

EFEITO DO ENVELHECIMENTO E COMPOSIÇÃO QUÍMICA NAS CURVAS Da/DN x ΔK DAS LIGAS DE TiNbSn DEFORMADAS A FRIO

Lima, T. N.^a, Azevedo, T. F.^{a,b}, Fontes, L. S.^a, Monteiro, E. A.^a, Griza, S.^a
UFS/DCEM - Av. Marechal R. s/n, Rosa Elze, 49100-000, São Cristóvão, SE, Brasil
tiagonuneslima1992@gmail.com

^a Universidade Federal de Sergipe, Programa de Pós-graduação em Ciência e
Engenharia de Materiais – São Cristóvão – SE, Brasil

^b Instituto Federal do Sertão Pernambucano – Serra Talhada – PE, Brasil

Ligas de TiNbSn tipo β deformadas a frio e tratadas termicamente possuem excelentes propriedades que as tornam atraentes para aplicações em componentes biomédicos e aeroespacial. A maioria desses componentes sofrem esforços de fadiga. Portanto, é fundamental conhecer suas características de propagação de trincas. Neste estudo foram produzidas as ligas Ti35Nb2Sn, Ti42Nb2Sn e Ti42Nb laminadas a frio com 80% de redução verdadeira e também envelhecidas a 400 °C por 48 horas. Ensaios de propagação de trinca da/dN x Δk foram realizados e o caminho da trinca foi analisado por microscopia ótica. Os resultados dos ensaios apontam que as ligas Ti422D, Ti422E e Ti420E apresentam as maiores resistências à propagação de trinca e esses melhores resultados foram devido aos maiores efeitos de fechamento de trinca induzido pela rugosidade. Foi relatada também uma não linearidade na região II das curvas em algumas ligas devido à presença de bifurcações e deflexões das trincas.

Palavras-chave: Ligas de Titânio, Deformação a frio, Envelhecimento, Taxa de Crescimento de Trinca por Fadiga

INTRODUÇÃO

A literatura aponta que ligas do sistema TiNbSn deformadas a frio possuem uma excelente combinação de propriedades, dentre elas baixo módulo de elasticidade e boa resistência mecânica ^(1,2). Por se tratar de ligas de titânio tipo β ,

pode-se ainda aumentar a resistência mecânica destas ligas através de tratamentos térmicos de envelhecimento. No entanto, para a introdução destes materiais em indústrias para fabricação de componentes de responsabilidade é fundamental um bom conhecimento de suas propriedades de mecânica da fratura.

Estudos vem sendo realizados variando o grau de deformação e o tempo de envelhecimento nas ligas Ti42Nb, Ti42Nb2Sn e Ti35Nb2Sn, e foi visto que estas ligas com 80% de deformação verdadeira apresentam uma ótima relação de resistência por módulo, enquanto que o processo de envelhecimento a 400 °C por 48 horas produz um grande aumento de dureza. Por isso, no presente estudo foram utilizados esses parâmetros no tratamento termomecânico destas ligas para observar a influência da composição química e envelhecimento nas propriedades de propagação de trinca ($da/dN \times \Delta K$).

MATERIAIS E MÉTODOS

Produção das ligas

As ligas Ti35Nb2Sn, Ti42Nb2Sn e Ti42Nb foram fundidas em um forno de fusão a arco voltaico com atmosfera inerte de gás argônio. Foi fabricado um lingote para cada composição de 280 g, aproximadamente. Para eliminar as tensões residuais e as heterogeneidades resultantes do processo de fabricação por fusão foi realizado um tratamento térmico de homogeneização dos lingotes. A homogeneização é feita em um forno modelo FL-1300 Maitec a 1000 °C durante 4 horas e resfriamento lento no interior do forno. Em seguida, foi realizado um processo de solubilização nas ligas com o intuito de dissolver as fases formadas no resfriamento lento no forno e produzir uma microestrutura com grãos β . Neste processo, os lingotes foram aquecidos até 900 °C, mantidas durante 15 minutos e seguidas de resfriamento brusco em gelo (0 °C) para garantir a manutenção da fase β . Todos estes tratamentos térmicos são realizados com o intuito de produzir um material com boa ductilidade para ser possível o posterior processo de laminação a frio.

