tração.

A formação de bandas de deslizamento, bastante visível a olho nu durante a estrição, ocorreu sempre entre 60° e 65° em relação ao eixo de aplicação da carga de tração. Um exemplo disto pode ser visto na figura 5.21, tomada sobre a superfície previamente polida de uma amostra envelhecida a 540°C por 8 horas com 7% de estiramento a frio. Entretanto, como mostra a tabela 5.4, houve casos específicos onde a superfície de fratura final não se formou exclusivamente dentro da região de deformação mais intensa, denotada pela formação de bandas de deslizamento, ocorrendo à aproximadamente 90° em relação ao sentido do carregamento. A figura 5.22 esquematiza estes resultados.

Tabela 5.4. Orientações médias das superfícies de fratura obtidas nos ensaios de tração em relação ao eixo longitudinal dos corpos de prova

Orientação da superfície de fratura quanto ao eixo de carregamento (graus)	Condição Termomecânica											
	Envelhecida a 540°C/8 h				Envelhecida e mantida a 150°C/142 h				Envelhecida e mantida a 300°C/72 h			
	0°	32°	72°	10°	0°	32°	72°	10°	0°	32°	72°	10°
	Preferencial	90	65	60	65	90	90	65	90	90	60	65
Ocasional	-	90	90	10	-	60	-	-	-	-	-	-

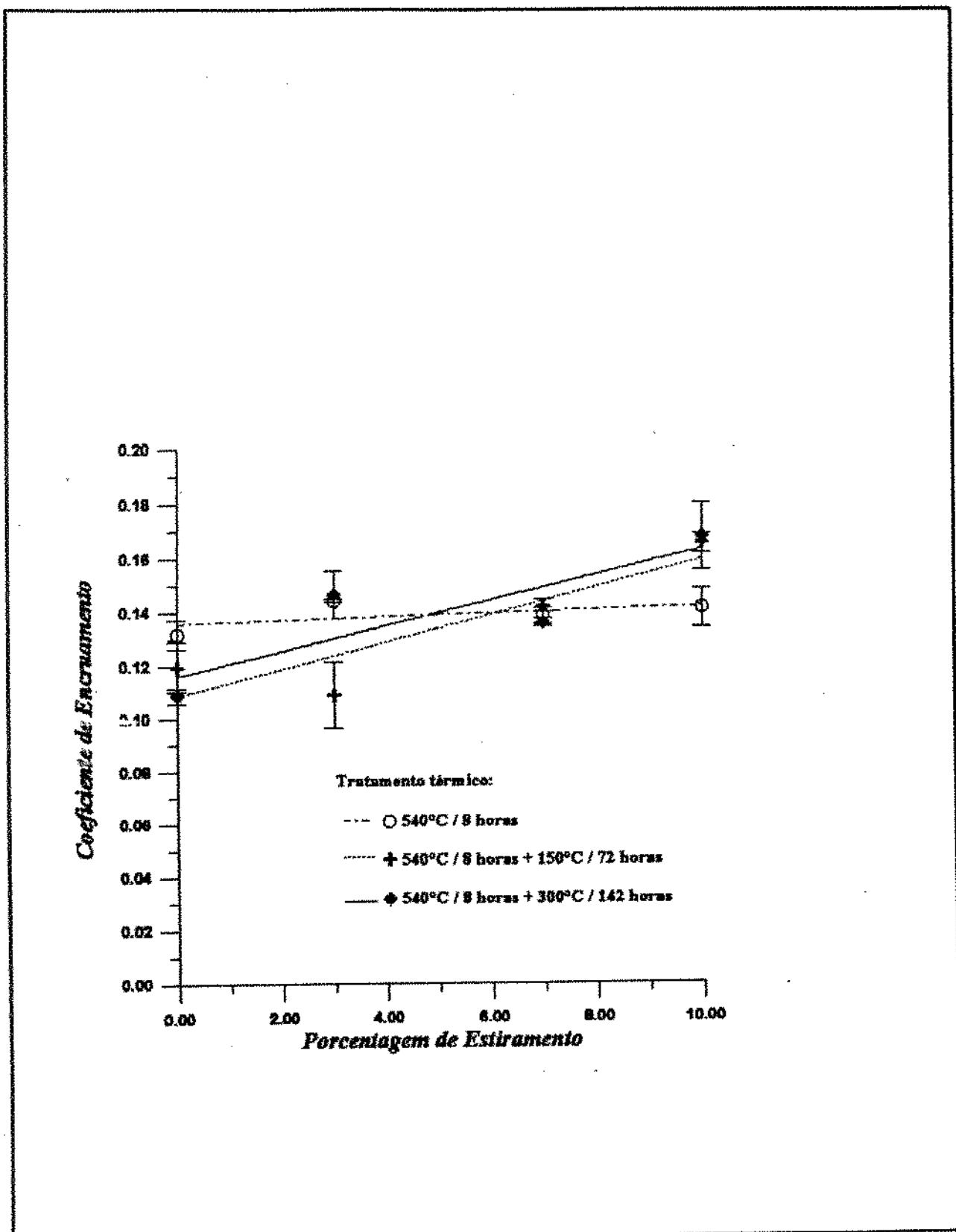


Figura 5.20. Variação do coeficiente de encruamento em função do grau de estiramento para as condições de simulação

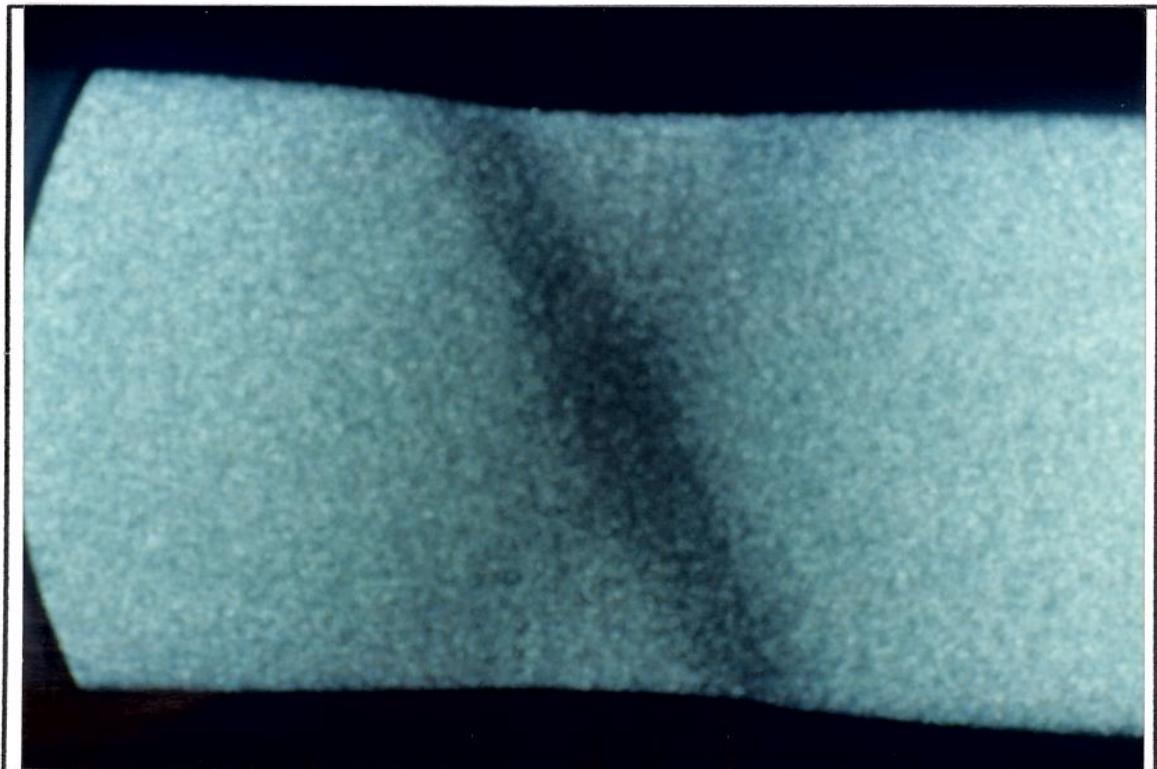


Figura 5.21. Aspecto macroscópico da formação de bandas de deslizamento em amostra envelhecida. Aumento: 10X (M.O.)

Ao observar estas superfícies de fratura em microscópio eletrônico de varredura, percebem-se alterações consistentes em seus aspectos, correspondentes às condições termomecânicas anteriores aos ensaios de tração. Comparando os dados da tabela 5.4 com as figuras 5.23, 5.24 e 5.26, nota-se uma transição na aparência da fratura em relação ao tratamento posterior ao envelhecimento.

Da figura 5.23, a superfície fraturada de uma amostra estirada em 3% e envelhecida apresenta elevações junto às bordas, que revelam sinais de deformação plástica extensiva, e protuberâncias e cavidades esféricas espalhadas pela região central, sem alinhamento em qualquer sentido.

Já na figura 5.24, de uma amostra estirada em 3%, envelhecida e mantida a 150°C por 142 horas, a superfície de

Representação da borda lateral de corpos de prova fraturados por tração

Fratura à 90°:



Fratura à 65°:



Fratura à 60°:



Figura 5.22. Representação esquemática das formas das superfícies laterais da fratura de amostras ensaiadas por tração

fratura é mais acidentada na sua região central (contendo nervuras e outras elevações, com poucas cavidades), enquanto que as elevações junto às bordas não são tão pronunciadas como no caso anterior.

