

INFLUÊNCIA DA ATMOSFERA UTILIZADA NO TRATAMENTO DE HOMOGENEIZAÇÃO SOBRE O COMPORTAMENTO EM DEFORMAÇÃO A FRIO DE LIGAS DE TI-NB-SI

R. F. SANTOS; K. F. D. SILVA; H. J. R. CABRAL; T. M. LIMA; W. W. BATISTA
Departamento de Ciência e Engenharia de Materiais, UFS, Av. Marechal Rondon
s/n, CEP 49100-000, São Cristovão, SE, Brasil, reinantiago@hotmail.com.
Universidade Federal de Sergipe – UFS, São Cristovão, SE, Brasil.

RESUMO

O objetivo da presente pesquisa é avaliar a influência da atmosfera utilizada no tratamento de homogeneização sobre o comportamento em deformação a frio de ligas de Ti-Nb-Si. Foram produzidos dois diferentes tipos de liga: Ti-35Nb-0,25Si e Ti-35Nb-0,55Si. Após a fusão, as ligas foram homogeneizadas em duas diferentes condições de atmosfera. Na primeira, utilizou-se um forno tubular de quartzo em atmosfera de argônio a 1000 °C por 8 horas, enquanto na segunda, foi utilizado um forno convencional em atmosfera ambiente a 1000 °C por 8, 24, 48 e 72 horas. Posteriormente, as ligas nas diferentes condições foram deformadas a frio e os resultados foram comparados. Para as análises foram utilizadas, difração de raios-X (DRX) e micro dureza Vickers. Os testes realizados permitiram concluir que a liga Ti-35Nb-0,25Si teve um maior nível de deformação, enquanto a liga Ti-35Nb-0,55Si apresentou uma característica frágil.

Palavras-chave: Ligas de Ti-Nb-Si, Homogeneização, Deformação a Frio.

INTRODUÇÃO

Nos últimos anos, o uso de materiais metálicos na ortopedia tem sido bastante explorado no processo de restauração de funções comprometidas no sistema biológico. O interesse por estudos que consigam desenvolver e aperfeiçoar materiais que apresentem melhor desempenho nos implantes ortopédicos tem crescido consideravelmente (GEETHA, et al., 2009; HSU et al., 2014). Materiais

metálicos desempenham um papel importante como biomateriais para a reparação e/ou substituição de tecido ósseo que se tornou inativo ou danificado devido à sua combinação de alta resistência mecânica e tenacidade à fratura, que apresentam propriedades adequadas para aplicações de suporte de carga em comparação com materiais cerâmicos e materiais poliméricos (RATNER et al., 2013).

As ligas de titânio apresentam destaque quando comparada aos outros materiais metálicos por apresentarem maior biocompatibilidade, resistência corrosão e menor módulo de elasticidade (QIAL e GUO, 2010). As fases e, conseqüentemente, as propriedades das ligas de Ti são altamente dependentes de sua composição e dos tratamentos térmicos e termomecânicos empregados.

Os tratamentos térmicos em ligas de titânio fornecem uma combinação de alta ductilidade, propriedades uniformes e boa resistência mecânica (CALLISTER, 2013, ORÉFICE et al., 2006). Em pesquisas realizadas por Cabral (2013) na qual verificou a liga Ti-35Nb-0,1Si submetida ao forjamento seguido da recristalização mostrou-se uma boa alternativa para melhorar as propriedades das ligas de Ti-Nb-Si já que gerou aumento de dureza em relação à liga homogeneizada, aliviando as tensões ocasionadas na deformação.

Estudos recentes estão voltados para a avaliação de novas ligas do sistema ternário Ti-Nb-Si com materiais promissores para aplicações em implantes ortopédicos (ZHANG et al., 2013), uma vez que aumento da adição de Si, há diminuição do tamanho do grão da fase β e aumento de precipitados o que causa aumento da resistência mecânica. YUN-QING et al., (2011). O objetivo dessa pesquisa é avaliar a influência da atmosfera utilizada no tratamento de homogeneização sobre o comportamento em deformação a frio de ligas de Ti-Nb-Si.

