

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

“ANÁLISE DA ESTRUTURA DAS LIGAS DE Ti – Nb – 3% Al
TEMPERADAS E SUA ALTERAÇÃO À TEMPERATURA”

Hellen Cristine Prata de Oliveira

Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro - UENF
Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais

Centro de Ciência e Tecnologia – CCT

Campos dos Goytacazes – RJ

Julho - 2007

“ANÁLISE DA ESTRUTURA DAS LIGAS DE Ti – Nb – 3% Al
TEMPERADAS E SUA ALTERAÇÃO À TEMPERATURA”

HELLEN CRISTINE PRATA DE OLIVEIRA

“Dissertação de Mestrado submetida ao corpo docente do Centro de Ciência e Tecnologia, da Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Engenharia e Ciência dos Materiais”

Orientadora: Prof^a Lioudmila Aleksandrovna Matlakhova

CAMPOS DOS GOYTACAZES – RJ
JULHO – 2007

FICHA CATALOGRÁFICA

Preparada pela Biblioteca do CCT / UENF

32/2007

Oliveira, Hellen Cristine Prata

Análise da estrutura das ligas de Ti-Nb-3%Al temperadas e sua alteração à temperatura / Hellen Cristine Prata de Oliveira. – Campos dos Goytacazes, 2007.

xi, 136 f. : il.

Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais) -- Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Centro de Ciência e Tecnologia. Laboratório de Materiais Avançados. Campos dos Goytacazes, 2007.

Orientador: Lioudmila Aleksandrovna Matlakhova.

Área de concentração: Metalurgia física

Bibliografia: f. 119-124

1. Ligas de Ti-Nb-Al 2. Análise estrutural 3. Transformações de fase 4. Martensitas 5. Análise térmica I. Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Centro de Ciência e Tecnologia. Laboratório de Materiais Avançados II. Título

CDD 669.96

“ANÁLISE DA ESTRUTURA DAS LIGAS DE Ti – Nb – 3% Al
TEMPERADAS E SUA ALTERAÇÃO À TEMPERATURA”

HELLEN CRISTINE PRATA DE OLIVEIRA

“Dissertação de Mestrado submetida ao corpo docente do Centro de Ciência e Tecnologia, da Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Engenharia e Ciência dos Materiais”

Aprovado em 18 de julho de 2007

Comissão Examinadora:

Prof. Christian Mariani Lucas dos Santos – (DSc., Engenharia Mecânica – UCL)

Prof. Sérgio Neves Monteiro – (PhD., Engenharia de Materiais – UENF)

Dr^a. Rosane Toledo – (DSc., Engenharia de Materiais – UENF)

Prof. Lioudmila Aleksandrovna Matlakhova (PhD., Engenharia de Materiais – UENF)

“Porém Ele sabe o meu caminho; provando-me Ele, sairei como ouro.

Nas suas pisadas os meus pés se afirmaram; guardei o seu caminho, e não me desviei dele.

Do preceito de seus lábios nunca me aparteí, e as palavras da sua boca guardei mais do que a minha porção.

Mas, se Ele resolveu alguma coisa, quem então o desviará? O que a sua alma quiser, isso fará.

Porque cumprirá o que está ordenado a meu respeito, e muitas coisas como estas ainda tem consigo.

Porque o coração do homem planeja o seu caminho, mas o Senhor lhe dirige os passos.”

(Jó 23:10-14; Provérbios 16:9)

A Deus,
fonte de inspiração,
que permitiu a concretização deste sonho.
A minha irmã Élide Tamara e amigos Lidiane e Luciano,
pelo apoio, incentivo, ensinamentos e orações,
do início ao fim desta jornada.
DEDICO.

AGRADECIMENTOS

Não que sejamos capazes, por nós, de pensar alguma coisa, como de nós mesmos; mas a nossa capacidade vem de Deus.” (II Coríntios 3:5)

Agradeço a Deus de todo o meu coração. Não tenho palavras para agradecer a bondade e a fidelidade de Deus para com minha vida todos os dias. Deu-me paz e amor nos momentos de tribulação e medo, alegria e esperança nos momentos de tristeza e incerteza, força e coragem quando já não sentia as minhas pernas firmes como antes, sabedoria e compreensão para continuar nesta pequena caminhada rumo à eternidade.

Agradeço aos meus pais por terem lutado com todas as forças que podiam, trabalhando com honestidade e dedicação para criar suas filhas. Dedico com todo carinho esta dissertação a meu pai Adilio pela sua energia e força de trabalho, e minha mãe, Penha, pela bravura e dedicação na nossa educação.

Agradeço as minhas irmãs, pelos encontros divertidos quase bimestrais. Érica pelo apoio em dar continuidade aos meus estudos e Tamara, pelo companheirismo, conselhos, paciência e orações em todos os momentos da minha vida.

Agradeço aos meus amigos de coração, aos quais Deus nos fez como uma família: Ivanete, Lidiane, Luciano, Lívia e Juninho. Obrigada pelas conversas, alegrias, tristezas, amizade, incentivo, conselhos e orações.

Aos meus amigos e colegas de Manhauçu, Ministério Mãos Santas, que souberam compreender a minha ausência, compartilhando palavras encorajadoras e colocando desafios em meu caminho para que eu pudesse me tornar mais dependente de Deus.

Aos meus amigos deixados em Muriaé, mas não esquecidos: Lílian, Ernesto e Quésia, pelo incentivo e carinho. Aos meus amigos cultivados em Campos, Neide, Leise, Isabela, Rachel, Júnior, Marcus Vinícius, Elaine Pereira, que sempre estiveram comigo com seu incentivo, orações, palavras de conforto e amizade. À família que me adotou por um tempo: Telma e Ribeiro, pela amizade e carinho. Suas filhas, Elaine, pelo incentivo e alegria e, Cristiane, pelas palavras, companhia, alegrias e orações.

Aos professores do LAMAV/UENF, em especial à Professora Lioudmila Matlakhova, que compartilharam comigo esta experiência tão bela de crescimento

profissional, pela confiança, paciência, carinho, dedicação e presença constante. Ao Professor Anatoliy pelo apoio, atenção e auxílio nos trabalhos de pesquisa.

À pesquisadora Rosane Toledo pelo carinho, pelas realizações de análises de raios-X e ensinamentos, em todo tempo.

Ao técnico do Laboratório de Metalurgia Física, Ronaldo Quintanilha, pelas palavras de encorajamento e ajuda em todo o tempo.

Ao Professor Rubén Sanches Rodríguez e à pesquisadora Teresa Elígio Casilló por terem se dedicados na realização das análises térmicas (DTA-DSC) no SEPOL/LAMAV.

Ao técnico da COPPE/UFRJ, Felipe Vieira, pela realização das análises de microscopia eletrônica de varredura e microanálise.

Aos colegas do Laboratório Metalurgia Física, Arthur, Rodrigo, Lucas, Guilherme, Érica, Luis Otávio e Thiago, pelo auxílio e companheirismo durante a preparação metalográfica dos corpos de prova e pelas discussões a respeito do trabalho desenvolvido.

Aos demais colegas, alunos, professores, funcionários do LAMAV/CCT/UENF que de alguma forma contribuíram, com alegria, amizade e ajuda.

Agradeço!

SUMÁRIO

ÍNDICE DE FIGURAS	V
ÍNDICE DE TABELAS	XI
CAPÍTULO 1: INTRODUÇÃO	1
CAPÍTULO 2: OBJETIVOS E JUSTIFICATIVAS	3
2.1 Objetivos	3
2.2 Justificativas	4
2.2.1 Importância Científica	4
2.2.2 Importância Econômica	4
2.2.3 Importância Tecnológica	4
CAPÍTULO 3: REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	5
3.1 Histórico: Titânio e seus Minerais	5
3.2 Estrutura e Propriedades do Titânio	6
3.3 Aplicações do Titânio e suas Ligas	9
3.4 Elementos de Ligas de Titânio	11
3.5 Fases Estáveis e Metaestáveis nas Ligas de Titânio	13
3.6 Estrutura e Propriedades das Ligas de Titânio	14
3.6.1 – Ligas de Titânio Alfa e Pseudo-Alfa	16
3.6.2 – Ligas de Titânio Alfa-Beta	19
3.6.3 – Ligas de Titânio Beta	22
3.6.4 – Ligas de Ti-Nb Temperadas	23
3.6.5 – Ligas de Ti-Nb-3%Al Temperadas	25
3.7 Estabilidade das Fases Metaestáveis a Temperatura	28
CAPÍTULO 4: MATERIAIS E MÉTODOS	32
4.1 Material Utilizado	32
4.2 Preparação Metalográfica dos Corpos de Prova	33
4.3 Microscopia Óptica	34
4.4 Microdureza Vickers	35
4.5 Difração de Raios-X	35

4.6 Microscopia Eletrônica de Varredura	36
4.7 Microanálise	37
4.8 Análise Térmica	37
CAPÍTULO 5: RESULTADOS E DISCUSSÕES	39
5.1 Difração de Raios-X das Ligas Temperadas	39
5.1.1 – Liga Temperada Ti-15%Nb-3%Al	39
5.1.2 – Liga Temperada Ti-22%Nb-3%Al	40
5.1.3 – Liga Temperada Ti-24%Nb-3%Al	41
5.1.4 – Liga Temperada Ti-26%Nb-3%Al	41
5.1.5 – Liga Temperada Ti-32%Nb-3%Al	42
5.1.6 – Liga Temperada Ti-38%Nb-3%Al	43
5.2 Microscopia Ótica das Ligas Temperadas	48
5.2.1 – Liga Temperada Ti-15%Nb-3%Al	48
5.2.2 – Liga Temperada Ti-22%Nb-3%Al	49
5.2.3 – Liga Temperada Ti-24%Nb-3%Al	50
5.2.4 – Liga Temperada Ti-26%Nb-3%Al	51
5.2.5 – Liga Temperada Ti-32%Nb-3%Al	52
5.2.6 – Liga Temperada Ti-38%Nb-3%Al	53
5.3 Microscopia Eletrônica de Varredura das Ligas Temperadas	56
5.3.1 – Liga Temperada Ti-15%Nb-3%Al	56
5.3.2 – Liga Temperada Ti-22%Nb-3%Al	57
5.3.3 – Liga Temperada Ti-24%Nb-3%Al	58
5.3.4 – Liga Temperada Ti-26%Nb-3%Al	59
5.3.5 – Liga Temperada Ti-32%Nb-3%Al	60
5.3.6 – Liga Temperada Ti-38%Nb-3%Al	60
5.4 Microdureza Vickers das Ligas Temperadas	62
5.4.1 Discussão das Seções 5.1 a 5.4	64
5.5 Microanálise das Ligas Temperadas	66
5.5.1 – Liga Temperada Ti-15%Nb-3%Al	66

5.5.2 – Liga Temperada Ti-22%Nb-3%Al	69
5.5.3 – Liga Temperada Ti-24%Nb-3%Al	72
5.5.4 – Liga Temperada Ti-26%Nb-3%Al	73
5.5.5 – Liga Temperada Ti-32%Nb-3%Al	75
5.5.6 – Liga Temperada Ti-38%Nb-3%Al	78
5.5.7 – Discussão da Seção 5.5	79
5.6 Difração de Raios-X das Ligas Termicamente Tratadas a 800 ° C	80
5.6.1 – Liga Ti-15%Nb-3%Al Termicamente Tratada	80
5.6.2 – Liga Ti-22%Nb-3%Al Termicamente Tratada	80
5.6.3 – Liga Ti-24%Nb-3%Al Termicamente Tratada	82
5.6.4 – Liga Ti-26%Nb-3%Al Termicamente Tratada	83
5.6.5 – Liga Ti-32%Nb-3%Al Termicamente Tratada	84
5.6.6 – Liga Ti-38%Nb-3%Al Termicamente Tratada	84
5.7 Microscopia Ótica das Ligas Termicamente Tratadas a 800 ° C	87
5.7.1 – Liga Ti-15%Nb-3%Al Termicamente Tratada	87
5.7.2 – Liga Ti-22%Nb-3%Al Termicamente Tratada	88
5.7.3 – Liga Ti-24%Nb-3%Al Termicamente Tratada	89
5.7.4 – Liga Ti-26%Nb-3%Al Termicamente Tratada	90
5.7.5 – Liga Ti-32%Nb-3%Al Termicamente Tratada	91
5.7.6 – Liga Ti-38%Nb-3%Al Termicamente Tratada	91
5.8 Microdureza Vickers das Ligas Termicamente Tratadas a 800 ° C	93
5.8.1 Discussão das Seções 5.6 a 5.8	95
5.9 Análise Térmica das Ligas Temperadas	97
5.9.1 – Análise Térmica Diferencial (DTA)	97
5.9.1.1 – Liga Temperada Ti-15%Nb-3%Al	97
5.9.1.2 – Liga Temperada Ti-22%Nb-3%Al	99
5.9.1.3 – Liga Temperada Ti-24%Nb-3%Al	101
5.9.1.4 – Liga Temperada Ti-26%Nb-3%Al	103
5.9.1.5 – Liga Temperada Ti-32%Nb-3%Al	105
5.9.1.6 – Liga Temperada Ti-38%Nb-3%Al	107

5.9.2 – Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC)	109
5.9.2.1 – Liga Temperada Ti-15%Nb-3%Al	109
5.9.2.2 – Liga Temperada Ti-22%Nb-3%Al	110
5.9.2.3 – Liga Temperada Ti-32%Nb-3%Al	111
5.9.2.4 – Liga Temperada Ti-38%Nb-3%Al	113
5.9.3 – Discussão da Seção 5.9	114
CAPÍTULO 6: CONCLUSÕES	116
CAPÍTULO 7: SUGESTÕES	118
CAPÍTULO 8: REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	119
ANEXO A	125
ANEXO B	128
APÊNDICE A	129
APÊNDICE B	134

ÍNDICE DE FIGURAS

FIGURA 1 – Comparação de densidade de alguns metais	06
FIGURA 2 – Resistência Específica na seleção de material estrutural comparada às ligas de titânio e aluminadas	06
FIGURA 3 – Estrutura cristalina do titânio: (a) Hexagonal Compacta, fase α ; (b) Cúbica de Corpo Centrado, fase β	08
FIGURA 4 – Tipos de diagramas do estado de equilíbrio do titânio com elementos de liga: a) α -estabilizadores (Al,O,N,C); b) β -estabilizadores isomórficos (V,Nb,Mo,Ta,Re); c) β -estabilizadores eutetóides (Cr,Mn,Fe,Co,Ni,Cu,Pd,Ag,Pt,Au); d) elementos neutros (Sn,Zr,Hf,Th)	12
FIGURA 5 – Microestrutura típica da liga Ti-6V-4Al, resfriada a partir da fase α para obter a estrutura Widmanstätten. MEV	14
FIGURA 6 – Estruturas de fases iguais com estruturas morfológicas diferentes: (a) alfa equiaxial mais beta e (b) alfa agulhada mais beta em liga Ti-6Al-4V, temperada	15
FIGURA 7 – Diagrama de fase metaestável (a) e microestruturas da liga alfa-beta recozida (Ti-6Al-4V) após resfriamentos a partir das regiões de fase diferentes: (a) diagrama com a indicação de composição; (b) fase α agulhada (transformada de β) com contornos de grãos de β inicial; (c) matriz de fase α' martensítica com β (fase preta) e contornos de grãos de β inicial; (d) grãos de α primária (branca) na matriz de α agulhada transformada de β ; (e) fase α primária equiaxial na matriz de α' martensítica	16
FIGURA 8 – Diagrama de fase do sistema binário Ti-Al em equilíbrio	18
FIGURA 9 – Diagramas estáveis (linhas cheias) e os metaestáveis (linhas pontilhadas), com indicação das estruturas que se formam após a têmpera da região da fase beta das ligas de titânio com elementos: (a) β -estabilizadores eutetóides; (b) β -estabilizadores isomórficos	20
FIGURA 10 - Diagrama de fase do sistema binário Ti-Nb	22
FIGURA 11 – Difractogramas obtidos com radiação característica de Cobalto K_{α} das ligas Ti-Nb temperadas onde o teor de Nb varia: (a) 12, (b) 14, (c) 16, (d) 18, (e) 20, (f) 22 e (g) 24 % de Nb em peso	24
FIGURA 12 – Períodos das redes HC e ortorrômbica das fases martensíticas α' e α'' nas ligas Ti-Nb temperadas	24

FIGURA 13 – Módulo de (a) Elasticidade e (b) Atrito Interno em função da concentração de nióbio para as ligas Ti-Nb-Al temperadas com 2%, 3% e 5% de alumínio	26
FIGURA 14 – Difratomogramas parciais obtidos para as ligas (a) Ti-15%Nb-3%Al, (b) Ti-24%Nb-3%Al, (c) Ti-32%Nb-3%Al e (d) Ti-34% Nb-3%Al	27
FIGURA 15 – Parâmetros de rede das ligas Ti-Nb-3%Al temperadas em água em função do teor de Nb	28
FIGURA 16 – Curva de análise calorimétrica exploratória diferencial (DSC) para as ligas aquecidas (a) Ti-15%Nb-2%Al e (b) Ti-34%Nb-2%Al	29
FIGURA 17 – Variação do atrito interno (Q^{-1}), com temperatura para as ligas aquecidas (a) Ti-15%Nb-2%Al e (b) Ti-34%Nb-2%Al	30
FIGURA 18 – Densidade das ligas do sistema Ti-Nb-3%Al	33
FIGURA 19 – Difrátograma da liga Ti-15%Nb-3%Al temperada	39
FIGURA 20 – Difrátograma da liga Ti-22%Nb-3%Al temperada	40
FIGURA 21 – Difrátograma da liga Ti-24%Nb-3%Al temperada	41
FIGURA 22 – Difrátograma da liga Ti-26%Nb-3%Al temperada	42
FIGURA 23 – Difrátograma da liga Ti-32%Nb-3%Al temperada	43
FIGURA 24 – Difrátograma da liga Ti-38%Nb-3%Al temperada	44
FIGURA 25 – Difratomogramas obtidos das ligas temperadas Ti-Nb-3%Al onde o teor de Nb varia: (a) 15, (b) 22, (c) 24, (d) 26 e (e) 32% de Nb em peso	45
FIGURA 26 – Distâncias interplanares $(101)\alpha'/(111)\alpha''$ determinadas nas ligas temperadas Ti-Nb-3%Al	46
FIGURA 27 – Análise das ligas de titânio com (a) 15, (b) 22, (c) 24, (c) 26, (d) 32 e (e) 38% de nióbio, no intervalo de 70 a 110°	47
FIGURA 28 – Microestrutura da liga Ti-15%Nb-3%Al temperada observada no campo claro. Ampliação: (a) 80x, (b,c) 125x, (d) 400x	48
FIGURA 29 – Microestrutura da liga Ti-22%Nb-3%Al temperada observada no campo escuro (a), campo claro (b), luz polarizada (c, d). Ampliação: (a,c) 200x, (b) 320x, (d) 500x	50
FIGURA 30 – Microestrutura da liga Ti-24%Nb-3%Al temperada observada no campo claro. Ampliação: (a) 200x, (b) 400x, (c, d) 500x	51
FIGURA 31 – Microestrutura da liga Ti-26%Nb-3%Al temperada observada em interferência diferencial. Ampliação: (a, c, d) 200x, (b) 250x	52

FIGURA 32 – Microestrutura da liga Ti-32%Nb-3%Al temperada observada em luz polarizada e ampliação de 200x	53
FIGURA 33 – Microestrutura da liga Ti-38%Nb-3%Al temperada observada em campo claro. Ampliação: (a) 125x, (b) 50x, (c, d) 200x	54
FIGURA 34 – Microestrutura da liga Ti-15%Nb-3%Al temperada observada com: (a, b) elétrons secundários e (c, d) elétrons retroespalhados. Ampliação: (a) 2000x e (b, c, d) 1000x	56
FIGURA 35 – Microestrutura da liga Ti-22%Nb-3%Al temperada observada com: (a, b) elétrons secundários e (c, d) elétrons retroespalhados. Ampliação: (a) 2000x e (b, c, d) 1000x	57
FIGURA 36 – Microestrutura da liga Ti-24%Nb-3%Al temperada observada com: (a,b) elétrons secundários e (c, d) elétrons retroespalhados. Ampliação: (a, b) 2000x e (c, d) 1000x	58
FIGURA 37 – Microestrutura da liga Ti-26%Nb-3%Al temperada observada com: (a, b) elétrons secundários e (c, d) elétrons retroespalhados. Ampliação: (a, c, d) 1000x e (b) 2000x	59
FIGURA 38 – Microestrutura da liga Ti-32%Nb-3%Al temperada observada com: (a) elétrons secundários e (b) elétrons retroespalhados. Ampliação: (a) 2000x e (b) 1000x	60
FIGURA 39 – Microestrutura da liga Ti-38%Nb-3%Al temperada observada com: (a) elétrons secundários e (b) elétrons retroespalhados. Ampliação: (a, b) 500x	61
FIGURA 40 – Flutuação da microdureza das fases das ligas Ti-Nb-3%Al	63
FIGURA 41 – Gráfico do módulo de Elasticidade para as ligas temperadas do sistema Ti-Nb-3%Al em função do teor de nióbio	64
FIGURA 42 – Microestrutura da liga temperada Ti-15%Nb-3%Al obtida por MEV, em elétrons BSE, com a identificação das regiões da microanálise pontual por EDS	66
FIGURA 43 – Espectros de emissão característica de raios-X da liga Ti-15%Nb-3%Al temperada, no ponto 1 (Figura 42)	67
FIGURA 44 - Espectros de emissão característica de raios-X da liga Ti-15%Nb-3%Al temperada, no ponto 2 (Figura 42)	67
FIGURA 45 – Região analisada numa posição inicial para verificar a distribuição em linha dos elementos titânio, nióbio e alumínio da liga Ti-15%Nb-3%Al	68
FIGURA 46 – Variação de intensidade de emissão característica de raios-X ao longo da linha para a liga temperada Ti-15%Nb-3%Al (Figura 45)	68

FIGURA 47 – Micrografia da região onde se identificam as regiões analisadas em ponto e obtidas, para cada região, o espectro dos elementos encontrados na liga Ti-22%Nb-3%Al	69
FIGURA 48 - Espectros de emissão característica de raios-X da liga Ti-22%Nb-3%Al temperada, no ponto 1 (Figura 47)	69
FIGURA 49 – Espectros de emissão característica de raios-X da liga Ti-22%Nb-3%Al temperada, no ponto 2 (Figura 47)	70
FIGURA 50 – Espectros de emissão característica de raios-X da liga Ti-22%Nb-3%Al temperada, no ponto 3 (Figura 47)	70
FIGURA 51 –Espectros de emissão característica de raios-X da liga Ti-22%Nb-3%Al temperada, no ponto 4 (Figura 47)	70
FIGURA 52 – Região analisada numa posição inicial para verificar a distribuição em linha dos elementos titânio, nióbio e alumínio da liga Ti-22%Nb-3%Al	71
FIGURA 53 – Variação de intensidade de emissão característica de raios-X ao longo da linha para a liga temperada Ti-22%Nb-3%Al (Figura 52)	71
FIGURA 54 – Região analisada numa posição inicial para verificar a distribuição em linha dos elementos titânio, nióbio e alumínio da liga Ti-24%Nb-3%Al	72
FIGURA 55 – Variação de intensidade de emissão característica de raios-X ao longo da linha para a liga temperada Ti-24%Nb-3%Al (Figura 54)	72
FIGURA 56 – Micrografia da região onde se identificam as regiões analisadas em ponto e obtidas, para cada região, o espectro dos elementos encontrados na liga Ti-26%Nb-3%Al	73
FIGURA 57 – Espectros de emissão característica de raios-X da liga Ti-26%Nb-3%Al temperada, no ponto 1 (Figura 56)	73
FIGURA 58 – Espectros de emissão característica de raios-X da liga Ti-26%Nb-3%Al temperada, no ponto 2 (Figura 56)	74
FIGURA 59 – Espectros de emissão característica de raios-X da liga Ti-26%Nb-3%Al temperada, no ponto 3 (Figura 56)	74
FIGURA 60 – Região analisada numa posição inicial para verificar a distribuição em linha dos elementos titânio, nióbio e alumínio da liga Ti-26%Nb-3%Al	75
FIGURA 61 – Variação de intensidade de emissão característica de raios-X ao longo da linha para a liga temperada Ti-26%Nb-3%Al (Figura 60)	75
FIGURA 62 – Micrografia da região onde se identificam as regiões analisadas em ponto e obtidas, para cada região, o espectro dos elementos encontrados na liga	

Ti-32%Nb-3%Al	76
FIGURA 63 – Espectros de emissão característica de raios-X da liga Ti-32%Nb-3%Al temperada, no ponto 1 (Figura 62)	76
FIGURA 64 – Espectros de emissão característica de raios-X da liga Ti-32%Nb-3%Al temperada, no ponto 2 (Figura 62)	76
FIGURA 65 – Região analisada numa posição inicial para verificar a distribuição em linha dos elementos titânio, nióbio e alumínio da liga Ti-32%Nb-3%Al	77
FIGURA 66 – Variação de intensidade de emissão característica de raios-X ao longo da linha para a liga temperada Ti-32%Nb-3%Al (Figura 65)	77
FIGURA 67– Região analisada numa posição inicial para verificar a distribuição em linha dos elementos titânio, nióbio e alumínio da liga Ti-38%Nb-3%Al	78
FIGURA 68 – Variação de intensidade de emissão característica de raios-X ao longo da linha para a liga temperada Ti-38%Nb-3%Al (Figura 67)	78
FIGURA 69 – Difratoograma da liga Ti-15%Nb-3%Al termicamente tratada	81
FIGURA 70 - Difratoograma da liga Ti-22%Nb-3%Al termicamente tratada	81
FIGURA 71 - Difratoograma da liga Ti-24%Nb-3%Al termicamente tratada	82
FIGURA 72 - Difratoograma da liga Ti-26%Nb-3%Al termicamente tratada	83
FIGURA 73 - Difratoograma da liga Ti-32%Nb-3%Al termicamente tratada	84
FIGURA 74 - Difratoograma da liga Ti-38%Nb-3%Al termicamente tratada	85
FIGURA 75 – Microestrutura da liga Ti-15%Nb-3%Al termicamente tratada observada em luz polarizada. Ampliação: (a, b, c) 200x, (d) 100x com iluminação de xenônio	87
FIGURA 76 – Microestrutura da liga Ti-22%Nb-3%Al termicamente tratada observada em luz polarizada. Ampliação: (a, b, c) 200x, (d) 50x	89
FIGURA 77 – Microestrutura da liga Ti-24Nb-3%Al termicamente tratada observada em luz polarizada. Ampliação: (a, b, c, d) 200x	90
FIGURA 78 – Microestrutura da liga Ti-26Nb-3%Al termicamente tratada observada em campo claro (a) e luz polarizada (b, c, d). Ampliação: (a, b, c) 200x, (d) 100x, (c, d) com iluminação de xenônio	91
FIGURA 79 – Microestrutura da liga Ti-32%Nb-3%Al termicamente tratada observada em luz polarizada (a, c, d) e campo claro (b). Ampliação: (a, b, c, d) 200x, (c, d) com iluminação de xenônio	92
FIGURA 80 – Microestrutura da liga Ti-38%Nb-3%Al termicamente tratada observada com iluminação de xenônio em campo claro (a, b, d) e luz polarizada (c).	

Ampliação: (a, b, c) 200x, (d) 100x	92
FIGURA 81 – Flutuação da microdureza das fases das ligas Ti-Nb-3%Al termicamente tratadas	95
FIGURA 82 – Análise por DTA da liga Ti-15%Nb-3%Al temperada	98
FIGURA 83 – Análise por DTA da liga Ti-22%Nb-3%Al temperada	100
FIGURA 84 – Análise por DTA da liga Ti-24%Nb-3%Al temperada	102
FIGURA 85 – Análise por DTA da liga Ti-26%Nb-3%Al temperada	104
FIGURA 86 – Análise por DTA da liga Ti-32%Nb-3%Al temperada	106
FIGURA 87 – Análise por DTA da liga Ti-38%Nb-3%Al temperada	108
FIGURA 88 – Análise por DSC da liga Ti-15%Nb-3%Al temperada	110
FIGURA 89 – Análise por DSC da liga Ti-22%Nb-3%Al temperada	111
FIGURA 90 – Análise por DSC da liga Ti-32%Nb-3%Al temperada	112
FIGURA 91 – Análise por DSC da liga Ti-38%Nb-3%Al temperada	114

ÍNDICE DE TABELAS

TABELA 1 – Propriedades físicas e mecânicas do titânio	07
TABELA 2 – Elementos estabilizadores da estrutura alfa ou beta nas ligas de titânio	12
TABELA 3 - Temperaturas de transformação de fase e de fronteiras de fases estáveis das ligas Ti-Al	18
TABELA 4 – Representação da composição de cada liga e sua respectiva dimensão, massa e densidade	33
TABELA 5 - Distância interplanar $(101)\alpha'$ / $(111)\alpha''$ das ligas temperadas de Ti-Nb-3%Al	46
TABELA 6 – Microdureza das ligas Ti-Nb-3%Al temperadas	62
TABELA 7 – Microdureza das ligas Ti-Nb-3%Al termicamente tratada	93

RESUMO

O presente trabalho teve como objetivo analisar a estrutura e a microdureza das ligas de Ti-Nb-3%Al temperadas, variando o teor de nióbio de 15 a 38 % (em peso), como elemento β -estabilizador e mantendo constante o elemento α -estabilizador, Al. As ligas desse sistema apresentam alta resistência à corrosão, fenômeno de amortecimento devido ao alto atrito interno e efeitos não elásticos. Foram abordados aspectos de estabilidade estrutural, morfologia e microdureza das ligas de Ti-Nb-3%Al após aquecimento até 800 °C, alterando sua estrutura original e propriedades. As análises das ligas, fabricadas pelo Instituto de Metalurgia de Moscou (IMET), na Rússia, foram realizadas por microscopia ótica e eletrônica, microdureza, microanálise, difração de raios-X e análise por DTA e DSC. Identificou-se que as ligas temperadas de Ti-Nb-3%Al, dependendo do teor de nióbio, possuem estruturas diferentes compostas de fases martensíticas metaestáveis α' e α'' , e a fase β metaestável. Neste processo de transformação pode vir ainda a originar a fase metaestável ω , que é notada apenas pelas análises de raios-X e pela microdureza. Nas ligas aquecidas foi identificada a estabilidade das fases martensíticas α' (α'') e β metaestável quando sofrem decomposição alcançando as fases estáveis α e β . Entretanto, com a ausência desta estabilidade, ocorrem as transformações reversas, em que as fases estáveis se transformam para as fases martensíticas. A importância da análise estrutural das ligas do sistema de Ti-Nb-3%Al temperadas e aquecidas se deve à determinação do papel do nióbio em presença do alumínio, na estrutura e propriedades das ligas. Verificou-se que as alterações na estrutura das ligas temperadas ocorrem em sentido de $\alpha' \rightarrow \alpha' + \alpha''(\omega) \rightarrow \alpha'' + (\beta)$, devido à modificação da composição de Nb como β -estabilizador nas ligas Ti-Nb-3%Al temperadas. Quando se trata do processo de decomposição, as ligas aquecidas tendem a formar estruturas estáveis, isto é, as fases metaestáveis presentes nas ligas temperadas, quando aquecidas, sofrem decomposição originando as fases estáveis α e β , que correspondem às regiões pobres e ricas em teor de nióbio.

ABSCTRACT

The present work had as objective to analyze the structure and the microhardness of the quenched alloys of Ti-Nb-3%Al, niobium content varying from 15 to 38 %wt, as β -stabilizer element and keeping the α -stabilizer element constant, Al. The alloys of this system present high resistance to corrosion, damping capacity phenomenon due to the high internal friction and no elastics effect. Had been agreement with aspects of structural stability, morphology and microhardness the Ti-Nb-3%Al alloys after heating until 800 °C, modify the original structure and its essential properties. The analyses the alloys, fabricated by Institute of Metallurgy of Moscow (IMET), in Russia, was carried out using optical and electronical microscopy, microhardness, microanalysis, X-rays diffraction, DSC and DTA. It was determined that the quenched alloys of Ti-Nb-3%Al, depending of the niobium rate, show different structures with metastables α' and α'' phases, and the metastable β phase. This process of transformation can originate the metastable ω phase, what is observed only by X-rays analyses and the microhardness. In the heating alloys was identified the stability of martensitics α' (α'') phases and metastable β phase. During decomposition achieve the stables α and β phases. However, with the absence of this stability, suffers reversible martensite transformations, where the stables phases change to martensitics phases. The importance of the structural analysis of quenched and heating alloys of Ti-Nb-3%Al is due to determination of the paper of niobium at aluminum presence, in the alloys structure and properties. Was verified that the alterations of quenched alloys structure occur in direction $\alpha' \rightarrow \alpha' + \alpha'' (\omega) \rightarrow \alpha'' + (\beta)$, because the modification in Nb composition as β -stabilizer at quenched alloys Ti-Nb-3%Al. The heating alloys the decomposition process tends to form stable structures. Metastables phases presence in the quenched alloys, suffering decomposition during heating, originating the stables α and β phases that to correspond the poor and rich niobium rate regions.

CAPÍTULO 1: INTRODUÇÃO

O titânio e suas ligas têm despertado o interesse por apresentarem propriedades mecânicas, físicas e químicas essenciais, entre as quais se destacam baixa densidade, alta resistência mecânica e alta resistência à corrosão, podendo ainda as ligas de titânio virem a ter propriedades especiais tais como supercondutividade, superelasticidade, efeito de memória de forma e considerável fenômeno de amortecimento devido ao alto atrito interno, que podem ocorrer nas ligas com fases martensíticas metaestáveis (Donachie Junior, 2000; Matlakhova *et al.*, 1996, 2005, 2006). Além disso, possuem uma excelente compatibilidade com o corpo humano, tornando-se biomateriais metálicos de grande valia em implantes ósseos e dentários (Lee *et al.*, 2002).

O titânio puro sofre uma transformação alotrópica à temperatura de 882,5 °C, quando a estrutura hexagonal compacta (HC), denominada fase α , estável à temperatura ambiente, muda para a cúbica de corpo centrado (CCC), transformando-se em fase β que permanece estável até à temperatura de fusão do material (Donachie Junior, 2000; Leyens e Peters, 2003).

Nas ligas de titânio, alguns elementos de liga atuam como α -estabilizadores (Al, O, N e outros) e como β -estabilizadores (Nb, V, Ta e outros); sendo adicionados ao titânio em concentrações variadas, alterando a temperatura de transformação e a estrutura das ligas. Em presença somente de elementos α -estabilizadores a estrutura das ligas, à temperatura ambiente, não muda. Ao contrário, a estrutura das ligas de titânio com β -estabilizadores depende muito da concentração e da natureza dos elementos de liga, bem como da velocidade de resfriamento e da temperatura a partir da qual o resfriamento foi realizado (Bresciani Filho, 1997; Donachie Junior, 2000; Leyens e Peters, 2003).

A alotropia do titânio permite que, sob tratamento térmico, algumas ligas exibam grande variedade de microestruturas, constituídas por fases estáveis e/ou metaestáveis. Em condições próximas a equilíbrio termodinâmico, as ligas de titânio exibem apenas duas fases estáveis, as fases α e β . Porém, caso o equilíbrio termodinâmico não seja alcançado, nas ligas temperadas, podem ser formadas fases metaestáveis como as martensíticas α' (α''), fases ω e β metaestável.