A superfície fraturada da amostra pré-deformada em 3%, envelhecida e retida a 300°C por 72 horas (fig. 5.26) apresenta aspectos comuns aos dois casos anteriores, com bordas mais altas (como na condição deformada e envelhecida) e interior acidentado, semelhante à condição de simulação de 150°C (fig. 5.24).

O efeito da deformação sobre os aspectos macroscópicos de fratura por tração é ilustrado pelas figuras 5.25 e 5.26. Nestas figuras, verifica-se que a amostra sem deformação não apresenta os lábios pronunciados junto às bordas, como no material estirado, apresentando ainda relevo menos acidentado na

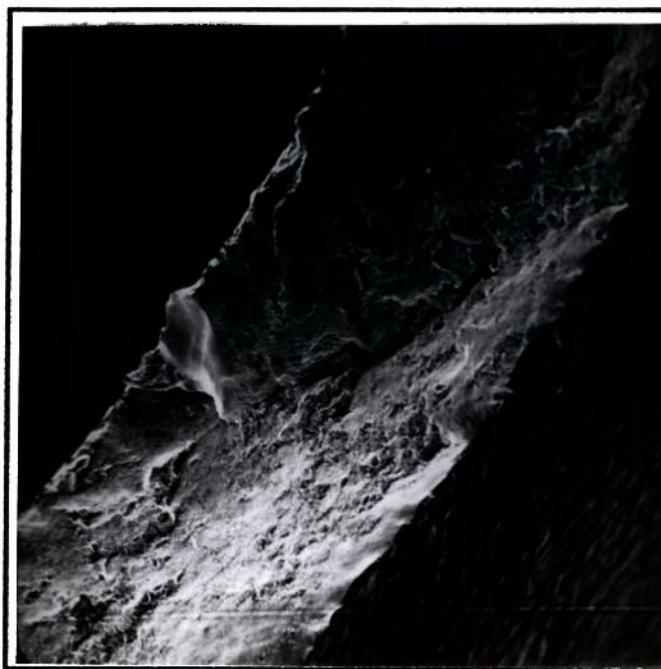


Figura 5.23. Vista geral da superfície fraturada de amostra estirada em 3% e envelhecida. Aumento: 70X (MEV)

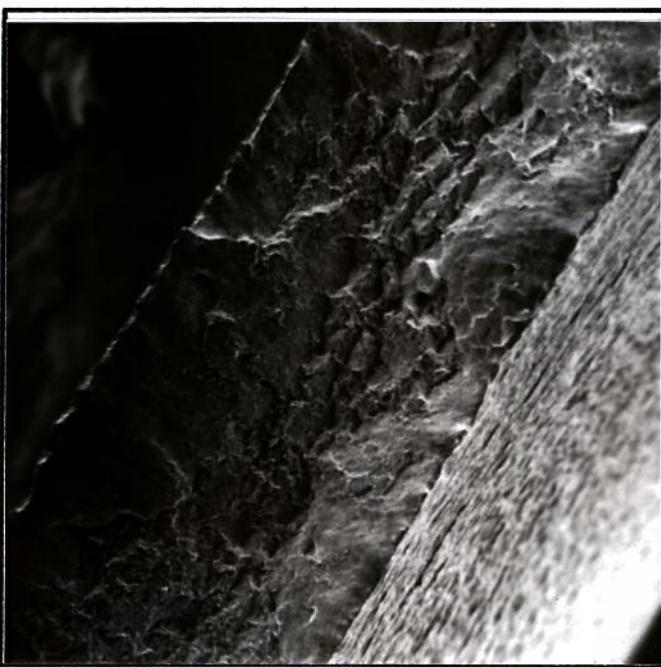


Figura 5.24. Superfície fraturada em ensaio de tração de amostra estirada em 3%, envelhecida e exposta a 150°C/142 h. Aumento: 70X (MEV)

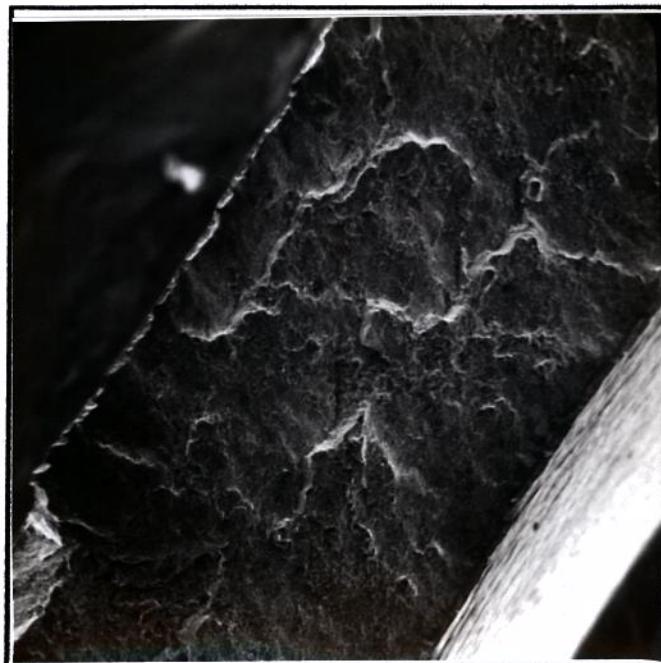


Figura 5.25. Aspectos gerais da fratura de amostra envelhecida e mantida a 300°C/72 horas, sem deformação. Aumento: 70X (MEV)

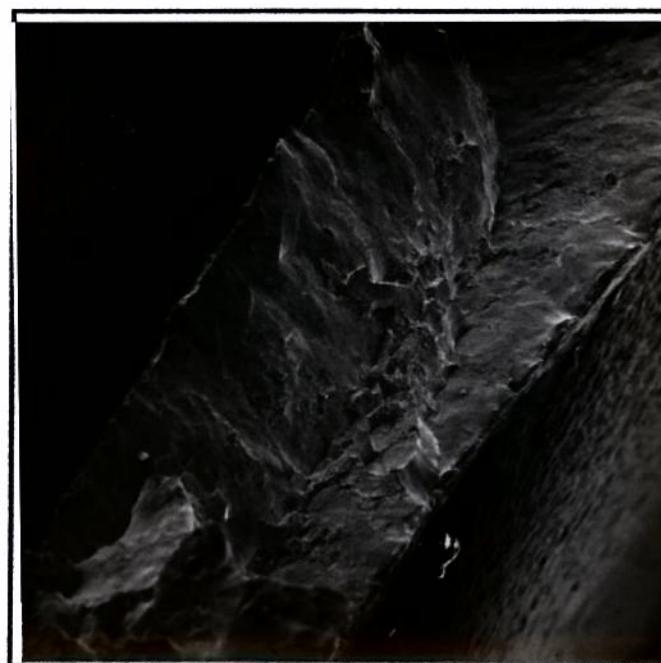


Figura 5.26. Superfície fraturada de amostra estirada em 3%, envelhecida e tratada a 300°C/72 horas. Aumento: 70X (MEV)

região central, embora mantenha sinais de deformação plástica extensiva.

De acordo com este conjunto de informações, a presença de elevações junto às bordas dos espécimes parece ocorrer somente nos casos em que a fratura se dá ao longo de uma superfície alinhada a direções dispostas entre 60° e 65° em relação ao eixo de carregamento, o que ocorre quando a separação se dá dentro da região de formação mais intensa de bandas de deslizamento.

Para explicar estas relações, foram realizadas inspeções com grandes aumentos (isto é, entre 100 e 10.000X), através do microscópio eletrônico de varredura. Investigando o relêvo acidentado da região central das amostras submetidas à condições de simulação, constatou-se a presença constante de microtrincas em contornos de grão, nucleadas especialmente junto à fase L, como mostram as figuras 5.27 a e b e 5.28.

Já para microestruturas que não apresentam um volume significativo de precipitados $\alpha(10I2)$ do Tipo 2, como nas amostras sem deformação submetidas ao tratamento de simulação a 300°C (figura 5.29), a densidade de ocorrências de microtrincas em contornos de grão é notoriamente menor que nos demais casos, o que sugere que a presença de estruturas $\alpha(10I2)$ do Tipo 2 próximas à fase L favorece a nucleação de trincas nesta região. De acordo com MAHAJAN e MARGOLIN⁸⁵, a presença de partículas finas de precipitados α em regiões de deslizamento intenso em vários sistemas favorece o aparecimento de trincas secundárias, diminuindo a magnitude de tensões nestas áreas. Entretanto, a precipitação localizada de α secundária tende a restringir a utilidade⁸⁶ e, consequentemente, o tamanho da zona plástica na ponta destas microtrincas, permitindo o seu crescimento, o que deve ter uma significativa influência sobre as propriedades de fadiga.