MATERIAIS E MÉTODOS

Foram produzidas amostras da liga Ti-35Nb-0,25Si e Ti-35Nb-0,55Si (percentual em peso) em um forno de fusão a arco voltaico com eletrodo não consumível de tungstênio em forno a arco com atmosfera controlada de argônio. As amostras foram refundidas seis vezes para garantir a completa mistura dos elementos.

Após a fusão, as ligas foram homogeneizadas em duas diferentes condições de atmosfera, na primeira, utilizou-se um forno tubular de quartzo em atmosfera de argônio a 1000 °C por 8 horas, enquanto na segunda, foi utilizado um forno convencional em atmosfera ambiente a 1000 °C por 8, 24, 48, 72 e 96 horas.

Foi utilizado um micro durômetro da Shimadzu, modelo HMV-2T, com carga de 5 kgf e tempo de impressão de 10 segundos. Foram feitas dez impressões em cada amostra, a partir das quais foram calculados os valores médios de micro dureza Vickers.

O tamanho dos corpos de provas submetidos à deformação a frio foi definido em função da largura da cavidade da matriz de deformação e do tamanho dos lingotes obtidos no forno de fusão a arco, com dimensões de 5,0 mm x 8,0 mm x 10,0 mm foram deformados por compressão em uma máquina de ensaios INSTRON com capacidade de carga de aproximadamente 25 toneladas. Foi utilizada uma matriz semiaberta projetada para deixar a deformação mais uniforme. Foram deformados os corpos de prova e suas dimensões finais foram medidas com a utilização de um paquímetro.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

As ligas homogeneizadas em atmosfera controlada foram submetidas a um processo de deformação a frio, onde os corpos de provas sofreram uma redução da altura e aumento do comprimento. O processo foi considerado um forjamento em matriz aberta. Após a deformação dos corpos de provas percebeu-se que a liga Ti-35Nb-0,25Si teve um elevado nível de deformação, em média, 20% de redução na altura e quando verificado o nível de deformação do comprimento dos corpos de prova houve uma variação de 85%. Enquanto a liga Ti-35Nb-0,55Si teve menores deformações, em média, 8% de redução na altura e 30% do comprimento.

A liga Ti-35Nb-0,25Si apresentou maior nível de deformação em relação à liga Ti-35Nb-0,55Si. A explicação desse resultado é que à medida que o Si é adicionado, sendo este um estabilizador da fase β (fase dúctil) e supressor da fase ω (fase dura) uma maior ductilidade é apresentada. Devido a essa característica a liga Ti-35Nb-0,25Si foi selecionada para ser o objeto de maior análise desse trabalho.

Foi possível verificar o ganho em massa nas amostras homogêneas com o aumento do tempo da amostra no forno nos diferentes tipos de atmosfera. A **Tabela 1** apresenta os valores das medidas realizadas.

Tabela 1. Alteração da massa (%) das amostras com os tratamentos térmicos de homogeneização da liga Ti-35Nb-0,25Si

| FORNO | ATMOSFERA | TEMPO | MASSA INICIAL (g) | MASSA FINAL (g) | GANHO DE MASSA (%) |
|-------|-----------------------|-------|-------------------|-----------------|--------------------|
| 01 | Controlada de argônio | 8 h | 4,867 ± 1 | 4,867 ± 3 | Não houve |
| 02 | Ar ambiente | 8 h | 6,885 ± 3 | 6,920 ± 4 | 0,5% |
| | | 24 h | 5,197 ± 2 | 5,316 ± 2 | 2,8 % |
| | | 48 h | 4,852 ± 2 | 5,150 ± 1 | 6,15 % |
| | | 72 h | 6,356 ± 3 | 6,967 ± 3 | 9,62 % |
| | | 96 h | 7,787 ± 5 | 8,945 ± 2 | 14,8 % |

O crescente aumento da massa com o tempo, verificado nas amostras em ar ambiente é justificado pela camada proveniente da formação de óxidos de titânio (TiO₂) formadas na superfície da amostra, onde pode-se perceber uma crescente variação de 0,5% até 14,8% em massa. Sendo que na atmosfera controlada de argônio há uma inexistente dessa variação da massa.