A transformação de fase $\beta \rightarrow \alpha$ das ligas de titânio temperadas com os elementos β -estabilizadores de transição pode ocorrer pelo mecanismo martensítico

com a formação de estruturas martensíticas α' e/ou α'' . A estrutura martensítica α' , formada a partir de baixos teores de elemento de liga, possui a mesma malha HC e com parâmetros de rede semelhantes aos da fase α do titânio puro. À medida que o teor do elemento de liga aumenta, a fase α' se transforma para a martensita ortorrômbica α'' (Bhadeshia, 2003; Danielson *et al.*, 2004; Oliveira *et al.*, 1998; Donachie Junior, 2000; Leyens e Peters, 2003).

As temperaturas críticas de transformações martensíticas (TM) dependem da concentração de β -estabilizador que diminuem com o aumento da concentração do mesmo. Com isso haverá alterações na estrutura que podem refletir nas propriedades mecânicas, físicas e químicas de maneira muito acentuada (Donachie Junior, 2000; Mello *et al.*, 2004).

Em sistemas Ti-Nb-Al, o Al (até 5 %p) possuirá caráter α -estabilizador, fazendo com que o campo de existência da martensita α' e α'' se desloque para a área com maiores teores de Nb. O aumento do teor de nióbio favorece a obtenção das fases metaestáveis, α' , α'' e β metaestável (Matlakhova *et al.*, 1996, 2005). Estas fases martensíticas, no aquecimento, podem sofrer transformações martensíticas reversas, caso não ocorra sua decomposição a fases estáveis, possibilitando a ocorrência do efeito de memória de forma e outros efeitos não elásticos, o que explica grande importância da análise de sua estabilidade.

O estudo da estabilidade das fases metaestáveis ao aquecimento foi realizado nas ligas de Ti-Nb e Ti-Nb-2%Al temperadas (Fedotov *et al.*, 1982a; Matlakhova *et al.*, 2006), entretanto ainda faltam dados para outras ligas do mesmo sistema. Estes dados são importantes em relação à utilização nobre das ligas temperadas com propriedades especiais e ampliam as áreas de uso das ligas de titânio.

Levando em consideração que o efeito de memória de forma e o alto atrito interno nas ligas de titânio temperadas são atribuídos às fases martensíticas metaestáveis, este trabalho dá maior ênfase à análise estrutural das ligas Ti-Nb-3%Al temperadas, variando a composição de nióbio como β -estabilizador, e à estabilidade das fases metaestáveis, α' , α'' e β metaestável, em função da temperatura.

CAPÍTULO 2: OBJETIVOS E JUSTIFICATIVAS

2.1 – Objetivos

O presente trabalho de mestrado tem como objetivo principal analisar a microestrutura e a microdureza das fases presentes nas ligas do sistema Ti-Nb-3%Al temperadas e aquecidas/resfriadas a 800 °C, em função do teor de nióbio, e estudar a estabilidade das fases martensíticas α' (α'') e β metaestável, à temperatura.

Para alcançar o principal objetivo deste trabalho, foram realizadas:

- Análise da estrutura das ligas do sistema Ti-Nb-3%Al temperadas e aquecidas, variando o teor de nióbio de 15 a 38 % em peso;
- Avaliação da variação da microdureza Vickers das fases presentes nas ligas de Ti-Nb-3%Al temperadas e aquecidas a 800 °C.
- Identificação das fases cristalinas presentes nas amostras por análise de difração de raios-X.
- Análise calorimétrica com determinação das temperaturas críticas de transformações reversíveis (martensíticas) e não reversíveis (decomposição a fases estáveis) das ligas de Ti-Nb-3%Al temperadas.

2.2 – Justificativas

2.2.1 – Importância Científica

Difundir as pesquisas sobre ligas Ti-Nb-3%Al, temperadas, com propriedades especiais como elevado amortecimento e efeito de memória de forma, uma vez que existem fases metaestáveis, α' , α'' e β nessas ligas, podendo sofrer transformações martensíticas reversas, à temperatura, caso não ocorra sua decomposição a fases estáveis, o que explica grande importância da análise da sua estabilidade. A justificativa do trabalho consiste no estudo detalhado da estrutura e propriedades e da estabilidade da estrutura e das fases metaestáveis à temperatura.

2.2.2 – Importância Econômica

A aplicação de ligas leves à base de titânio, com propriedades especiais e de alta resistência à corrosão, tem sido efetuada a fim de economizar peso e conseqüentemente energia, resultando em baixo custo em longo prazo na utilização dessas ligas.

2.2.3 – Importância Tecnológica

As ligas de titânio são de grande importância na área técnica, sendo utilizadas tanto na engenharia, oferecendo novas áreas de aplicações como atuadores e amortecedores, quanto na medicina, nos instrumentos, podendo ser utilizadas ainda com sucesso no setor petrolífero *off-shore* e em equipamentos submersos, o que é de grande importância para a cidade de Campos dos Goytacazes, uma vez que ela possui uma das maiores bacias petrolíferas do país.

CAPÍTULO 3: REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 – Histórico: Titânio e seus Minerais

O titânio foi descoberto por William Gregor, em 1791. Somente em 1910, o titânio foi obtido como metal por Matthew Albert Hunter, pela redução de tetracloreto de titânio pelo sódio. O fundador do método industrial de obtenção de titânio foi Justin Kroll, que desenvolveu o processo Kroll, em Luxemburgo. Em 1948 a Companhia DuPont foi a primeira empresa a começar a produzir o titânio pelo método Kroll, em escala industrial (Leyens e Peters, 2003).

O titânio e suas ligas despertaram interesse especial nos anos 40 e 50 do século XX, quando foram descobertas as possibilidades de utilizá-los na indústria aeroespacial, mostrando alta resistência mecânica aliada ao baixo peso específico. Já na primeira conferência internacional do titânio em 1970, foi ressaltada a importância de ampla utilização na área aeroespacial (elementos de carcaça, de motores e turbinas), na indústria química e outras indústrias onde pode ser utilizada outra propriedade essencial como alta resistência à corrosão. Dois anos mais tarde, 30 novas ligas de titânio foram industrialmente produzidas (Collings, 1984).

Atualmente a indústria aeroespacial se destaca como a primeira consumidora de titânio e suas ligas. Vale ressaltar que as áreas de arquitetura, indústria química de processamento, marítima, de transporte, *off-shore*, medicina, indústria de objetos esportivos e acessórios aceitam cada vez mais esse material (Leyens e Peters, 2003).

O titânio não é raro e é avaliado como o nono elemento químico pela abundância na crosta terrestre, ficando atrás dos metais como o alumínio, o ferro e o magnésio (Leyens e Peters, 2003). O titânio não se encontra no estado nativo, mas sim na forma de minerais. Seus minérios principais são ilmenita (FeTiO_3), rutilo (TiO_2) e anatásio (TiO_2). As reservas atuais de ilmenita e rutilo são avaliadas como 1.403 milhões de toneladas, em termos de dióxido de titânio contido. Os depósitos minerais industrialmente tratados se encontram na Rússia, Austrália, Índia, México, Estados Unidos, Canadá, Serra Leoa, Ucrânia, Noruega e Malásia. O Brasil é detentor das maiores reservas de minério de titânio na forma de anatásio, concentrados nos Estados de Minas Gerais e Goiás, Tabela 1 do Anexo A. Os depósitos mais importantes de ilmenita e rutilo no Brasil situam-se nos estados da

Paraíba, do Rio de Janeiro e do Rio Grande do Sul, Tabelas 2 e 3 do Anexo A (Anuário Mineral Brasileiro, 2005; Maia, 2006; Leyens e Peters, 2003).

3.2 – Estrutura e Propriedades do Titânio

O titânio puro, cinza prateado e lustroso, se destaca pela baixa densidade ($4,51 \text{ g/cm}^3$), alta plasticidade e considerável ductilidade mesmo em temperatura ambiente. Ele é de fácil conformação e suporta temperaturas elevadas devido ao alto ponto de fusão ($1668 \text{ }^\circ\text{C}$). O titânio apresenta elevados valores de módulos de elasticidade e cisalhamento e alta resistência mecânica. A combinação da baixa densidade e alta resistência mecânica produz uma relação resistência mecânica/densidade, ou resistência específica favorável que é particularmente superior a quase todos os outros metais, como está apresentado nas Figuras 1 e 2. Ele é de baixa condutividade térmica e baixa expansão térmica. Algumas propriedades físicas e mecânicas do titânio de alta pureza são apresentadas na Tabela 1 (Collings, 1984, Leyens e Peters, 2003; Donachie Junior, 2000).

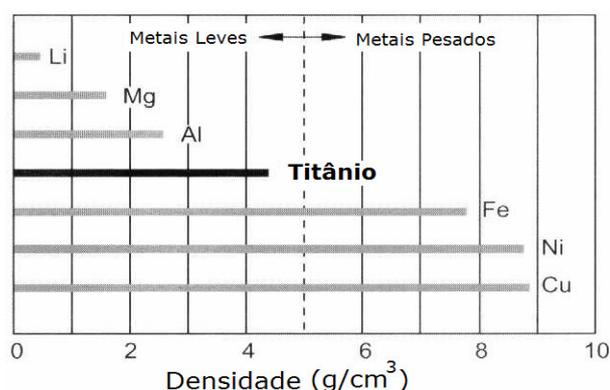


Figura 1 – Comparação de densidade de alguns metais (Leyens e Peters, 2003).

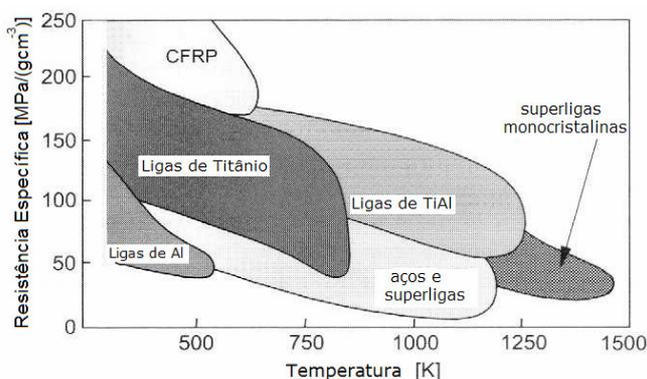


Figura 2 – Resistência específica na seleção de material estrutural comparada às ligas de titânio e aluminadas (Leyens e Peters, 2003).

Tabela 1 – Propriedades físicas e mecânicas do titânio.
(Collings, 1984; Donachie Junior, 2000; Leyens e Peters, 2003).

Propriedades	Temperatura	Grandeza	Unidade
Símbolo		Ti	
Número atômico		22	
Massa atômica		47,9	
Densidade da Estrutura Cristalina	20° C (fase α)	4,51	g/cm ³
	885° C (fase β)	4,35	g/cm ³
Ponto de Fusão		1668±4	°C
Ponto de Ebulição		3300	°C
Calor Específico, C _p	25° C	522	J/kg °K
Calor Latente de Fusão		440	kJ/kg
Condutibilidade Térmica		11,4	W/m.K
Resistividade Elétrica	20 a 25° C	420-565	nΩ.m
Potencial de Ionização		6,83	eV
Eletronegatividade		1,6	
Coefficiente de Expansão Térmica	20° C	8,41 x 10 ⁻⁶	µm/mK
Condutividade Elétrica		3 %	relativa ao cobre
Temperatura de Transformação Alotrópica		882,5	°C
Estrutura Cristalina	acima de 882,5° C	β -Ti (rede CCC)	a=0,3306nm
	abaixo de 882,5° C	α -Ti (rede HC)	a=0,2951nm c=0,4692nm
Temperatura de Transformação ao Estado de Supercondutividade		0,53	K
Dureza, HB	20° C	700-750	MPa
Limite de Resistência à Ruptura	20° C	240-270	MPa
Alongamento Relativo, δ	20° C	20 a 24	%
Módulo de Elasticidade	20 a 25° C	98,5-115	GPa
Módulo de Cisalhamento	25° C	44	GPa

O titânio sofre uma transformação alotrópica à temperatura de 882,5 °C. Abaixo desta temperatura o titânio existe na forma alotrópica α -Ti de estrutura hexagonal compacta (HC), com parâmetros da rede cristalina $a=0,2951\text{nm}$ e $c=0,4692\text{ nm}$. Para temperaturas superiores a 882,5 °C, o titânio existe na forma de β -Ti com a estrutura cristalina de corpo centrado (CCC), com o parâmetro $a=0,3306\text{ nm}$, Figura 3.

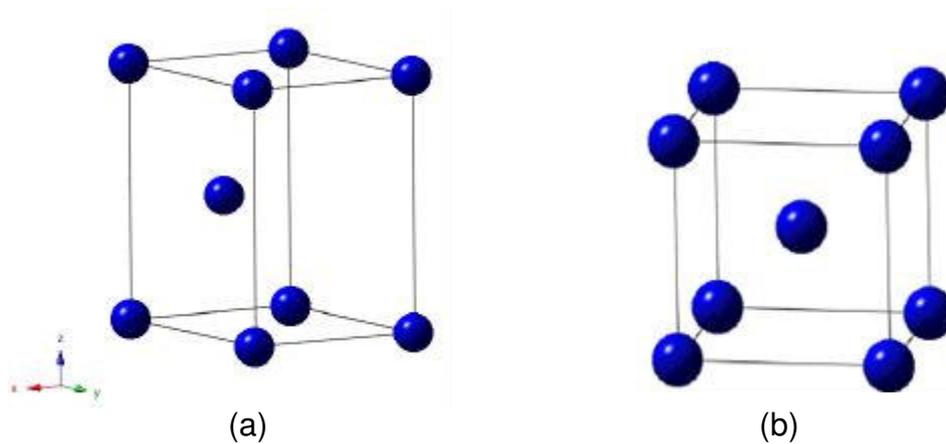


Figura 3 – Estrutura cristalina do titânio: (a) Hexagonal Compacta, fase α ; (b) Cúbica de Corpo Centrado, fase β (Bhadeshia, 2003).

Verifica-se que a elevada resistência à corrosão do titânio, em qualquer ambiente, se deve ao fato de que na superfície do metal forma-se uma camada fina de 5-15 μm e impermeável de TiO_2 , que é ligada fortemente com o metal. Esta fina camada de TiO_2 além de proteger a estrutura do metal de uma gama de substâncias agressivas com pH diferentes, é tenaz, possui ótima aderência à superfície e se reconstrói imediatamente em presença de água ou ar após ter sido danificada mecanicamente.

A absorção de oxigênio na superfície do titânio causa um aumento de dureza na camada superficial, sendo que os valores da dureza podem ser enganosos. Os reagentes que dissolvem o filme do dióxido de titânio levam à corrosão do titânio (Bento, 2000; Bhadeshia, 2003; Donachie Junior, 2000; Metals Handbook, 1964, 1980; Tarasov e Ytkin, 1997; Zelikman, 1980).

Esse metal é ainda imune ao ataque corrosivo do ambiente marinho, exibe uma resistência excepcional a uma gama de ácidos, de álcoois, de águas naturais e de produtos químicos industriais e oferece uma grande resistência ao ataque

erosivo. Logo, a maioria dos compostos orgânicos e ácidos oxidantes não faz efeito notável no titânio.

Todavia o ácido sulfúrico diluído, o ácido nítrico, em qualquer concentração, e as soluções alcalinas diluídas reagem lentamente com o titânio. Ele é facilmente dissolvido em ácido clorídrico, ácido sulfúrico concentrado e ácido fluorídrico (Bento, 2000; Universitat Politècnica de Catalunya, 2004; Bresciani Filho, 1997; Donachie Junior, 2000).

Em temperaturas até 250 °C, o titânio resiste à ação dos gases como sulfúrico (H₂S) e carbônico (CO₂) quando em contato com eles. Acima de 550 °C, o titânio começa a oxidar rapidamente e a absorver oxigênio e outros gases presentes na atmosfera. Os gases absorvidos e outras impurezas, entre eles o carbetto de titânio, resultam na fragilidade do metal. Quando o ar atmosférico contém cloro, ocorre uma aceleração da oxidação e em presença de oxigênio líquido pode sofrer rupturas.

O titânio não reage com o hidrogênio em temperaturas muito baixas, podendo ser usado como recipiente para armazenar hidrogênio líquido. Mas com temperaturas acima de -100 °C o hidrogênio difunde-se no metal e provoca o fenômeno de fragilização muito severo. O cloro líquido não reage com o titânio, o qual é usado na produção de cloro úmido. Contudo, o cloro seco é muito maléfico para o metal (Bento, 2000; Bhadeshia, 2003; Donachie Junior, 2000; Metals Handbook, 1964, 1980; Tarasov e Ytkin, 1997; Zelikman, 1980). Entretanto, a principal limitação do titânio está na sua reatividade química com outros elementos a temperaturas elevadas. Essa propriedade exigiu o desenvolvimento de técnicas não-convencionais de beneficiamento para a obtenção do titânio e de suas ligas: fusão e fundição (Callister, 2002; Oliveira *et al.*, 1998).

3.3 – Aplicações do Titânio e suas Ligas

Atualmente o titânio tem sido aplicado em diversas áreas, como em indústrias aeronáutica e espacial, navios, química e derivados, galvanoplastia, siderúrgica, medicina, petróleo e petroquímicas, dentre muitas outras, e a cada dia que passa se desenvolvem novas aplicações para o seu uso (Donachie Junior, 2000; Bresciani Filho, 1997; Bento, 2000; Bhadeshia, 2003; Rack e Qazi, 2006; Silva *et al.*, 2003; Leyens e Peters, 2003).

Na área médica, o titânio tem sido utilizado como biomaterial na fabricação de implantes odontológicos devido ao seu baixo módulo de elasticidade, boa resistência à corrosão e excelente biocompatibilidade. Também é usado na confecção de implantes cirúrgicos por ser um material policristalino e penetrável.

A indústria aeroespacial é a mais importante área de utilização de titânio e suas ligas, devido à alta relação de resistência mecânica/densidade. Em aplicações de alta performance (tecnologia de alto ponto) é mais típico utilizar as ligas de titânio com elevadas propriedades mecânicas, como por exemplo, turbinas a gás e estruturas de aviões.

As ligas de titânio são amplamente utilizadas na indústria de navios, plataformas marítimas, equipamentos de perfuração *off-shore* e equipamentos submersos. Na indústria automobilística e ferroviária o uso do titânio e suas ligas têm sido ampliados à fabricação de peças.

Na metalurgia, o titânio é um dos principais elementos na produção de aço de alta qualidade. Quando adicionado a ligas de cobre e de alumínio aumenta a resistência mecânica e a resistência à corrosão. É um elemento de liga importante nas superligas de níquel.

Devido à alta resistência a corrosão as ligas de titânio são aplicadas em meios corrosivos, geralmente usam-se produtos de titânio não ligado ou micro-ligado de baixas propriedades mecânicas. Deste material são produzidos componentes de equipamentos químicos, medicinais e outros equipamentos de processamento de substâncias agressivas (Bento, 2000; Bhadeshia, 2003; Silva *et al.*, 2003; Donachie Junior, 2000; Bresciani Filho, 1997).

As áreas de utilização das ligas de titânio podem ser ampliadas a elementos de atuadores, amortecedores de equipamentos, com larga faixa de temperatura de uso, onde os efeitos não elásticos, tais como superelasticidade, efeito de memória de forma e fenômeno de amortecimento devido ao alto atrito interno, presentes nas ligas de titânio possam ser explorados (Baker, 1971; Collings, 1984; Otsuka e Wayman, 1999; Tian e Wu, 2002; Matlakhova *et al.*, 2006).

Ainda tem poucos trabalhos que tratam o aspecto estrutural das ligas do sistema de Ti-Nb-Al, que podem exibir efeitos não elásticos, o que explica a importância da pesquisa atual.

3.4 – Elementos de Liga de Titânio

A pequena adição de elementos como carbono, oxigênio, nitrogênio e ferro podem melhorar significativamente as propriedades mecânicas do titânio puro. A maioria dos produtos de titânio comercialmente puro contém alguns desses elementos, que é dividido, pela ASTM, em quatro graus, o que pode ser verificado na Tabela 1 e 2, Anexo B (Bento, 2000).

A estrutura das ligas de titânio, que sofre transformação alotrópica, pode ser muito variável devido a elementos de liga e condições de tratamento. Por exemplo, o titânio recozido e lentamente resfriado pode conter uma estrutura composta por grãos equiaxiais de fase α estável, isto é, com um resfriamento lento a transformação da estrutura CCC de fase β para a estrutura HC de fase α se dá pela formação de núcleos da fase α , nos contornos da fase β , e posteriormente seu crescimento até completa transformação. Enquanto que o titânio ligado, resfriado rapidamente pode formar fases metaestáveis, assim como a bainita ou a martensítica e possuir estrutura tipo Widmanstätten, alfa acicular ou alfa martensítica, de acordo com a ordem crescente de velocidade de resfriamento (Bhadeshia, 2003; Danielson *et al.*, 2004; Oliveira *et al.*, 1998; Donachie Junior, 2000).

Diferentemente do titânio puro, nas ligas de titânio, a transformação alotrópica ocorre num intervalo de temperatura, onde as duas fases coexistem em equilíbrio termodinâmico. Esse intervalo de transformação é sensivelmente afetado pela presença de elementos de liga ou impurezas. Dependendo do elemento de liga, a transformação de fase pode ocorrer nas temperaturas mais altas (α -estabilizadores) ou mais baixas (β -estabilizadores) em relação à temperatura crítica do titânio puro, Tabela 2.

A Figura 4 vem demonstrar os tipos de diagramas do estado de equilíbrio do titânio com os elementos α -estabilizadores, β -estabilizadores isomórficos, β -estabilizadores eutetóides e elementos neutros (Donachie Junior, 2000; Metals Handbook, 1964, 1980; Leyens e Peters, 2003). Os estabilizadores da fase α (α -estabilizadores) são os elementos Al, O, N e C; contudo os elementos O, N e C são considerados de impureza. O alumínio é o único elemento α -estabilizador que tem grande importância na ligas de titânio. Outros elementos como V, Nb, Mo, Ta e Re são estabilizadores da fase β (β -estabilizadores) sendo isomórficos ao titânio. Já o

Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Pd, Pt e Au são β -estabilizadores que formam com o titânio diagramas de fases eutetóides, Figura 4, sendo que os elementos Sn, Zr, Hf e Th, ditos neutros, influem pouco ou nada nas estabilidades das fases (Bresciani Filho, 1997; Donachie Junior, 2000).

Tabela 2 – Elementos estabilizadores da estrutura alfa ou beta nas ligas de titânio (Bresciani Filho, 1997; Donachie Junior, 2000)

Estabilizadores da fase α	
Elemento de liga	Alumínio
Elementos de impureza	Oxigênio, Nitrogênio e Carbono
Estabilizadores da fase β	
Elementos Isomórficos	Vanádio, Nióbio, Molibdênio, Tântalo e Rênio
Elementos Eutetóides	Cromo, Manganês, Ferro, Cobalto, Níquel, Cobre, Paládio, Prata, Platina e Ouro
Elementos de pouca ou nenhuma influência	
Elementos neutros	Estanho, Zircônio, Háfnio, Tório

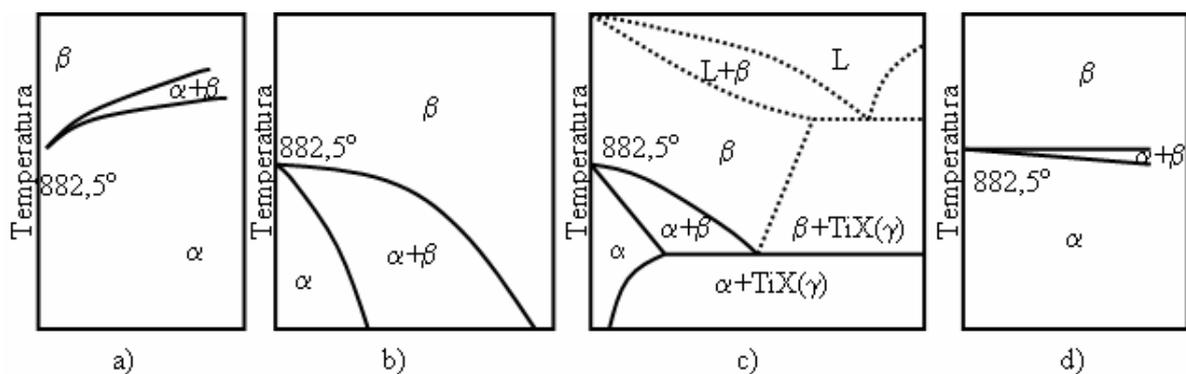


Figura 4 – Tipos de diagramas do estado de equilíbrio do titânio com elementos de liga: a) α -estabilizadores (Al, O, N, C); b) β -estabilizadores isomórficos (V, Nb, Mo, Ta, Re); c) β -estabilizadores eutetóides (Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Pd, Ag, Pt, Au); d) elementos neutros (Sn, Zr, Hf, Th) (Collings, 1984; Donachie Junior, 2000; Leyens e Peters, 2003).

3.5 – Fases Estáveis e Metaestáveis nas Ligas de Titânio

As estruturas das ligas de titânio estão relacionadas diretamente com a concentração e natureza dos elementos α e β estabilizadores. Para o titânio comercialmente puro, a morfologia apresentada é parecida com uma lâmina. Em suma, as estruturas mais comuns presentes em ligas de titânio são:

- * Alfa equiaxial – estrutura que se desenvolve em ligas trabalhadas a frio e recozidas acima da temperatura de recristalização. É possível distinguir partículas da fase beta estabilizada por pequenas quantidades de ferro no material, que são comuns em titânio não ligado comercial e algumas fases alfa, promovendo um refinamento do grão alfa e dificultando seu crescimento.
- * Beta transformado – é o termo geral para descrever a fase alfa formada diretamente a partir da fase beta. Os termos alfa serrilhado, acicular e placas são usados para descrever a fase beta transformada em maiores detalhes.
- * Alfa serrilhado – é obtida por resfriamento rápido desde o campo beta em titânio de alta pureza a ligas do tipo alfa.
- * Os termos alfa acicular e Widmanstätten – aplicam-se a estruturas semelhantes, embora que o termo acicular se refere a uma estrutura fina enquanto que o Widmanstätten pode existir como uma estrutura fina acicular ou grosseira do tipo Basket-weave (cesta), como mostra a Figura 5. Estruturas em placas – resultado do resfriamento lento a partir do campo beta ou da temperatura alta no campo alfa mais beta.
- * Alfa primária – é a fase alfa que permanece sem se transformar em outra fase. Ao contrário da fase alfa formada por transformação da fase beta. Quando aquecida a liga de titânio no campo alfa+beta, verifica-se que quanto maior a temperatura menor será a quantidade de alfa primária, permitindo uma variação de propriedades mecânicas dentro de uma larga faixa.
- * Alfa-linha (α') ou alfa martensita – é uma estrutura supersaturada de não-equilíbrio. A sua aparência de agulhas é semelhante à martensítica dos aços, mas difere no fato de reter a mesma rede (HC) da fase originária.
- * Alfa duas linhas (α'') – proveniente da distorção rômbrica da fase α' , resultando numa martensita agulhada fina, metaestável.

- × Fase ômega (ω) – fase submicroscópica, de não-equilíbrio, que se forma pela nucleação e crescimento; é uma fase de transição durante a formação de beta para alfa. Ocorre em ligas com a fase β metaestável e pode conduzir a fragilidade severa.
- × Fase beta metaestável (β) – é uma estrutura de não-equilíbrio, apresenta-se como grãos equiaxiais com altas concentrações de β -estabilizador.
- × Beta intergranular – é encontrada em ligas comerciais de titânio do tipo $\alpha+\beta$.

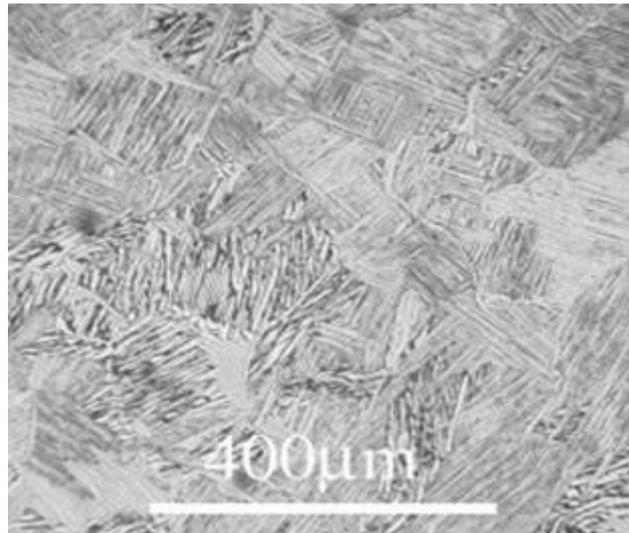


Figura 5 – Microestrutura típica da liga Ti-6V-4Al, resfriada a partir da fase α para obter a estrutura Widmanstätten. MEV (Bhadeshia, 2003).

Deve-se levar em consideração também uma estrutura importante no controle do tratamento térmico conhecida como a camada alfa saturada de gases que ocorrem nos tratamentos térmicos feitos no ar. Resultado da grande afinidade do titânio principalmente por oxigênio, que é um estabilizador alfa, verificando as tolerâncias das partes submetidas àqueles tipos de tratamentos. Uma vez que a difusão do oxigênio em titânio é em função do tempo e da temperatura, é desejável que se empreguem tempos de aquecimento e temperaturas mínimas de trabalho à quente (Bento, 2000; Donachie Junior, 2000; Bresciani Filho, 1997; Lee *et al.*, 2002).

3.6 – Estrutura e Propriedades das Ligas de Titânio

A adição de elemento β -estabilizador na liga faz com que a fase beta, de alta temperatura, seja retida parcial ou totalmente, à temperatura ambiente, assim o

equilíbrio de fases a temperaturas elevadas também pode ser controlado. Se uma liga é aquecida a uma temperatura elevada, e desta, resfriada com velocidade variável, pode-se obter diferentes tipos de microestruturas à temperatura ambiente.

A liga à temperatura ambiente pode ter na sua estrutura só a fase alfa, ou só a fase beta, ou ambas as fases alfa e beta, além das fases oriundas de elementos de impureza, de baixa solubilidade como, por exemplo, carbeto e hidreto.

A estrutura das ligas de titânio, à temperatura ambiente, depende muito da concentração e da natureza de elementos de liga, bem como a velocidade de resfriamento e da temperatura a partir da qual o resfriamento foi realizado.

Portanto, as propriedades mecânicas desejadas nas ligas de titânio vão depender da relação quantitativa e qualitativa dessas fases. Essa relação, por sua vez, dependerá da temperatura de tratamento térmico, da temperatura de laminação ou forjamento e da composição química da liga.

As ligas de titânio com estruturas de fases iguais podem possuir estruturas morfológicas diferentes, podendo refletir nas suas propriedades mecânicas, físicas e químicas; entretanto ao modificar a estrutura da fase isto influenciará nas mesmas de forma mais acentuada, dependendo do tratamento térmico (Donachie Junior, 2000). A Figura 6 mostra estruturas (a) alfa equiaxial mais beta e (b) alfa agulhada mais beta em liga Ti-6Al-4V, temperada.

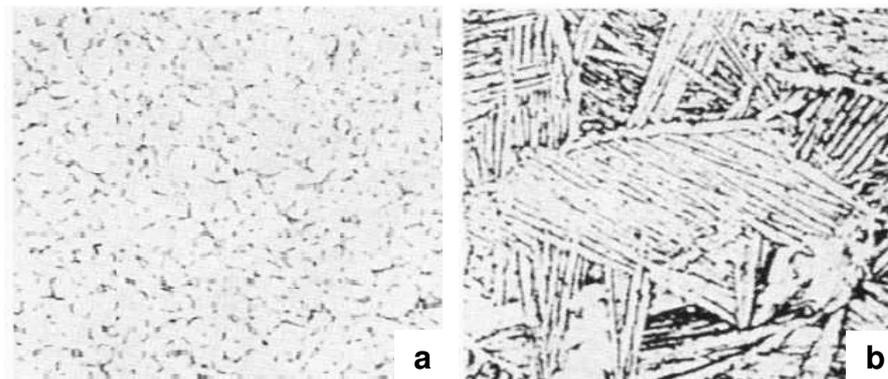


Figura 6 – Estruturas de fases iguais com estruturas morfológicas diferentes: (a) alfa equiaxial mais beta e (b) alfa agulhada mais beta em liga Ti-6Al-4V, temperada.

(Donachie Junior, 2000).

A estrutura de uma liga de mesma composição altera-se dependentemente da temperatura a partir da qual o resfriamento foi realizado, ou seja, depende da região de aquecimento inicial, além da velocidade de resfriamento. Na Figura 7 é apresentado um diagrama de fase metaestável e as microestruturas da liga alfa-beta recozida (Ti-6Al-4V), após resfriamentos a partir das regiões de fases diferentes.

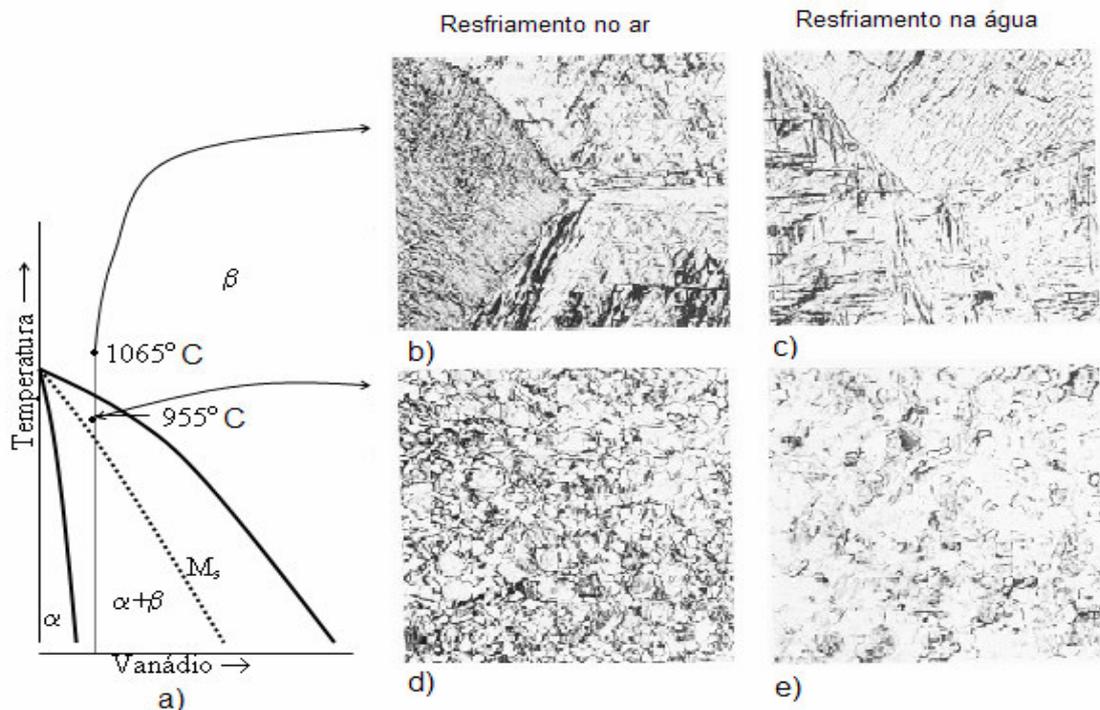


Figura 7 – Diagrama de fase metaestável (a) e microestruturas da liga alfa-beta recozida (Ti-6Al-4V) após resfriamentos a partir das regiões de fases diferentes : (a) diagrama com a indicação de composição; (b) fase α agulhada (transformada de β) com contornos de grãos de β inicial; (c) matriz de fase α' martensítica com β (fase preta) e contornos de grãos de β inicial; (d) grãos de α primária (branca) na matriz de α agulhada transformada de β ; (e) fase α primária equiaxial na matriz de α' martensítica (Donachie Junior, 2000).