⁸⁵ *id. ibid.* ref. 50

⁸⁶ *id. ibid.* ref. 48



Figura 5.27a. Trinca em relêvo
acidentado da superfície de amostra pré-
deformada em 3%, na simulação a 300°C.
Aumento: 350X (MEV)

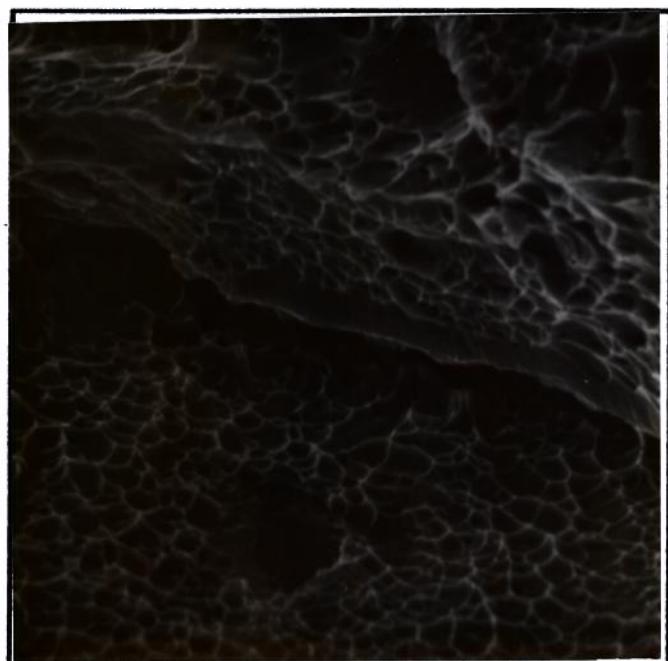


Figura 5.27b. Vista em detalhe da trinca
da figura 5.27a, destacando a presença
da fase L monolítica. Aumento: 1400X
(MEV)

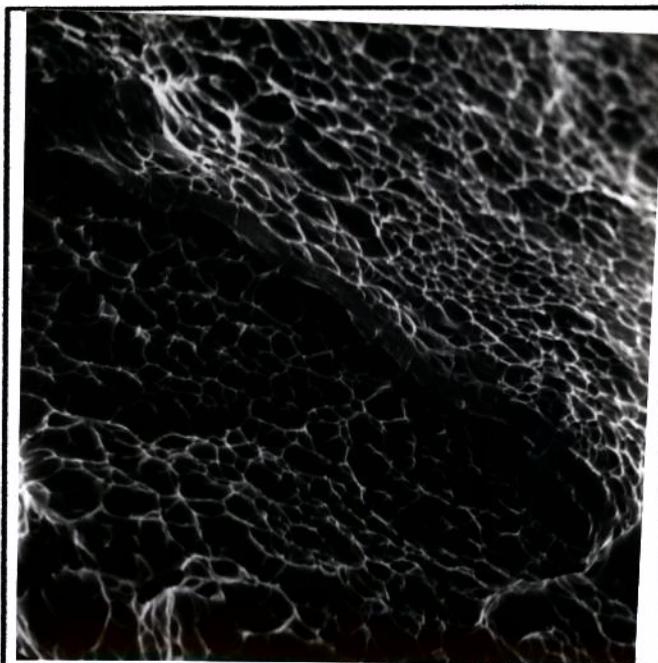


Figura 5.28. Trinca formada junto à fase L em amostra mantida a 150°C/142 h, pré-estirada a frio em 3%. Aumento: 1400X (MEV)

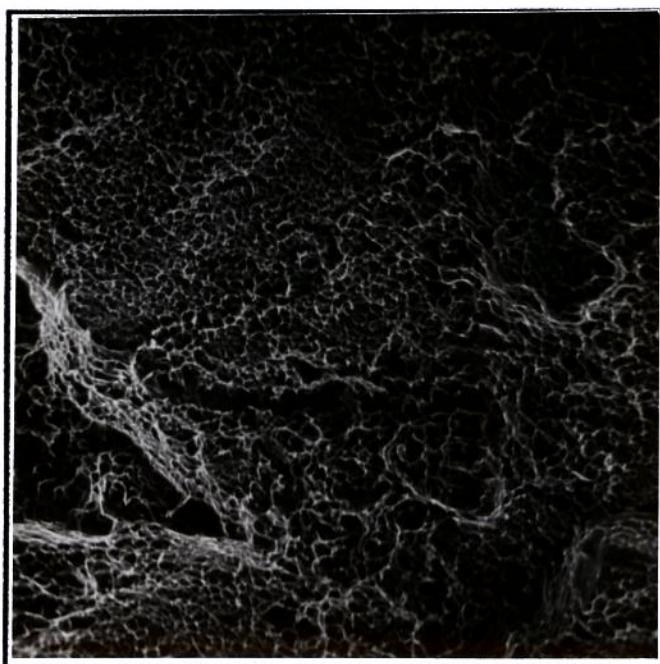


Figura 5.29. Detalhe da superfície fraturada de amostra na condição de simulação de 300°C, sem pré-deformação. Aumento: 350X (MEV)

Contudo, nesta investigação, pode-se afirmar apenas que os contornos da fase L atuam como sítios para nucleação e crescimento de trincas na liga Ti 15-3, após o envelhecimento a 540°C, submetida à tração. Ainda, o mecanismo de propagação de trincas nestas regiões se dá pelo coalescimento de vazios ou cavidades, como mostra a figura 5.30.

Estas observações coincidem, em parte, com as afirmações de RHODES e WILLIAMS⁹⁷, que sugerem que a fase L, nucleada a partir de interfaces α/β, atua como caminho preferencial de propagação de trincas. Pelas figuras 5.28 e 5.30, por exemplo, verifica-se que as trincas aparecem crescer em *interfaces da fase L* (e não no seu interior), sendo, todavia, evidente sua participação no desenvolvimento da fratura.

Outro dado importante, ilustrado pela figura 5.30, é que a nucleação de trincas a partir de interfaces da fase L ocorre também quando estas se situam no interior dos grãos, e não apenas em seus contornos, como generalizam MAHAJAN e seus colegas.⁹⁸

Outro ponto digno de comentário é que o micromecanismo predominante de fratura, em todos os casos, foi o de coalescimento de microvazios, com a formação de microcavidades (*dimples*) rasas (vistas em detalhe na figura 5.31), como foi observado para outras ligas da classe β, como a Ti-3Al-8V-6Cr-4Mo-4Zr (Beta-C)⁹⁹, Ti-10Mo-6Cr-2.5Al (IMI 334), Ti-7Mo-4Cr-2.5Al (IMI 227) e Ti-10Mo-8V-2.5Al (IMI 253)¹⁰⁰.

⁹⁷ *id. ibid.* ref. 40

⁹⁸ *id. ibid.* ref. 35

⁹⁹ *id. ibid.* ref. 36

¹⁰⁰ *id. ibid.* ref. 48

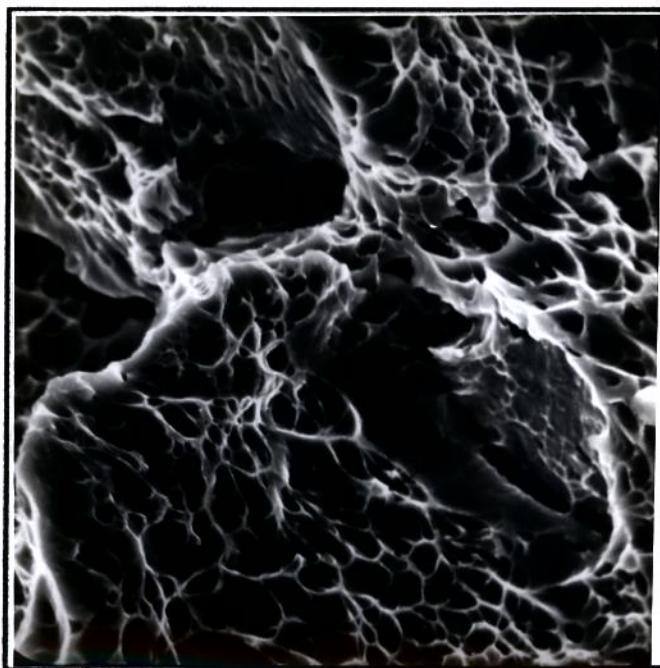


Figura 5.30. Nucleação de trincas a partir da fase L em amostra estirada em 3% e envelhecida. Aumento: 1800X (MEV)

Ensaios de tração realizados em corpos de prova previamente polidos foram úteis para identificação de outros sítios para nucleação e propagação de trincas, através da observação das superfícies laterais após a ruptura, buscando estudar os efeitos da deformação a frio sobre os mecanismos de fratura.

O primeiro efeito da deformação a frio sobre o comportamento em fratura de amostras envelhecidas é observado quanto ao alongamento dos grãos. Das figuras 5.32 e 5.33, tomadas em posições semelhantes em relação à superfície de fratura, nota-se grande diferença na forma dos grãos entre uma amostra não deformada e outra estirada em 7%.

No caso da amostra sem deformação, os grãos quase mantêm a forma original, aproximadamente equiaxial, apresentando formações de bandas de deslizamento levemente definidas. Já para a condição deformada, nota-se um grande alongamento dos grãos, com bandas de deslizamento muito evidentes.



Figura 5.31. Microcavidades em amostra envelhecida a 540°C/8 horas, sem pré-deformação. Aumento: 4000X (MEV)

Estas diferenças coincidem com os resultados verificados quanto à dutilidade das ligas, superior em amostras pré-estiradas a frio.

Para o material não deformado, esta restrição na formação de bandas de deslizamento fez com que as regiões entre estes defeitos atuassem como sítios para nucleação de trincas (além, é claro, das interfaces da fase L), como pode ser visto na figura 5.34. O crescimento homogêneo da fase a durante o envelhecimento (figura 5.5a) resulta, de acordo com FROES e seus colegas¹⁰¹, em precipitados de forma alongada. Esta combinação entre morfologia e distribuição dificulta, possivelmente, o desenvolvimento de bandas de deslizamento, o que só pode ser confirmado por meio de observações em microscópio eletrônico de transmissão.