As diferentes condições de homogeneização influenciaram nas fases presentes, identificadas pelas difrações de raios x (DRX) das ligas, como mostra a **Figura 1**. A finalidade foi avaliar as transformações de fase ocorridas em cada condição.

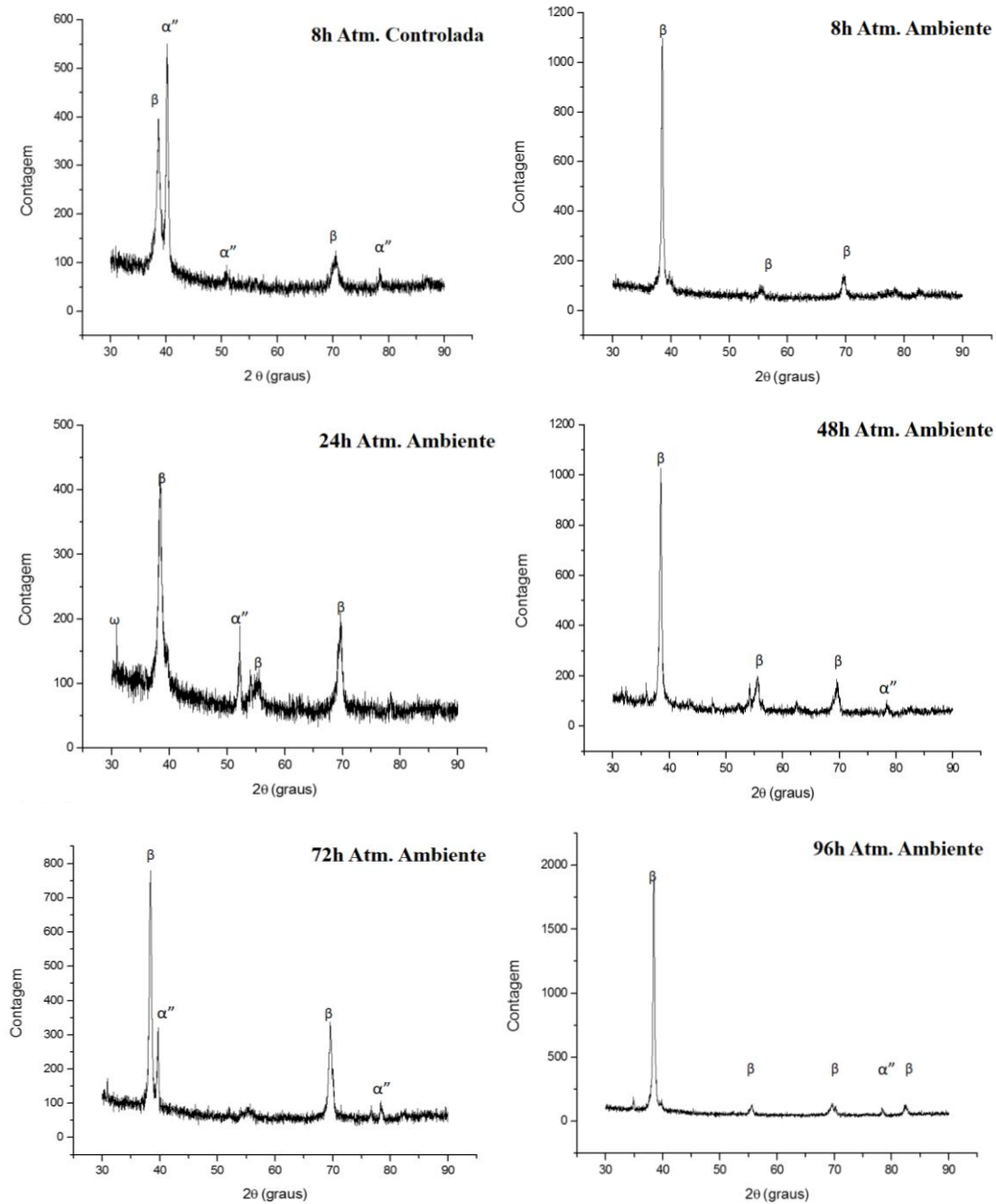


Figura 1. Difração de raios-X das amostras para cada condição de homogeneização.