3.6.1 – Ligas de Titânio Alfa e Pseudo-Alfa

Como já foi visto anteriormente, os elementos Al, O, N e C representam os estabilizadores da fase α , sendo que o alumínio é o elemento mais importante das ligas de titânio por ser considerado elemento de liga, Tabela 2. O alumínio está

presente na maioria das ligas de titânio por ser um metal leve, barato, abundante na crosta terrestre, diminuindo a densidade e aumentando as propriedades mecânicas das ligas (Bento, 2000; Silva *et al.*, 2003; Taylor e Weidmann, 2004). Em particular, a introdução de alumínio nas ligas tende a aumentar os valores do módulo de elasticidade e do atrito interno (Matlakhova *et al.*, 2006).

Quando é elevada a resistência mecânica e com o aquecimento das ligas alfa, o campo da fase α aumenta, enquanto que a fase β diminui. Quando se adiciona até 8 % de alumínio na liga, a resistência mecânica é aumentada sem influir na ductilidade (Bento, 2000; Silva *et al.*, 2003; Taylor e Weidmann, 2004).

Existem várias versões do diagrama de fase do sistema binário Ti-Al, diferenciadas principalmente na parte de elevado teor de alumínio (Bumps *et al.*, 1952, Jepson *et al.*, 1970; Vol, 1966; Massalski, 1990), entretanto, em relação às composições com baixo teor de alumínio, até 15 % de Al, existe boa coerência entre os diagramas existentes. Na Figura 8 apresenta-se o diagrama de fase Ti-Al em versão do Massalski (1990). Foi mostrado (Vol, 1966; Massalski, 1990) que o alumínio, dissolvido no titânio, aumenta o intervalo de transformação da fase α para a fase β , deslocando a fronteira $\alpha/(\alpha+\beta)$ e $(\alpha+\beta)/\beta$ para valores mais altos, como está mostrado na Tabela 3 e na Figura 8, revelando o alumínio como o elemento α -estabilizador do titânio. Além das soluções sólidas α e β , no diagrama de fase Ti-Al existem vários compostos intermetálicos como α_2 -Ti₃Al, γ -TiAl, TiAl₂ e TiAl₃.

Segundo Vol (1966), o alumínio aumenta a temperatura de transformação alotrópica α -Ti para β -Ti, de 882,5 °C, para o Ti puro, até 1051 °C para a liga Ti-8%Al em peso. Mesmo em pequenas quantidades, o alumínio aumenta de modo significativo a resistência de Ti à oxidação a elevadas temperaturas, o que é mais notável para teores de Al maiores que 4 % em peso.

Os parâmetros da fase α -Ti (HC) do sistema Ti-Al variam com o teor de Al dissolvido na liga. Assim, com variação de Al de 0 a 29 % em peso, o parâmetro c varia de 0,4679 a 0,4617 nm, o parâmetro a de 0,2943 a 0,2878 nm e a relação entre os parâmetros (c/a) de 1,591 a 1,604. Na solução sólida α , o Al se dissolve até 7,5 %, na temperatura 20 °C, e até 11,6 % na temperatura 1080 °C (Vol, 1966; Jepson *et al.*, 1970; Bumps *et al.*, 1952).

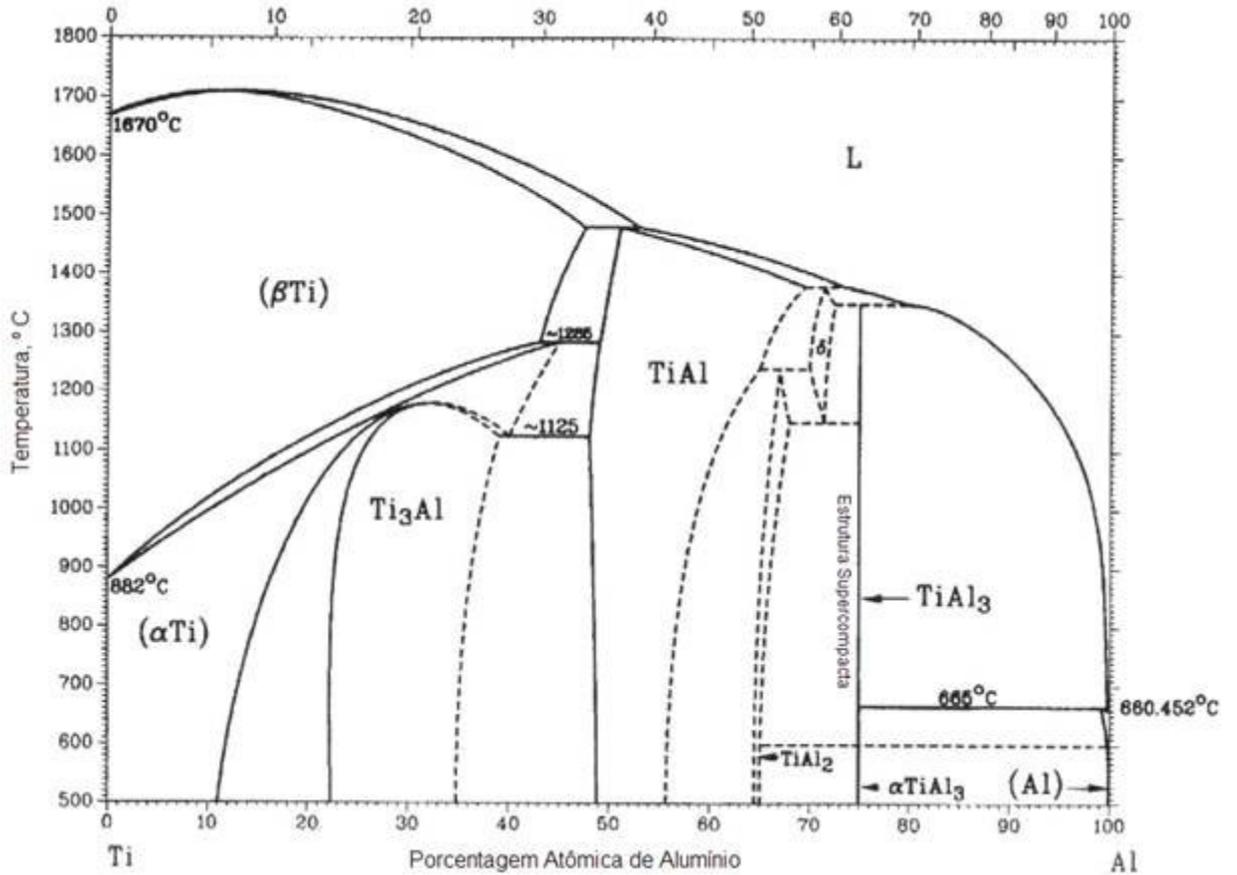


Figura 8 – Diagrama de fase do sistema binário Ti-Al em equilíbrio (Massalski, 1990).

Tabela 3 - Temperaturas de transformação de fase e de fronteiras de fases estáveis das ligas Ti-Al (Jepson *et al.*, 1970; Collings, 1984).

Al,%(at.)	Temperatura de interfase, °C		Temperatura de transformação martensítica, °C	
	$\alpha/(\alpha+\beta)$	$(\alpha+\beta)/\beta$	M_s $\beta \rightarrow \alpha'$	β_s $\alpha' \rightarrow \beta$
5	925	960	918	940
10	975	1040	960	1010
15	1035	1100	1015	1080
20	1080	1100	1060	1110

As ligas de titânio com estrutura alfa contêm Al, Sn e Zr; este último elemento é totalmente solúvel ao titânio e os dois primeiros apresentam elevada solubilidade. Possuem boa soldabilidade pelo fato destas ligas alfa serem geralmente insensíveis ao tratamento térmico.

Quando em presença de β -estabilizadores, o α -estabilizador pode reagir como β -estabilizador (Matlakhova *et al.*, 1996, 2005). Entretanto algumas ligas contêm pequenas quantidades de elemento beta-estabilizador para melhorar as propriedades mecânicas, como é o caso da liga Ti-8Al-1Mo-1V. Contudo, essas ligas que podem conter pequenos teores de elementos de liga estabilizadores de fase β , dão origem à liga com estrutura próxima de α e com propriedades predominantes dessa fase, denominando-se então de ligas pseudo-alfa (Donachie Junior, 2000).

As ligas de titânio alfa e próximas de alfa não podem ser endurecidas por tratamento térmico, mas apresentam elevadas propriedades mecânicas para operarem a altas temperaturas devido a sua boa resistência à fluência. Estas ligas são geralmente mais resistentes à fluência a altas temperaturas do que as ligas $\alpha+\beta$ ou β . Entretanto, as ligas alfa têm baixa forjabilidade e suas propriedades como ductilidade e resistência mecânica são comprometidas em temperaturas criogênicas a menos que o nível de impurezas intersticiais, H, O, N, seja reduzido (Donachie Junior, 2000).

Estudos têm indicado (Luetjering *et al.*, 1993; Andres *et al.*, 1993; Ma *et al.*, 2006) que as propriedades de fluência nas ligas Ti-Al são largamente dependentes da microestrutura.

3.6.2 – Ligas de Titânio Alfa-Beta

A adição de elementos de liga ao titânio permite a obtenção de uma faixa de temperatura nas quais as duas fases (α e β) coexistem em equilíbrio termodinâmico. Dessa maneira, pode-se obter uma liga de titânio do tipo $\alpha+\beta$ utilizando elementos α -estabilizadores, para estabilizar a fase alfa, enquanto os elementos β -estabilizadores seriam usados para estabilizar a fase beta. Além da composição da liga, os tratamentos térmicos das ligas do tipo $\alpha+\beta$ permitem obter uma ampla variação microestrutural, o que certamente repercute em suas propriedades.

As ligas de titânio $\alpha+\beta$ representam a maioria das classes usadas das ligas de Ti, como exemplo a liga Ti-6Al-4V, e contém suficientemente β -estabilizadores para

estabilizar a fase β a temperatura ambiente. As ligas $\alpha+\beta$ são geralmente mais fáceis de serem forjadas do que as ligas α e ainda comparando com algumas ligas β , são mais difíceis de serem forjadas. (Donachie Junior, 2000; Bresciani Filho, 1997; Metals Handbook, 1964, 1980, 1988).

Nas ligas de titânio com elementos β -estabilizadores eutetóides de transição (Fe, Mn, Cr), a transformação eutetóide $\beta \rightarrow (\alpha+\gamma)$ ocorre lentamente, o que pode ser observado pela Figura 9 (a), a seguir. Quando a velocidade de resfriamento é normal o ponto eutetóide não aparece, todavia à temperatura ambiente, a estrutura pode revelar a fase beta.

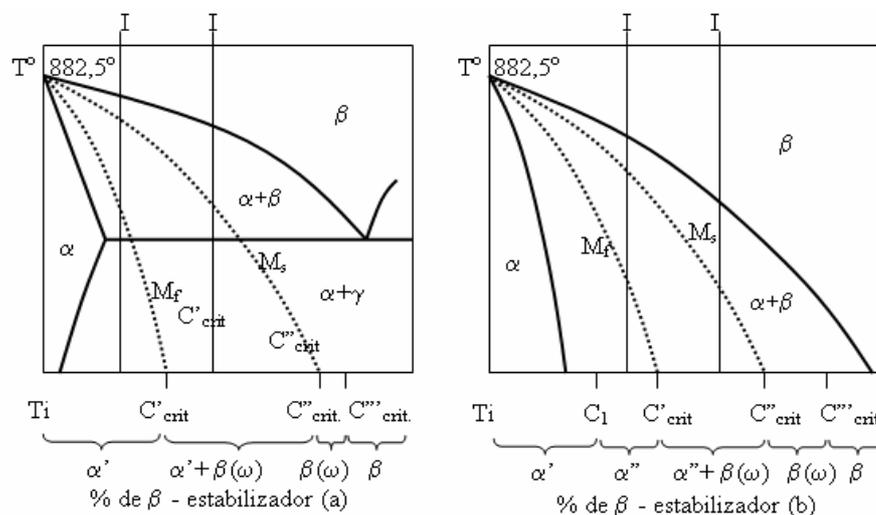


Figura 9 – Diagramas estáveis (linhas cheias) e os metaestáveis (linhas pontilhadas), com indicação das estruturas que se formam após a têmpera da região da fase beta das ligas de titânio com elementos: (a) β -estabilizadores eutetóides; (b) β -estabilizadores isomórficos (Collings, 1984).

Com elementos β -estabilizadores eutetóides simples (Cu, Au, Ag), a transformação eutetóide $\beta \rightarrow (\alpha+\gamma)$ ocorre muito rápida e à temperatura ambiente, a fase β não pode aparecer. A presença do composto intermetálico γ pode levar à fragilidade e piora as propriedades mecânicas das ligas.

Com um resfriamento rápido (têmpera) nas ligas de titânio com os elementos de transição, a transformação de fase pode ocorrer pelo mecanismo martensítico com a formação de estruturas martensíticas metaestáveis alfa-linha (α') e alfa-duas linhas (α''), conforme a Figura 9 (a,b). A estrutura martensítica α' possui a mesma

malha hexagonal compacta da fase α -Ti, enquanto que a fase martensítica α'' possui a malha ortorrômbica.

As linhas pontilhadas da Figura 9 marcam as temperaturas de transformação martensítica inicial (M_s) e final (M_f). As temperaturas críticas dependem da concentração de β -estabilizador. Contudo, uma concentração de β -estabilizador acima de uma concentração crítica duas linhas ($C > C''_{crit}$), toda a fase β estará presente em temperatura ambiente. Na faixa de $C'_{crit} < C < C''_{crit}$, a estrutura que compõe é a fase martensítica alfa metaestável (α' e/ou α'') e $\beta(\omega)$ metaestável. Com teores menores do que C'_{crit} , a estrutura das ligas temperadas se arranjam em fase martensítica alfa metaestável (α' e/ou α'') (Donachie Junior, 2000; Metals Handbook, 1964, 1980).

Com aquecimento das ligas temperadas, ocorre uma decomposição das fases metaestáveis α' , $\alpha''+\beta(\omega)$ com a formação das fases α e β estáveis. Caso esses processos se realizem nas estruturas iniciais α' e/ou α'' , trata-se de recozimento das ligas, caso os realizem na estrutura inicial de $\beta(\omega)$ metaestável, trata-se de envelhecimento das mesmas (Silva *et al.*, 2003).

Na Figura 10 é mostrado o diagrama de equilíbrio do sistema binário Ti-Nb, sendo o Nb, β -estabilizador isomórfico, completamente miscível na fase β e limitadamente dissolvido na fase α . Verifica-se que no intervalo de 5% a 50%Nb, referente à temperatura de 600 °C, a estrutura resultante do resfriamento em condições de equilíbrio é bifásica $\alpha+\beta$, e acima de 50%Nb é monofásica, constituída apenas da fase β . Entretanto em condições de não-equilíbrio, mesmo dentro do campo monofásico β estável, as fases martensíticas e β -metaestável podem aparecer originando estruturas e propriedades distintas (Donachie Junior, 2000).

Na presença dos elementos β -estabilizadores isomorfos, a têmpera pode dar origem às estruturas: α' , α'' , ω e β , dependendo da composição da liga. A fase martensítica α' possui a mesma rede HC da fase α -Ti estável, a fase α'' possui a rede ortorrômbica. A fase atérmica ω aparece na fase β metaestável como o produto de decomposição da mesma, possui a estrutura HC complexa com os parâmetros da célula unitária: $a=0,460$ nm, $c=0,282$ nm (Silcook, 1958). A fase ω , quando aparece dentro da fase metaestável β , se revela pela difração de raios-X, microscopia eletrônica de transmissão, microdureza, comportamento anômalo dos módulos de elasticidade e outras propriedades (Fedotov *et al.*, 1982a, 1982b; Collings, 1984).

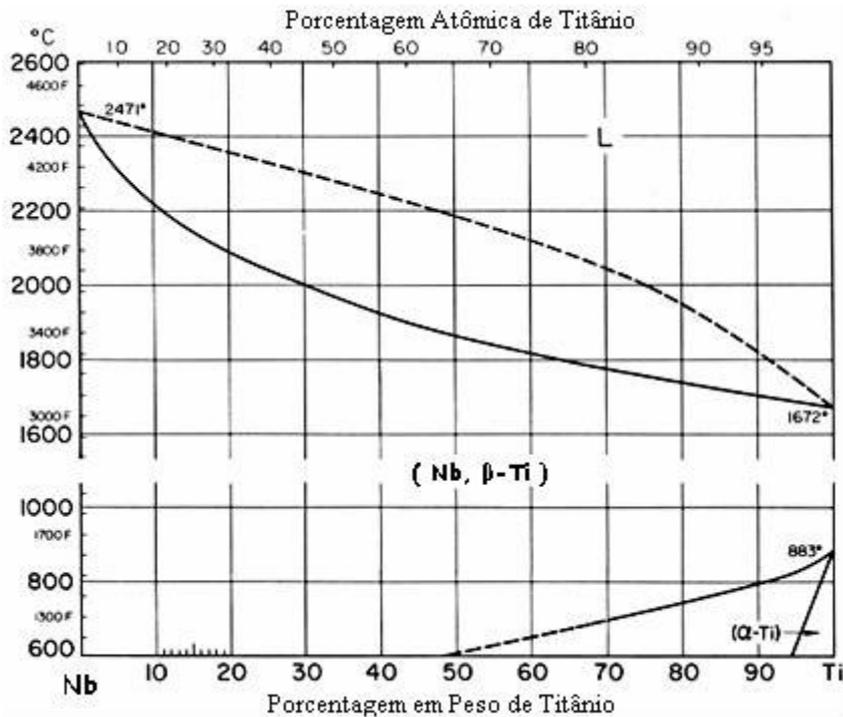


Figura 10 - Diagrama de fase do sistema binário Ti-Nb (Kanaplon, 2005).

3.6.3 – Ligas de Titânio Beta

A estrutura das ligas com β -estabilizadores é caracterizada pela elevada resistência mecânica e endurecimento causado pela fase beta metaestável que fica completamente retida nos resfriamentos lentos e rápidos. As ligas do sistema beta metaestável são ricas em elementos de liga β -estabilizadores e podem também conter uma pequena quantidade de elementos α -estabilizadores (Donachie Junior, 2000; Metals Handbook, 1988).

No caso de ligas do sistema Ti-Nb, para a fase β estável aparecer, o teor de nióbio deve ser superior a 50 % em peso, como está mostrado na Figura 10. No caso da fase β metaestável, que aparece nas ligas temperadas, o teor de β -estabilizadores é menor. A fase β metaestável que fica completamente retida no resfriamento ao ar de peças finas, e na têmpera brusca em água para peças espessas, pode sofrer um envelhecimento que pode levar ao elevado endurecimento. (Fedotov *et al.*, 1982b; Collings, 1984; Donachie Junior, 2000; Matlakhova *et al.*, 2005).

A principal vantagem das ligas com estrutura beta é a elevada forjabilidade, que é explicada pelo fato da estrutura cristalina da fase beta ser CCC do titânio. Entretanto, pesquisas recentes estão direcionadas às ligas β -Ti por apresentarem menor módulo de elasticidade (Bento, 2000; Silva *et al.*, 2003).

3.6.4 – Ligas de Ti-Nb Temperadas

As ligas do sistema binário Ti-Nb têm grande interesse científico e em novas aplicações por apresentarem propriedades especiais tais como supercondutividade, efeito de memória de forma (EMF) e considerável amortecimento devido ao atrito interno. Larga variação das propriedades se deve a estruturas complexas e múltiplas transformações ocorridas nas ligas temperadas (Fedotov *et al.*, 1982a, 1982b; Hatt e Rivlin, 1968; Jae *et al.*, 2005).

Nas ligas temperadas do sistema binário Ti-Nb, contendo até 12 % de Nb (em peso), a estrutura é composta pela fase metaestável martensítica α' apresentando a mesma malha HC do α -Ti. Com teores de Nb superiores a 12 %, a rede HC da martensita α' sofre uma distorção rômica transformando-se na malha ortorrômica típica da martensita α'' , como mostram a análise de difração de raios-X e de variações dos parâmetros da rede, apresentadas na Figura 11 e 12 (Fedotov *et al.*, 1982a). Além da fase martensítica, aparecem as fases ω e β metaestáveis. A fase ω tem uma rede hexagonal altamente distorcida, sendo considerada como estado intermediário na transformação $\alpha \leftrightarrow \beta$. Pequenas quantidades da fase ω são detectadas em ligas contendo 27,5 e 30 % de Nb.

Nas ligas acima de 25%Nb, a altas temperaturas, a fase β metaestável começa a ser formada a partir da transformação de fase α'' . Quando a quantidade de nióbio foi aumentada para 30 %, ou para valores maiores, a liga começou a ser constituída completamente por grãos da fase β equiaxial. A altas concentrações de nióbio, a temperatura de transformação martensítica inicial, M_s , foi diminuída a valores abaixo da temperatura ambiente (Fedotov *et al.*; 1982a, Lee *et al.*, 2002).

O valor do módulo de elasticidade (E), que é de 110 GPa para o Ti puro, nas ligas de Ti-Nb temperadas, diminui subitamente até 60 GPa com aumento da concentração de Nb até 12 %. Nas ligas com teores de Nb de 14 a 32 %, o módulo E aumenta, alcançando 90 GPa para 32 % de Nb (Fedotov *et al.*, 1982a).

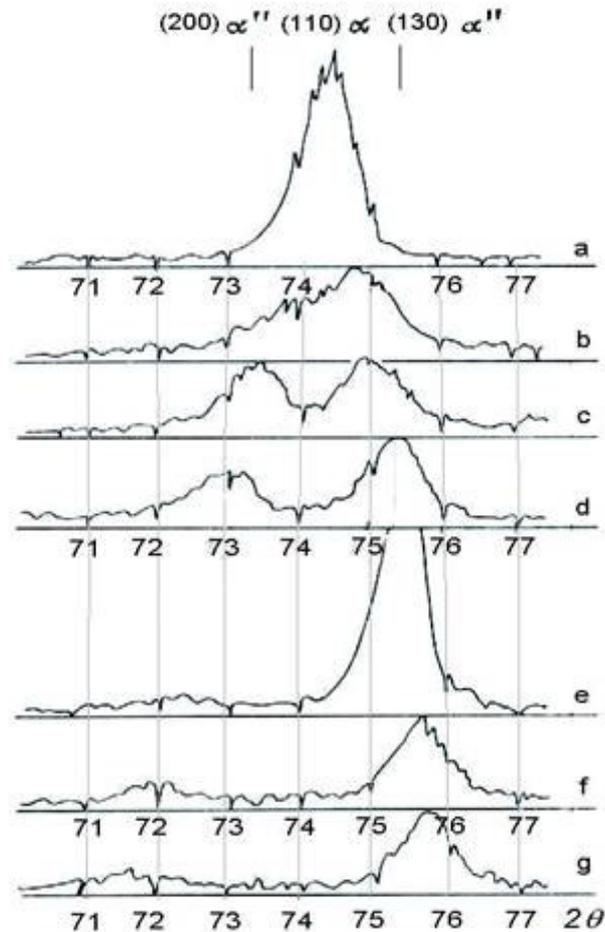


Figura 11 – Difratogramas obtidos com radiação característica de Cobalto K_{α} das ligas Ti-Nb temperadas onde o teor de Nb varia: (a) 12, (b) 14, (c) 16, (d) 18, (e) 20, (f) 22 e (g) 24 % de Nb em peso (Fedotov *et al.*, 1982a).

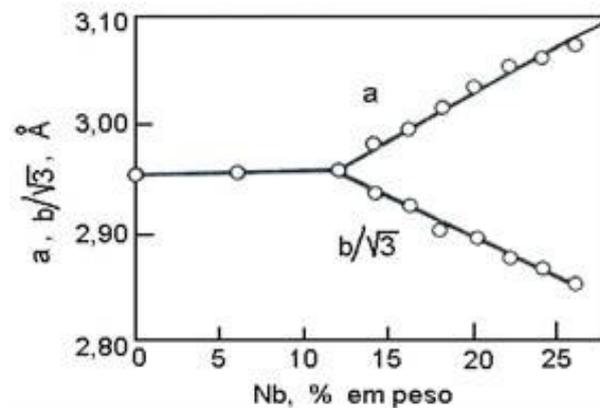


Figura 12 – Períodos das redes HC e ortorrômbica das fases martensíticas α' e α'' nas ligas Ti-Nb temperadas (Fedotov *et al.*, 1982a).

Este aumento no módulo E foi atribuído à presença da fase ω na estrutura $\alpha''+\beta$ metaestável, influenciando as propriedades elásticas da liga temperada. Com o aparecimento da fase ω aumentam também os valores da densidade e da dureza das ligas. Porém para teores de Nb entre 32 e 42 % reduz-se a fração de fase ω enquanto aumenta a quantidade relativa de fase β metaestável, conseqüentemente diminuindo os valores do módulo E.

Porcentagens superiores a 42 % de Nb, a estrutura cristalina monofásica β com malha CCC torna-se cada vez mais estável à medida que aumenta o teor de Nb, aumentando também o valor de E (Fedotov *et al.*, 1982a).

Ligas de Ti-Nb têm sido aplicadas em sistemas tecnológicos relacionados ao fenômeno de supercondutividade, efeito de memória de forma e superelasticidade (Donachie Junior, 2000; Collings, 1984).

O fenômeno de supercondutividade foi observado nas ligas do sistema Ti-Nb, com o teor de nióbio próximo a 35 % (em peso) e foi determinada grande sensibilidade ao tratamento metalúrgico. Altos valores do fluxo da corrente foram notados nas ligas temperadas e envelhecidas onde a fase ω ou finos precipitados da fase α -Ti foram observadas (Hatt e Rivlin, 1968).

Os efeitos de EMF e superelasticidade foram observados nas ligas temperadas Ti-22%Nb-(0,5 a 2,0)%O, com a estrutura martensítica (Jae *et al.*, 2005). É bem conhecido que estes efeitos podem ser realizados em ligas que sofrem transformações martensíticas reversíveis (TMR), após uma deformação plástica e aquecimento. Para estas ligas, é típico observar o aparecimento e desaparecimento de um relevo martensítico na superfície de amostras metalograficamente preparadas, com a variação de temperatura no intervalo crítico de TMR (Otsuka e Wayman, 1999).

3.6.5 – Ligas de Ti-Nb-3%Al Temperadas

As ligas ternárias têm sido objetos de investigações devido aos efeitos de algumas propriedades e mudanças nas características estruturais. Para ligas de titânio de aplicações industriais, é uma prática usual adicionar o alumínio como α -estabilizador o que acarreta endurecimento das ligas e as torna mais resistentes mecanicamente e refratárias ao calor. A influência do alumínio como α -estabilizador em presença de elementos β -estabilizadores são mostrados nas ligas Ti-Cr, Ti-Mo,

Ti-V e Ti-Nb (Matlakhova *et al.*, 2006; Lujnikov *et al.*, 1968; Maeda e Flower, 1988; Fedotov *et al.*, 1973). Os efeitos da combinação de um elemento α -estabilizador, alumínio, e outro elemento β -estabilizador, nióbio, podem ser verificados nas propriedades e características estruturais das ligas Ti-Nb-Al. Propriedades diretamente relacionadas ao efeito de memória de forma, como os módulos de elasticidade e cisalhamento e o atrito interno da malha cristalina foram investigados nessas ligas (Matlakhova *et al.*, 1996, 2005).

Matlakhova *et al.* (2005) mostraram que, com o aumento do teor de nióbio nas ligas Ti-Nb-3%Al temperadas, os valores dos módulos de elasticidade (E) variam, como está ilustrado na Figura 13 (a). Isto pode ser visto que, de 15 a 28 %Nb, o valor de E aumenta ligeiramente de 78 a 85 GPa. Por outro lado, a partir de 30 % de Nb, ocorre uma rápida redução nos valores de E mais cedo do que na liga com 2 % de Al e sem Al. Isto aparentemente está relacionado à formação antecipada da estrutura instável de $\alpha''+\beta$ para estas ligas com 3 % de Al. O atrito interno (Q^{-1}) apresenta valores relativamente elevados na faixa de 15% até 32%Nb quando Q^{-1} alcança 25×10^{-4} , Figura 13 (b), o que corresponde à estrutura martensítica α'' . Com surgimento da fase β metaestável para teores de Nb acima de 34 %, ocorre redução de Q^{-1} para valores menores que 3×10^{-4} (Matlakhova *et al.*, 2005).

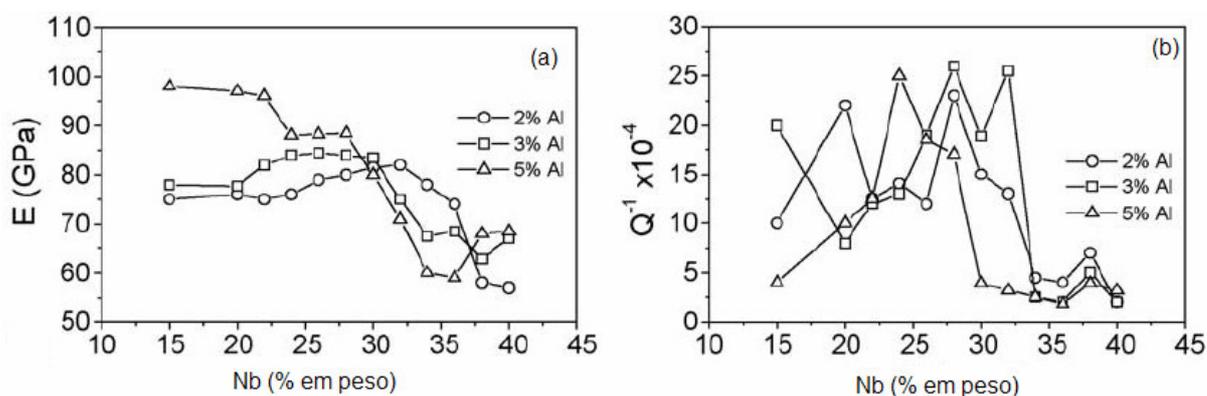


Figura 13 – Módulo de (a) Elasticidade e (b) Atrito Interno em função da concentração de nióbio para as ligas Ti-Nb-Al temperadas com 2 %, 3 % e 5 % de alumínio (Matlakhova *et al.*, 2005).

Na liga do sistema Ti-Nb-3%Al, com 15 % de Nb a estrutura apresenta-se martensítica, de fase α' . Nas ligas do mesmo sistema, com 20 %, 24 %, 32 % e 34 %

de Nb, a presença de estrutura martensítica bifásica $\alpha'+\alpha''$ foi detectada, Figura 14. A distorção rômbrica começa a se desenvolver acima de 20 % de Nb, sendo que a liga passa a exibir uma estrutura complexa $\alpha'+\alpha''+\omega$ até a fase α' desaparecer e a fase metaestável ω se transformar na fase β em torno de 28 % de Nb.

Na Figura 15 está apresentado um gráfico que mostra a distorção rômbrica da rede causada pelo aumento do teor de Nb na liga Ti-Nb-3%Al. Com o aumento do teor de Nb de 20 até 34 % de Nb, observa-se o crescimento da distorção rômbrica formando a fase martensítica α'' . Na liga com 24 % de Nb, juntamente com a martensita α'' observa-se também a fase ω .

A estrutura bifásica $\alpha''+\beta$ existe nas ligas entre as concentrações de nióbio 28 a 38 %. Com 40 % de Nb a estrutura da liga consiste de uma única fase β metaestável (Matlakhova *et al.*, 2005).

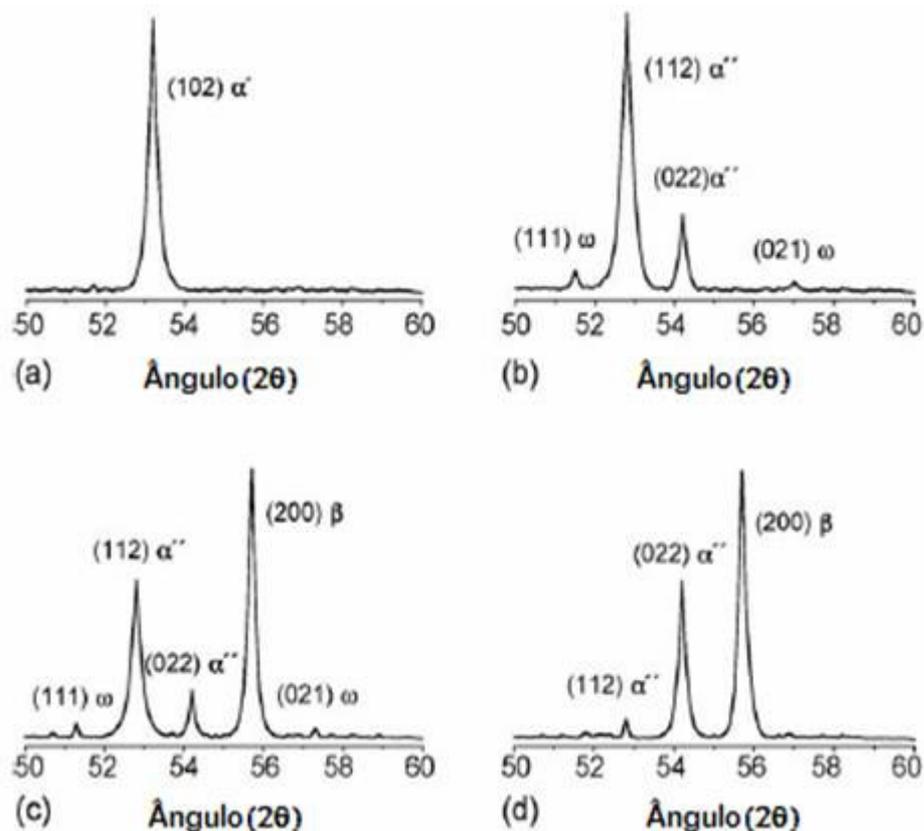


Figura 14 – Difractogramas parciais obtidos para as ligas (a) Ti-15%Nb-3%Al, (b) Ti-24%Nb-3%Al, (c) Ti-32%Nb-3%Al e (d) Ti-34% Nb-3%Al (Matlakhova *et al.*, 2005).