Antes de realizar a deformação a frio nos lingotes foi necessário uniformizar a sua espessura. Assim, previamente ao processo de laminação a frio foram aplicados passes de laminação a quente nos lingotes a 850 °C até produzir chapas com espessura regular. Em seguida, essas chapas foram solubilizadas novamente e

depois foi realizado o processo de laminação a frio até produzir uma deformação verdadeira de 80%. Após o término da laminação a frio, as chapas foram cortadas ao meio e metade destas foi submetida ao tratamento de envelhecimento. O envelhecimento foi realizado a temperatura de 400 °C por 48 horas com o propósito de causar a precipitação de finas partículas de segunda fase, aumentando a dureza e resistência das ligas.

Ensaio de propagação de trinca da/dN x ΔK

Os corpos de prova (CP) para os ensaios de propagação de trinca foram do tipo “Three-Point Single Edge Notch Bend” (SENB3), Figura 1. As dimensões dos CP foram selecionadas em função da espessura das chapas produzidas e das normas regentes que se adequassem ao ensaio [3,4]. Os corpos de prova foram obtidos pelo processo de usinagem convencional a partir das chapas.

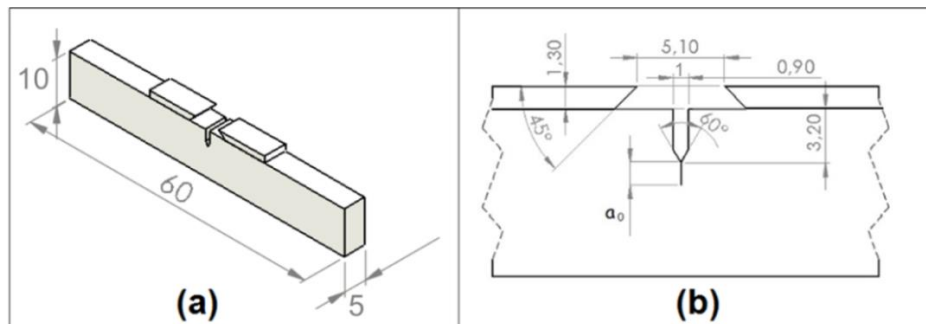


Fig. 1. Representação da geometria do corpo de prova em milímetros.

Os corpos de prova foram fabricados com o entalhe orientado a uma direção perpendicular à direção do processo de laminação a frio. Os CP foram ensaiados em uma MTS “Servohydraulic Test System” modelo 3010 com célula de carga de 100kN. Os ensaios foram realizados nas seguintes condições: frequência = 10 Hz; razão de carregamento (R) = 0,1; ondas cíclicas em forma sinusoidal; temperatura ambiente; ambiente ao ar e utilizando o procedimento de ensaio P constante. Foi utilizado um extensômetro “clip gage” para medir instantaneamente o tamanho da trinca no decorrer do ensaio (valor de “a”).

Ensaio Metalográfico

Para observar o caminho de propagação da trinca em cada liga foi feita uma análise metalográfica. O polimento foi feito em uma politriz Arotec modelo Aropol-V2

utilizando solução de alumina de 0,3 μm . O ataque químico realizado foi a solução de Kroll (12 mL de HNO_3 , 6 mL de HF e 82 mL de H_2O) para revelar da microestrutura. A análise foi realizada em microscópio ótico Zeiss Axio-Scope A1.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados das curvas $da/dN \times \Delta K$ para todas as ligas deformadas a frio e envelhecidas estão mostrados na Figura 2. Através dessas curvas nota-se que as ligas Ti422D e Ti422E apresentaram os melhores resultados de taxa de propagação de trincas entre as ligas apenas laminadas e entre as ligas envelhecidas, respectivamente. Observa-se também que as ligas Ti352D e Ti420D apresentaram resultados de taxa de propagação de trincas bem maiores que os da liga Ti422D. Entre as ligas envelhecidas percebe-se que a liga Ti352E apresentou menor resistência à propagação de trinca e um valor de ΔK de ruptura muito baixo (aproximadamente, 13 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$). Nota-se também que a inclinação da curva da liga Ti420E é maior do que a liga Ti422E, ou seja, para valores elevados de ΔK a liga Ti420E apresenta menor resistência à propagação de trinca.