¹⁰¹ id. ibid. ref. 48

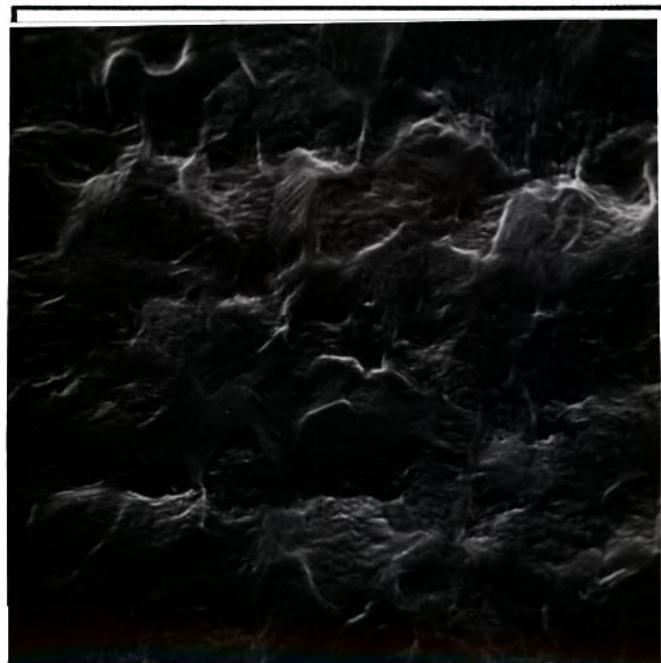


Figura 5.32. Formação de bandas de deslizamento e alongamento dos grãos em amostra envelhecida, sem pré-deformação, fraturada por tração. 450X



Figura 5.33. Formação de bandas de deslizamento e alongamento dos grãos em amostra estirada em 7% e envelhecida. Aumento: 450X (MEV)

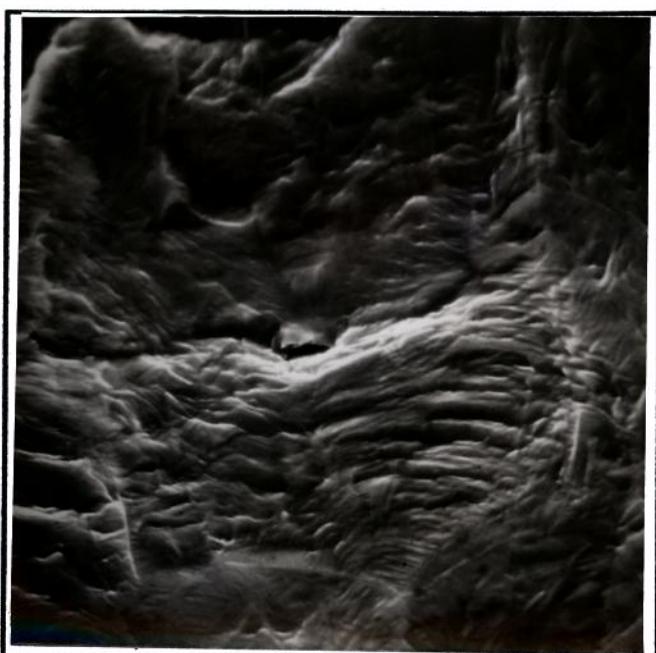


Figura 5.34. Nucleação de trinca entre bandas de deslizamento em amostra envelhecida, sem deformação a frio.
Aumento: 900X (MEV)

A participação destes sítios de nucleação e crescimento de trincas em amostras não deformadas faz com que a fratura ocorra de forma predominantemente transgranular, como mostra a figura 5.35, o que explica o aspecto menos acidentado da região central da superfície de fratura para o material não deformado da condição de simulação a 300°C/72 horas (figura 5.25). Nestes casos, não se verifica a formação significativa de trincas secundárias, exceção feita à condição não deformada mantida a 150°C/142 horas, onde a precipitação da fase $\alpha(10\Gamma2)$ do Tipo 2 favorece a nucleação de microtrincas secundárias, como foi visto.

Já para amostras pré-estiradas a frio, o modo de fratura é predominantemente intergranular (embora a porção transgranular não possa ser desprezada), com a nucleação intensa de trincas mesmo em regiões relativamente distantes da superfície de fratura final (figura 5.36).

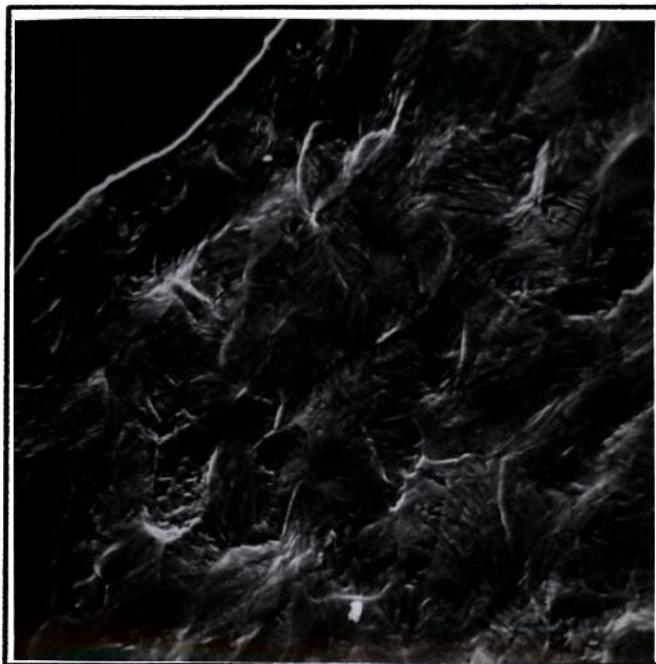


Figura 5.35. Vista lateral da superfície de fratura de amostra sem pré-deformação e envelhecida, ilustrando o modo transgranular. Aumento: 450X (MEV)

Nestes casos, os sítios preferenciais de geração e propagação de trincas vêm a ser, além das interfaces da fase L, contornos de grãos (figura 5.37) e regiões entre precipitados alinhados sobre as bandas de deslizamento originadas pela pré-deformação (figura 5.38).

Pode ser visto de forma muito clara na figura 5.37 que o crescimento de trincas a partir de contornos de grão, na ausência da fase L, ocorre através do mecanismo de nucleação e coalescimento de vazios, e não necessariamente por deslizamento intenso com formação de degraus, como é proposto por MAHAJAN¹⁰².

A nucleação de trincas a partir de interfaces α/β , como é aceito na literatura^{103,104,105,106}, pode, então, explicar esta

¹⁰² *id. ibid.* ref. 35

¹⁰³ *id. ibid.* ref. 37

¹⁰⁴ *id. ibid.* ref. 38

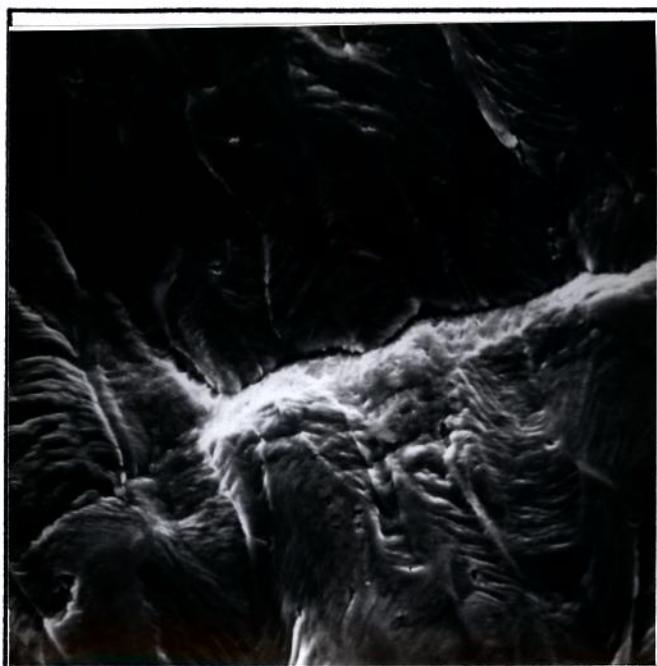


Figura 5.36. Propagação intergranular de trinca secundária em amostra deformada a 7% e envelhecida. Aumento: 900X (MEV)

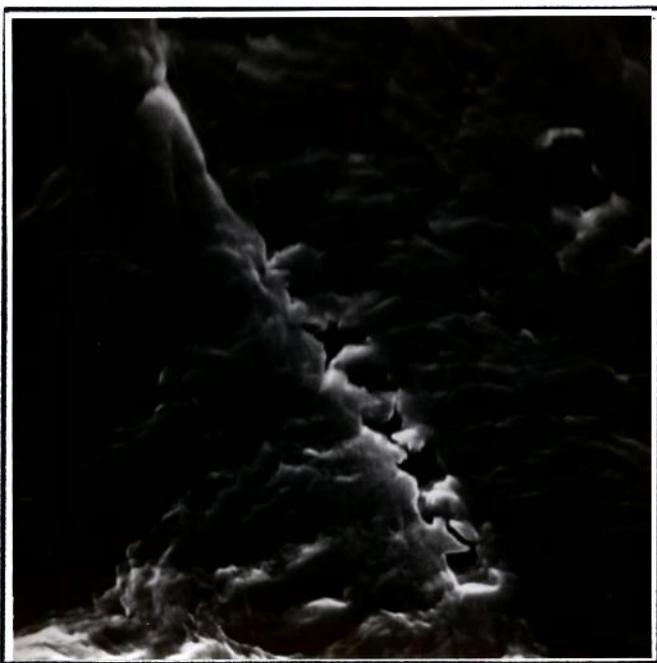


Figura 5.37. Coalescimento de vazios nucleados em contorno de grão de amostra deformada a 7% e envelhecida. 4500X(MEV)