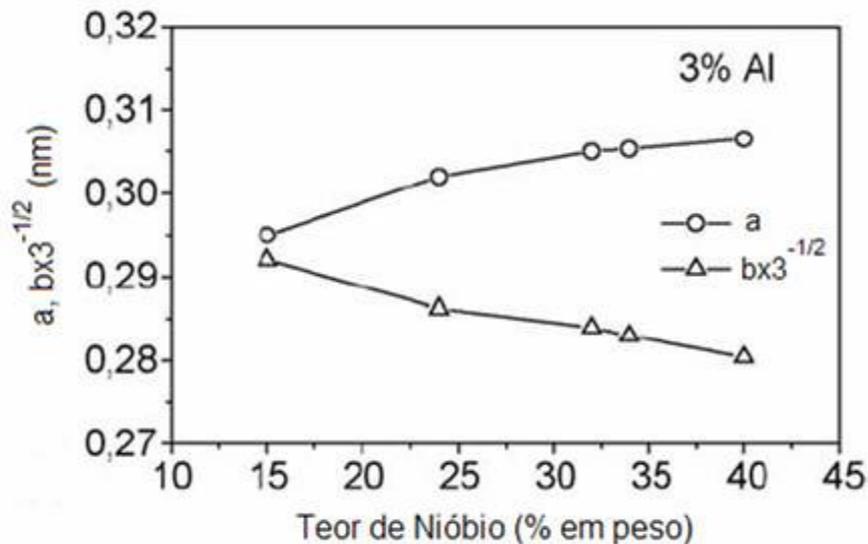


Figura 15 – Parâmetros de rede das ligas Ti-Nb-3%Al temperadas em água em função do teor de Nb (Matlakhova *et al.*, 2005).

Além disso, as propriedades elásticas e o aumento relacionado com o atrito interno na rede cristalina do Ti-Nb resultam em alta capacidade de amortecimento. O atrito interno correlaciona-se muito bem com a estrutura das ligas Ti-Nb-Al. As ligas com martensíticas apresentam o maior valor de Q^{-1} , principalmente aquelas com estrutura da fase α'' . O aparecimento da fase β , mesmo em pequena quantidade, reduz a propriedade de amortecimento que atinge valores muito baixos de Q^{-1} para condições de estrutura monofásica β . Portanto, o amortecimento estrutural, medido pelo atrito interno nestas liga, é alto nas estruturas puramente martensíticas e diminui com o aparecimento da fase β (Matlakhova *et al.*, 1996, 2005).

Pode-se dizer que existem poucas informações sobre propriedades e estrutura das ligas do sistema Ti-Nb-3%Al temperadas, entretanto, ainda faltam os dados sobre microestrutura e morfologia das fases presentes nas ligas Ti-Nb-3%Al temperadas, em função da composição de nióbio como β -estabilizador.

3.7 - Estabilidade das Fases Metaestáveis a Temperatura

É possível verificar a estabilidade das fases metaestáveis quando as ligas são aquecidas a altas temperaturas, dando condições para que ocorra a transformação de fase. Em ligas de Ti-Nb-2%Al, com 15 % de Nb em peso, Figura 16 (a), foi

observada uma liberação de energia térmica devido à transformação martensítica α' , HC, para a fase estável α , HC, durante o aquecimento. Acima de 650 °C, foi determinado um efeito endotérmico tendo o seu desenvolvimento intensivo até 750 °C, como resultado da transformação da fase α estável para a fase β estável.

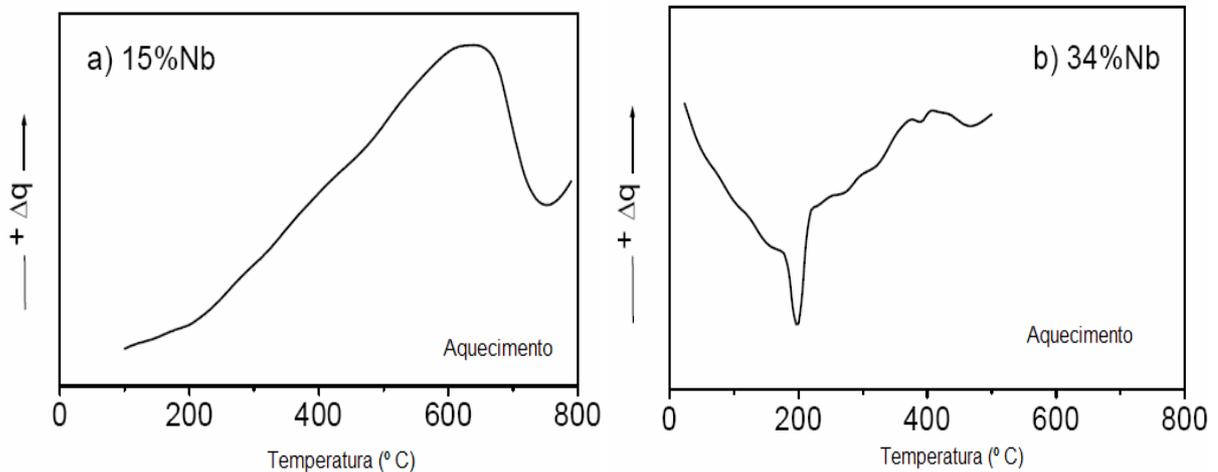


Figura 16 – Curva de análise calorimétrica exploratória diferencial (DSC) para as ligas aquecidas (a) Ti-15%Nb-2%Al e (b) Ti-34%Nb-2%Al (Matlakhova *et al.*, 2006).

De acordo com a Figura 16 (b), a liga Ti-34%Nb-2%Al, mostra dois efeitos térmicos distintos. Primeiramente, um pico endotérmico com um aquecimento mínimo a temperatura de 190 °C a qual representa a transformação da fase ortorrômbica α'' para a fase β metaestável, CCC. Logo em seguida, na faixa de temperatura 330 a 460 °C, verifica-se um efeito exotérmico, que corresponde a uma sobreposição de processos diferentes, incluindo a decomposição da fase β metaestável, formando regiões ricas e pobres em elementos ligantes. As regiões pobres em ligantes consolidarão na fase estável α , a qual, em seguida, se transformará na fase β estável, a altas temperaturas. As regiões ricas em ligantes constituem a fase β , estável, a altas temperaturas.

Essas transformações de fases podem ser analisadas em comparação com a variação do atrito interno (Q^{-1}) em função da temperatura para as ligas com 15 % e 34 % de nióbio, apresentado na Figura 17 (a, b).

Foi observado que a liga Ti-15%Nb-2%Al possui valores de Q^{-1} em torno de 5×10^{-4} a 20×10^{-4} na faixa de temperatura de 100 a 450 °C, Figura 17 (a), o que se pode dizer que está associado com a microestrutura α' ou α'' - $\alpha(\alpha'')$. Quando ocorre

a transformação da fase α estável para a fase β estável a temperatura acima de 600 °C, Figura 17 (a), o valor de Q^{-1} aumenta de modo significativo até 50×10^{-4} (Matlakhova *et al.*, 2006).

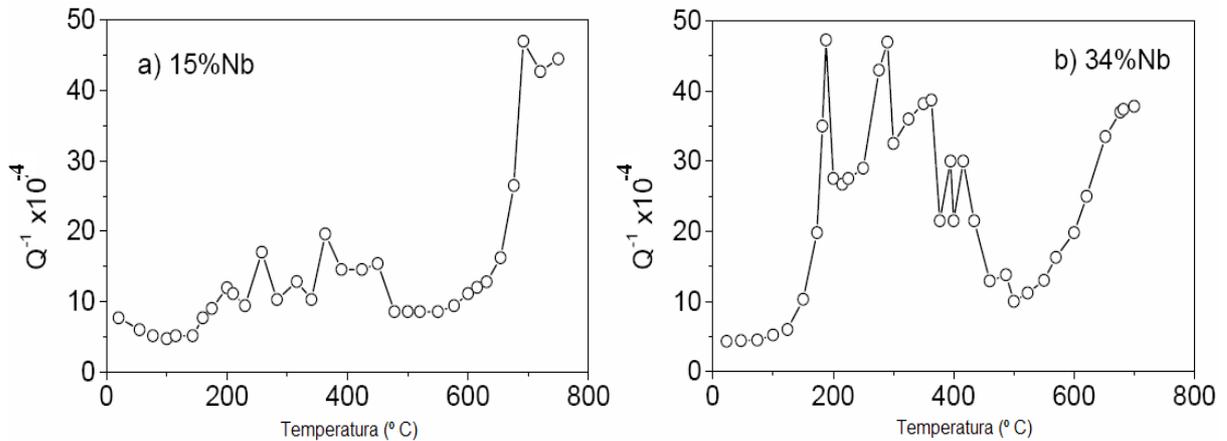


Figura 17 – Variação do atrito interno (Q^{-1}), com temperatura para as ligas aquecidas (a) Ti-15%Nb-2%Al e (b) Ti-34%Nb-2%Al (Matlakhova *et al.*, 2006).

Durante a transformação da fase α'' para a metaestável β acompanhada pela decomposição da fase β metaestável para a fase α estável, a liga com 34 % de Nb apresenta para Q^{-1} valores próximos a 50×10^{-4} quando a temperatura se eleva até 450 °C, Figura 17 (b). Ambas as ligas tem seu valor Q^{-1} aumentado quando a temperatura se eleva a partir de 600 °C devido à transformação de α estável para a fase β estável.

A altas temperaturas, devido ao processo de difusão e decomposição das fases metaestáveis, se formam as fases estáveis. Devido a esta condição, a transformação reversa da martensítica $\alpha'(\alpha'')$ para a fase β metaestável e a ocorrência de efeitos não elásticos como efeito de memória de forma e superelasticidade não são possíveis de acontecerem.

Para a liga com 34 % de Nb, até 200 °C, a fase α'/α'' se transforma para a fase β metaestável, pelo mecanismo de transformações martensíticas reversíveis, o que corresponde ao efeito endotérmico da Figura 16 (b), com seu extremo a 190 °C. A decomposição da fase β metaestável pode vir a formar as fases α e β estáveis e, a partir da fase α , mais estável termodinamicamente, transformará em β estável. Conseqüentemente, β estável pode ser transformada a baixas temperaturas,

aumentando a estabilidade da rede e elevando o valor de E . Devido a essas transformações de fases, ligas com teores de Nb entre 30 a 36 % em peso, podem apresentar efeito de memória de forma depois de um aquecimento especial (Matlakhova *et al.*, 2006).

CAPÍTULO 4: MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 – Material Utilizado

No presente trabalho, foram estudadas as ligas do sistema Ti-Nb-3%Al temperadas variando o teor de nióbio de 15 a 38 % em peso.

As ligas foram desenvolvidas no Instituto de Metalurgia de Moscou e foram fabricadas, utilizando a técnica de cinco fusões em forno elétrico a arco, diretamente com seus constituintes metálicos puros: titânio iodetado com 99,99 % de pureza; nióbio refinado por feixe eletrônico com 99,9 % de pureza e alumínio refinado eletronicamente com 99,999 % de pureza. Os lingotes, então obtidos, com aproximadamente 100 g, foram encapsulados a vácuo em ampolas de quartzo e homogeneizados a 1200 °C por 5 horas. Depois de retirados das ampolas, os mesmos foram reaquecidos a 1200 °C em atmosfera controlada e forjados a quente na forma de barras até o diâmetro de 8 mm. As barras foram então usinadas até adquirirem um diâmetro próximo de 7 mm, e cortadas para amostras, com aproximadamente 10 mm de altura, para a caracterização estrutural.

As amostras foram encapsuladas novamente a vácuo em ampolas de quartzo, homogeneizadas a 1000 °C por 5 horas, e temperadas em água à temperatura ambiente com quebra das ampolas na mesma (Matlakhova *et al.*, 1996, 2005).

A Tabela 4 representa as dimensões das 6 amostras das ligas temperadas e utilizadas neste trabalho, o diâmetro e a altura foram medidos pelo paquímetro digital Mitutoyo e os dados de sua massa, determinados pela balança analítica Scaltec. Foi efetuado o cálculo da densidade, ρ (g/cm³), referente a cada amostra através da equação:

$$\rho = \frac{m}{v} \quad (4.1)$$

onde: ρ é a densidade; m é a massa em gramas e v o volume da amostra em cm³.

Tabela 4 – Representação da composição de cada liga e sua respectiva dimensão, massa e densidade.

<i>Composição % p</i>	<i>Diâmetro (mm)</i>	<i>Altura (mm)</i>	<i>Massa (g)</i>	<i>Densidade (g/cm³)</i>
Ti-15Nb-3%Al	6,91	10,22	1,78	4,65
Ti-22Nb-3%Al	6,91	10,10	1,81	4,78
Ti-24Nb-3%Al	6,93	9,67	1,77	4,85
Ti-26Nb-3%Al	6,94	10,44	1,95	4,94
Ti-32Nb-3%Al	6,95	10,45	2,08	5,25
Ti-38Nb-3%Al	6,96	10,60	2,17	5,38

O gráfico da Figura 18 representa a densidade das ligas do sistema Ti-Nb-3%Al que mostra boa correlação com o teor do nióbio.

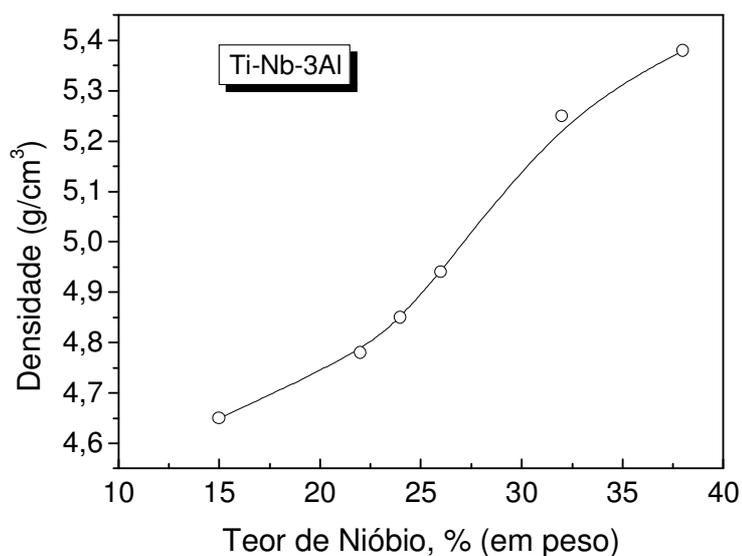


Figura 18 – Densidade das ligas do sistema Ti-Nb-3%Al.

4.2 – Preparação Metalográfica dos Corpos de Prova

As ligas do sistema Ti-Nb-3%Al temperadas foram embutidas a frio com a utilização de um anel de alumínio como braçadeira, em seguida, preenchida por uma resina epóxi.

Utilizou-se este embutimento devido ao fato de que as amostras temperadas possuem fases metaestáveis que podem vir a se decompor com a elevação da temperatura, apresentando mudanças na sua microestrutura e nos resultados. A braçadeira de alumínio foi necessária para facilitar o lixamento e o polimento, a fim de evitar possíveis abaulamentos na amostra.

O lixamento e o polimento das amostras foram realizados pelo método usual. O polimento das amostras foi realizado com pastas de alumina de granulometrias 1 μm e 0,1 μm usando água destilada como lubrificante em um feltro.

O ataque químico foi efetuado para revelar a microestrutura das ligas pesquisadas. As amostras foram imersas, durante 5 segundos, em uma solução composta de 25 ml de ácido nítrico (HNO_3), 25 ml de ácido fluorídrico (HF) e 50 ml de glicerina, seguidas de uma limpeza na superfície do material em HNO_3 , visando a dissolução da película passivadora, e lavagem em água corrente com auxílio de algodão. O tratamento descrito, tendo uma duração de 5 a 15 segundos, foi repetido em etapas sucessivas, até revelar a microestrutura das amostras. A quantidade das etapas dependia de cada amostra tratada.

4.3 – Microscopia Ótica

No presente trabalho, o estudo metalográfico realizou-se através do microscópio NEOPHOT-32 disponível no LAMAV/CCT/UENF, no Setor de Metalurgia Física. A microscopia ótica foi empregada para observação das alterações microestruturais das ligas do sistema Ti-Nb-3%Al, com variação do teor de nióbio.

Para melhores resultados, durante a análise da superfície das amostras, foram utilizados as técnicas de observação: campo claro, campo escuro, luz polarizada e interferência diferencial, disponíveis no microscópio a fim de obter melhores resultados. As análises de microestrutura foram executadas por campo claro, campo escuro, iluminação lateral, luz monocromática, luz polarizada e interferência da luz polarizada, usando as lâmpadas de xenônio e incandescente.

As imagens da superfície das amostras estudadas foram captadas por um sistema computadorizado a partir de uma vídeo-câmara.

4.4 – Microdureza Vickers

Os ensaios de microdureza foram realizados com o auxílio de um dispositivo MHP-100 adaptado ao microscópio ótico NEOPHOT-32. Este dispositivo é composto por um marcador de diamante na forma de uma pirâmide que, ao incidir na amostra sob uma carga constante, produz uma impressão quadrática.

A microdureza Vickers, expressa por (kgf/mm²), foi calculada pela Equação 4.2:

$$HV = \frac{1854F}{d^2} \quad (4.2)$$

onde: 1854 é o fator de conversão; F é a carga aplicada à amostra, em gramas; d é a diagonal da impressão obtida, em micrometros.

Os ensaios de microdureza foram realizados nas ligas de Ti-Nb-3%Al pesquisadas.

A carga aplicada nos corpos de prova, através do marcador de diamante, foi de 35 gramas. Os ensaios de microdureza foram efetuados através de 15 medições em cada fase presente na amostra e em regiões diferentes, procurando varrer a maior área possível da superfície da amostra. O objetivo deste ensaio é avaliar a influência do teor de Nb na microdureza da estrutura resultante.

4.5 – Difração de Raios-X

A difratometria é uma técnica bastante utilizada na caracterização qualitativa e quantitativa dos materiais, assim como, na medida dos parâmetros estruturais das fases cristalinas presentes. Esta técnica consiste na irradiação da amostra pelos raios-X característicos que sofrem a difração nos planos cristalográficos da rede cristalina, interferem entre si e reforçam a amplitude numa determinada direção.

A condição de difração de raios-X é dada pela equação de Bragg:

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (4.3)$$

onde: n é o número de ordem de reflexão; λ é o comprimento de onda de raios-X incidentes; d é a distância interplanar dos planos cristalográficos que originam a difração; θ é o ângulo de difração.

A análise difratométrica das ligas de Ti-Nb-3%Al foram efetuadas num difratômetro do tipo SEIFERT, modelo URD-65, disponível no LCFIS/CCT/UENF, utilizando filtro de ferro no feixe primário, com uma tensão de 40 Kv e corrente de 30 mA. A varredura foi feita variando 2θ de 25 a 120°, com passo ($\Delta\theta$) de 0,03 s e tempo de 3 s, usando a radiação de Co-K α .

A determinação das características dos difratogramas e a identificação das fases presentes nas amostras foram realizadas com o auxílio do programa APX-63 e comparados com dados das distâncias interplanares referente aos planos cristalográficos encontrados na literatura.

Os difratogramas obtidos pelas análises de raios-X das ligas de titânio pesquisadas apresentam uma irregularidade em seus dados estatísticos, referente ao ângulo 2θ de 25 a 40°, aproximadamente, devido à influência do porta amostra de acrílico.

4.6 – Microscopia Eletrônica de Varredura

O Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) é um equipamento amplamente empregado na investigação microestrutural dos materiais, utilizado principalmente para fornecer detalhes da superfície, bem como imagem topográfica da superfície examinada. Diversos acessórios podem ser incorporados ao MEV com o objetivo de ampliar a gama de resultados que podem ser obtidos.

Através da análise do MEV é possível obter imagens da amostra em grandes aumentos, gerados a partir de elétrons secundários ou elétrons retroespalhados. Os elétrons secundários fornecem contraste topográfico da superfície da amostra e são os responsáveis pela obtenção das imagens de alta resolução, já os retroespalhados fornecem imagem característica de contraste de fase, de composição e de número atômico.

A análise da microestrutura das amostras foi realizada no microscópio eletrônico JEOL, modelo JSM-6460LV, disponível no Laboratório de Microscopia e Microanálise PEMM-COPPE/UFRJ, sendo as imagens geradas a partir de elétrons secundários e elétrons retroespalhados.

4.7 – Microanálise

A microanálise é um dos mais importantes instrumentos para a análise química de materiais orgânicos e inorgânicos. Através da identificação dos raios-X emitidos pela amostra, quando da interação com o feixe eletrônico, é possível determinar a composição de regiões com até 1 μm de diâmetro.

É uma técnica não destrutiva, sendo que a detecção dos raios-X emitidos pela amostra pode ser realizada tanto pela medida de sua energia dispersiva (EDS) como do seu comprimento de onda (WDS). Os detectores EDS são os mais usados, cuja grande vantagem é a rapidez na avaliação dos elementos.

Através da captação pelos detectores e da análise dos raios-X característicos emitidos pela amostra é possível obter informações qualitativas e quantitativas da composição da amostra na região micrométrica de incidência do feixe de elétrons. Este procedimento facilita a identificação de precipitados e mesmo de variações de composição química dentro de um grão.

Uma característica importante da microanálise é a possibilidade de verificar a homogeneidade ou não da região em observação, permitindo que se correlacione à microscopia ótica ou eletrônica com informações da composição detalhada.

Com o auxílio de um espectrômetro por dispersão de energia (EDS) acoplado ao microscópio eletrônico de varredura JEOL, modelo JSM-6460LV, disponível no Laboratório de Microscopia e Microanálise PEMM-COPPE/UFRJ, realizou-se a microanálise pontual e em linha, obtendo informações sobre a composição química da amostra e, a distribuição dos elementos químicos presentes através do mapeamento por raios-X característicos.

4.8. Análise Térmica

A análise térmica é definida como um grupo de técnicas na qual uma propriedade física de um material é medida enquanto a amostra é submetida a uma programação de temperatura. Dentre as técnicas termoanalíticas mais utilizadas encontra-se a Análise Térmica Diferencial (DTA), a qual acompanha a variação da entalpia em função da temperatura, detectada pela medida da diferença da temperatura, usando uma amostra inerte como referência ou padrão, através dos quais as transições de interesse podem ser observadas (Lucas *et al.*, 2001).

Como a diferença da temperatura no DTA é uma função da condutividade térmica e da densidade da amostra, a análise não é quantitativa em termos de quantidade de calor envolvido nas variações de temperatura. O registro fornece somente os valores das temperaturas nas quais ocorrem as mudanças na amostra, e se essas transformações são endotérmicas ou exotérmicas, ou ainda se ocorre apenas variação na capacidade calorífica.

No presente trabalho, a análise DTA foi empregada para determinar as temperaturas críticas de transformações reversíveis (martensíticas) e não reversíveis (decomposição a fases estáveis) das ligas de Ti-Nb-3%Al temperadas, variando o teor de nióbio de 15 a 38 %p. Com auxílio do sistema SDT 2960, disponível no LAMAV/CCT/UENF, pôde-se realizar medidas de variação da temperatura numa faixa de temperatura desde ambiente até 800 °C, com a taxa de aquecimento/resfriamento de 10 °C/min em atmosfera protetora de nitrogênio, sendo que a DTA realizada em cada liga foi repetida nas mesmas condições após a primeira corrida.

A análise por Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC) é um método que utiliza fluxo de calor e não apenas a variação da temperatura, como ocorre no DTA. Assim, as áreas sob os picos são proporcionais às variações de entalpia que ocorrem em cada transformação. Utilizou-se as ligas com 15, 22, 32 e 38 % de nióbio, num equipamento tipo TA-INSTRUMENTS modelo DSC-2010, variando a temperatura desde ambiente até 500 °C, com a taxa de aquecimento de 10 °C/min em atmosfera protetora de nitrogênio, sendo que a análise de DSC feita em cada liga foi repetida nas mesmas condições após o resfriamento da amostra referente à primeira corrida.

Contudo, todas as análises metalográficas realizadas nestas ligas, foram efetuadas à temperatura ambiente após sofrerem aquecimento por DTA e DSC

CAPÍTULO 5: RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 – Difração de Raios-X das Ligas Temperadas

5.1.1 – Liga Temperada Ti-15%Nb-3%Al

O difratograma obtido da liga Ti-15%Nb-3%Al temperada está apresentado na Figura 19, evidenciando a presença predominante da fase martensítica α' e, em pouca quantidade, a fase α'' .

A fase martensítica α' possui a mesma rede HC da fase estável α -Ti, que durante o processo de transformação de fase $\beta \rightarrow \alpha$, o equilíbrio termodinâmico não foi alcançado, formando então a fase α' . A fase α' foi determinada pelos picos: $(100)_{\alpha'}$, $(002)_{\alpha'}$, $(101)_{\alpha'}$, $(102)_{\alpha'}$, $(110)_{\alpha'}$, $(201)_{\alpha'}$, $(202)_{\alpha'}$, $(104)_{\alpha'}$.

A rede cristalina da fase α'' , ortorrômbica, sofre uma distorção rômbrica, e foi determinada pelos picos $(021)_{\alpha''}$, $(113)_{\alpha''}$, $(023)_{\alpha''}$, $(221)_{\alpha''}$, $(132)_{\alpha''}$, $(004)_{\alpha''}$.

A Tabela 1, Apêndice A, apresenta os resultados obtidos pela difração de raios-X da liga Ti-15%Nb-3%Al temperada e a identificação das fases presentes.

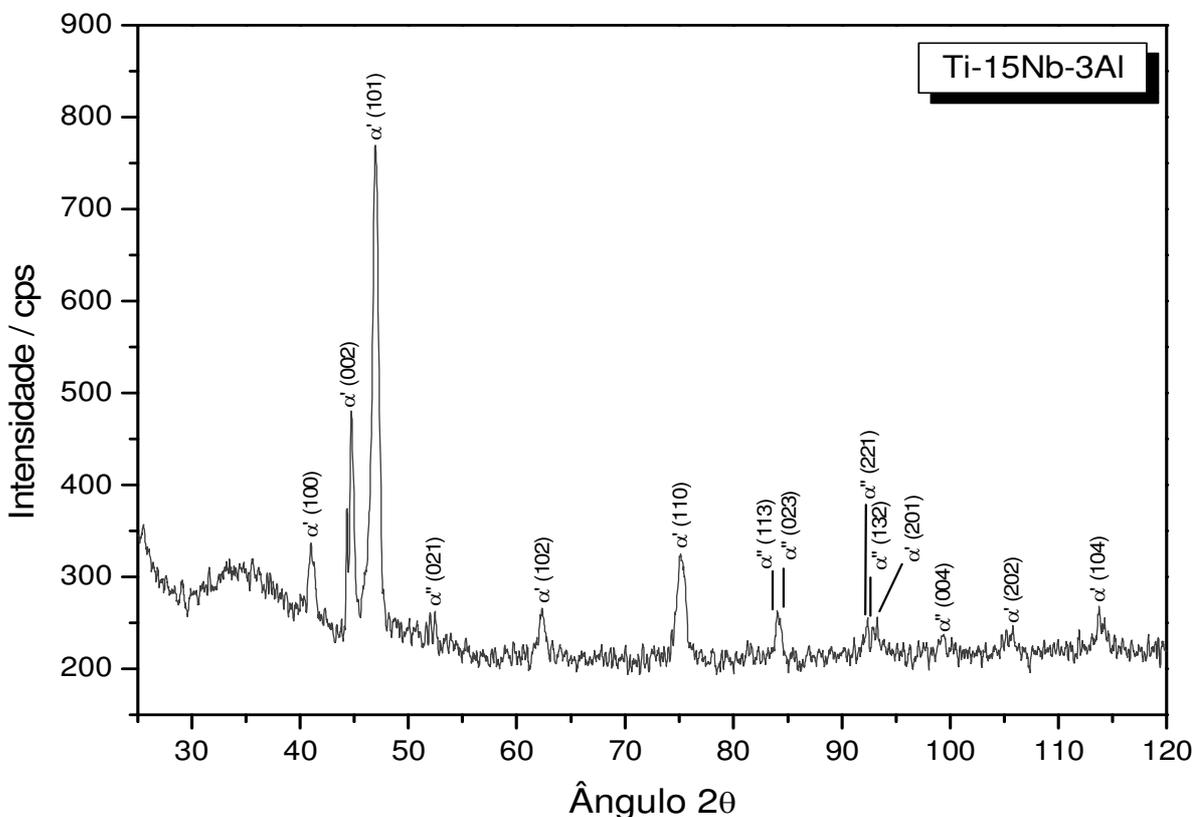


Figura 19 - Difratograma da liga Ti-15%Nb-3%Al temperada.

5.1.2 – Liga Temperada Ti-22%Nb-3%Al

A liga Ti-22%Nb-3%Al temperada é composta por duas fases martensíticas α' e α'' e traços da fase ω (Figura 20), sendo que, a fase α'' aparece em maior quantidade, revelando uma retardação da transformação $\beta \rightarrow \alpha$ devido ao aumento de elemento β -estabilizador, comparando com a liga Ti-15%Nb-3%Al.

A rede cristalina da fase α' , HC, sofre uma distorção rômbrica formando a fase α'' , a qual apresenta uma rede ortorrômbrica determinada pelo desdobramento dos picos da fase α' : $(100)_{\alpha'} \rightarrow (110)_{\alpha''} + (020)_{\alpha''}$, $(110)_{\alpha'} \rightarrow (200)_{\alpha''} + (130)_{\alpha''}$ e $(101)_{\alpha'} \rightarrow (111)_{\alpha''} + (021)_{\alpha''}$. Na Tabela 2, Apêndice A, estão apresentados os resultados obtidos pela difração de raios-X da liga Ti-22%Nb-3%Al temperada e a identificação das fases presentes.

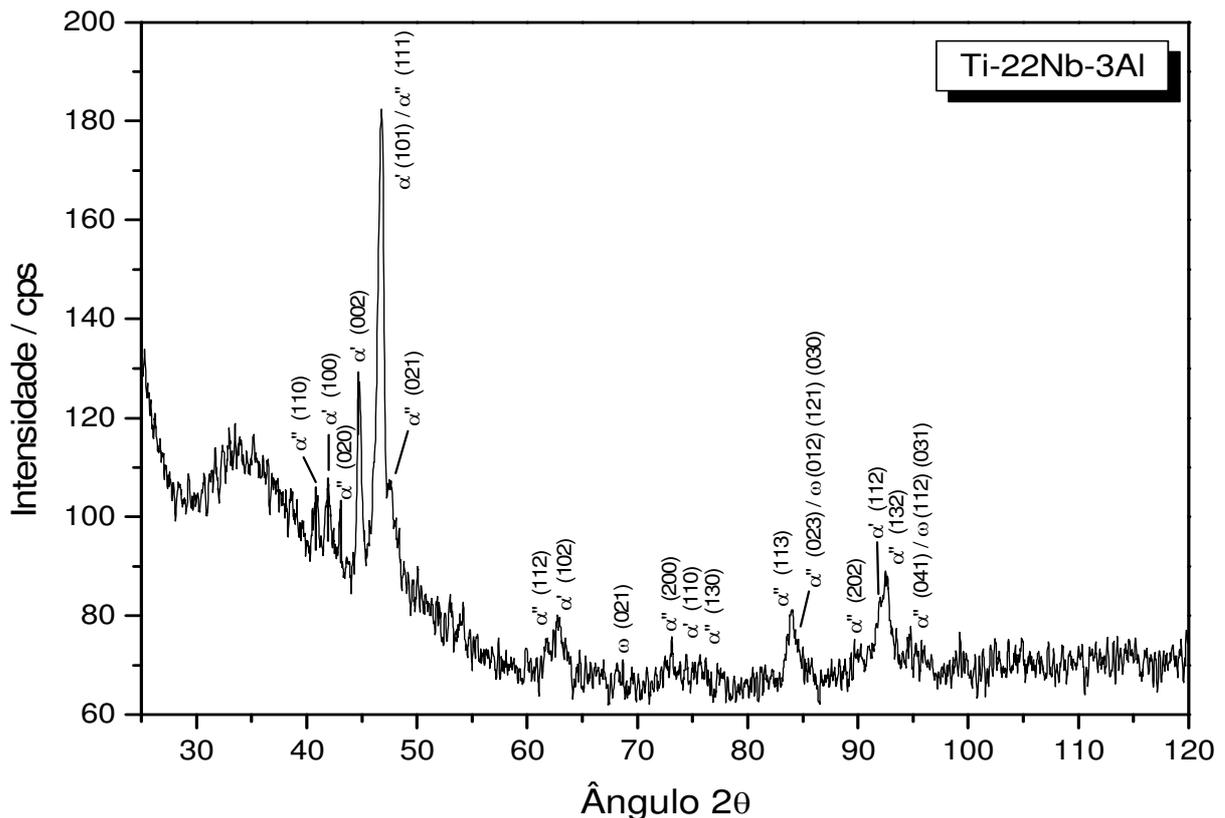


Figura 20 - Difratograma da liga Ti-22%Nb-3%Al temperada.

5.1.3 – Liga Temperada Ti-24%Nb-3%Al

A Tabela 3, Apêndice A, apresenta os resultados obtidos pela difração de raios-X da liga Ti-24%Nb-3%Al temperada e a identificação das fases presentes. O resultado da análise, Figura 21, revelou a presença da fase martensítica α'' com traços das fases α' e ω . A rede cristalina ortorrômbica da fase α'' possui desdobramento dos picos da fase α' : $(103)_{\alpha'} \rightarrow (113)_{\alpha''} + (023)_{\alpha''}$, $(112)_{\alpha'} \rightarrow (221)_{\alpha''}$ e $(201)_{\alpha'} \rightarrow (132)_{\alpha''}$.

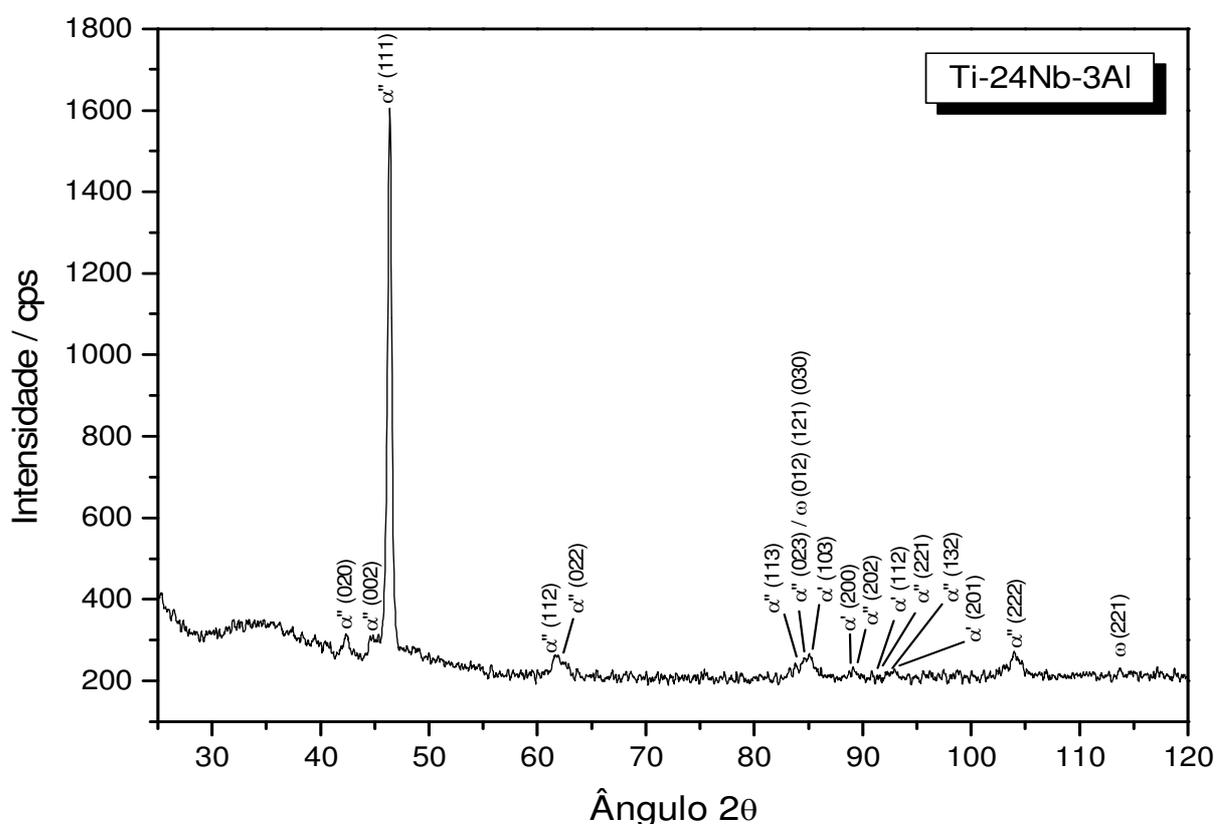


Figura 21 - Difratograma da liga Ti-24%Nb-3%Al temperada.