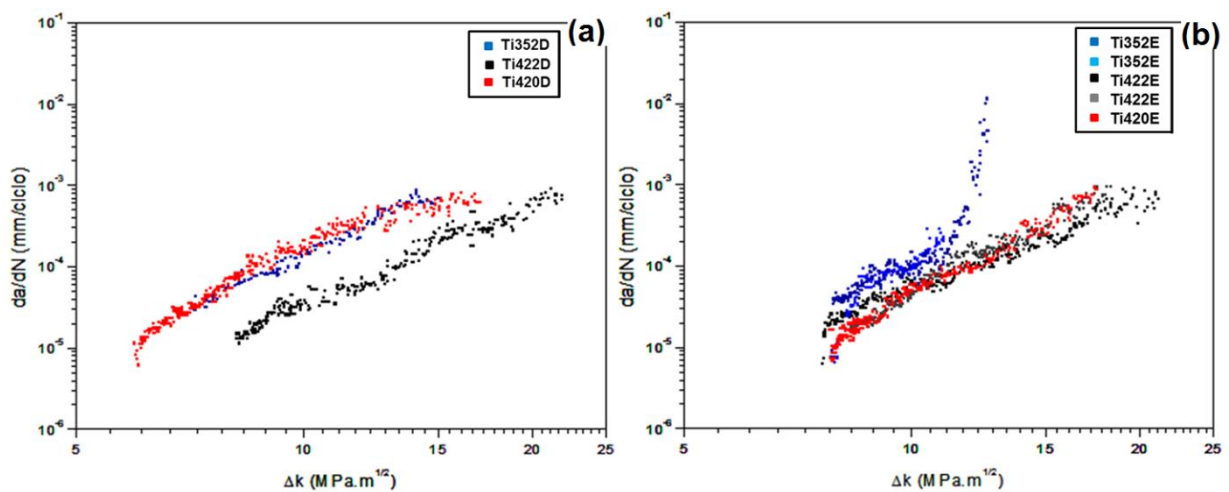


Fig. 2. Curvas $da/dN \times \Delta K$ para as ligas (a) deformadas a frio e (b) envelhecidas.

Foi notado que o envelhecimento na liga Ti352E aumentou o valor de threshold, diminuiu a taxa de propagação de trinca na região II da curva e diminuiu também o valor de ΔK de ruptura. O efeito do envelhecimento na liga Ti422E não foi muito significativo na região II do gráfico. Já o processo de envelhecimento para a liga Ti420E apresentou resultados significativos, aumentando o valor de threshold

(de ~ 6 para ~ 8 MPa√m) e diminuindo a taxa de propagação de trinca na região II do gráfico.

A Tabela 1 mostra os resultados das constantes “C” e “m” obtidas da equação de Paris para cada material analisado. As ligas Ti422D e Ti422E possuem os maiores valores de “C” e menores valores de “m”, assim, apresentam maiores resistência à propagação de trinca em comparação com as outras ligas. Esses resultados confirmam a análise visual feita das curvas apresentadas na Figura 2.

Tab. 1. Valores de “C” e “m” obtidas da região II da curva da/dN x ΔK para cada liga.

Material	C [m/(ciclo.MPa√m)]	m (-)
Ti352D	8×10^{-12}	4,29
Ti352E	9×10^{-12}	4,09
Ti422D	4×10^{-12}	3,95
Ti422E	2×10^{-11}	3,54
Ti420D	1×10^{-11}	4,00
Ti420E	4×10^{-13}	5,02

Ligas de titânio são conhecidas por não possuírem um elevado grau de linearidade nos dados de taxas de propagação de trinca no regime de Paris. No presente trabalho foi observada essa não linearidade em alguns materiais bem mais pronunciada do que em outros. As Figuras 3(a) e 3(b) mostram as curvas apenas no regime de Paris para as ligas Ti420D e Ti422D, respectivamente. Essas curvas apresentaram duas diferentes tendências e, por isso, foram realizadas duas regressões lineares com base em cada tendência e obtidos novos valores de “C” e “m” (Tabela 2).

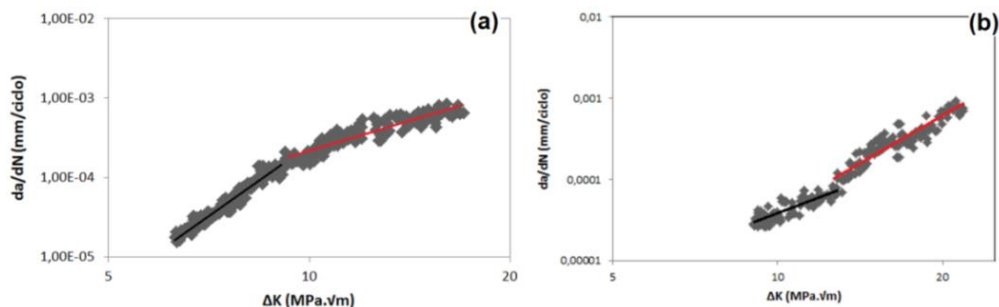


Fig. 3. Curvas da/dN x ΔK no regime de Paris para as ligas (a) Ti420D e (b) Ti422D mostrando as diferentes zonas formadas: retas preta (Zona I) e retas vermelha (Zona II).