¹⁰⁵ *id. ibid. ref. 39*

¹⁰⁶ *id. ibid. ref. 36*

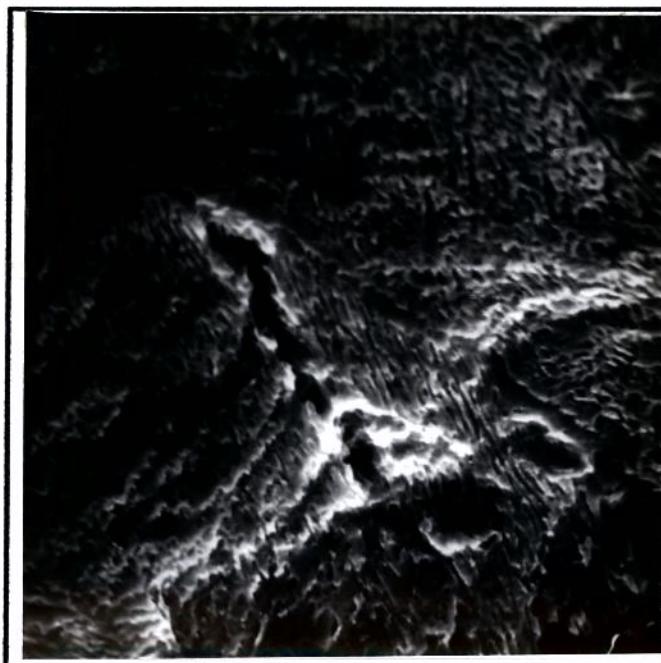


Figura 5.38. Crescimento de trinca por coalescimento de vazios formados entre precipitados a. Amostra estirada em 7% e envelhecida. Aumento: 4550X (MEV)

modificação quanto à localização dos sítios preferenciais de formação de vazios e coalescimento de microtrincas.

Já para as amostras pré-estiradas, com o alinhamento dos precipitados a (durante o envelhecimento) ao longo das bandas de deslizamento nucleadas na etapa de deformação a frio, há uma maior proximidade entre estes precipitados que dificulta fortemente a movimentação de discordâncias, aumentando a concentração de tensões nestas regiões e intensificando a ativação de sistemas secundários de deslizamento (figura 5.39), o que leva à ocorrência de bandas largas entre estas formações de precipitados.

A nucleação de vazios se dá, portanto, nas regiões de bloqueio dos defeitos lineares, isto é, contornos de grão e precipitados a do Tipo 2 (uma vez que os precipitados do tipo 1

não restringem a passagem de discordâncias¹⁰⁷⁾ contendo interfaces α/β incoerentes ou semi-coerentes e leva, ainda, ao alongamento pronunciado dos grãos (figura 5.33).

A presença de vazios, desta forma, ocorre de forma intensa na macroestrutura da liga e promove uma alta densidade de trincas secundárias, que redistribuem as tensões e prolongam a estricção do corpo de prova.

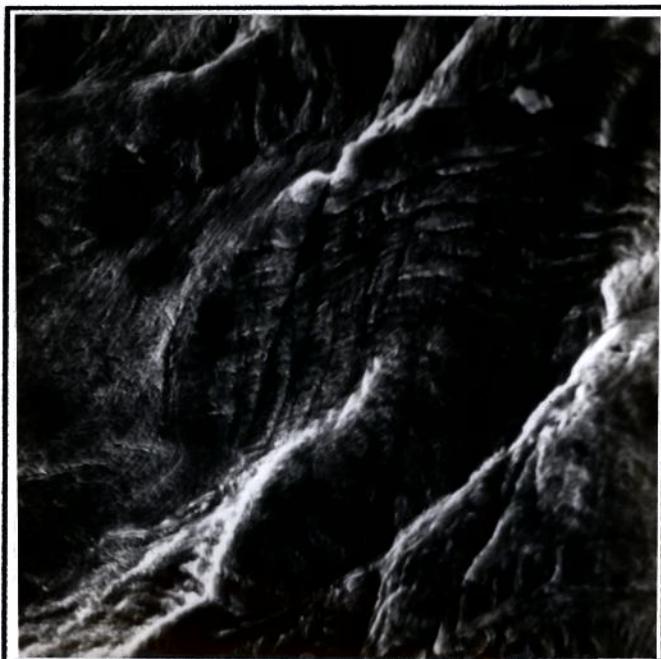


Figura 5.39. Cruzamento de bandas de deslizamento em região de deformação intensa em amostra estirada em 7% e envelhecida. Aumento: 1900X (MEV)

¹⁰⁷ id. ibid. ref. 36

6. Conclusões:

Em virtude dos experimentos realizados e da confrontação dos resultados obtidos com as informações contidas nos trabalhos pesquisados, algumas conclusões puderam ser elaboradas quanto aos efeitos da deformação a frio anterior ao envelhecimento, aplicada por estiramento uniaxial, sobre a microestrutura e o comportamento mecânico da liga β Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al sob aplicação quase-estática de esforços de tração. Estas conclusões são apresentadas a seguir:

1.- A deformação a frio modifica a cinética de precipitação da fase α e de suas variantes morfológicas durante o envelhecimento a 540°C. As linhas de deslizamento originadas pela deformação e outros defeitos, como contornos de grão, são sítios preferenciais para nucleação destes precipitados.

2.- Não ocorre a formação da fase ω ou de suas variantes em volume significativo em função da deformação a frio, mesmo após o envelhecimento a 540°C por 8 horas, ou à retenção da liga nas temperaturas de 150°C e 300°C por períodos longos o suficiente para estabilização de sua microdureza. O mesmo se verifica quanto à precipitação de TiCr₂.

3.- Há uma leve redução na microdureza em função do estiramento a frio aplicado após a solubilização, atribuída à texturização da liga em β (110), associada ao pequeno volume de precipitados α e à semelhança entre os raios atômicos do Titânio e do Vanádio.

4.- O mecanismo principal de deformação da microestrutura é o de deslizamento de planos cristalinos, embora

se verifique a presença de precipitados α (10I2) do Tipo 2 após o envelhecimento a 540°C de amostras deformadas a frio, que seriam formados pela maclação de estruturas α do Tipo 1 segundo a literatura.

5.- A fase L, de estrutura cfc, é formada no envelhecimento a 540°C sobre regiões junto a contornos de grãos, predominantemente, ou no seu interior, sendo que sua precipitação não parece depender do grau de deformação anterior da microestrutura. Ainda, esta fase permanece estável mesmo após a exposição à 150°C ou 300°C por 168 horas, embora seja citada na literatura como uma estrutura de transição na transformação $\beta \rightarrow \alpha$.

6.- A ativação de sistemas secundários de deslizamento ocorre em função do grau de estiramento uniaxial imposto após a solubilização e tem influência qualitativa sobre a precipitação de variantes morfológicas da fase α durante o envelhecimento a 540°C por 8 horas. Este fenômeno tem relação direta com o comportamento mecânico em tração da liga Ti 15-3 na condição envelhecida, que depende da proporção entre os precipitados α do Tipo 1 e α do Tipo 2. A presença de morfologias do Tipo 1, maior em amostras deformadas, parece favorecer a dutilidade, enquanto que estruturas do Tipo 2 contribuem para elevar o limite de escoamento.

7.- A exposição da liga, na condição envelhecida, a 150°C ou a 300°C por um período suficiente para estabilização da microestrutura implica, de forma geral, numa pequena redução das propriedades mecânicas e numa maior sensibilidade à pré-deformação a frio, descrita por uma elevação no coeficiente de encruamento n .

8.- Há variações nos aspectos de superfícies fraturadas de amostras submetidas à ensaios de tração decorrentes

de sua condição termomecânica: a pré-deformação a frio e/ou a exposição a 150°C favorecem o predominio da fratura intergranular, enquanto que o modo transgranular prevalece em amostras não estiradas e mantidas ou não à temperatura de 300°C por periodos prolongados de tempo.

9.- Em todas as condições ensaiadas por tração após o envelhecimento, os contornos da fase L atuaram como sítios para a nucleação e crescimento de trincas, pelo mecanismo de formação e coalescimento de vazios.

10.- Em amostras onde a propagação da fratura foi predominantemente transgranular, também ocorreu nucleação e crescimento de trincas a partir de regiões junto às bandas de deslizamento, que atuaram em parte como caminho para sua propagação.

11.- Em amostras deformadas a frio, foram sítios para nucleação e crescimento de trincas, além da fase L: contornos de grão e regiões entre precipitados e nucleados sobre linhas de deslizamento produzidas pelo estiramento anterior ao envelhecimento. Em todos os casos, o mecanismo de ruptura se dá pelo coalescimento de vazios.

12.- A precipitação de $\alpha(102)$, do Tipo 2, favorece o aparecimento de microtrincas secundárias mas parece não influir no limite de escoamento, nem prejudicar a dutilidade.

7. Perspectivas de Futuros Trabalhos:

Para complementação desta pesquisa, novos estudos, empregando outras metodologias de análise e técnicas experimentais, são necessários. Estes estudos devem, entretanto, ser direcionados exclusivamente para a melhor identificação e controle das variáveis associadas à obtenção de microestruturas a partir do material deformado.