5.1.4 – Liga Temperada Ti-26%Nb-3%Al

A análise do difratograma da liga Ti-26%Nb-3%Al temperada (Figura 22) revelou principalmente a fase martensítica α'' , com maior distorção rômbrica, e traços de fase metaestável β , determinada pelos picos $(211)_{\beta}$, $(220)_{\beta}$ e $(310)_{\beta}$ e uma pequena fração das fases α' e ω .

A Tabela 4, Apêndice A, apresenta os resultados obtidos pela difração de raios-X da liga Ti-26%Nb-3%Al temperada e a identificação das fases presentes. A fase martensítica α'' foi identificada através de seus picos $(110)_{\alpha''}$, $(020)_{\alpha''}$, $(002)_{\alpha''}$, $(111)_{\alpha''}$, $(021)_{\alpha''}$, $(112)_{\alpha''}$, $(022)_{\alpha''}$, $(130)_{\alpha''}$, $(131)_{\alpha''}$, $(113)_{\alpha''}$, $(132)_{\alpha''}$, $(221)_{\alpha''}$, $(222)_{\alpha''}$. Os picos da fase ω foram determinados: $(001)_{\omega}$ e $(002)_{\omega}$.

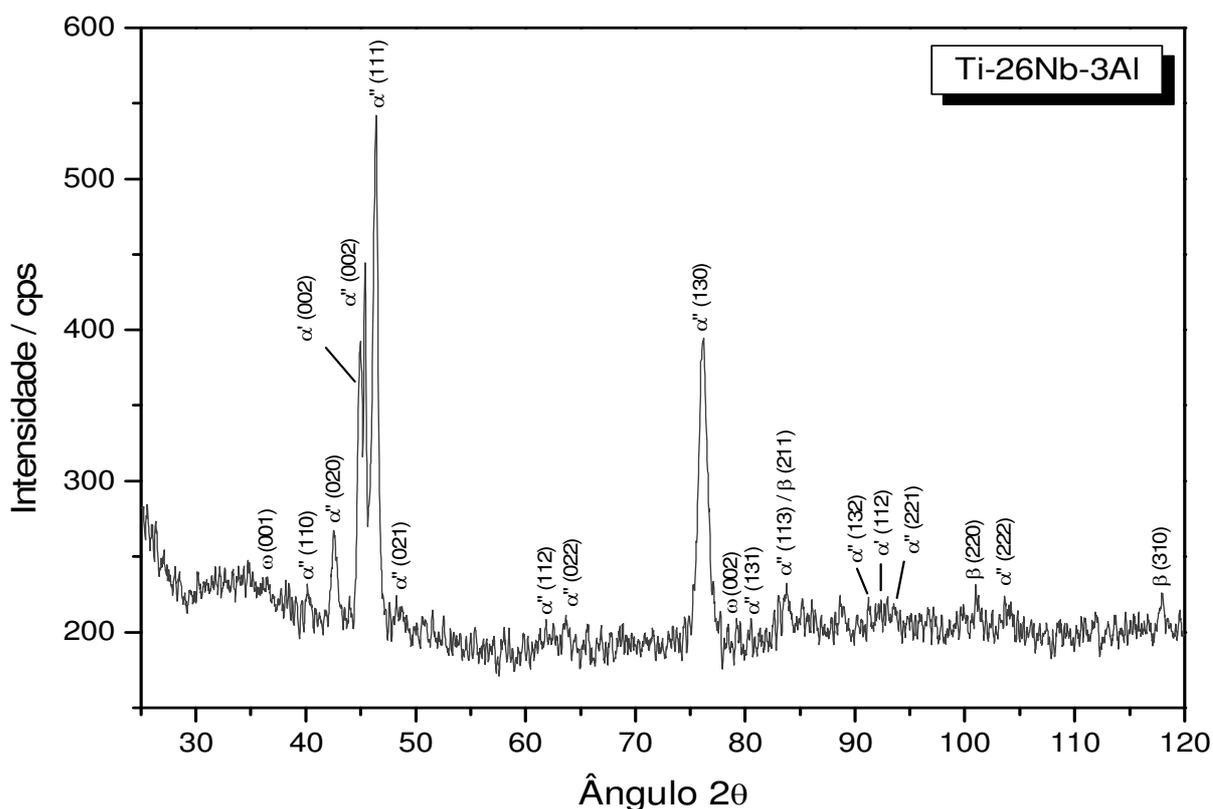


Figura 22 - Difratograma da liga Ti-26%Nb-3%Al temperada.

5.1.5 – Liga Temperada Ti-32%Nb-3%Al

A análise do difratograma da liga Ti-32%Nb-3%Al temperada (Figura 23) revelou principalmente a fase martensítica α'' , determinada pelos picos $(020)_{\alpha''}$, $(002)_{\alpha''}$, $(111)_{\alpha''}$, $(130)_{\alpha''}$, $(004)_{\alpha''}$, $(222)_{\alpha''}$, e traços da fase metaestável β , determinada pelos picos $(200)_{\beta}$, $(211)_{\beta}$ e $(310)_{\beta}$ e uma pequena fração da fase martensítica α' , determinada pelos picos $(110)_{\alpha'}$ e $(201)_{\alpha'}$. Com o aumento de elemento β -estabilizador faz com que a rede ortorrômbica da fase α'' fique saturada e se transforme para a rede CCC da fase β metaestável. A Tabela 5, Apêndice A,

apresenta os resultados obtidos pela difração de raios-X da liga Ti-32%Nb-3%Al temperada e a identificação das fases presentes.

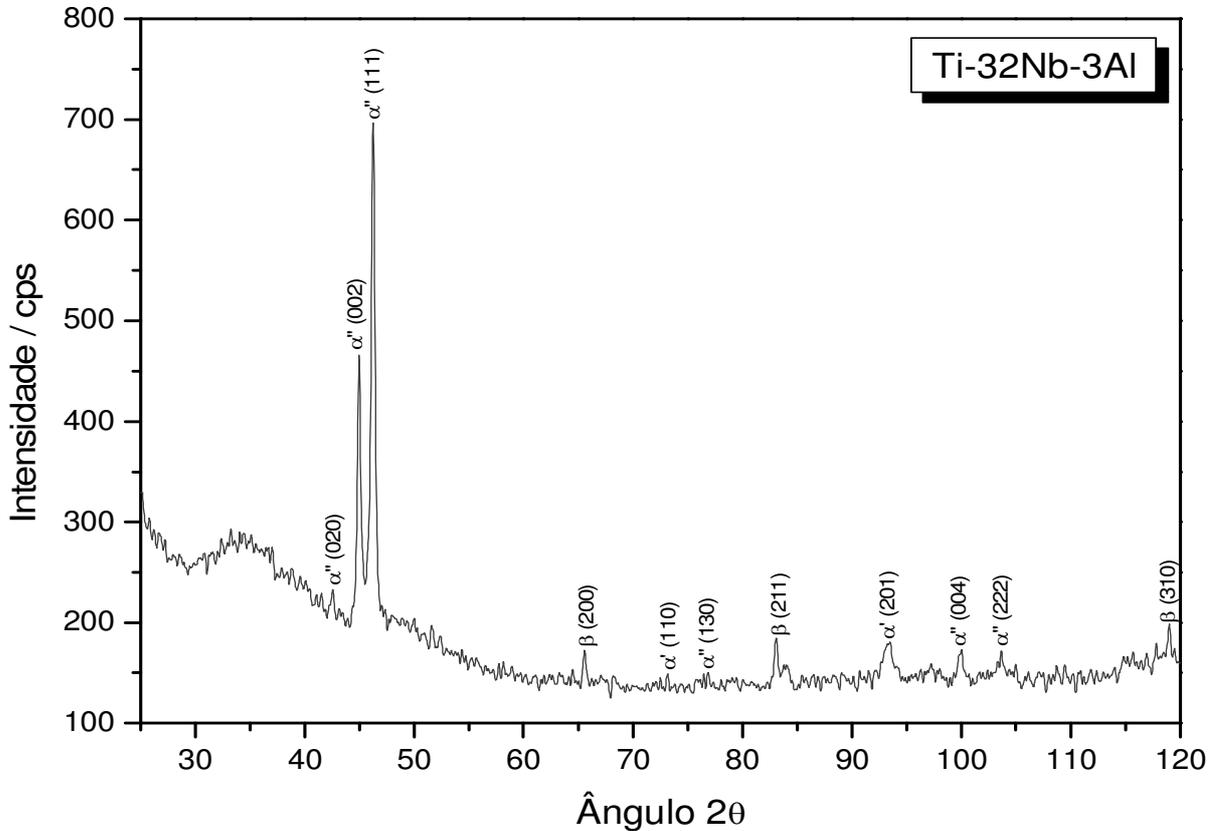


Figura 23 - Difratoograma da liga Ti-32%Nb-3%Al temperada.

5.1.6 – Liga Temperada Ti-38%Nb-3%Al

A Tabela 6, Apêndice A, apresenta os resultados obtidos pela difração de raios-X da liga Ti-38%Nb-3%Al temperada e a identificação das fases presentes. O resultado do difratograma, Figura 24, revelou a presença da fase β metaestável. A rede ortorrômbica da fase α'' (002) $_{\alpha''}$ e (113) $_{\alpha''}$ ($d=2,333$ e $d=1,334$), respectivamente, sofreu leve distorção para os planos presentes da fase β metaestável: (110) $_{\beta}$ e (211) $_{\beta}$.

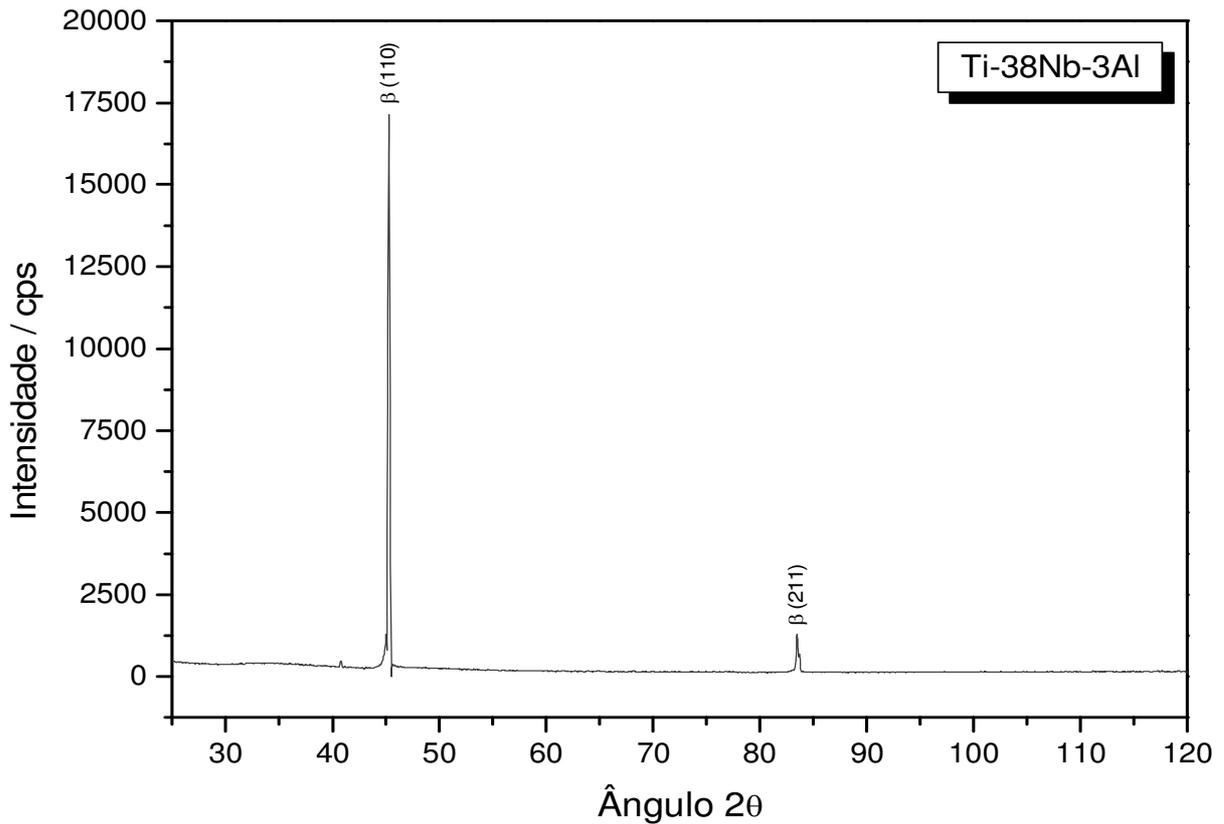


Figura 24 - Difratoograma da liga Ti-38%Nb-3%Al temperada.

Nas ligas analisadas por difração de raios-X, verificou-se um desdobramento do pico $(101)_{\alpha'}$ \rightarrow $(111)_{\alpha''}$ + $(021)_{\alpha''}$, entre 40° e 50°, parecidos com os apresentados por Fedotov na Figura 10 (Fedotov *et al.*, 1982a). Esses desdobramentos são mostrados na Figura 25, em maiores detalhes, revelando como o teor de nióbio interfere na transformação da fase $\beta \rightarrow \alpha$. Há certa coerência da fase α'' quando seu valor de distância interplanar (d) e ângulo 2θ ficam próximos da fase β , podendo ser observado nas ligas com 15, 22, 24, 26 e 32 % de Nb.

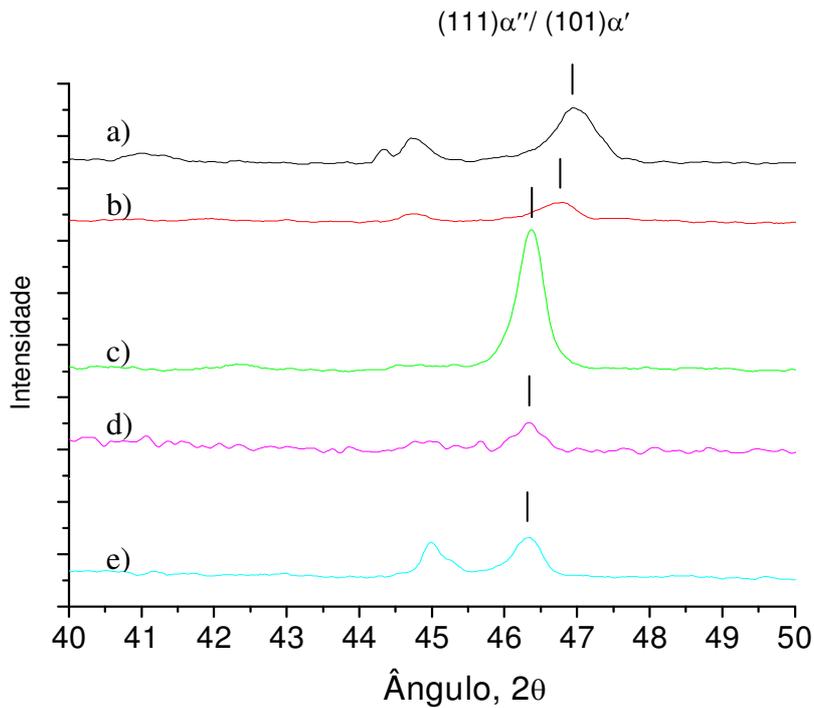


Figura 25 – Difratomogramas obtidos das ligas temperadas Ti-Nb-3%Al onde o teor de Nb varia: (a) 15, (b) 22, (c) 24, (d) 26 e (e) 32% de Nb em peso.

Nas ligas temperadas analisadas, a martensítica da fase α' possui rede HC, contendo pouco elemento β -estabilizador. À medida que a quantidade de nióbio aumenta, a rede HC da fase α' , torna-se cada vez mais saturada de elemento β -estabilizador, não conseguindo manter os elementos em sua rede, passando a sofrer uma distorção rômbrica, formando a rede ortorrômbrica, o que implica a substituição da fase α' para a fase α'' e retardando a transformação $\beta \rightarrow \alpha$. Pode-se observar ainda com aumento contínuo de elemento β -estabilizador, que a rede ortorrômbrica da fase α'' se torna saturada e se transforma em uma rede CCC da fase β metaestável. A fase ω apresenta-se como decomposição da fase β metaestável que possa ocorrer na transformação de fase $\beta \rightarrow \alpha$, possuindo estrutura HC complexa, revelando-se apenas por difração de raios-X.

Na Tabela 5 estão apresentadas as distâncias interplanares $(101)\alpha'/(111)\alpha''$ determinadas para as fases martensíticas presentes nas ligas temperadas Ti-Nb-3%Al, enquanto que a Figura 26 representa as mesmas distâncias interplanares em função do teor de Nb na liga. Pode ser observada uma alteração na grandeza de distâncias interplanares $(101)\alpha'/(111)\alpha''$ nas ligas temperadas Ti-Nb-3%Al, à medida que aumenta o teor de Nb, quando a fase martensita α' HC sofre uma distorção

rômbica, transformando-se na martensita α'' ortorrômbica. As alterações na estrutura martensítica são mais notáveis na faixa de concentração de 15 a 24% de Nb, devido a instabilidade das fases durante o processo de transformação $\beta \rightarrow \alpha$ e, para as ligas com maior teor de Nb, as modificações na estrutura são mais discretas provavelmente pela estabilidade durante a formação da fase β .

Tabela 5 - Distância interplanar $(101)\alpha'/(111)\alpha''$ das ligas temperadas Ti-Nb-3%Al

Liga	2θ (graus)	d (Å)	HKL	Fase
Ti-15Nb-3Al	46,930	2,24643	(101)	α'
Ti-22Nb-3Al	46,750	2,25459	(101)/(111)	α'/α''
Ti-24Nb-3Al	46,360	2,27250	(111)	α''
Ti-26Nb-3Al	46,240	2,27807	(111)	α''
Ti-32Nb-3Al	46,240	2,27807	(111)	α''

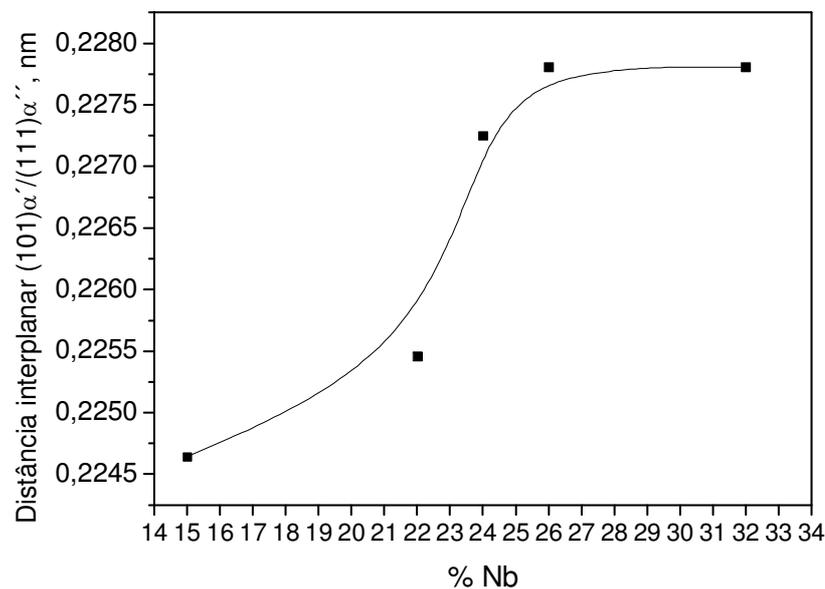


Figura 26 - Distâncias interplanares $(101)\alpha'/(111)\alpha''$ determinadas nas ligas temperadas Ti-Nb-3%Al.

Na Figura 27 pode-se observar, no intervalo de 70 a 110° nas ligas estudadas, o desdobramento dos picos à medida que a concentração de Nb é aumentada. Os desdobramentos ocorridos nas ligas foram: $(110)_{\alpha'} \rightarrow (200)_{\alpha''} +$

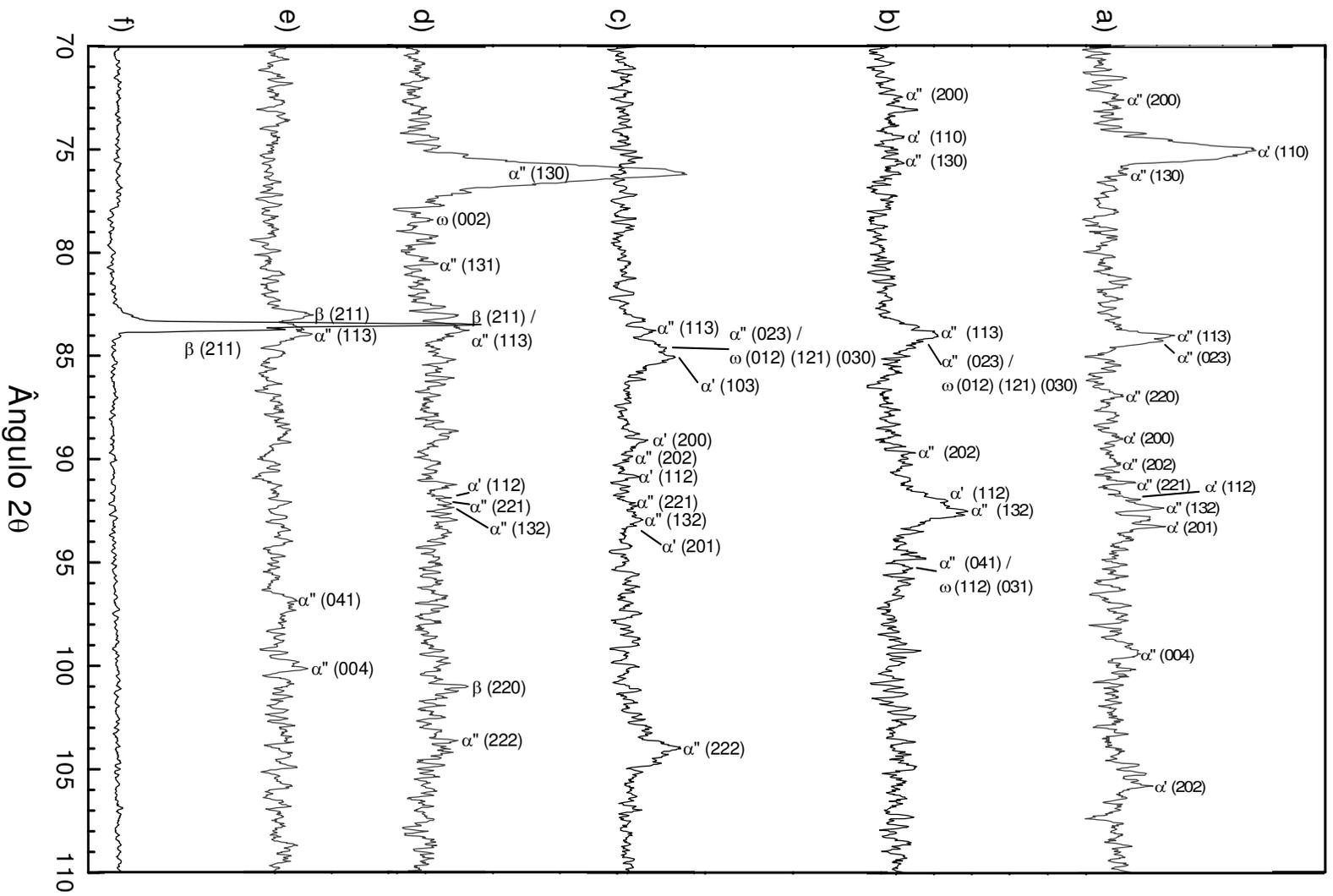
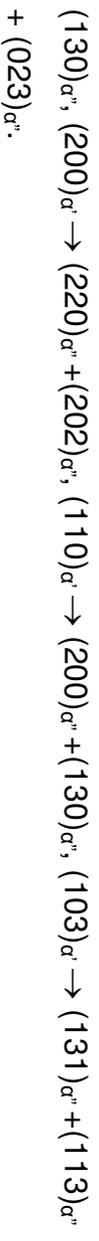


Figura 27 – Análise das ligas de titânio com (a) 15, (b) 22, (c) 24, (d) 26, (e) 32 e (f) 38 % de nióbio, no intervalo de 70 a 110°.

5.2 – Microscopia Ótica das Ligas Temperadas

5.2.1 – Liga Temperada Ti-15%Nb-3%Al

As micrografias da Figura 28 representam a morfologia da liga, apresentando fases metaestáveis martensíticas para quantidades limitadas de β -estabilizadores. O aspecto microscópico da liga temperada Ti-15%Nb-3%Al, Figura 28, revela contornos dos grãos da fase β transformada para a fase metaestável α' , tendo a morfologia no interior destes tipicamente martensítica.

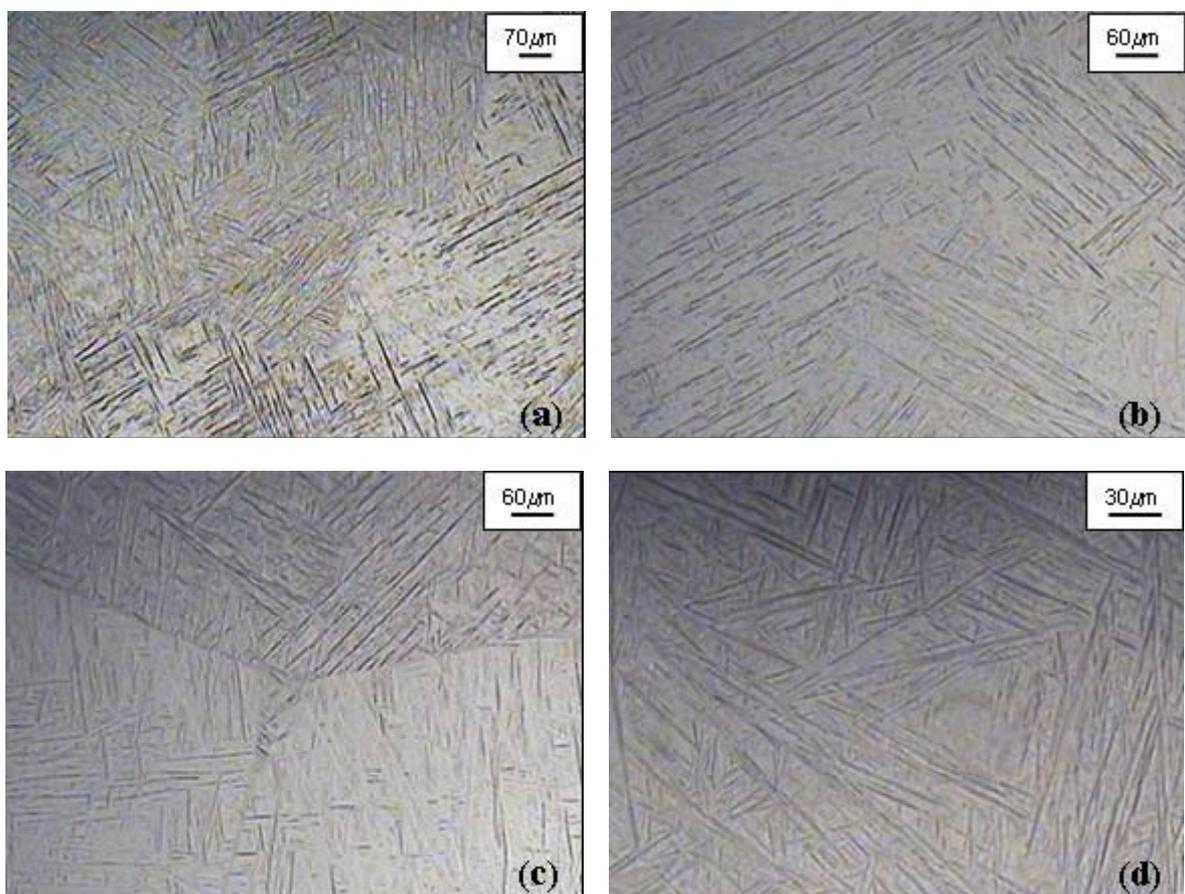


Figura 28 – Microestrutura da liga Ti-15%Nb-3%Al temperada observada no campo claro. Ampliação: (a) 80x, (b,c) 125x, (d) 400x.

A fase α' e uma pequena fração da α'' foi identificada por difração de raios-X, sendo a fase α' observada com facilidade pela microscopia ótica. Isto se deve ao processo de transformação martensítica $\beta(\text{CCC}) \rightarrow \alpha(\text{HC})$, o que pode ser verificado pelas linhas de deslizamento entrelaçadas em ângulos de 0° , 30° , 60° e 90° , (Figura

28 a, b, c), como foi observado por Collings (1984). O relevo de agulhas martensíticas entrelaçadas são visualizadas com detalhes na micrografia da Figura 28 (d).

O relevo da fase martensítica α' , presente nesta liga com 15 % de Nb, está de acordo com os trabalhos de Matlakhova *et al.* (1996, 2005); Lee *et al.* (2002); Donachie Junior (2000) e Mello *et al.* (2004), sendo possível concluir que pela microscopia ótica é constituída apenas da fase martensítica metaestável α' .

5.2.2 – Liga Temperada Ti-22%Nb-3%Al

A liga temperada Ti-22%Nb-3%Al apresentou pelas análises de difração de raios-X uma estrutura composta pelas fases martensíticas α' e α'' . As fases martensíticas presentes na estrutura da amostra exibiram-se com morfologias diferentes, aparentando martensita mais grossa e mais fina, Figura 29 (b, c, d). Isso pode ser atribuído às duas fases martensíticas: α' e α'' , respectivamente, como ocorre no mesmo sistema com menor teor de alumínio (Matlakhova *et al.*, 1996, 2005). Segundo Lee *et al.* (2002), em algumas ligas do sistema Ti-Nb, a fase martensítica α'' é morfologicamente similar à fase α' , pela fase α'' ser uma agulha muito fina e quando essas agulhas se agrupam paralelamente se assemelham à fase α' , que se apresenta mais volumosa, dificultando a diferenciação das duas fases nas ligas. Essa fase α'' , segundo Qazi *et al.* (2003), tem uma morfologia de linhas de deslizamento agrupadas em faixas que supõe ser volumosa.

Nesta liga, os grãos equiaxiais da fase β transformada apresentam morfologia de agulhas martensíticas, onde as linhas de deslizamento podem ser paralelas ou entrelaçadas, dependendo da posição espacial do cristalito, Figura 29 (a, b). A interface entre os grãos é predominantemente incoerente, como está mostrado em maiores detalhes na Figura 29 (b).

No aspecto óptico, a liga Ti-22%Nb-3%Al, possui uma microestrutura bifásica, constituída de grãos com fase martensítica metaestável α' e α'' , sendo comprovado pela análise de raios-X e está de acordo com a literatura (Matlakhova *et al.*, 1996, 2005; Lee *et al.*, 2002; Donachie Junior, 2000; Mello *et al.*, 2004).

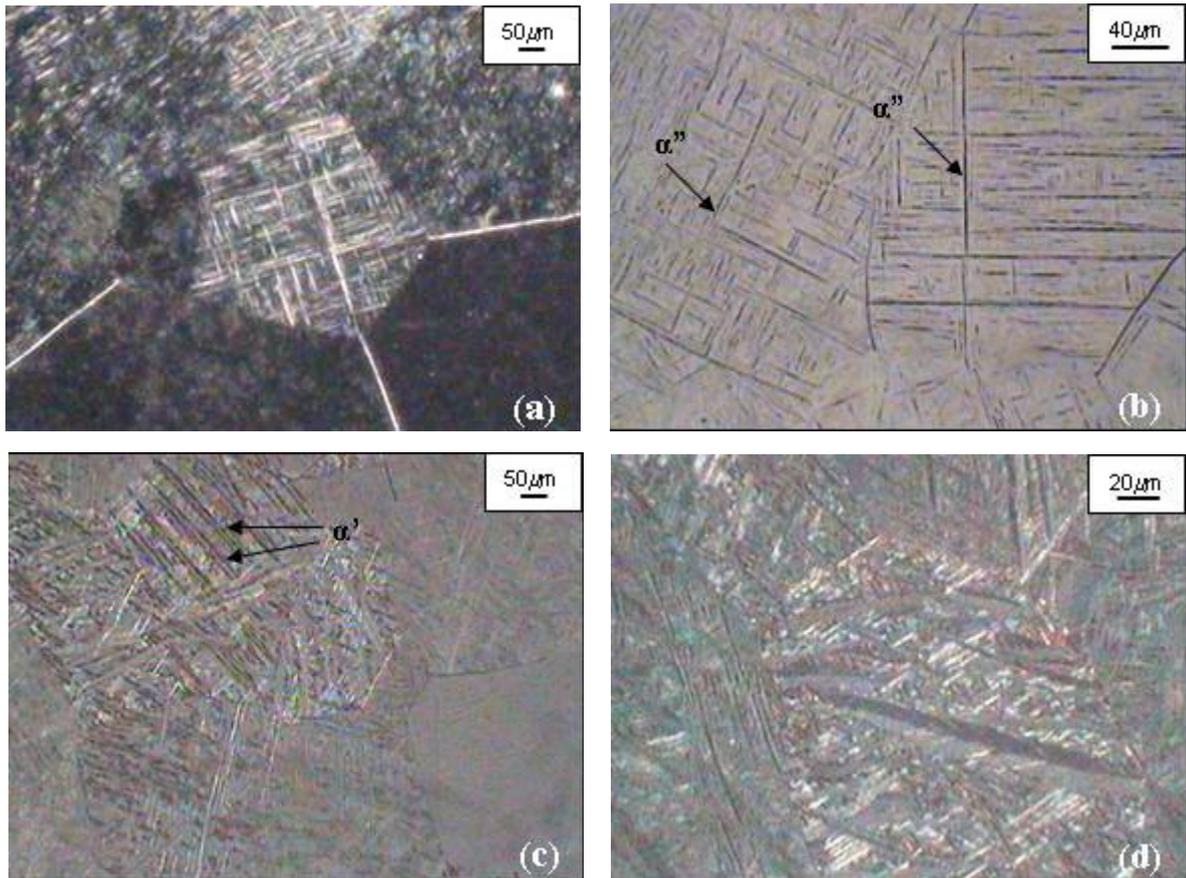


Figura 29 – Microestrutura da liga Ti-22%Nb-3%Al temperada observada no campo escuro (a), campo claro (b), luz polarizada (c, d). Ampliação: (a,c) 200x, (b) 320x, (d) 500x.

5.2.3 – Liga Temperada Ti-24%Nb-3%Al

A estrutura da liga Ti-24%Nb-3%Al, Figura 30, mostra-se muito parecida com a estrutura das ligas com 15 % e 22 % de Nb. Nessa composição, com 24 % de Nb, a estrutura é constituída de fase martensítica α'' e α' , em menor quantidade, sendo detectada pela análise de raios-X. De acordo com a análise de difração de raios-X, as ligas com 15 % e 22 % de Nb são diferentes da liga de 24 % de Nb devido à maior presença da fase martensítica α' .