Nas condições de homogeneização de 8h com resfriamento no forno em ambiente controlado, identificou se pelos resultados do DRX, picos referentes à fase β do Ti. O resfriamento lento possibilitou a formação dessa microestrutura. Foram detectados picos referentes à fase α'' , conhecida por martensita. Em condições de atmosfera controlada apresentou aumento acentuado dessa fase em relação atmosfera ambiente.

A **Figura 2** apresenta os valores da microdureza Vickers das ligas nas diferentes condições. Com o aumento do tempo de homogeneização foi possível verificar o aumento na microdureza. Isso é explicado pelo alívio de tensões e nucleação de novos grãos com menor densidade de discordâncias (HUMPHREYS e HATHERLY, 2004).

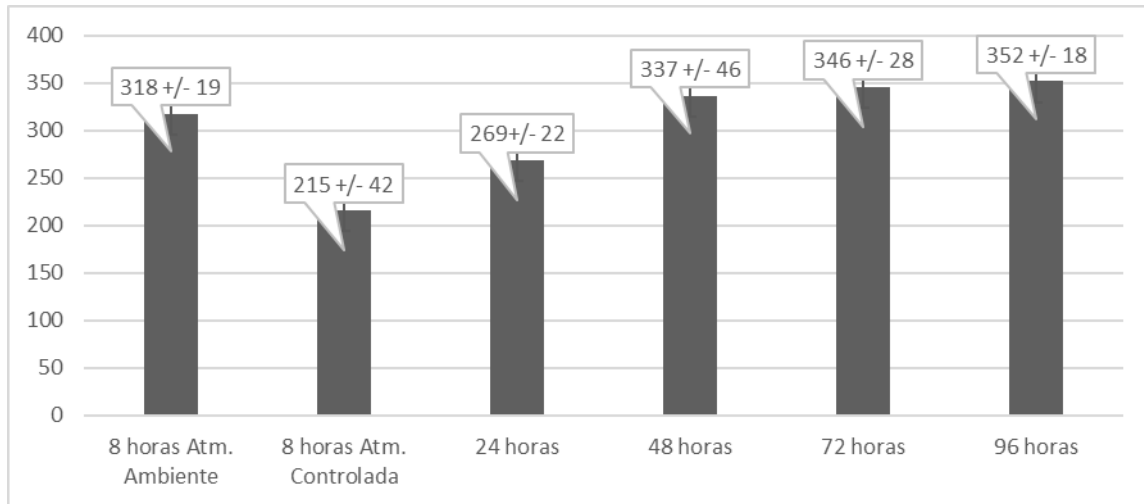


Figura 2. Valores da dureza Vickers das amostras homogeneizadas

Os níveis de deformação foram analisados pelas medidas iniciais e finais em cada deformação, como mostrado na **tabela 2**. As amostras de 72 e 96h não foram possíveis verificar a medida final, pois as amostras desintegraram-se, impossibilitando a medida final das mesmas. A amostra de 48 h apresentou fraturas e trincas, conquanto foi possível verificar as dimensões finais desse corpo de prova.

Tabela 2. Comportamento das amostras homogeneizadas em ar ambiente em deformação a frio

| Tempo de homogeneização | Carga (Toneladas) | Medidas Iniciais (mm) | Medidas Finais (mm) |
|-------------------------|-------------------|-----------------------|---------------------|
| 24 h | 10 | 5,0 x 8,0 x 10,0 | 5,0 x 4,0 x 18,0 |
| 48 h | 10 | 5,0 x 8,0 x 10,0 | 5,0 x 5,0 x 17,0 |
| 72 h | 10 | 5,0 x 8,0 x 10,0 | Desintegrou-se |
| 96 h | 10 | 5,0 x 8,0 x 10,0 | Desintegrou-se |

O tempo na qual a amostra foi submetida à atmosfera ambiente influenciou diretamente nos resultados de deformação a frio dessas mesmas ligas. A amostra com 48 horas apresentou menor ductilidade em relação à de 24 h, já as de 72 e 96 h se desintegraram totalmente. Justificado pela exposição da amostra em atmosfera oxidante, o oxigênio difundido endurece a amostra tornando-a frágil e quebradiça.