Foi visto neste trabalho que a fase L se forma no envelhecimento à 540°C e atua como sítio para nucleação e crescimento de trincas. Atualmente, está sendo estudada, pelo colega Marcos Eiji Kushima, a influência da taxa de resfriamento empregada após o envelhecimento descrito na AMS 4914 sobre a presença, distribuição e morfologia das fases em material igualmente pré-estirado a frio. Este estudo visa, também, verificar se modificações na taxa de resfriamento provocam alterações no volume da fase L, conforme é proposto na literatura.

Outro tema de interesse imediato consiste no emprego de microscopia eletrônica de transmissão para definição dos mecanismo de formação de vazios e localização exata de seus sítios de nucleação, através da realização de ensaios *in situ*. Para tanto, estão sendo realizados contatos com pesquisadores do IPEN-USP para obter sua colaboração na preparação de amostras e realização dos experimentos.

Neste mesmo sentido, estão sendo realizados estudos para avaliação da distância entre as bandas de deslizamento por análise numérica de imagens digitalizadas, buscando quantificar precisamente os efeitos do grau de pré-deformação e da presença das fases sobre a ativação de sistemas secundários de deslizamento de planos e sobre a obstrução de discordâncias. Este método de avaliação também poderá ser empregado em imagens

produzidas pelo microscópio eletrônico de transmissão, para determinação da densidade de discordâncias e do tamanho médio de precipitados, entre outras possibilidades.

Ainda, como prosseguimento natural deste estudo, há a necessidade de se fazer o levantamento das propriedades de fadiga em alto e baixo ciclo para as mesmas condições de tratamento termomecânicos deste trabalho, justificada pelas variações significativas encontradas quanto aos aspectos da superfície de fratura, bem como quanto à localização dos sítios de nucleação e crescimento de trincas, em amostras rompidas por tração.

Também há interesse na avaliação da possibilidade emprego de temperaturas de simulação mais elevadas, buscando verificar a existência de um campo de estabilidade da fase α na faixa entre 300°C e 540°C, para determinar limites de utilização.

Finalmente, é necessário questionar a utilização do tratamento térmico de envelhecimento proposto pela norma AMS 4914, em função do aparecimento da fase L (que pode ter grande influência sobre propriedades como vida em fadiga e tenacidade à fratura) e dos efeitos de sua associação com a pré-deformação a frio. Assim, devem ser avaliadas, experimentalmente, novas combinações de tempo e temperatura de envelhecimento, buscando uniformizar o comportamento mecânico da liga Ti 15-3 mediante a aplicação prévia de diferentes graus de estiramento a frio, uma vez que, em processos de conformação plástica, um mesmo produto apresenta diversas intensidades de deformação ao longo de sua extensão.

8. Referências Bibliográficas:

Capítulo 1: As Ligas de Titânio

1. COLLINGS, E. W. (ed.): *The Physical Metallurgy of Titanium Alloys*, ASM, Metals Park, 1984, pág. IX
2. AMERICAN SOCIETY FOR METALS: *Metals Handbook*, vol. 2: *Properties and Selection - Non-Ferrous Metals and Pure Alloys*, ASM, Metals Park, 8ª edição, 1979, págs. 1147-1156
3. GILBERT, J.R.B.: *The Uses of Titanium, Mat. Sci. and Technology*, vol. 1, nº 4, 1985, págs. 257-262
4. BRICK, PENSE e GORDON: *Structure and Properties of Engineering Materials*, McGraw-Hill Book Co., 4ª edição, 1977, cap. 10
5. FLOWER, H.M.: *Microstructural Development in Relation to Hot Working of Titanium Alloys, Materials Science and Technology*, vol. 6, nº 11, 1990, págs. 1082-1092
6. *id. ibid.* ref. 1. COLLINGS, E. W. (ed.): *The Physical Metallurgy of Titanium Alloys*, ASM, Metals Park, 1984, pág. 4
7. FROES, F.H.: *Titanium Products and Applications, Journal of Metals*, vol. 39, nº 3, págs. 12-14
8. ALLISON, J.E., SHERMAN, A.M. e BAPNA, M.R.: *Titanium in Engine Valve Systems, Journal of Metals*, vol. 39, nº 3, 1987, págs. 15-18
9. SAVRUN, C.E. e POLONIS, D.H.: *Precipitation and Reversion*

- Processes in a β -Ti Alloy, *Mat. Sci. and Engineering*, A119, 1989, págs. 135-144
10. FROES, F.H. e BOMBERGER, H.B.: The Beta Titanium Alloys, *Journal of Metals*, vol. 37, nº 7, 1985, págs. 28-37
11. KAHLES, J.F. et alii: Machining of Titanium Alloys, *Journal of Metals*, vol. 37, nº 4, 1985, págs. 27-35
12. *id. ibid.* ref. 1. COLLINGS, E. W. (ed.): *The Physical Metallurgy of Titanium Alloys*, ASM, Metals Park, 1984, págs. 42-43
13. *id. ibid.* ref. 1. COLLINGS, E. W. (ed.): *The Physical Metallurgy of Titanium Alloys*, ASM, Metals Park, 1984, págs. 85-91
14. WILLIAMS, J.C.: Critical Review - Kinetics And Phase Transformations, publicado em JAFFE, R.I. e HURTE, H.M. (eds.): *Titanium Science and Technology*, TMS-AIME, vol. 3, 1973, págs. 1433-1494
15. DAVIS, R., FLOWER, H.M. e WEST, D.R.F.: Martensitic Transformations in Ti-Mo Alloys, *Journal of Materials Science*, vol. 14, 1979, págs. 712-722
16. DAVIS, R., FLOWER, H.M. e WEST, D.R.F.: The Decomposition of Ti-Mo Alloy Martensites by Nucleation and Growth and Spinodal Mechanisms, *Acta Metallurgica*, vol. 27, 1979, págs. 1041-1052
17. SUZUKI, T. e WUTTIG, M.: Analogy Between Spinodal Decomposition and Martensitic Transformation, *Acta Metallurgica*, vol. 23, 1975, págs. 1069-1076

Capítulo 2: As Ligas β

18. *id. ibid.* ref. 10. FROES, F.H. e BOMBERGER, H.B.: The Beta Titanium Alloys, *Journal of Metals*, vol. 37, nº 7, 1985, págs. 28-37
19. DE FONTAINE, D.: Mechanical Instabilities in the B.C.C. Lattice and the Beta to Omega Phase Transformation, *Acta Metallurgica*, vol. 18, nº 2, 1970, págs. 275-279
20. GULLEBERG, R.B., TAGGART, R. e POLONIS, D.H.: On the Decomposition of the Beta Phase in Titanium Alloys, *Journal of Materials Science*, vol. 6, 1971, págs. 384-389
21. *id. ibid.* ref. 1. COLLINGS, E. W. (ed.): *The Physical Metallurgy of Titanium Alloys*, ASM, Metals Park, 1984, pág. 190
22. DE FONTAINE, D., PATON, N.E. e WILLIAMS, J.C.: The Omega Phase Transformation in Titanium Alloys as an Example of Displacement Controlled Reactions, *Acta Metallurgica*, vol. 19, nº 11, 1971, págs. 1153-1162
23. COOK, H.E.: On the Nature of the Omega Transformation, *Acta Metallurgica*, vol. 22, nº 2, 1974, págs. 239-247
24. COOK, H.E.: A Theory of the Omega Transformation, *Acta Metallurgica*, vol. 22, nº 2, 1974, págs. 239-247
25. MONTEIRO, S.N. e REED-HILL, R.E.: Efeito do Envelhecimento Dinâmico Sobre o Encruamento do Titânio, *Metalurgia*, AEM, vol. 30 nº 199, 1974, págs. 415-422
26. GARDE, A.M., SANTHANAM, A.T. e REED-HILL, R.E.: The Significance of Dynamic Strain Aging in Titanium, *Acta*

Metallurgica, vol. 20, nº 2, 1972, págs. 215-220

27. REED-HILL, R.E.: *Princípios de Metalurgia Física*, Ed. Guanabara Dois, 2ª edição, 1982

28. FEDOTOV, S.G.: Peculiarities of Changes in Elastic Properties of Titanium Martensite, em JAFFE, R.I. e BURTE, H.M. (eds.): *Titanium Science and Technology (Proc. Second Int. Conf. on Titanium, Boston)*, Plenum Press, vol. 2, 1973, págs. 871-881

29. KUAN, T.S., AHRENS, R.R. e SASS, S.L.: The Stress-Induced Omega Phase Transformation in Ti-V Alloys, *Metallurgical Transactions*, vol. 6A, nº 9, 1975, págs. 1767-1774

30. CHAKRABORTY, S.B., MUKHOPADHYAY, T.K. e STARKE, E.A.: The Cyclic Stress-Strain Response of Titanium-Vanadium Alloys, *Acta Metallurgica*, vol. 26, 1978, págs. 909-920

31. SUKEDAI, E., HASHIMOTO, H., HIDA, M. e MABUCHI, H.: Formation of the ϵ Phase in the Ti-Mo Alloys After Aging and Deforming, *Materials Science and Technology*, vol. 8, nº 1, 1992, págs. 3-8

32. HANADA, S. e IZUMI, O.: Transmission Electron Microscopic Observations of Mechanical Twinning in Metastable Beta Titanium Alloys, *Metallurgical Transactions*, vol. 8A, nº 8, 1986, págs. 1409-1420