O aspecto morfológico da liga com 24 % de nióbio é apresentado na Figura 30 (c, d), onde a fase α'' se mostra de forma volumosa, devido ao agrupamento em faixas das linhas de deslizamento. Em alguns grãos a morfologia martensítica mostra-se muito fina e aparentando uma estrutura em xadrez com agulhas

martensíticas curtas e compridas ou agulhas curtas em paralelo, o que pode ser observado em maiores detalhes na Figura 30 (a, b).

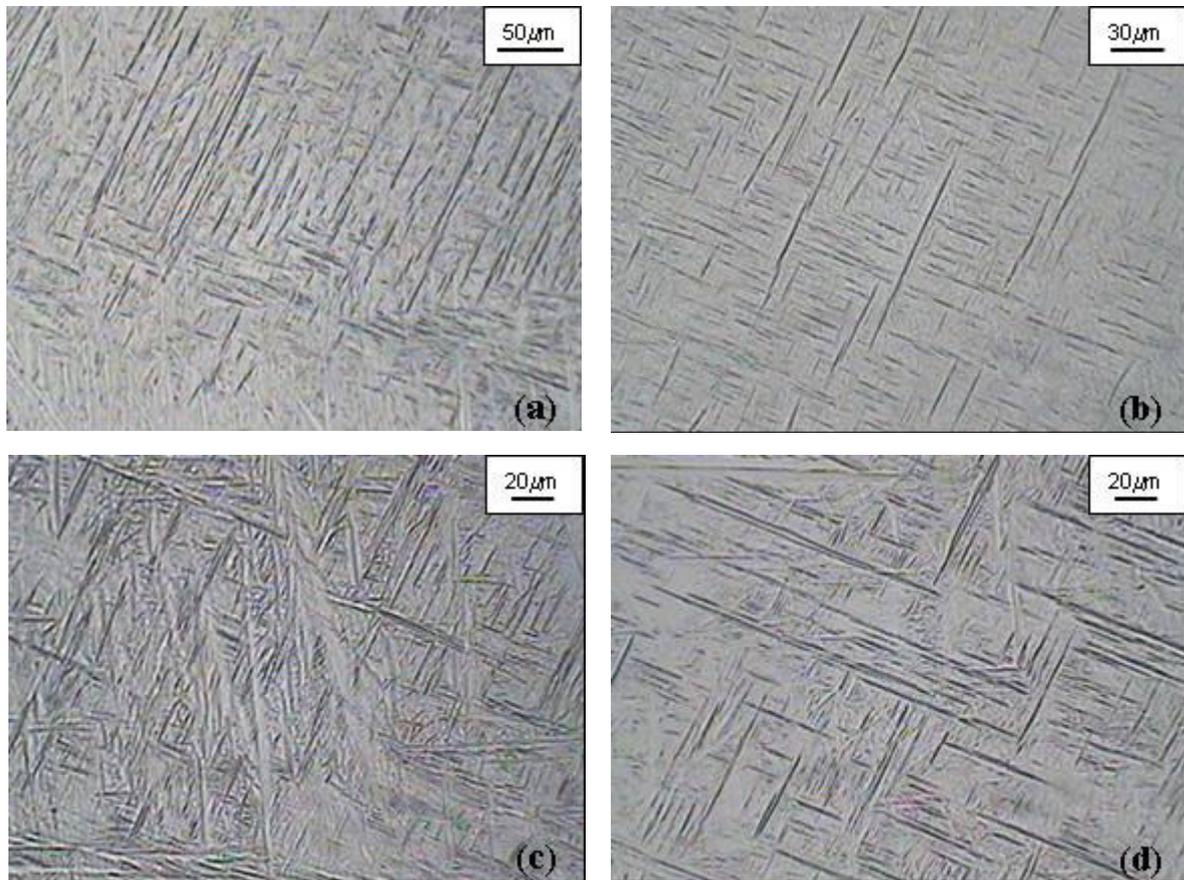


Figura 30 – Microestrutura da liga Ti-24%Nb-3%Al temperada observada no campo claro. Ampliação: (a) 200x, (b) 400x, (c, d) 500x.

5.2.4 – Liga Temperada Ti-26%Nb-3%Al

A estrutura da liga Ti-26%Nb-3%Al temperada, apresentada pela Figura 31, mostrou-se diferente às ligas anteriores, contendo os grãos equiaxiais com morfologias martensíticas distintas atribuídas à fase α'' , uma vez que as análises de difração de raios-X revelaram a presença desta fase em grande proporção enquanto que as fases α' e β metaestável tiveram uma participação pequena.

A interface entre os grãos revelou-se predominantemente incoerente, Figura 31 (a, d), contendo algumas regiões com interface semicoerente, Figura 31 (c). A

morfologia martensítica mostrou-se bastante variável, apresentando agulhas finas em V, linhas de deslizamento paralelas e entrelaçadas, Figura 31 (a, b, c, d).

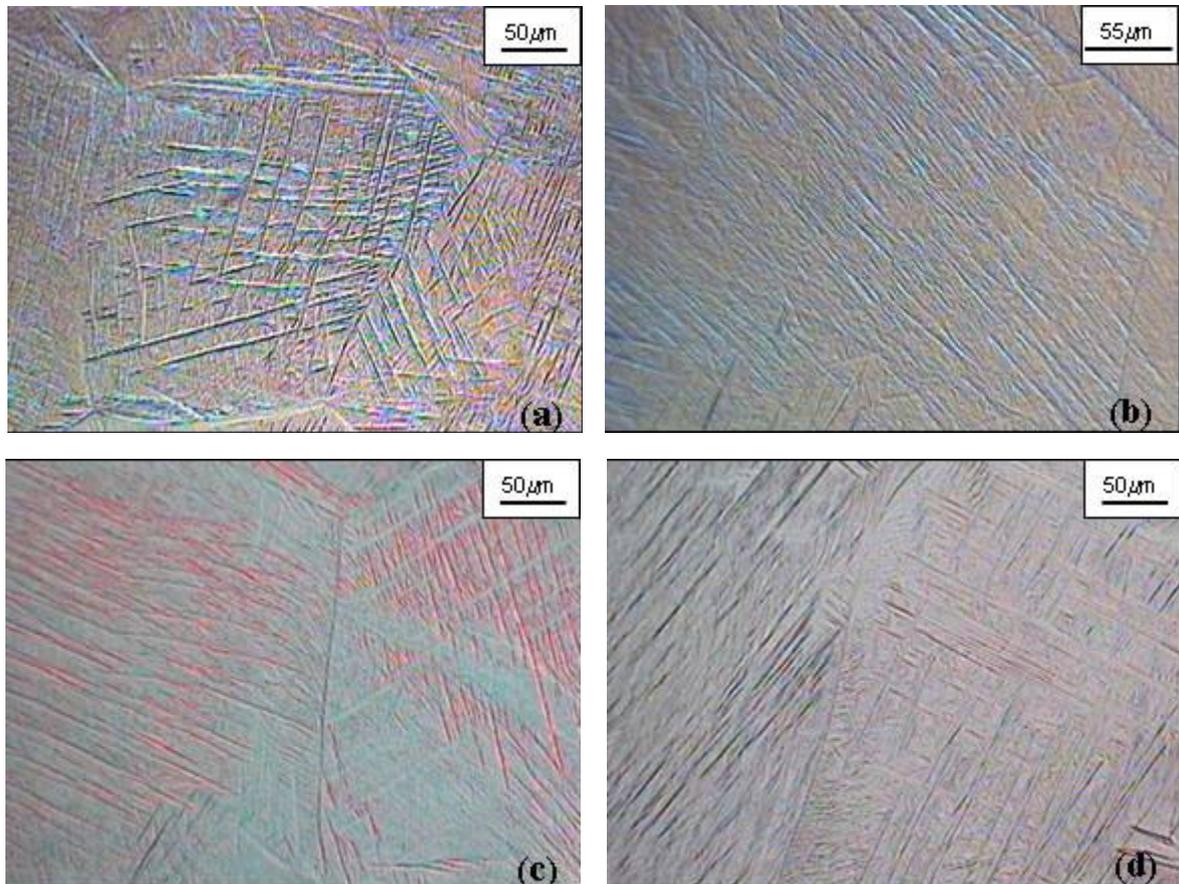


Figura 31 – Microestrutura da liga Ti-26%Nb-3%Al temperada observada em interferência diferencial. Ampliação: (a, c, d) 200x, (b) 250x.

5.2.5 – Liga Temperada Ti-32%Nb-3%Al

A liga temperada com 32 % de Nb é constituída de grãos quase equiaxiais da fase β transformada para a fase martensítica metaestável α'' , apresentando agulhas martensíticas finas que estão paralelas ou entrelaçadas no seu interior, Figura 32 (b). Nesta composição, a participação da fase β é superior às ligas anteriormente apresentadas.

A fase α'' acompanhada por uma pequena fração da fase β metaestável também foi identificada por difração de raios-X. Nesta liga, observou-se uma morfologia em forma de “tranças”, o que pode ser atribuído ao processo de

acomodação da fase α'' na transformação martensítica a partir da fase β , Figura 32 (a). A interface entre os grãos mostra-se predominantemente incoerente, e a estrutura apresenta uma variedade de morfologias martensíticas para a mesma fase, α'' , Figura 32 (a, b, c, d). Observa-se ainda na Figura 32 (c, d) que a interface entre os grãos são semicoerente e apresentam possivelmente deformação por processo de maclação nos contornos de grão.

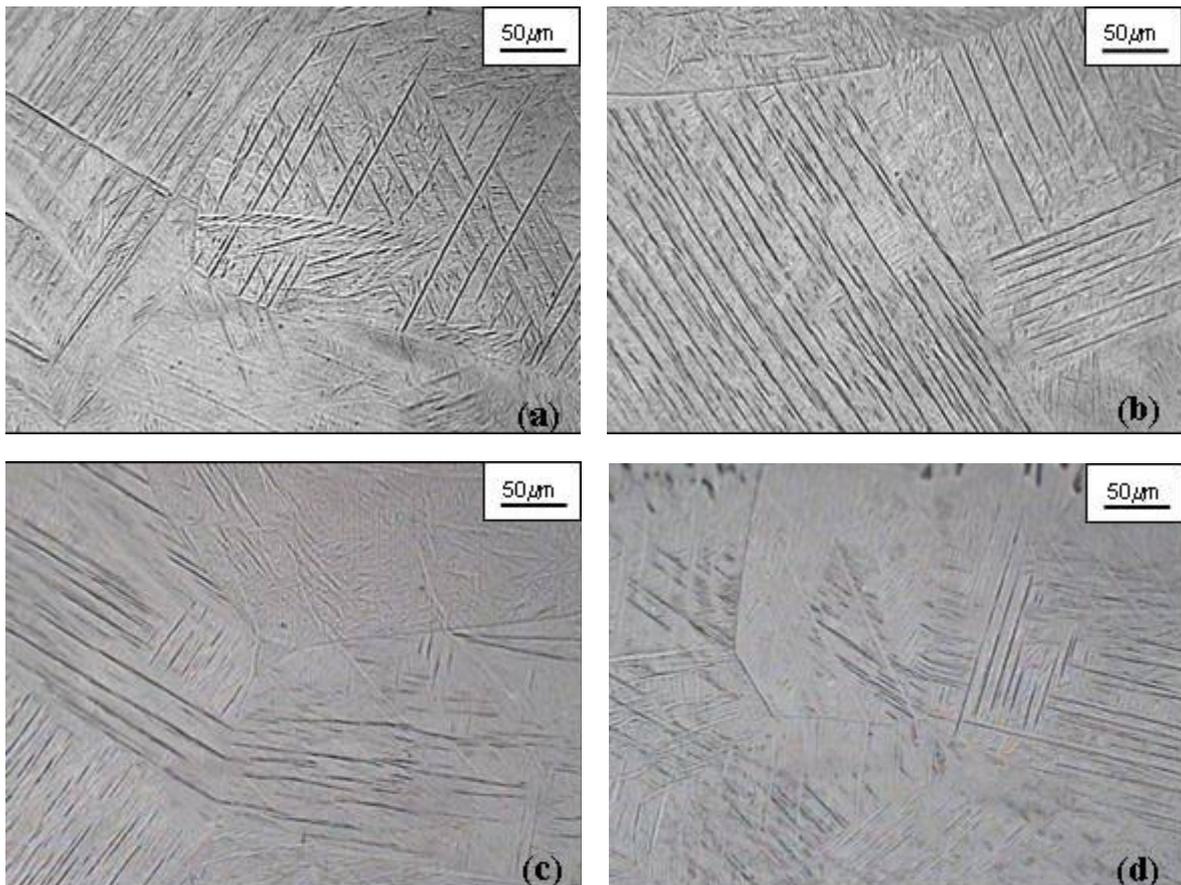


Figura 32 – Microestrutura da liga Ti-32%Nb-3%Al temperada observada em luz polarizada e ampliação de 200x.

5.2.6 – Liga Temperada Ti-38%Nb-3%Al

Na liga temperada com 38 % de Nb, está presente somente a fase β metaestável, manifestando-se na forma de grãos aproximadamente equiaxiais e livres de agulhas martensíticas metaestáveis, Figura 33, comprovado pela análise de difração de raios-X. Verificou-se que as alterações na estrutura das ligas ocorrem no

sentido $\alpha' \rightarrow \alpha''+(\beta) \rightarrow \beta$ metaestável, por razão de adição de Nb como β -estabilizador.

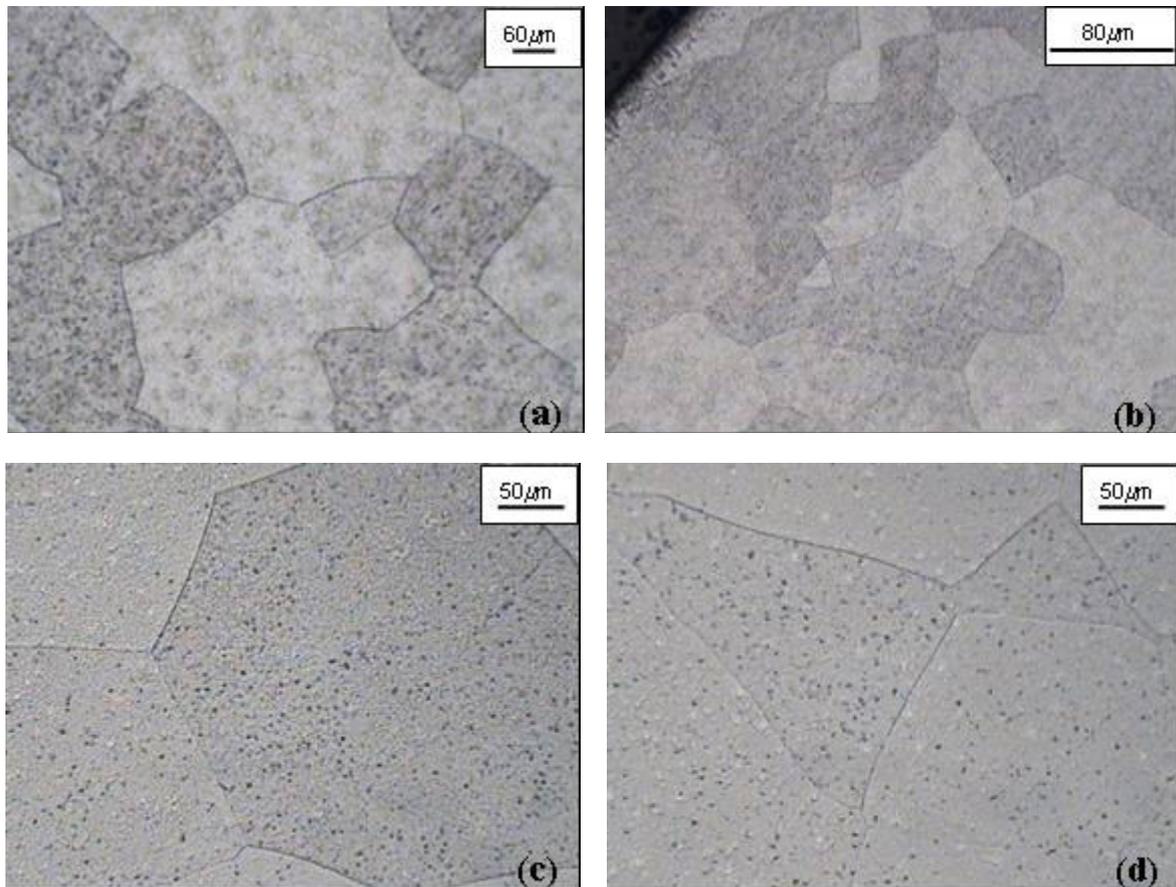


Figura 33 – Microestrutura da liga Ti-38%Nb-3%Al temperada observada em campo claro. Ampliação: (a) 125x, (b) 50x, (c, d) 200x.

A formação da fase martensita α'' se deve a distorção rômbrica da martensítica α' , que possui malha HC, para ligas com teores de nióbio acima de 22 % até 26 %. À medida que o teor de Nb é elevado, a fase α' é substituída por martensita de estrutura ortorrômbrica, denominada de α'' , resultado da transição da estrutura CCC da fase β para a estrutura HC da martensita α' . Quando a transição $\beta \rightarrow \alpha$ ocorre em ligas com teores de nióbio superiores a 32 % de Nb, o aparecimento da fase α'' , retarda a transformação para a fase β metaestável, sendo esta fase metaestável detectada somente através da difração de raios-X e, então, quando o teor de nióbio começa a aumentar, a rede cristalina (ortorrômbrica) se torna cada vez mais saturada, não suportando mais a presença de elemento β -estabilizador, que então

sofre uma transformação alotrópica, originando a rede CCC da fase β metaestável. Para teores acima de 38% de Nb, observou-se a fase β metaestável na microscopia ótica em forma de grãos com a ausência de agulhas martensitas em seu interior.

Verificou-se que ocorreu alteração na morfologia das ligas de Ti-15%Nb-3%Al e Ti-22%Nb-3%Al devido à modificação da composição de nióbio como estabilizador da fase β de titânio, na presença de 3 % de alumínio. Esta alteração na morfologia das ligas ocorre devido à transformação de fases $\beta \rightarrow \alpha$, enquanto aumenta-se a concentração do elemento β -estabilizador. As ligas com 26, 32 e 38 % de nióbio apresentaram estruturas bastante diferentes quando se trata do teor de Nb.

5.3 – Microscopia Eletrônica de Varredura das Ligas Temperadas

5.3.1 – Liga Temperada Ti-15%Nb-3%Al

Na Figura 34 estão apresentadas as micrografias obtidas por MEV que mostram o contraste topográfico, por elétrons secundários (SE), e o contraste de composição, por elétrons retroespalhados (BSE), da liga temperada com 15% de Nb.

Pela Figura 34 (a, b), foi observada em maiores detalhes a estrutura martensítica α' por SE, sendo que morfologicamente as agulhas apresentam-se grossas. Na Figura 34 (c, d), a análise foi realizada por BSE a qual comprovou a homogeneidade da liga.

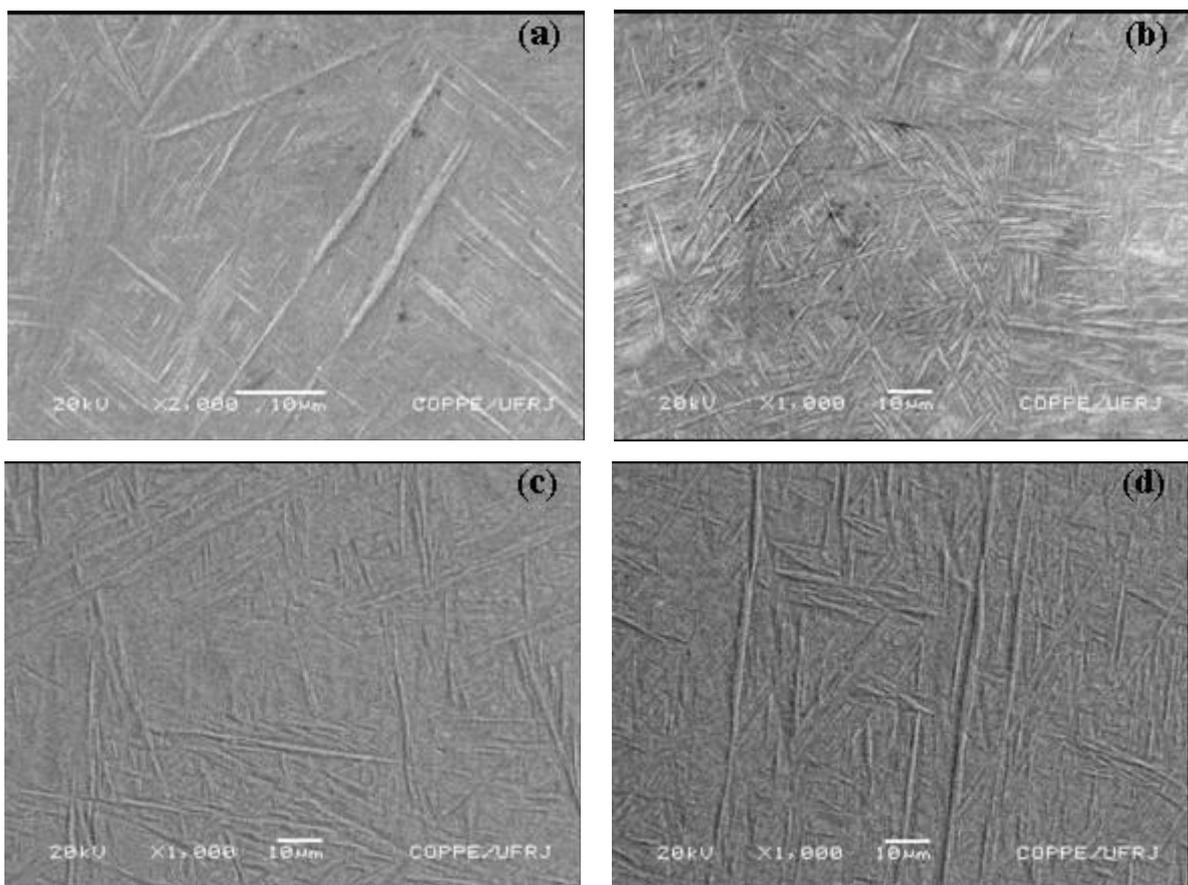


Figura 34 – Microestrutura da liga Ti-15%Nb-3%Al temperada observada com: (a, b) elétrons secundários e (c, d) elétrons retroespalhados. Ampliação: (a) 2000x e (b, c, d) 1000x.

5.3.2 – Liga Temperada Ti-22%Nb-3%Al

A liga temperada Ti-22%Nb-3%Al, possui estrutura composta por fases martensíticas α' e α'' , foi analisada por SE e BSE. As análises realizadas por MEV estão ilustradas na Figura 35 (a, b), apresentando uma estrutura martensítica de α' e α'' , com lamelas martensíticas intersectadas. É possível identificar, Figura 35 (b, c), um contorno de grão, aparentando uma forma de “trança”. Este fenômeno não foi notado na liga Ti-15%Nb-3%Al, com a estrutura principal de α' .

Na Figura 35 (c, d), a análise foi realizada por BSE a qual comprovou a homogeneidade da liga.

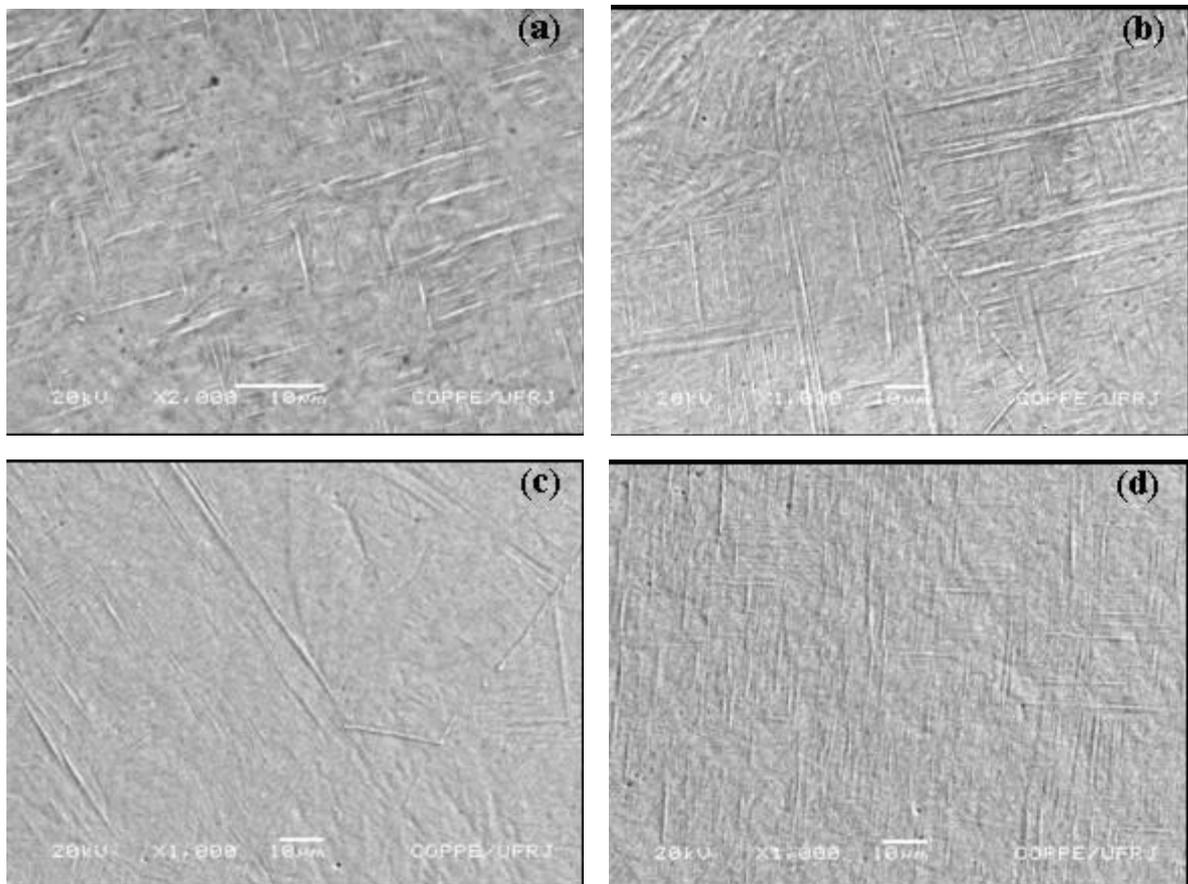


Figura 35 – Microestrutura da liga Ti-22%Nb-3%Al temperada observada com: (a, b) elétrons secundários e (c, d) elétrons retroespalhados. Ampliação: (a) 2000x e (b, c, d) 1000x.

5.3.3 – Liga Temperada Ti-24%Nb-3%Al

A Figura 36 (a, b) mostra as micrografias obtidas por MEV feitas por SE na liga temperada com 24 % de Nb. Observou-se uma estrutura martensítica de α' e α'' , com lamelas paralelas ou entrelaçadas, ou cruzadas em V. Pela Figura 36 (c, d), pôde-se comprovar a homogeneidade da liga após análise por BSE. Nota-se na Figura 36 (d) um contorno de grão em maior detalhe contendo em seu interior as fases martensíticas.

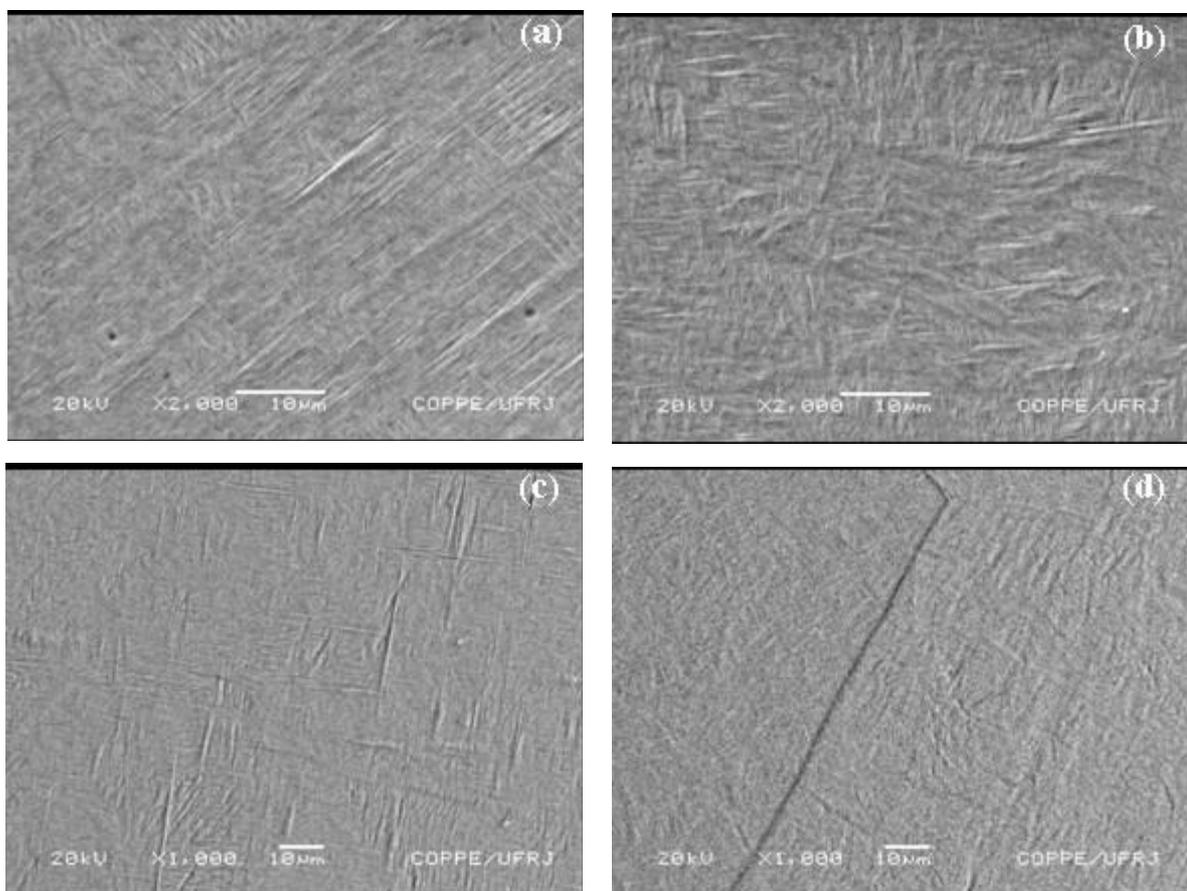


Figura 36 – Microestrutura da liga Ti-24%Nb-3%Al temperada observada com: (a, b) elétrons secundários e (c, d) elétrons retroespalhados. Ampliação: (a, b) 2000x e (c, d) 1000x.

5.3.4 – Liga Temperada Ti-26%Nb-3%Al

As micrografias da liga temperada com 26 % de Nb, Figura 37, obtidas por SE e BSE, apresentaram nas análises os grãos de fase β transformada com contornos incoerentes, contendo no interior a martensita α'' . As micrografias mostram morfologias da fase martensítica α'' em forma de xadrez, Figura 37 (a) ou em forma de agulhas finas e outras mais grossas que formam a letra “N”, Figura 37 (b). Nesta liga, a fase martensítica α'' , com a rede ortorrômbica, sofre uma maior distorção rômica devido à presença de elemento β -estabilizador em maior quantidade, que dificulta a transformação de fase $\beta \rightarrow \alpha$, no resfriamento. Na Figura 37 (c, d), a análise foi realizada por BSE a qual comprovou a homogeneidade da liga.

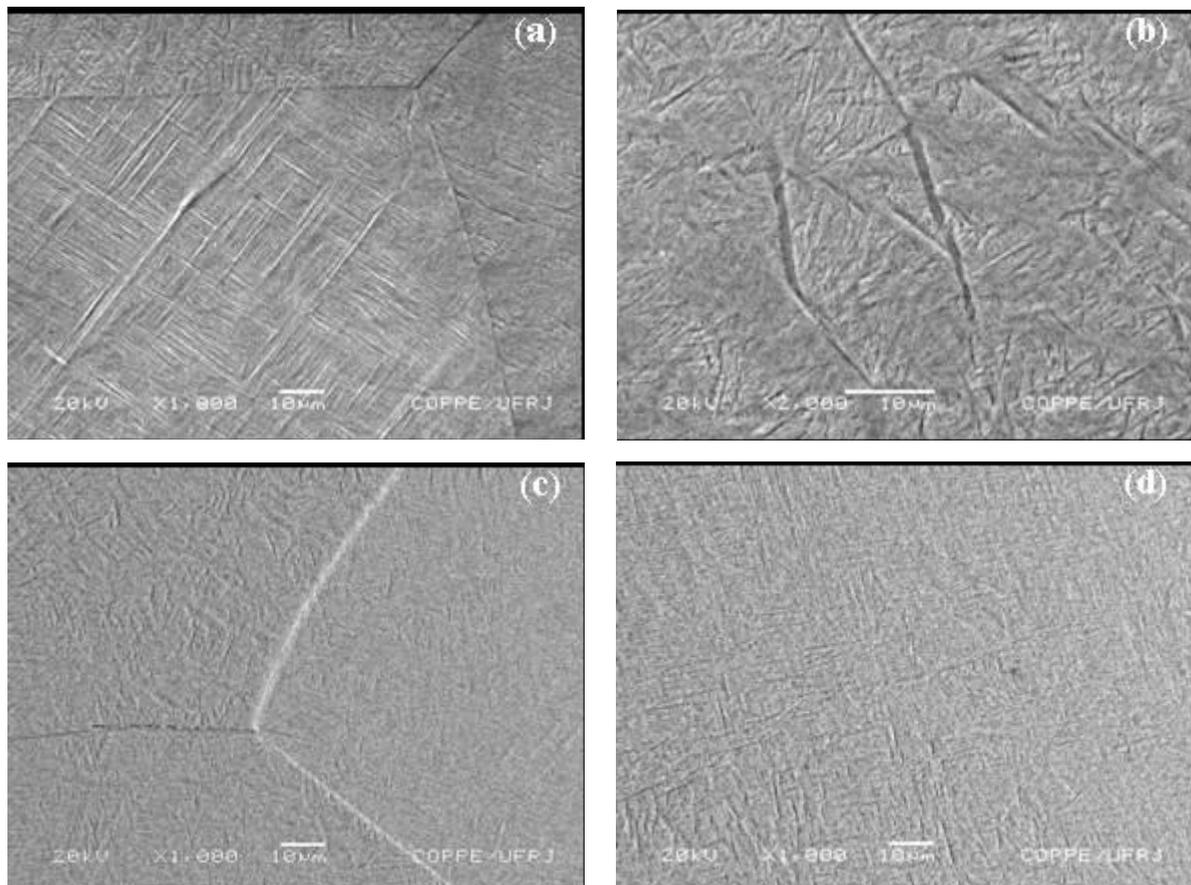


Figura 37 – Microestrutura da liga Ti-26%Nb-3%Al temperada observada com: (a, b) elétrons secundários e (c, d) elétrons retroespalhados. Ampliação: (a, c, d) 1000x e (b) 2000x.