O comportamento de crescimento de trinca para a liga Ti420D experimentou uma suave, mas significativa, transição na tendência dos valores de taxa de propagação de trinca em valores de ΔK próximos de 9 MPa√m. A zona I dessa curva

possui um menor valor de “C” e maior valor de “m” em comparação com a zona II. A liga Ti422D apresentou um comportamento diferente, para valores de ΔK menores do que $\sim 13 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ o valor de “m” é baixo, porém, acima de $13 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ocorre um aumento do valor do “m”.

Tab. 2. Novos valores de “C” e “m” obtidos nas diferentes zonas para Ti420D e Ti422D.

Material	Zona	C [m/(ciclo.MPa $\sqrt{\text{m}}$)]	m (-)
Ti420D	I	4×10^{-13}	5,83
	II	5×10^{-10}	2,60
Ti422D	I	1×10^{-10}	2,60
	II	1×10^{-11}	3,65

Após terem sido realizadas as análises visuais e matemáticas das curvas da/dN x ΔK de todas as ligas foi necessário fazer uma análise metalográfica do caminho de propagação da trinca antes da ruptura final do CP (Figura 4). Essa análise metalográfica tem como objetivo explicar os diferentes comportamentos de crescimento de trinca de todas as ligas.

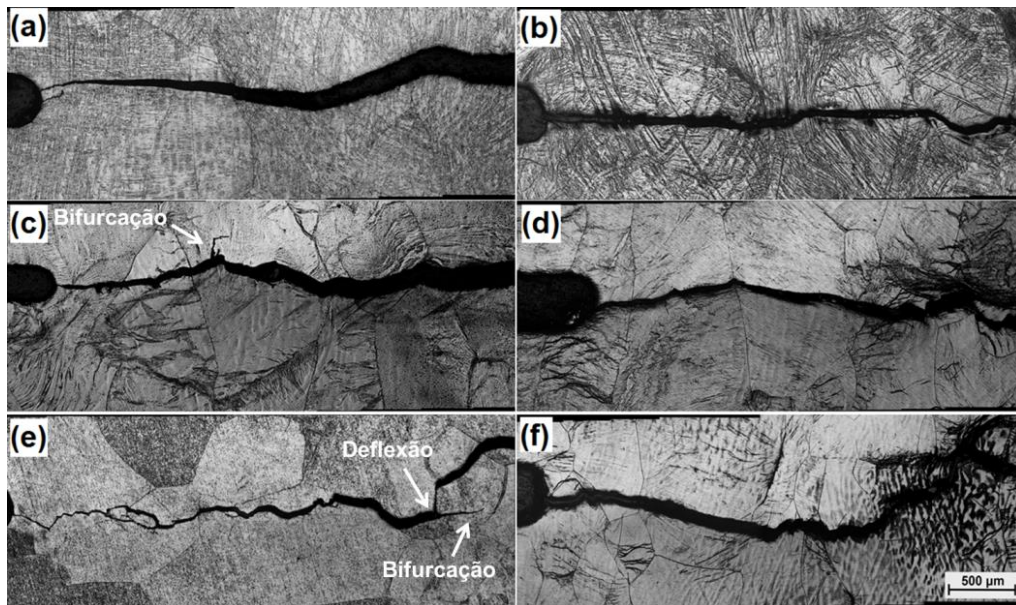


Fig. 4. Perfil do caminho de propagação da trinca para as ligas (a) Ti352D, (b) Ti352E, (c) Ti422D, (d) Ti422E, (e) Ti420D e (f) Ti420E.

A análise do caminho da trinca é a principal ferramenta utilizada para explicar transições que ocorrem na região de Paris em ligas de titânio. No presente trabalho, essa análise revelou que a transição que ocorreu na liga Ti420D é devido à formação de uma bifurcação e uma grande deflexão na região final da trinca. Esses aspectos da trinca reduzem os valores de taxa de propagação de trinca. Desse

modo, o valor de “m” na zona II diminuiu bastante e gerou essa transição da linha de tendência na curva $da/dN \times \Delta K$ no regime de Paris por causa da maior dificuldade que a trinca possui em se propagar ao ser defletida e bifurcada. Já para a liga Ti422D a transição foi relacionada à formação e a neutralização de uma pequena bifurcação. O baixo valor de “m” para a zona I da curva foi relacionada com a formação da bifurcação, já quando essa trinca secundária para de se propagar o valor de “m” sofre um leve aumento, formando a zona II da curva.