33. *id. ibid.* ref. 1. COLLINGS, E. W. (ed.): *The Physical Metallurgy of Titanium Alloys*, ASM, Metals Park, 1984, págs. 192-193

34. WILLIAMS, J.C.: Precipitation in Titanium-Base Alloys, citado na ref. 1, pág. 193

35. RHODES, C.G. e WILLIAMS, J.C.: The Precipitation of α -Phase in Metastable β -Phase Ti Alloys, *Metallurgical Transactions*, vol. 6A, nº 11, 1975, págs. 2103-2114
36. MAHAJAN, Y., BECKER, D. e BAESLACK III, W.A.: Grain-Boundary Deformation Behaviour in a Metastable Beta-Titanium Alloy, *Journal of Materials Science - Letters*, vol. 16, 1981, págs. 2031-2035
37. RHODES, C.G. e PATON, N.E.: The Influence of Microstructure on Mechanical Properties in Ti-3Al-8V-6Cr-4Mo-4Zr (Beta-C), *Metallurgical Transactions*, vol. 8A, nº 11, 1977, págs. 1749-1761
38. MAHAJAN, Y. e MARGOLIN, H.: Surface Cracking in α - β Titanium Alloys Under Unidirectional Loading, *Metallurgical Transactions*, vol. 9A, nº 3, 1978, págs. 427-431
39. STUBBINGTON, C.A. e BOWEN, A.W.: Improvements in the Fatigue Strength of Ti-6Al-4V Through Microstructure Control, *Journal of Materials Science*, nº 9, 1974, págs. 941-947
40. YODER, G.R., COOLEY, L.A. e CROOKER, R.: Observations on Microstructurally Sensitive Fatigue Crack Growth in a Widmanstätten Ti-6Al-4V Alloy, *Metallurgical Transactions*, vol. 8A, nº 11, 1977, págs. 1737-1743
41. RHODES, C.G. e WILLIAMS, J.C.: Observations of an Interface Phase in the α/β Boundaries in Titanium Alloys, *Metallurgical Transactions*, vol. 6A, nº 8, 1975, págs. 1670-1671
42. MAHAN, B.H.: Química, um Curso Universitário, 2ª edição, Editora Edgard Blücher, São Paulo, 1972, pág. 436
43. NELSON, H.G., WILLIAMS, D.P. e STEIN, J.E.: Environmental

- Hydrogen Embrittlement of an α - β Titanium Alloy: Effect of Microstructure, *Metallurgical Transactions*, vol. 3, nº 2, 1972, págs. 469-475
44. NELSON, H.G.: A Film-Rupture Model of Hydrogen -Induced, Slow Crack Growth in Acicular Alpha-Beta Titanium, *Metallurgical Transactions*, vol. 7A, nº 5, 1976, págs. 621-627
45. KOCH, G.H., BURSLE, A.J., LIU, R. e PUGH, E.N.: A Comparison of Gaseous Hydrogen Embrittlement, Slow-Strain-Rate Hydrogen Embrittlement and Stress-Corrosion Cracking in Ti-8Al-1Mo-1V, *Metallurgical Transactions*, vol. 12A, nº 10, 1981, págs. 1833-1843
46. GREWAL, G. e ANKEM, S.: Particle Coarsening Behaviour of α - β Titanium Alloys, *Metallurgical Transactions*, vol. 21A, nº 6, 1990, págs. 1645-1654
47. FURUHARA, T., LEE, H.J., MENON, E.S.K. e AARONSON, H.I.: Interphase Boundary Structures Associated With Diffusional Phase Transformations In Ti-Base Alloys, *Metallurgical Transactions*, vol. 21A, nº 6, 1990, págs. 1627-1643
48. CHENU, F. SERVANT, C. e LACOMBE, P.: La Phase à L'Interface α/β Dans L'Alliage de Titane Ti 685, *Scripta Metallurgica*, vol. 13, nº 10, 1979, págs. 951-957
49. FROES, F.H., CHESNUTT, J.C., RHODES, C.G. e WILLIAMS, J.C.: Relationship of Fracture Toughness and Ductility of Microstructure and Fractographic Features in Advanced Deep Hardenable Titanium Alloys, *Toughness and Fracture Behaviour of Titanium*, ASTM STP 651, American Society for Testing and Materials, 1978, págs. 115-153

50. ULITCHNY, M.G., RACK, H.J. e DAWSON, D.B.: Mechanical and Microstructural Properties Characterization of Heat-Treated, Beta-Extruded Ti-6Al-6V-2Sn, *Toughness and Fracture Behaviour of Titanium*, ASTM STP 651, American Society for Testing and Materials, 1978, págs. 17-42
51. MAHAJAN, Y. e MARGOLIN, H.: Deformation Associated With Surface Cracks and Alpha Particles in an α - β Titanium Alloy, *Scripta Metallurgica*, vol. 13, nº 6, 1979, págs. 451-456
52. RAVICHANDRAN, K.S.: Near Threshold Fatigue Crack Growth Behaviour of a Titanium Alloy: Ti-6Al-4V, *Acta Metallurgica et Materialia*, vol. 39, nº 3, 1991, págs. 401-410
53. HERTZBERG, R.W.: *Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials*, Wiley, New York, 3ª edição, 1989, págs. 379-380
54. BAZAIKINA, T.V. *et alii*: Effect of the Dimensions of the Alpha and Beta Phases on the Fatigue Life of Titanium Alloys, *Metal Science Heat Treatment*, vo. 32, 7-8, 1991, págs. 531-534
55. EGOROV, E.B. e SHORSHOROV, M.Kh.: Effect of Thermomechanical Treatment on the Crack Resistance of Titanium Alloys, *Metal Science Heat Treatment*, vol. 32, 5-6, 1990, págs. 377-379

Capítulo 3: A Liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al

56. FERRAZ, F.C.: Comportamento em Fadiga da Liga de Titânio Beta 15-3 em Condições de Utilização Aeronáutica, Dissertação de Mestrado, COPPE/UFRJ, maio de 1991, págs. 6-9

57. Society of Automotive Engineers, Inc.: Titanium Alloy Sheet and Strip 15V-3.0Cr-3.0Sn-3.0Al Solution Heat Treated, Aerospace Material Specification AMS 4914, editada em 01/04/84
58. *id. ibid.* ref. 1. COLLINGS, E. W. (ed.): The Physical Metallurgy of Titanium Alloys, ASM, Metals Park, 1984, págs. 57-59
59. WILLIAMS, J.C., HICKMAN, B.S. e LESLIE, D.H.: The Effect of Ternary Additions on the Decomposition of Metastable Beta-Phase Titanium Alloys, *Metallurgical Transactions*, vol. 2, nº 2, 1971, págs. 477-484
60. ROSENBERG, H.W.: Ti-15-3: A New Cold-Formable Sheet Titanium Alloy, *Journal of Metals*, vol. 35, nº 11, 1983, págs. 30-34
61. YAVIN, M. e ROSEN, A.: Enhanced Plasticity in β -Titanium, *Scripta Metallurgica*, vol. 20, nº 6, 1986, págs. 833-837
62. REINSCH, W.A. e ROSENBERG, H.W.: Three Recent Developments in Titanium Alloys, *Metal Progress*, março de 1980, págs. 64-70
63. NIINOMI, M., KOBAYASHI, T. INAGAKI e THOMPSON, A.W.: The Effect of Deformation-Induced Transformation on the Fracture Toughness of Commercial Titanium Alloys, *Metallurgical Transactions*, vol. 21A, nº 6, 1990, págs. 1733-1744
64. BRESLAUER, E. e ROSEN, A.: Relationship Between Microstructure and Mechanical Properties in Metastable β Titanium 15-3 Alloy, *Materials Science and Technology*, vol. 7, nº 5, 1991, págs. 441-446

Capítulo 4: Procedimento Experimental

65. *id. ibid.* ref. 5, FLOWER, H.M.: Microstructural Development in Relation to Hot Working of Titanium Alloys, *Materials Science and Technology*, vol. 6, nº 11, 1990, págs. 1082-1092
66. *id. ibid.* ref. 3, GILBERT, J.R.B.: The Uses of Titanium, *Mat. Sci. and Technology*, vol. 1, nº 4, 1985, págs. 257-262
67. *id. ibid.* ref. 55, FERRAZ, F.C.: Comportamento em Fadiga da Liga de Titânio Beta 15-3 em Condições de Utilização Aeronáutica, Dissertação de Mestrado, COPPE/UFRJ, maio de 1991, págs. 6-9
68. WECK, E. e LEISTNER, E.: Metallographic Instructions for Colour Etching by Immersion - Part III: Non-Ferrous Metals, Cemented Carbides, Nickel-base and Cobalt-base Alloys, Deutscher Verlag für Schweißtechnik GmbH, Düsseldorf, vol. 77, 1986, págs. 7-9 e 65-67
69. VANDER VOORT, G.F.: *Metallography: Principles and Practice*, McGraw-Hill Book Co., 1984, pág. 315
70. American Society for Testing and Materials, *ASTM E112 - Estimating the Average Grain Size of Materials*, Philadelphia
71. JCPS - Joint Committee on Powder Diffraction Standards: *Powder Diffraction File Search Manual - Inorganic Compounds*, Publ. SMA-23, Park Lane, 1973
72. American Society for Testing and Materials, *ASTM E384-84: Standard Test method for Microhardness of Materials*, publicada em julho de 1984
73. Japanese Industrial Standard, *JIS z 2201: Test Pieces for Tensile Test for Metallic Materials*, editada em 1980