5.3.5 – Liga Temperada Ti-32%Nb-3%Al

A liga com 32 % de Nb foi analisada utilizando SE e BSE. Pela análise SE, Figura 38 (a), foi observada a estrutura martensítica α'' com lamelas entrelaçadas curtas com aparência volumosa. Na Figura 38 (b), a análise foi realizada por BSE a qual comprovou a homogeneidade da liga, apresentando em maiores detalhes a fase martensítica α'' . Nesta liga, com 32%Nb, a fase β metaestável só foi detectada pela análise de difração de raios-X.

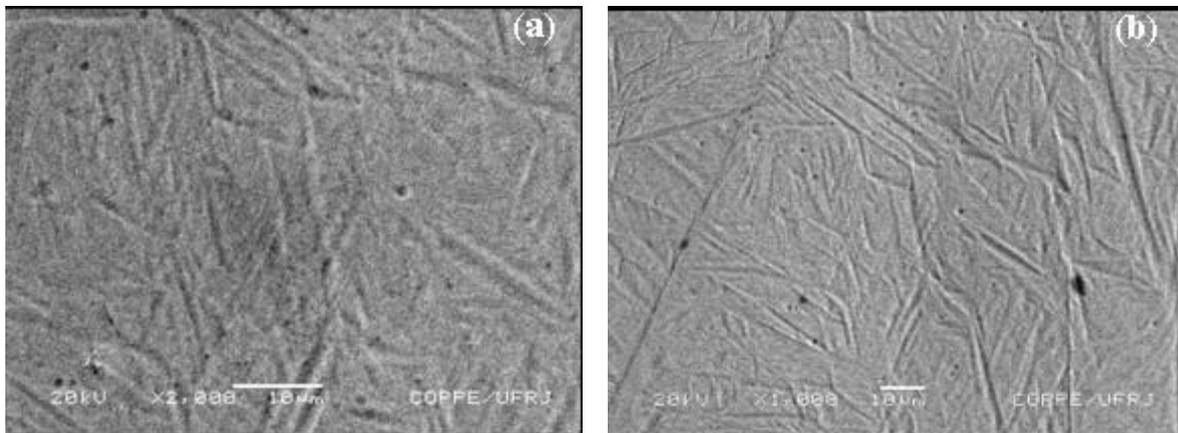


Figura 38 – Microestrutura da liga Ti-32%Nb-3%Al temperada observada com: (a) elétrons secundários e (b) elétrons retroespalhados. Ampliação: (a) 2000x e (b) 1000x.

5.3.6 – Liga Temperada Ti-38%Nb-3%Al

A Figura 39 (a) mostra a análise feita por SE na liga temperada com 38 % de Nb. Observou-se uma estrutura metaestável β , representada morfologicamente por grãos quase equiaxiais. Isto pode ser verificado em maiores detalhes quando correlacionado com a Figura 33, referente à microscopia ótica. Pela Figura 39 (b), pôde-se comprovar a homogeneidade da liga após análise por BSE. É notada ainda

a presença de piches de ataque na superfície da liga que podem estar relacionados com defeitos do material que sofre a passivação (Gentil, 1996).

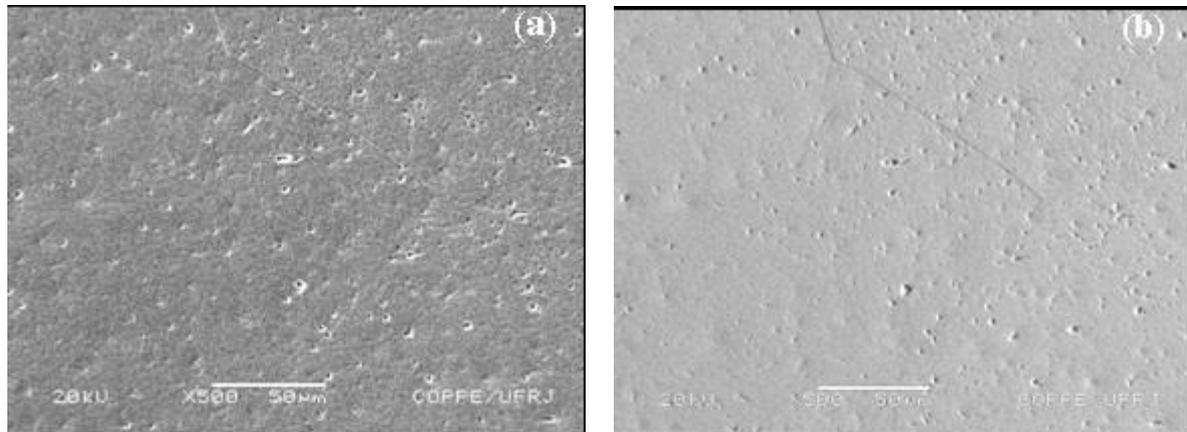


Figura 39 – Microestrutura da liga Ti-38%Nb-3%Al temperada observada com: (a) elétrons secundários e (b) elétrons retroespalhados. Ampliação: (a, b) 500x.

5.4 – Microdureza Vickers das Ligas Temperadas

A microdureza das fases martensitas das ligas Ti-15%Nb-3%Al, Ti-22%Nb-3%Al, Ti-24%Nb-3%Al, Ti-26%Nb-3%Al, Ti-32%Nb-3%Al e Ti-38%Nb-3%Al foi determinada nas fases martensíticas α' e α'' e na fase metaestável β . Na Tabela 6 estão apresentados os valores médios da microdureza (HV), bem como o desvio padrão (σ) e o erro absoluto (ε) para as fases presentes nas ligas, variando a concentração de nióbio.

Tabela 6 – Microdureza das ligas Ti-Nb-3%Al temperadas.

<i>Nb</i> (% em peso)	<i>Fases</i> <i>Metaestáveis</i>	<i>HV</i> (kgf/mm ²)	σ (kgf/mm ²)	ε (kgf/mm ²)
15	α'	348,9	30,2	59,2
22	α'	405,0	17,2	33,8
	α''	393,7	20,9	41,0
24	α''	392,4	83,6	163,9
26	α''	315,3	45,2	88,6
32	α''	221,3	15,2	29,9
38	β	176,1	16,0	31,4

Os resultados dos ensaios de microdureza, Tabela 6, mostram que, com o aumento do teor de Nb de 15 % para 22 %, a microdureza da fase α' aumenta de $348,9 \pm 59,2$ kgf/mm² até $405,0 \pm 33,8$ kgf/mm², provavelmente por ter aumentado o teor do ligante.

A microdureza da fase α'' na liga com 22 % de Nb, determinada como $393,7 \pm 41,0$ kgf/mm², é menor do que a da fase α' , da mesma liga com $405,0 \pm 33,8$ kgf/mm², podendo estar relacionada à transformação rômica da rede HC da fase α' para a fase α'' (Fedotov, 1964).

A partir de 22 % de Nb, a fase α'' começa a reter uma maior concentração de elemento β -estabilizador, facilitando a transformação $\beta \rightarrow \alpha$ e ao mesmo tempo reduzindo o valor da microdureza das fases metaestáveis até atingirem seu mínimo a $176,1 \pm 31,4$ kgf/mm², correspondente a fase β metaestável. Isto pode ocorrer,

provavelmente, devido à maior distorção rômbrica da rede HC de α' e aparecimento da fase β metaestável (Fedotov, 1964). Mas ao observarmos a liga com 24 e 26 % de Nb, a fase martensítica α'' tem um valor da microdureza alto em relação às ligas com 32 e 38 % de Nb, podendo estar atribuído ao surgimento da fase metaestável ω , a qual endurece o material e a presença das fases martensíticas, uma vez que a presença da fase β metaestável na liga a torna mais macia.

Na Figura 40 observa-se a microdureza Vickers calculada nas fases presentes das ligas pesquisadas, com a variação do erro absoluto. O valor da microdureza aumenta quando o teor de Nb muda de 15 para 22 %. Quando a liga aumenta para 24 % de Nb, a microdureza diminui levemente e após 26 % de Nb, seu valor diminui até atingir $176,1 \pm 31,4 \text{ kgf/mm}^2$, revelando o acúmulo de nióbio na rede cristalina favorecendo a estabilização completa da fase β metaestável.

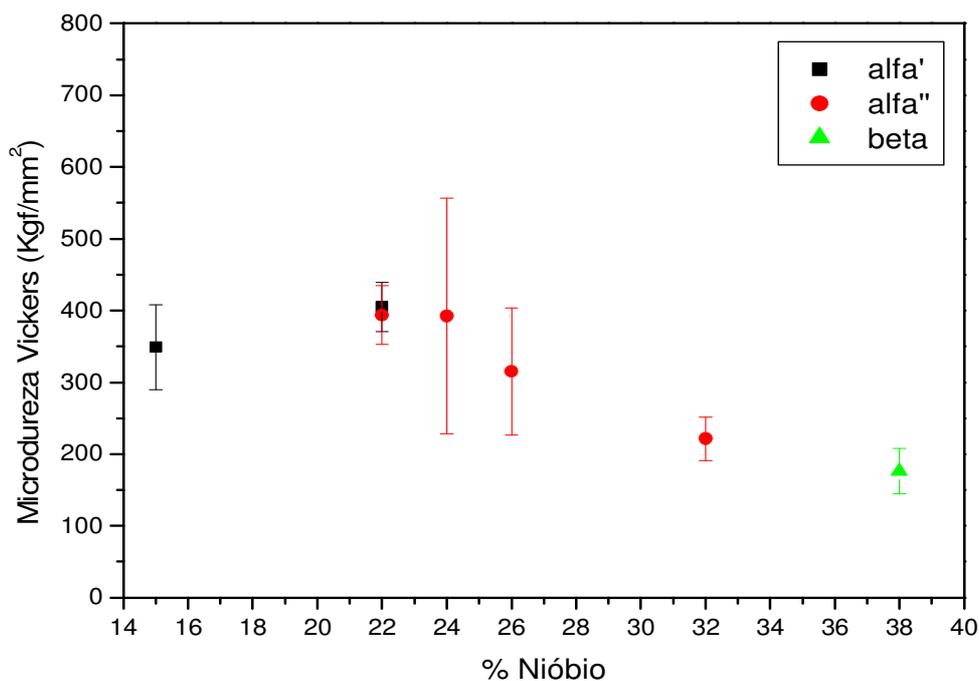


Figura 40 – Flutuação da microdureza das fases das ligas Ti-Nb-3%Al

A microdureza das fases martensíticas nas ligas analisadas possuem uma maior resistência mecânica em comparação ao titânio puro. Portanto, a concentração de nióbio influencia no comportamento mecânico da liga, isto é, à medida que aumenta a concentração de nióbio, o valor da sua microdureza diminui.

Quando a microdureza é comparada com o módulo de Elasticidade pelo método dinâmico (Matlakhova *et al.*, 2005), verifica-se certa semelhança de comportamento da Figura 40 com a Figura 41.

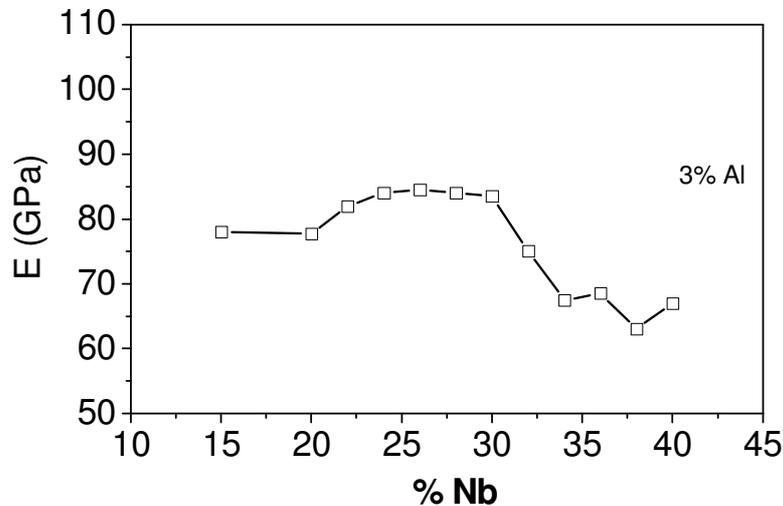


Figura 41 – Gráfico do módulo de Elasticidade para as ligas temperadas do sistema Ti-Nb-3%Al em função do teor de nióbio (Matlakhova *et al.*, 2005).

À medida que se acumula o teor de nióbio na liga de titânio, sua estrutura começa a sofrer transformações alotrópicas no sentido $\alpha' \rightarrow \alpha' + \alpha'' \rightarrow \alpha'' \rightarrow \alpha'' + \beta$ metaestável $\rightarrow \beta$ metaestável. Com isso, o material começa a se tornar mais macio e, portanto, adquirindo um menor módulo de elasticidade.

Observa-se que de 15 a 28 % de Nb, o valor do módulo de elasticidade aumentou ligeiramente de 78 a 85 GPa. Neste mesmo intervalo de composição, o gráfico representativo do valor da microdureza se assemelha, mostrando que a liga com 22 % de Nb teve um aumento e a 26 % um decréscimo no seu valor. Acima de 28 % de Nb, o módulo de elasticidade se reduz repentinamente trazendo o valor para 70 GPa. O mesmo fenômeno é esperado na microdureza para ligas acima de 28 % de Nb. Este decréscimo nos valores da microdureza e módulo de elasticidade ocorrem devido à formação antecipada da fase β metaestável.

5.4.1. Discussão das Seções 5.1 a 5.4

A liga Ti-15%Nb-3%Al temperada possui, predominantemente, a estrutura formada pela fase martensítica α' e pouca quantidade presente da fase α'' . Com o

aumento do teor de nióbio para 22 %, a quantidade da fase α'' aumenta e a rede cristalina da fase α' , HC, sofre uma distorção rômbrica, originando a rede ortorrômbrica própria da fase α'' , resultando em uma estrutura com morfologias diferentes, α' e α'' , agulhas martensíticas grossas e finas. A fase α'' , na liga com 22% de Nb, aparece em maior quantidade, o que revela um retardamento da transformação $\beta \rightarrow \alpha$ devido ao aumento de teor de nióbio na liga.

A estrutura da liga com 24 % de Nb é constituída de fase martensítica α'' e traços da fase α' . Aumentando-se o teor de nióbio para 26 %, verifica-se uma maior distorção rômbrica na rede cristalina da fase α' , por apresentar principalmente a fase martensítica α'' em sua estrutura e traços da fase β metaestável (CCC).

As regiões ricas em nióbio tendem a aumentar gradativamente à medida que a concentração do mesmo aumenta na liga, passando por 32 % de Nb, apresentando em sua estrutura a fase martensítica α'' e pouca participação da fase β metaestável, e alcançando a 38 % de Nb, somente a fase β metaestável na forma de grãos aproximadamente equiaxiais. Nas ligas temperadas, os processos que ocorrem no resfriamento a partir da fase β , normalmente ocorrem no sentido $\beta \rightarrow \alpha$. A presença de nióbio retarda este processo, originando as fases martensíticas ou dificultando por completo esta reação, resultando na fase β metaestável.

Os traços da fase metaestável ω foram observados nas ligas com 22, 24 e 26% de Nb, o que pode ter ocasionado um aumento nos valores da microdureza. O valor da microdureza para a liga com 38 % de Nb apresentou-se baixo em relação às outras ligas devido ao fato de que a concentração de Nb influi nas transformações de fase, facilitando a obtenção da fase β metaestável, e no valor da microdureza por as ligas originarem a fase β metaestável.

5.5 – Microanálise das Ligas Temperadas

A distribuição de elementos químicos em diferentes regiões das ligas temperadas Ti-Nb-3%Al foi determinada pela técnica de espectroscopia de energia dispersiva (EDS), sendo realizada microanálise de modo pontual e ao longo de uma linha em raios-X característicos de Ti, Nb e Al.

As ligas temperadas foram analisadas utilizando o microscópio eletrônico de varredura JEOL, modelo JSM-6460LV, disponível no Laboratório de Microscopia e Microanálise PEMM-COPPE/UFRJ, com o auxílio de um espectrômetro por dispersão de energia (EDS), acoplado ao MEV. A análise por EDS foi efetuada através do mapeamento por raios-X característicos de Ti, Nb e Al.

Para a análise por EDS, foram escolhidas regiões com estruturas típicas das ligas investigadas, posicionadas em geral próximas à parte central das amostras. O aumento utilizado para as ligas com 15, 22, 24 e 32 % de Nb foi de 2000x, enquanto que para 26 % e 38 % de Nb, foi de 1000x e 500x, respectivamente.

5.5.1 – Liga Temperada Ti-15%Nb-3%Al

Na Figura 42 apresenta-se a imagem da microestrutura da liga temperada Ti-15%Nb-3%Al obtida por MEV em elétrons BSE com o aumento de 2000x. Observa-se a morfologia da fase martensítica α' , com a identificação das regiões onde foi realizada a análise por EDS pontual. Nas Figuras 43 e 44 são apresentados os espectros de emissão característica de raios-X desta liga, os quais comprovam a presença dos elementos Ti (principal elemento), Nb e Al.

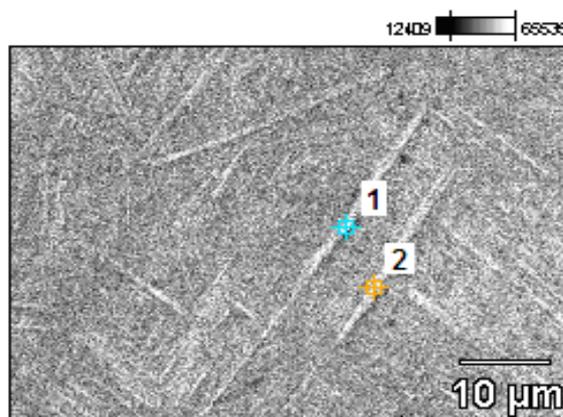


Figura 42 – Microestrutura da liga temperada Ti-15%Nb-3%Al obtida por MEV, em elétrons BSE, com a identificação das regiões da microanálise pontual por EDS.

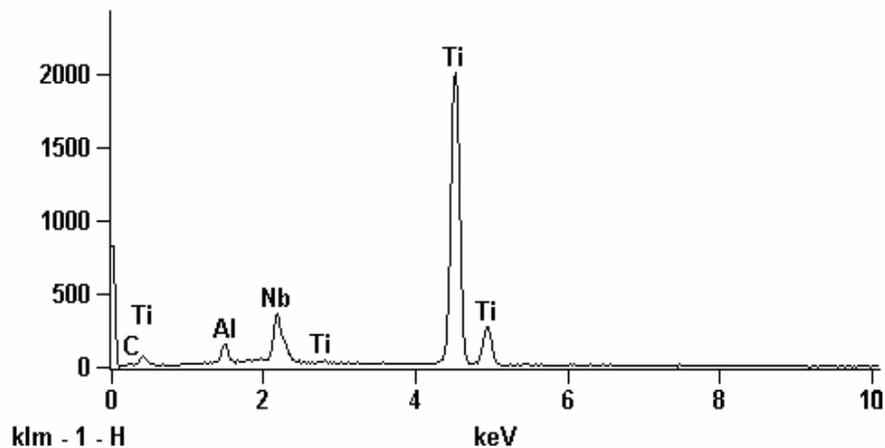


Figura 43 - Espectros de emissão característica de raios-X da liga Ti-15%Nb-3%Al temperada, no ponto 1 (Figura 42).

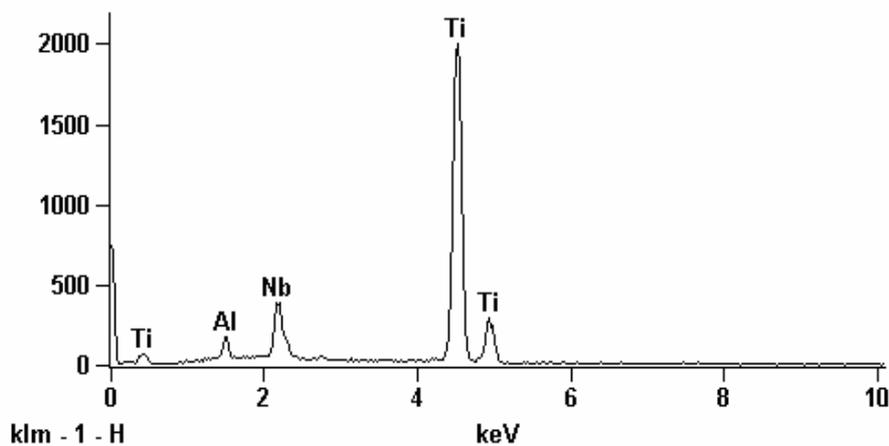


Figura 44 - Espectros de emissão característica de raios-X da liga Ti-15%Nb-3%Al temperada, no ponto 2 (Figura 42).

A Figura 45 apresenta a imagem da microestrutura obtida por MEV em elétrons BSE com o aumento de 2000x, referente à liga temperada com 15 % de Nb. Foi realizada a análise por EDS ao longo de uma linha para esta liga, sendo que na Figura 46 está apresentada a variação de intensidade de emissão característica de raios-X ao longo da linha para a liga temperada, não sendo observada nenhuma

grande diferença na contagem dos elementos, comprovando a distribuição homogênea dos elementos na liga com 15 % de Nb.

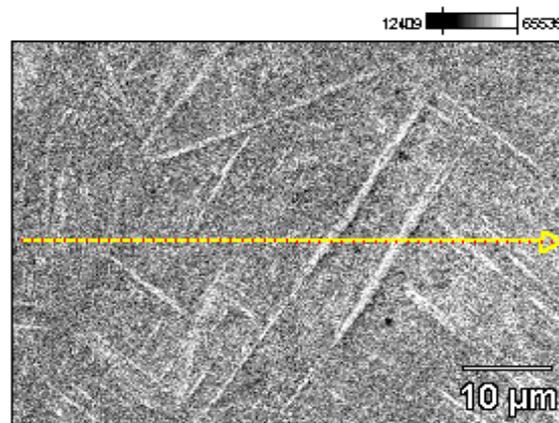


Figura 45 – Região analisada numa posição inicial para verificar a distribuição em linha dos elementos titânio, nióbio e alumínio da liga Ti-15%Nb-3%Al.

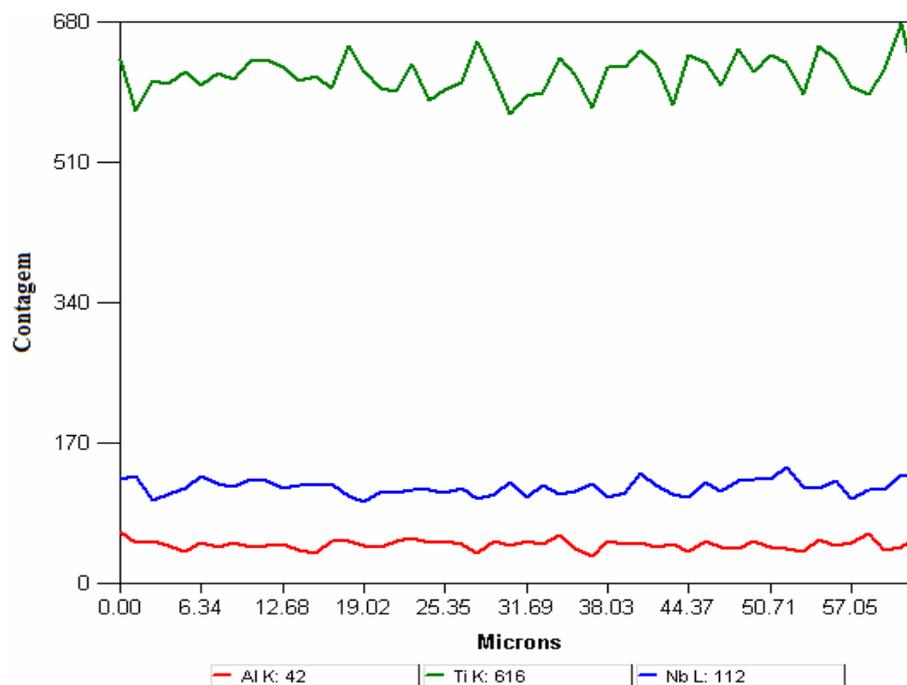


Figura 46 – Variação de intensidade de emissão característica de raios-X ao longo da linha para a liga temperada Ti-15%Nb-3%Al (Figura 45).

5.5.2 – Liga Temperada Ti-22%Nb-3%Al

Na Figura 47 apresenta-se a imagem da microestrutura da liga temperada Ti-22%Nb-3%Al obtida por MEV em elétrons BSE com o aumento de 2000x. Observa-se a morfologia da fase martensítica α'/α'' com a identificação das regiões onde foi realizada a análise por EDS pontual. Nas Figuras 48 a 51 são apresentados os espectros de emissão característica de raios-X desta liga, os quais as quais comprovam a presença dos elementos Ti, Nb e Al.

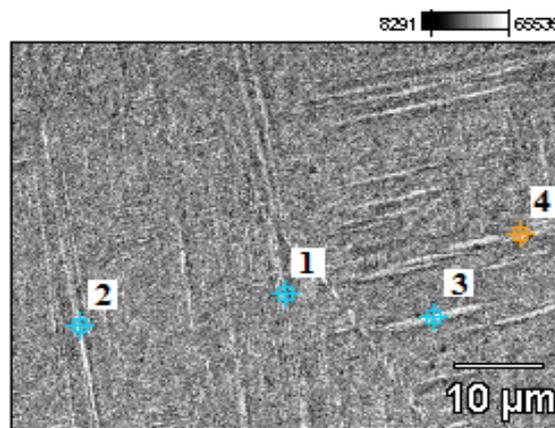


Figura 47 – Micrografia da região onde se identificam as regiões analisadas em ponto e obtidas, para cada região, o espectro dos elementos encontrados na liga Ti-22%Nb-3%Al.

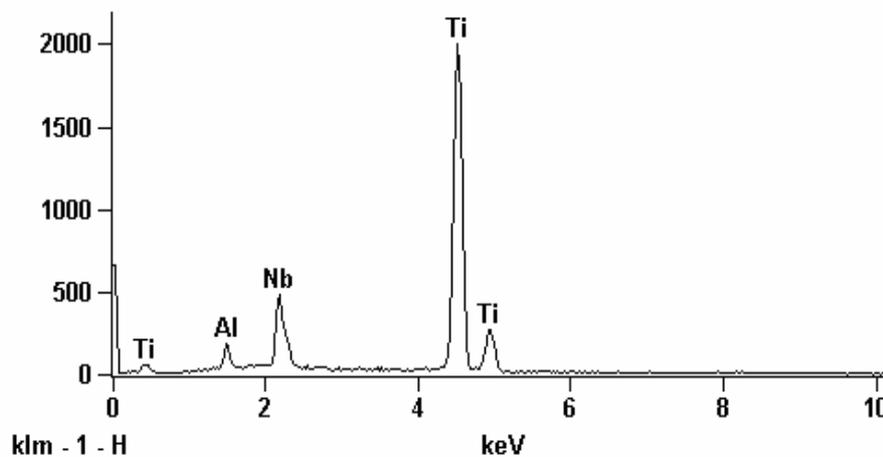


Figura 48 - Espectros de emissão característica de raios-X da liga Ti-22%Nb-3%Al temperada, no ponto 1 (Figura 47).

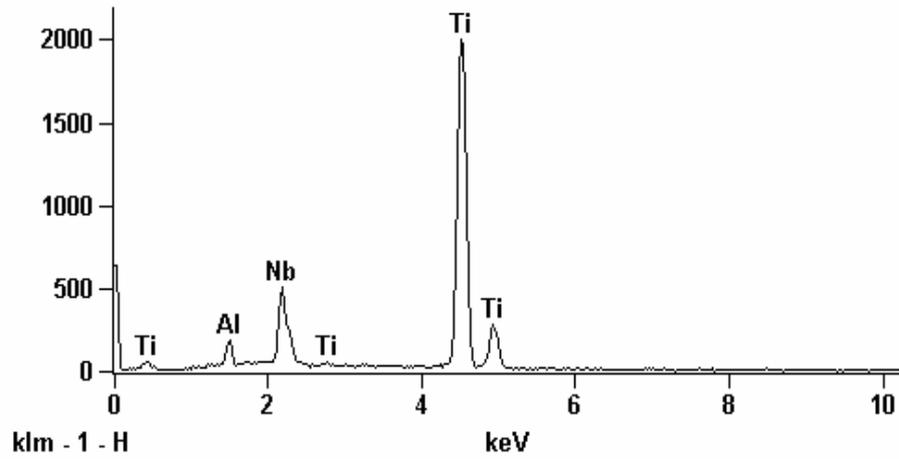


Figura 49 – Espectros de emissão característica de raios-X da liga Ti-22%Nb-3%Al temperada, no ponto 2 (Figura 47).

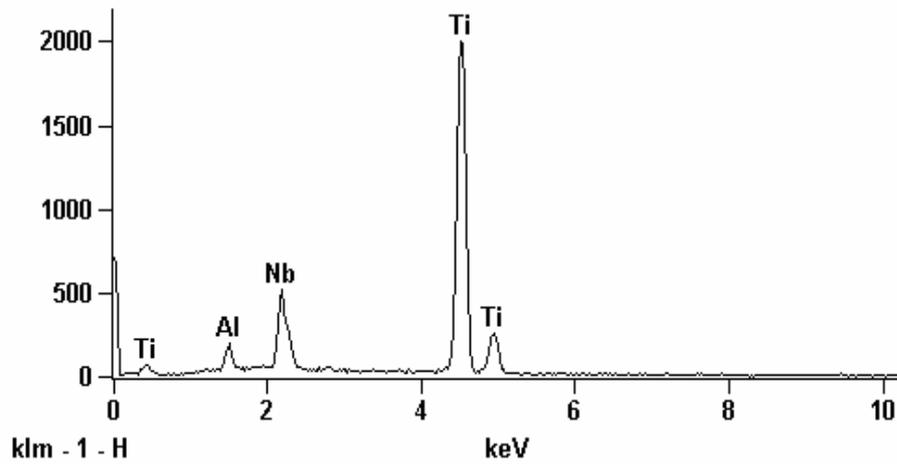


Figura 50 – Espectros de emissão característica de raios-X da liga Ti-22%Nb-3%Al temperada, no ponto 3 (Figura 47).

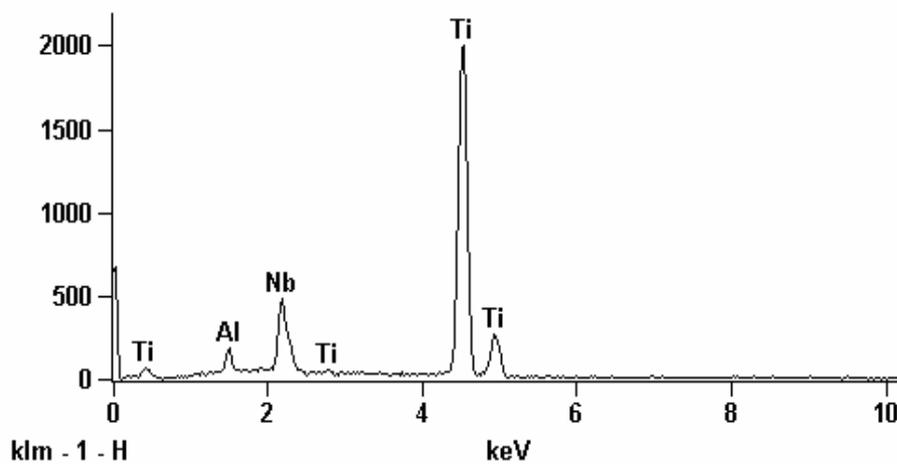


Figura 51 – Espectros de emissão característica de raios-X da liga Ti-22%Nb-3%Al temperada, no ponto 4 (Figura 47).

A Figura 52 apresenta a imagem da microestrutura obtida por MEV em elétrons BSE com o aumento de 2000x, referente à liga temperada com 22 % de Nb. Foi realizada a análise por EDS ao longo de uma linha para esta liga, sendo que na Figura 53 está apresentada a variação de intensidade de emissão característica de raios-X ao longo da linha para a liga temperada, não sendo observada nenhuma grande diferença na contagem dos elementos, comprovando a distribuição homogênea dos elementos na liga com 22 % de Nb.

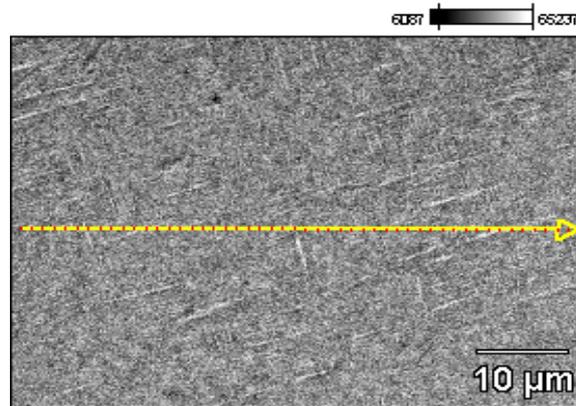


Figura 52 – Região analisada numa posição inicial para verificar a distribuição em linha dos elementos titânio, nióbio e alumínio da liga Ti-22%Nb-3%Al.

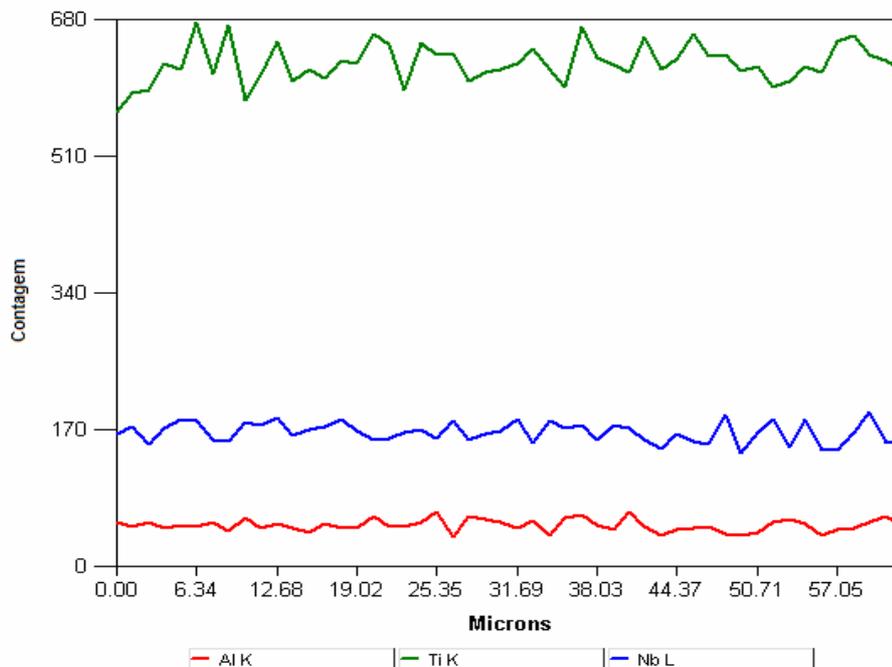


Figura 53 – Variação de intensidade de emissão característica de raios-X ao longo da linha para a liga temperada Ti-22%Nb-3%Al (Figura 52).