As maiores resistências à propagação de trincas das ligas Ti422D, Ti422E e Ti420E foram atribuídas à tortuosidade das trincas. Essa tortuosidade leva a um maior fechamento de trinca induzido pela rugosidade, que é o efeito de fechamento mais encontrado em ligas de titânio devido à presença de microestruturas intrinsecamente grosseiras ⁽⁵⁾. Por outro lado, as ligas Ti352E e Ti352D que possuem os menores valores de resistência à propagação de trinca foram as que apresentaram caminhos de trinca mais retos. Do mesmo modo, no trabalho de Verdhan *et al.* ⁽⁶⁾ os menores valores de taxa de propagação de trinca para a liga Ti6Al2Zr1,5Mo1,5V com microestruturas aciculares e lamelares foram atribuídas a maior tortuosidade das trincas em comparação com a microestrutura bimodal.

CONCLUSÕES

Neste trabalho foram realizados ensaios $da/dN \times \Delta K$ nas ligas Ti42Nb2Sn, Ti35Nb2Sn e Ti42Nb laminadas a frio com 80% de redução verdadeira e após o envelhecimento a 400 °C por 48 h. Foi notado que as ligas Ti422E, Ti422D e Ti420E foram os materiais que apresentaram os melhores resultados de resistência à propagação de trincas devido ao maior efeito de fechamento de trinca induzido pela rugosidade. Um baixo grau de linearidade foi observado em algumas ligas por causa da formação de bifurcações e deflexões na trinca.

AGRADECIMENTOS

Os autores deste trabalho agradecem as agências de financiamento CAPES, CNPq, FINEP e FAPITEC e a CBMM pelo fornecimento do Nióbio.

REFERÊNCIAS

[1] HANADA, S., MASAHASHI, N., JUNG, T-K., YAMADA, N., YAMAKO, Go., ITOI, E. Fabrication of a high-performance hip prosthetic stem using β Ti-33.6Nb-4Sn.

Journal of the mechanical behavior of biomedical materials, V. 30, pp.140-149; 2014.

[2] MATSUMOTO, H., WATANABE, S., HANADA, S. Microstructures and mechanical properties of metastable β TiNbSn alloys cold rolled and heat treated. **Journal of alloys and compounds, V. 439, pp. 145-155; 2007.**

[3] BRITISH STANDARD. BS 6835-1:1998. **Method for the determination of the rate of fatigue crack growth in metallic materials - Part 1: Fatigue crack growth rates of above 10^{-8} m per crack.** 1998.

[4] BRITISH STANDARD. BS ISO 12108:2002. **Metallic material – Fatigue testing – Fatigue crack growth method.** 5 ed. 2002.

[5] RAVICHANDRAN, K. S. Fatigue crack closure as influenced by microstructure in Ti-6Al-4V. **Scripta METALLURGICA et MATERIALIA. Vol: 24, No: 8, pp: 1559-1563; 1990.**

[6] VERDHAN, N., BHENDE, D. D., KAPOOR, R., CHAKRAVARTTY, J. K. Effect of microstructure on the fatigue crack growth behaviour of a near- α Ti alloy. **International Journal of Fatigue. 74, pp: 46-54; 2015.**

EFFECT OF AGING AND CHEMICAL COMPOSITION IN $da/dN \times \Delta K$ CURVES OF THE COLD DEFORMED TiNbSn ALLOYS

β -type TiNbSn alloy cold rolled and heat treated have excellent properties that make them attractive for applications in biomedical and aerospace components. Most of these components suffer fatigue efforts. Therefore, it is essential to know its crack propagation characteristics. In this study were produced the Ti₃₅Nb₂Sn, Ti₄₂Nb₂Sn and Ti₄₂Nb alloys cold rolled with 80% of true reduction and also aged at 400 °C for 48 hours. Crack propagation tests $da/dN \times \Delta k$ were performed and the crack path was analyzed by optical microscopy. The tests results indicate that Ti₄₂₂D, Ti₄₂₂E and Ti₄₂₀E alloys exhibit the greatest resistance to crack propagation and these best results were due to great roughness-induced crack closure effects. It has also been reported a non-linearity in region II of the curves in some alloys due to the presence of cracks bifurcations and deflection.

Key-words: Titanium Alloys, Cold Deformation, Aging, Fatigue Crack Growth Rate