74. American Society for Testing and Materials, ASTM E8M-89b: Standard Testing of Metallic Materials [Metric], publicada em dezembro de 1989

Capítulo 5: Resultados e Discussões

75. *id. ibid.* ref. 1, COLLINGS, E. W. (ed.): *The Physical Metallurgy of Titanium Alloys*, ASM, Metals Park, 1984, págs. 192-193
76. *id. ibid.* ref. 5, FLOWER, H.M.: Microstructural Development in Relation to Hot Working of Titanium Alloys, *Materials Science and Technology*, vol. 6, nº 11, 1990, págs. 1082-1092
77. MOSTAFA, I. et alii: Crack Layer Analysis of Fatigue Fracture in a Metastable Titanium Alloy, *Materials Science and Technology*, A111, 1989, págs. 85-94
78. *id. ibid.* ref. 62, NIINOMI, M., KOBAYASHI, T. INAGAKI e THOMPSON, A.W.: The Effect of Deformation-Induced Transformation on the Fracture Toughness of Commercial Titanium Alloys, *Metallurgical Transactions*, vol. 21A, nº 6, 1990, págs. 1733-1744
79. *id. ibid.* ref. 34, RHODES, C.G. e WILLIAMS, J.C.: The Precipitation of α -Phase in Metastable β -Phase Ti Alloys, *Metallurgical Transactions*, vol. 6A, nº 11, 1975, págs. 2103-2114
80. *id. ibid.* ref. 62, NIINOMI, M., KOBAYASHI, T. INAGAKI e THOMPSON, A.W.: The Effect of Deformation-Induced Transformation on the Fracture Toughness of Commercial Titanium Alloys, *Metallurgical Transactions*, vol. 21A, nº 6, 1990, págs. 1733-1744
81. *id. ibid.* ref. 59, ROSENBERG, H.W.: Ti-15-3: A New Cold-Formable Sheet Titanium Alloy, *Journal of Metals*, vol. 35, nº 11, 1983, págs. 30-34

82. COURTNEY, T.H.: *Mechanical Behaviour of Materials*, McGraw-Hill Book Co., 1990, pág. 153
83. FLEISCHER, R.L.: Substitutional Solid Solution Hardening of Titanium, *Scripta Metallurgica*, vol. 21, nº 8, 1987, págs. 1083-1085
84. KALISH, D. e RACK, H.J.: The Structure and Properties of Thermomechanically Treated β -III Titanium, *Metallurgical Transactions*, vol. 3, nº 7, 1972, págs. 1885-1892
85. *id. ibid.* ref. 47, CHENU, F. SERVANT, C. e LACOMBE, P.: La Phase à L'Interface α/β Dans L'Alliage de Titane Ti 685, *Scripta Metallurgica*, vol. 13, nº 10, 1979, págs. 951-957
86. *id. ibid.* ref. 40, RHODES, C.G. e WILLIAMS, J.C.: Observations of an Interface Phase in the α/β Boundaries in Titanium Alloys, *Metallurgical Transactions*, vol. 6A, nº 8, 1975, págs. 1670-1671
87. *id. ibid.* ref. 34, RHODES, C.G. e WILLIAMS, J.C.: The Precipitation of α -Phase in Metastable β -Phase Ti Alloys, *Metallurgical Transactions*, vol. 6A, nº 11, 1975, págs. 2103-2114
88. *id. ibid.* ref. 36, RHODES, C.G. e PATON, N.E.: The Influence of Microstructure on Mechanical Properties in Ti-3Al-8V-6Cr-4Mo-4Zr (Beta-C), *Metallurgical Transactions*, vol. 8A, nº 11, 1977, págs. 1749-1761
89. *id. ibid.* ref. 10, FROES, F.H. e BOMBERGER, H.B.: The Beta Titanium Alloys, *Journal of Metals*, vol. 37, nº 7, 1985, págs. 28-37
90. *id. ibid.* ref. 48, FROES, F.H., CHESNUTT, J.C., RHODES, C.G.

- e WILLIAMS, J.C.: Relationship of Fracture Toughness and Ductility of Microstructure and Fractographic Features in Advanced Deep Hardenable Titanium Alloys, *Toughness and Fracture Behaviour of Titanium*, ASTM STP 651, American Society for Testing and Materials, 1978, págs. 115-153
91. BUTTINELLI, D., FELLI, F. e FESTA, G.B.: Evaluation of the Mechanical Behaviour of a Beta-C Titanium Alloy in Aged and Overaged Condition, *Metallurgical Science and Technology*, vol. 9, nº 3, 1991, págs. 117-125
92. BOYER, R.R.: New Titanium Applications on the Boeing 777 Airplane, *JOM*, vol. 44, nº 5, 1992, págs. 23-25
93. *id. ibid.* ref. 47, CHENU, F. SERVANT, C. e LACOMBE, P.: La Phase à L'Interface α/β Dans L'Alliage de Titane Ti 685, *Scripta Metallurgica*, vol. 13, nº 10, 1979, págs. 951-957
94. *id. ibid.* ref. 40, RHODES, C.G. e WILLIAMS, J.C.: Observations of an Interface Phase in the α/β Boundaries in Titanium Alloys, *Metallurgical Transactions*, vol. 6A, nº 8, 1975, págs. 1670-1671
95. *id. ibid.* ref. 50, MAHAJAN, Y. e MARGOLIN, H.: Deformation Associated With Surface Cracks and Alpha Particles in an α/β Titanium Alloy, *Scripta Metallurgica*, vol. 13, nº 6, 1979, págs. 451-456
96. *id. ibid.* ref. 48, FROES, F.H., CHESNUTT, J.C., RHODES, C.G. e WILLIAMS, J.C.: Relationship of Fracture Toughness and Ductility of Microstructure and Fractographic Features in Advanced Deep Hardenable Titanium Alloys, *Toughness and Fracture Behaviour of Titanium*, ASTM STP 651, American Society for Testing and Materials, 1978, págs. 115-153

97. *id. ibid.* ref. 40, RHODES, C.G. e WILLIAMS, J.C.: Observations of an Interface Phase in the α/β Boundaries in Titanium Alloys, *Metallurgical Transactions*, vol. 6A, nº 8, 1975, págs. 1670-1671
98. *id. ibid.* ref. 35, MAHAJAN, Y., BECKER, D. e BAESLACK III, W.A.: Grain-Boundary Deformation Behaviour in a Metastable Beta-Titanium Alloy, *Journal of Materials Science - Letters*, vol. 16, 1981, págs. 2031-2035
99. *id. ibid.* ref. 36, RHODES, C.G. e PATON, N.E.: The Influence of Microstructure on Mechanical Properties in Ti-3Al-8V-6Cr-4Mo-4Zr (Beta-C), *Metallurgical Transactions*, vol. 8A, nº 11, 1977, págs. 1749-1761
100. *id. ibid.* ref. 48, FROES, F.H., CHESNUTT, J.C., RHODES, C.G. e WILLIAMS, J.C.: Relationship of Fracture Toughness and Ductility of Microstructure and Fractographic Features in Advanced Deep Hardenable Titanium Alloys, *Toughness and Fracture Behaviour of Titanium*, ASTM STP 651, American Society for Testing and Materials, 1978, págs. 115-153
101. *id. ibid.* ref. 48, FROES, F.H., CHESNUTT, J.C., RHODES, C.G. e WILLIAMS, J.C.: Relationship of Fracture Toughness and Ductility of Microstructure and Fractographic Features in Advanced Deep Hardenable Titanium Alloys, *Toughness and Fracture Behaviour of Titanium*, ASTM STP 651, American Society for Testing and Materials, 1978, págs. 115-153
102. *id. ibid.* ref. 35, MAHAJAN, Y., BECKER, D. e BAESLACK III, W.A.: Grain-Boundary Deformation Behaviour in a Metastable Beta-Titanium Alloy, *Journal of Materials Science - Letters*, vol. 16, 1981, págs. 2031-2035

103. *id. ibid.* ref. 37, MAHAJAN, Y. e MARGOLIN, H.: Surface Cracking in α - β Titanium Alloys Under Unidirectional Loading, *Metallurgical Transactions*, vol. 9A, nº 3, 1978, págs. 427-431
104. *id. ibid.* ref. 38, STUBBINGTON, C.A. e BOWEN, A.W.: Improvements in the Fatigue Strength of Ti-6Al-4V Through Microstructure Control, *Journal of Materials Science*, nº 9, 1974, págs. 941-947
105. *id. ibid.* ref. 39, YODER, G.R., COOLEY, L.A. e CROOCKER, R.: Observations on Microstructurally Sensitive Fatigue Crack Growth in a Widmanstätten Ti-6Al-4V Alloy, *Metallurgical Transactions*, vol. 8A, nº 11, 1977, págs. 1737-1743
106. *id. ibid.* ref. 36, RHODES, C.G. e PATON, N.E.: The Influence of Microstructure on Mechanical Properties in Ti-3Al-8V-6Cr-4Mo-4Zr (Beta-C), *Metallurgical Transactions*, vol. 8A, nº 11, 1977, págs. 1749-1761
107. *id. ibid.* ref. 36, RHODES, C.G. e PATON, N.E.: The Influence of Microstructure on Mechanical Properties in Ti-3Al-8V-6Cr-4Mo-4Zr (Beta-C), *Metallurgical Transactions*, vol. 8A, nº 11, 1977, págs. 1749-1761