CONCLUSÕES

As amostras apresentaram ganhos de massa (%) onde quanto maior o tempo de exposição da liga a atmosfera ambiente a altas temperaturas maior ganho de massa proveniente das camadas de óxidos formada e do oxigênio difundido. As difrações de raios-X confirmaram as micrografias revelando a formação da fase α nas condições em que as amostras foram resfriadas ao ar. As análises mostraram prioritariamente grãos da fase β . A difusão do oxigênio nas amostras homogeneizadas em atmosfera oxidante endureceu e fragilizou as amostras apresentando diversas trincas e fraturas em deformação a frio. Com esse trabalho foi possível verificar que as condições de homogeneização da liga Ti-35Nb-0,25Si influenciam diretamente na microestrutura, dureza, transformações de fase e no comportamento da liga em deformação a frio.

REFERÊNCIAS

- CALLISTER, W. D. *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução*, 8 ed. Rio de Janeiro, LTC, 2013.
- CABRAL, H.J.R. *Produção, Deformação a frio e Recristalização da liga Ti-35Nb-0,15Si*. Dissertação de M.Sc., UFS, São Cristóvão, SE, Brasil, 2013.
- GEETHA, M., SINGH, A. K., ASOKAMANI, R., et al. *Ti Based Biomaterials, The Ultimate Choice for Orthopedic Implants – A Review. Progress in Materials Science*, v. 54, pp. 397-425, 2009.
- HSU, H. C., WU, S. C., HSU, S. K., et al. Structure and mechanical properties of as-cast Ti-Si 251 alloys. *Intermetallics*, v. 47, pp. 11-16, 2014.
- HUMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*. 2 ed. Oxford, ELSEVIER, 2004.

ORÉFICE, L. R. et al. *Biomateriais: fundamentos e aplicações*. 1 ed. Rio de Janeiro, CULTURA MÉDICA, 2006.

QIAL, Y., GUO, X. Formation of Cr-Modified Silicide Coatings on a Ti–Nb–Si Based Ultrahigh-Temperature Alloy By Pack Cementation Process. *Applied Surface Science*, v. 317 256, pp. 7462-7471, 2010.

RATNER, B. D., HOFFMAN, A. S., SCHOEN, F. J., et al. *Biomaterials Science: An Introduction to Materials in Medicine*. 2.ed. *Elsevier Academic*, 2013.

Yun-Qing, M., Shui-Yan, Y., Yun-neng, W., Cui-ping, W., et al. Microstructure, mechanical and shape memory properties of Ti-55Ta-xSi biomedical alloys. *Trans. Nonferr. Met. Soc.* v.21, 287–291, 2011.

ZHANG, D.C., MAO, Y.F., LI, Y.L. et al. Effect of ternary alloying elements on microstructure and superelasticity of Ti-Nb alloys, *Materials Science & Engineering A*, v.559, pp. 706-710, 2013.

INFLUENCE OF ATMOSPHERE USED IN MIXING TREATMENT OF BEHAVIOR IN COLD FORMING OF TI-NB-SI ALLOYS

ABSTRACT

The objective of this research was to evaluate the influence of the atmosphere used in the treatment of homogenization of behavior in cold deformation alloy Ti-Nb-Si. Ti-35Nb-0,25Si and Ti-35Nb-0,55Si: two different alloy types were produced. After the merger, the alloys were homogenized in two different atmosphere conditions. At first, we used a quartz tubular furnace in an argon atmosphere at 1000 ° C for 8 hours, while the second was used a conventional oven in air at 1000 ° C for 8, 24, 48 and 72 hours. Subsequently, the alloys under the different conditions were cold deformed and the results were compared. For analyzes were used, X-ray diffraction (XRD), and microhardness. The tests showed that the Ti-35Nb-0,25Si alloy had a higher level of deformation, while the Ti-35Nb-0,55Si alloy presented a fragile feature.

Key-words: Alloy Ti-Nb-Si, Homogenization, Deformation Cold.