5.5.3 – Liga Temperada Ti-24%Nb-3%Al

A Figura 54 apresenta a imagem da microestrutura α'' obtida por MEV em elétrons BSE com o aumento de 2000x, referente à liga temperada com 24 % de Nb. Foi realizada a análise por EDS ao longo de uma linha para esta liga, sendo que na Figura 55 está apresentada a variação de intensidade de emissão característica de raios-X ao longo da linha para a liga temperada, não sendo observada nenhuma grande diferença na contagem dos elementos, comprovando a distribuição homogênea dos elementos na liga com 24 % de Nb.

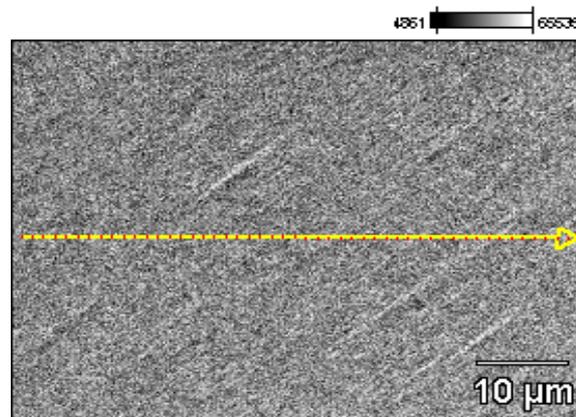


Figura 54 – Região analisada numa posição inicial para verificar a distribuição em linha dos elementos titânio, nióbio e alumínio da liga Ti-24%Nb-3%Al.

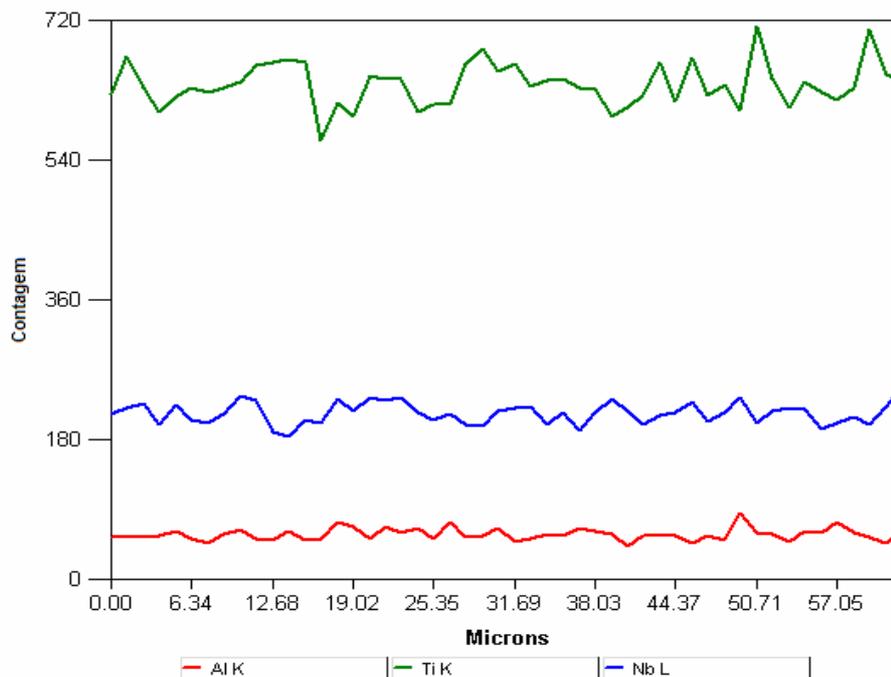


Figura 55 – Variação de intensidade de emissão característica de raios-X ao longo da linha para a liga temperada Ti-24%Nb-3%Al (Figura 54).

5.5.4 – Liga Temperada Ti-26%Nb-3%Al

Na Figura 56, apresenta-se a imagem da microestrutura da liga temperada Ti-26%Nb-3%Al obtida por MEV em elétrons BSE com o aumento de 1000x. Observe a morfologia da fase martensítica α'' com a identificação das regiões onde foi realizada a análise por EDS pontual. Nas Figuras 57 a 59 são apresentados os espectros de emissão característica de raios-X desta liga, os quais as quais comprovam a presença dos elementos Ti, Nb e Al.

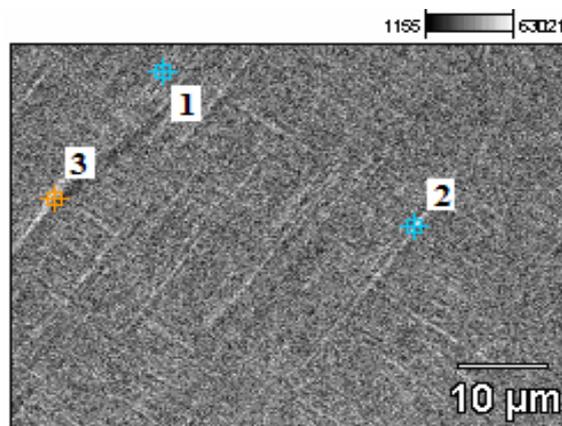


Figura 56 – Micrografia da região onde se identificam as regiões analisadas em ponto e obtidas, para cada região, o espectro dos elementos encontrados na liga Ti-26%Nb-3%Al.

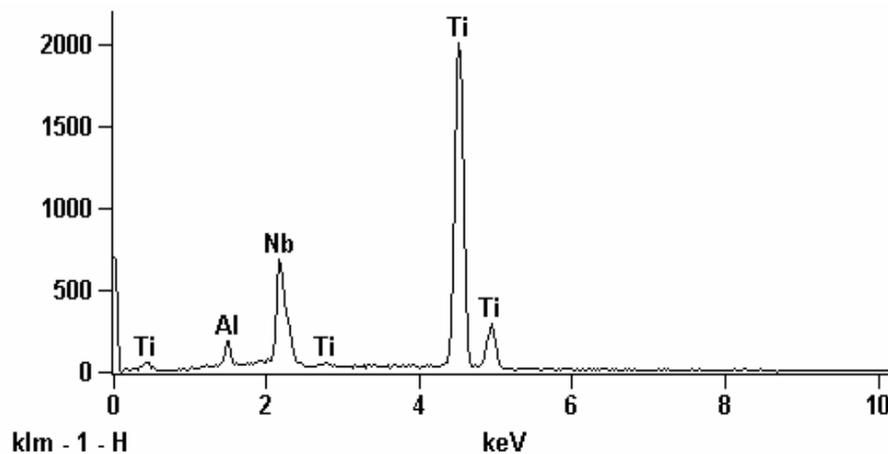


Figura 57 – Espectros de emissão característica de raios-X da liga Ti-26%Nb-3%Al temperada, no ponto 1 (Figura 56).

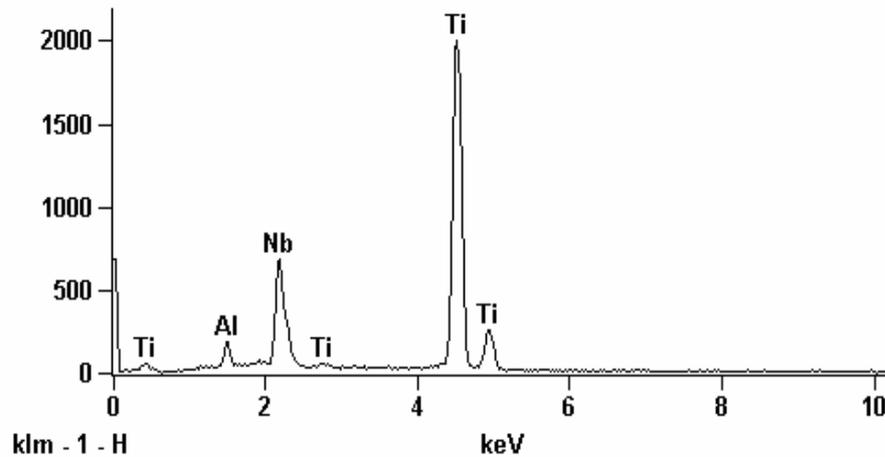


Figura 58 – Espectros de emissão característica de raios-X da liga Ti-26%Nb-3%Al temperada, no ponto 2 (Figura 56).

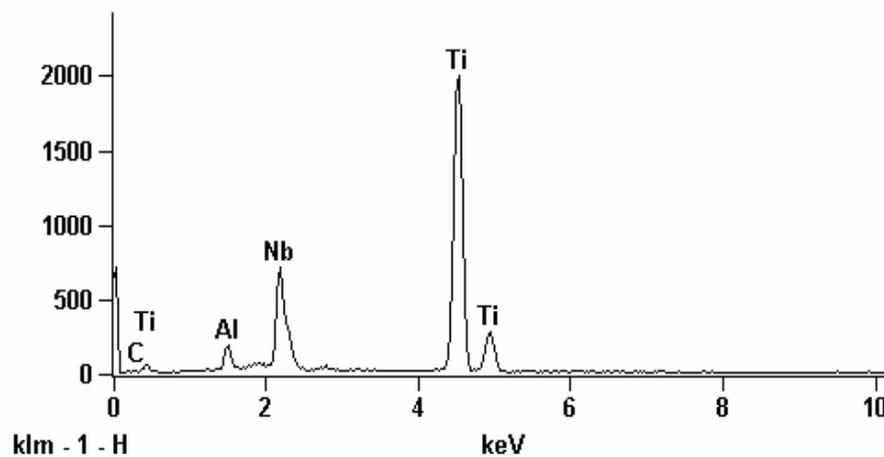


Figura 59 – Espectros de emissão característica de raios-X da liga Ti-26%Nb-3%Al temperada, no ponto 3 (Figura 56).

A Figura 60 apresenta a imagem da microestrutura obtida por MEV em elétrons BSE com o aumento de 1000x, referente à liga temperada com 26% de Nb. Foi realizada a análise por EDS ao longo de uma linha para esta liga, sendo que na Figura 61 está apresentada a variação de intensidade de emissão característica de raios-X ao longo da linha para a liga temperada, não sendo observada nenhuma grande diferença na contagem dos elementos, comprovando a distribuição homogênea dos elementos na liga com 26% de Nb.

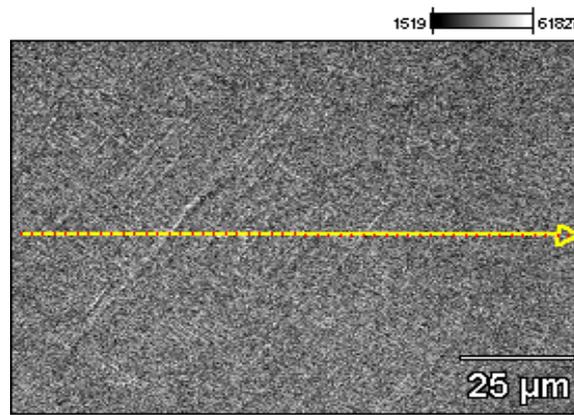


Figura 60 – Região analisada numa posição inicial para verificar a distribuição em linha dos elementos titânio, nióbio e alumínio da liga Ti-26%Nb-3%Al.

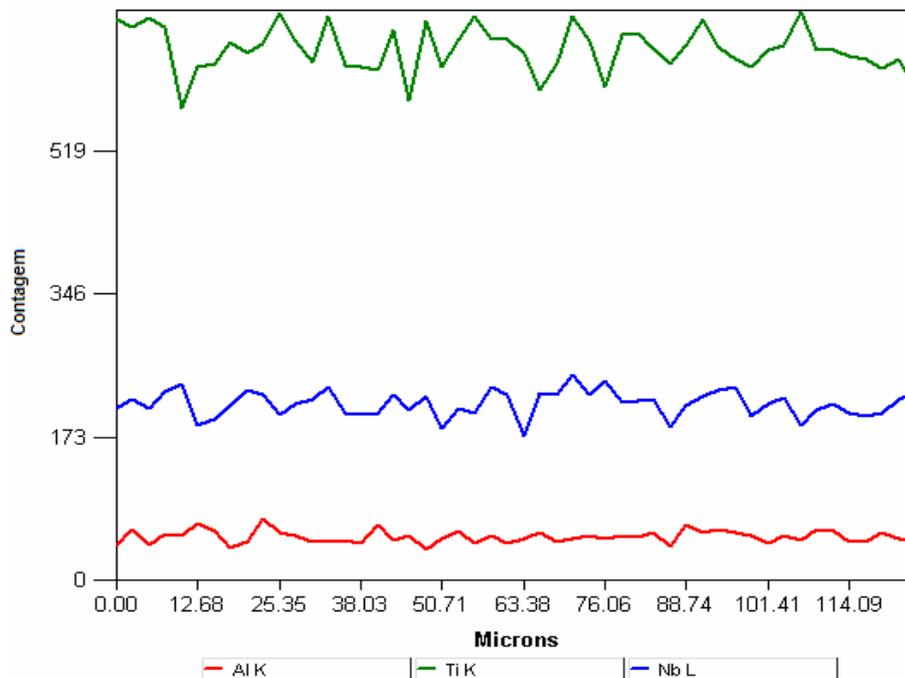


Figura 61 – Variação de intensidade de emissão característica de raios-X ao longo da linha para a liga temperada Ti-26%Nb-3%Al (Figura 60).

5.5.5 – Liga Temperada Ti-32%Nb-3%Al

Na Figura 62 apresenta-se a imagem da microestrutura da liga temperada Ti-32%Nb-3%Al obtida por MEV em elétrons BSE com o aumento de 1000x. Observa-se a morfologia da fase martensítica α''/β metaestável com a identificação das regiões onde foi realizada a análise por EDS pontual. Nas Figuras 63 e 64 são apresentados os espectros de emissão característica de raios-X desta liga, os quais

mostram a presença dos elementos Ti, Nb e Al, com maior participação do Nb, comparado com as ligas anteriores.

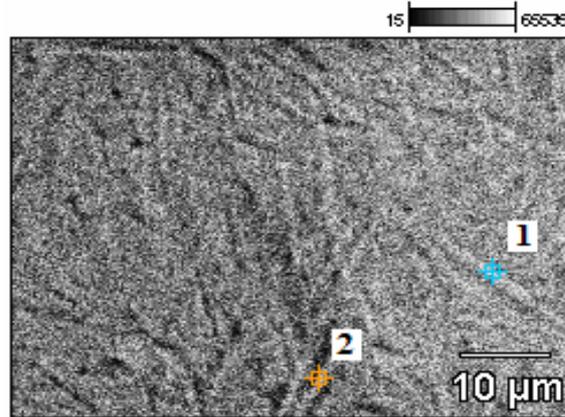


Figura 62 – Micrografia da região onde se identificam as regiões analisadas em ponto e obtidas, para cada região, o espectro dos elementos encontrados na liga

Ti-32%Nb-3%Al.

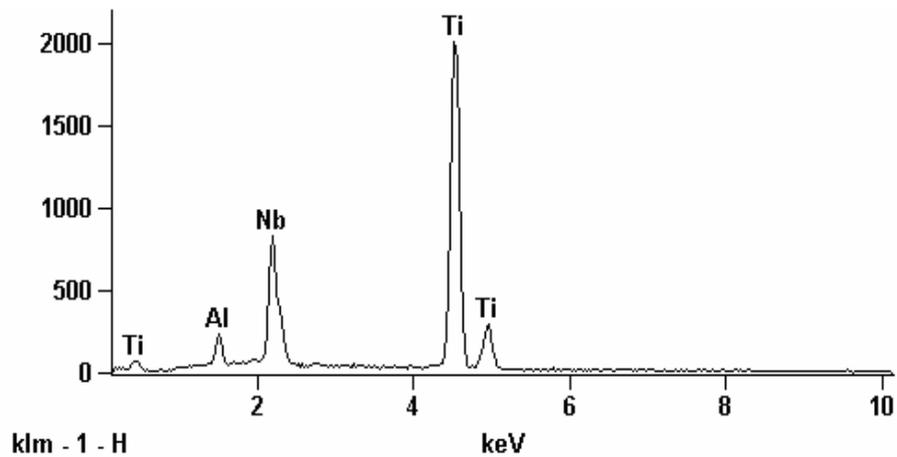


Figura 63 – Espectros de emissão característica de raios-X da liga Ti-32%Nb-3%Al temperada, no ponto 1 (Figura 62).

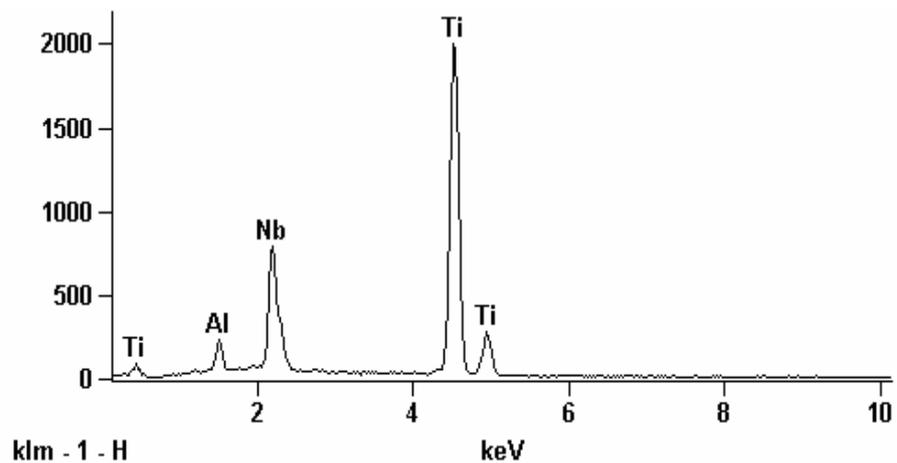


Figura 64 – Espectros de emissão característica de raios-X da liga Ti-32%Nb-3%Al temperada, no ponto 2 (Figura 62).

A Figura 65 apresenta a imagem da microestrutura obtida por MEV em elétrons BSE com o aumento de 2000x, referente à liga temperada com 32 % de Nb. Foi realizada a análise por EDS ao longo de uma linha para esta liga, onde a Figura 66 apresenta a variação de intensidade de emissão característica de raios-X ao longo da linha para a liga temperada, não sendo observada nenhuma grande diferença na contagem dos elementos, comprovando a distribuição homogênea dos elementos na liga com 32 % de Nb.

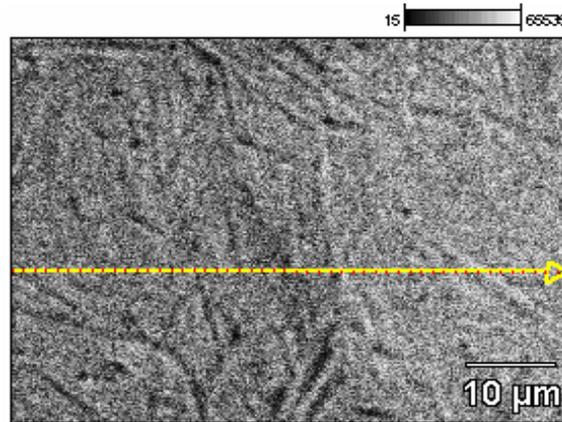


Figura 65 – Região analisada numa posição inicial para verificar a distribuição em linha dos elementos titânio, nióbio e alumínio da liga Ti-32%Nb-3%Al.

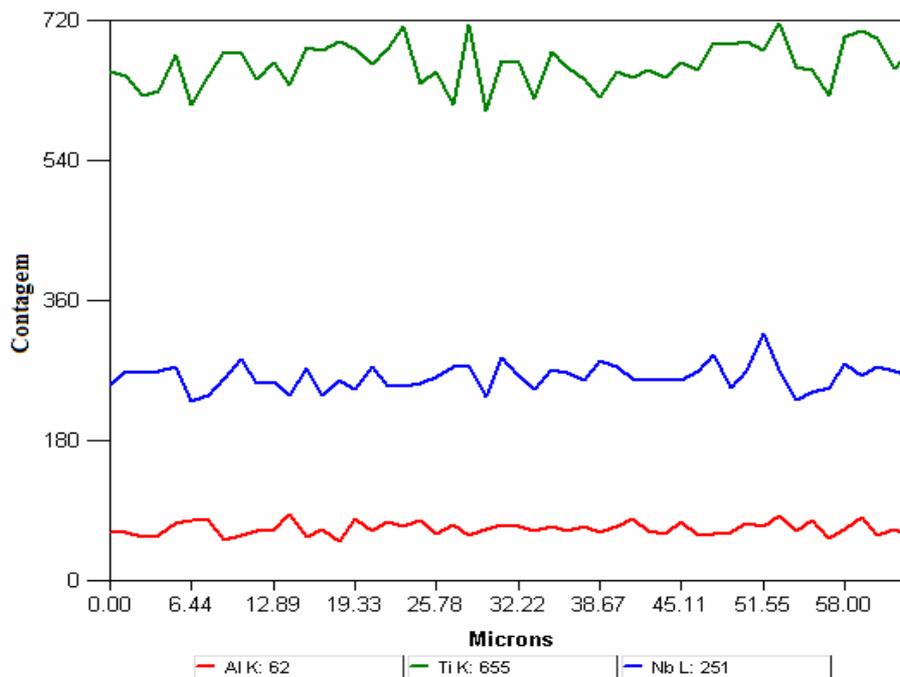


Figura 66 – Variação de intensidade de emissão característica de raios-X ao longo da linha para a liga temperada Ti-32%Nb-3%Al (Figura 65).

5.5.6 – Liga Temperada Ti-38%Nb-3%Al

A Figura 67 apresenta a imagem da microestrutura β metaestável obtida por MEV em elétrons BSE com o aumento de 500x, referente à liga temperada com 38% de Nb. Foi realizada a análise por EDS ao longo de uma linha para esta liga, onde a Figura 68 mostra a variação de intensidade de emissão característica de raios-X ao longo da linha para a liga temperada, não sendo observada nenhuma grande diferença na contagem dos elementos, comprovando a distribuição homogênea dos elementos na liga com 38 % de Nb.

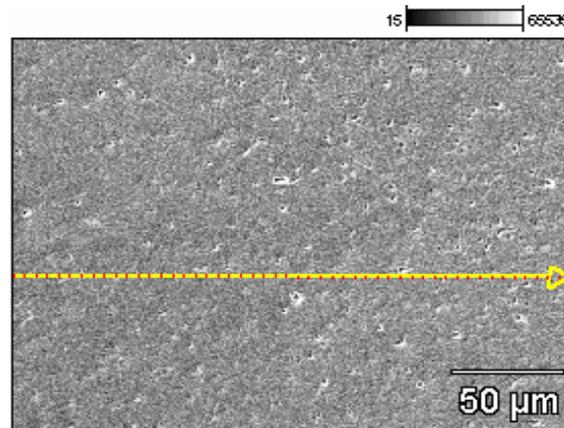


Figura 67– Região analisada numa posição inicial para verificar a distribuição em linha dos elementos titânio, nióbio e alumínio da liga Ti-38%Nb-3%Al.

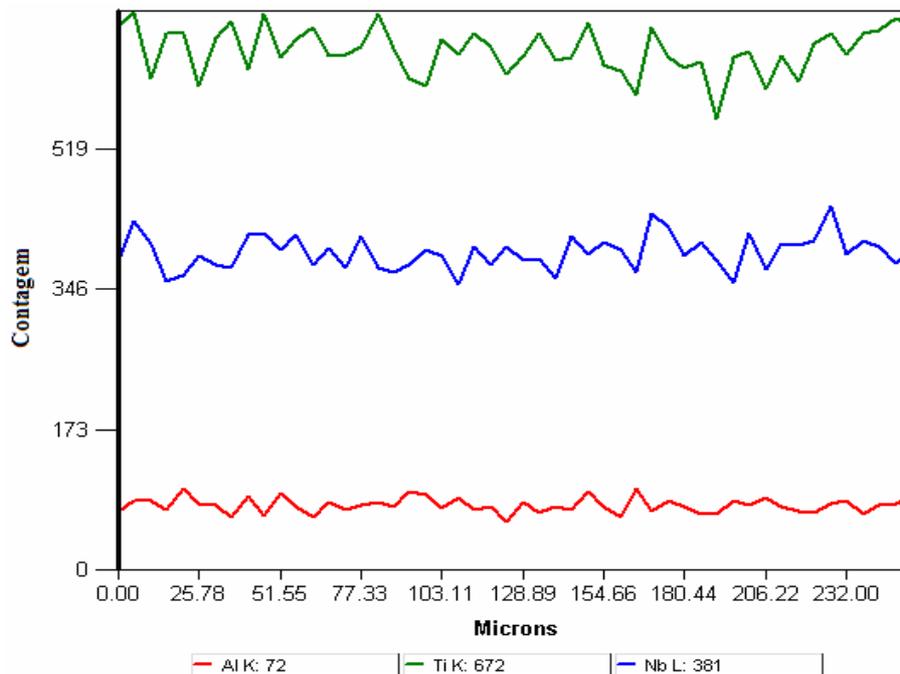


Figura 68 – Variação de intensidade de emissão característica de raios-X ao longo da linha para a liga temperada Ti-38%Nb-3%Al (Figura 67).

5.5.7. Discussão da Seção 5.5

Como mostram os resultados da análise pela técnica de espectroscopia de energia dispersiva (EDS), a distribuição dos elementos Ti, Nb e Al nas ligas Ti-Nb-3%Al temperadas é uniforme, sem presença de regiões ricas e pobres em elementos de liga, comprovando a distribuição homogênea dos elementos na liga. Isso mais uma vez confirma que todas as transformações nas ligas temperadas ocorreram de modo não-difusional, martensítico.

Entretanto, o espectro de raios-X referente à contagem do elemento nióbio aumenta de acordo com o aumento do teor de Nb nas ligas preparadas, confirmando a variação deste nas ligas.

5.6 – Difração de Raios-X das Ligas Termicamente Tratadas a 800 ° C

Para analisar a estabilidade de estrutura das ligas de Ti-Nb-3%Al temperadas, foi aplicado um tratamento térmico que incluiu dois ciclos de aquecimento até 800 ° C seguidas pelo resfriamento até a temperatura ambiente, com uma taxa de temperatura para aquecimento e resfriamento de 10 ° C/min. Este tratamento foi realizado durante a análise de DTA nas ligas e analisadas à temperatura ambiente.

5.6.1 – Liga Ti-15%Nb-3%Al Termicamente Tratada

O difratograma obtido da liga Ti-15%Nb-3%Al após o tratamento térmico aplicado, está apresentado na Figura 69, revelando a estrutura composta de fase α HC estável, como principal, com pouca presença de fase β e traços das fases martensíticas α' e α'' . A presença da fase α , de rede cristalina HC, foi determinada pelos picos: $(100)_{\alpha}$, $(002)_{\alpha}$, $(101)_{\alpha}$ e $(112)_{\alpha}$, enquanto que a fase β foi determinada pelo pico $(110)_{\beta}$. Foi determinada a fase α' pelos picos: $(112)_{\alpha'}$, $(201)_{\alpha'}$ e $(202)_{\alpha'}$. A fase α'' teve seus picos correspondentes a $(020)_{\alpha''}$, $(041)_{\alpha''}$ e $(222)_{\alpha''}$, entretanto, a intensidade destes picos é muito baixa.

É provável que as fases estáveis α e β aparecem como resultado de decomposição das fases metaestáveis das ligas temperadas, que ocorre no aquecimento da região de fase β , até 800 ° C. A velocidade de resfriamento adotada no tratamento, pode influir no processo de distribuição dos elementos de liga, favorecendo o aparecimento de fases metaestáveis. Uma análise mais detalhada será dada na seção 5.9.

A Tabela 1, Apêndice B, apresenta os resultados obtidos pela difração de raios-X da liga Ti-15%Nb-3%Al temperada e a identificação das fases presentes.

5.6.2 – Liga Ti-22%Nb-3%Al Termicamente Tratada

O difratograma obtido da liga Ti-22%Nb-3%Al após o tratamento térmico, está apresentado na Figura 70, revelando a estrutura α/α' HC, β , com traços da fase martensítica α'' .

A fase α HC foi revelada pelos picos: $(002)_{\alpha}$ e $(200)_{\alpha}$, enquanto que a fase β pelo pico $(110)_{\beta}$. Foi determinada a fase α' pelos picos: $(101)_{\alpha'}$, $(103)_{\alpha'}$ e $(200)_{\alpha'}$. A fase α'' teve seus picos correspondentes a $(020)_{\alpha''}$, $(021)_{\alpha''}$, $(112)_{\alpha''}$, e $(220)_{\alpha''}$.

A Tabela 2, Apêndice B, apresenta os resultados obtidos pela difração de raios-X da liga Ti-22%Nb-3%Al aquecida e a identificação das fases presentes.

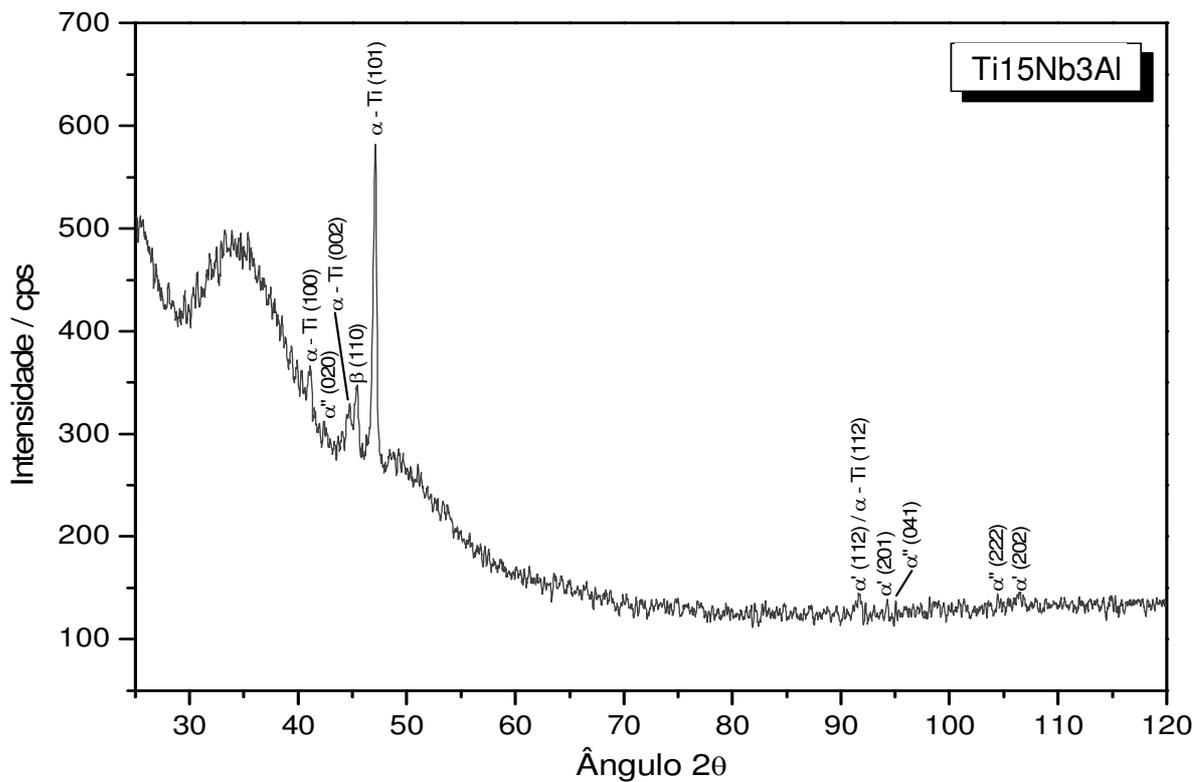


Figura 69 - Difratoograma da liga Ti-15%Nb-3%Al termicamente tratada.

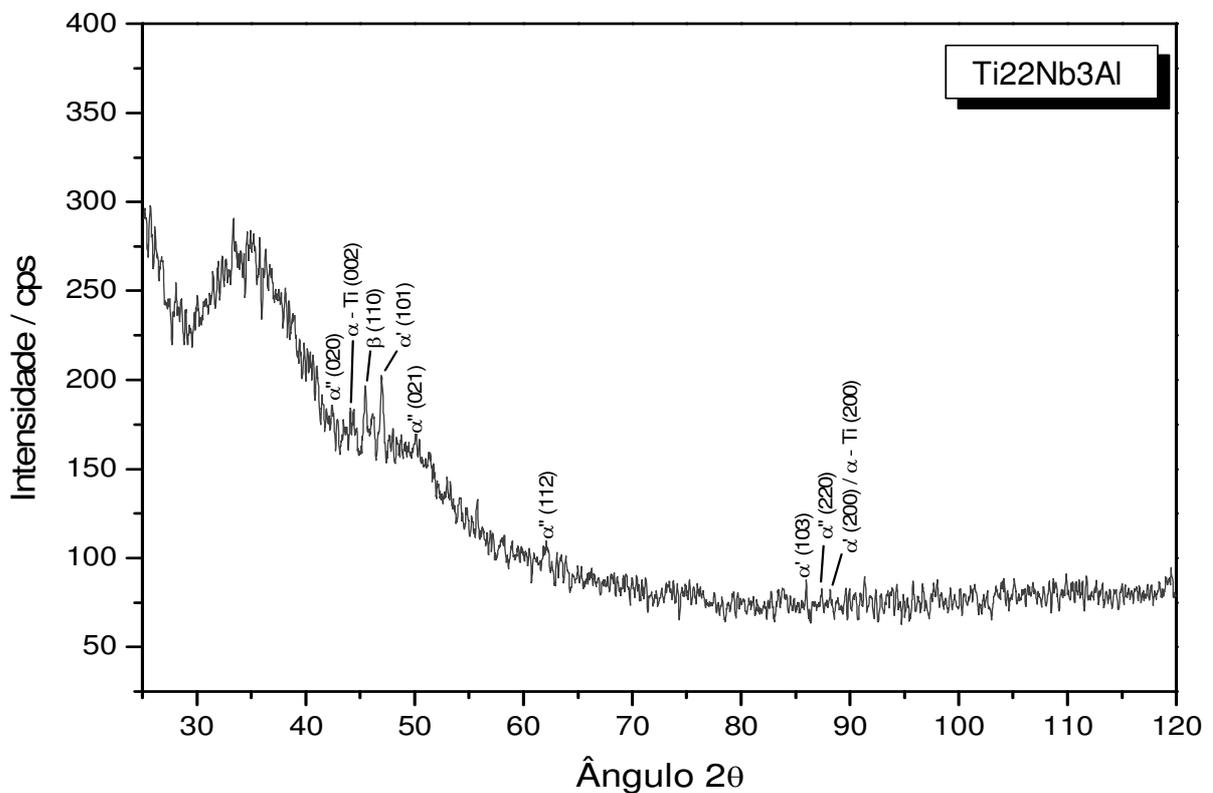


Figura 70 - Difratoograma da liga Ti-22%Nb-3%Al termicamente tratada.

5.6.3 – Liga Ti-24%Nb-3%Al Termicamente Tratada

O difratograma obtido da liga Ti-24%Nb-3%Al temperada após aquecimento, está apresentado na Figura 71, revelando a estrutura composta da fase β , da martensita α' , com traços das fases α'' e ω .

A presença da fase β foi determinada pelos picos $(110)_\beta$ e $(221)_\beta$. Foi identificada a fase α' pelos picos: $(101)_{\alpha'}$ e $(202)_{\alpha'}$. A fase α'' teve seus picos correspondentes a $(021)_{\alpha''}$, $(200)_{\alpha''}$, $(113)_{\alpha''}$ e $(222)_{\alpha''}$. Também foi observada a presença da fase ω , o que pode estar relacionada como o produto da decomposição da fase β metaestável. A Tabela 3, Apêndice B, apresenta os resultados obtidos pela difração de raios-X da liga Ti-24%Nb-3%Al aquecida e a identificação das fases presentes.

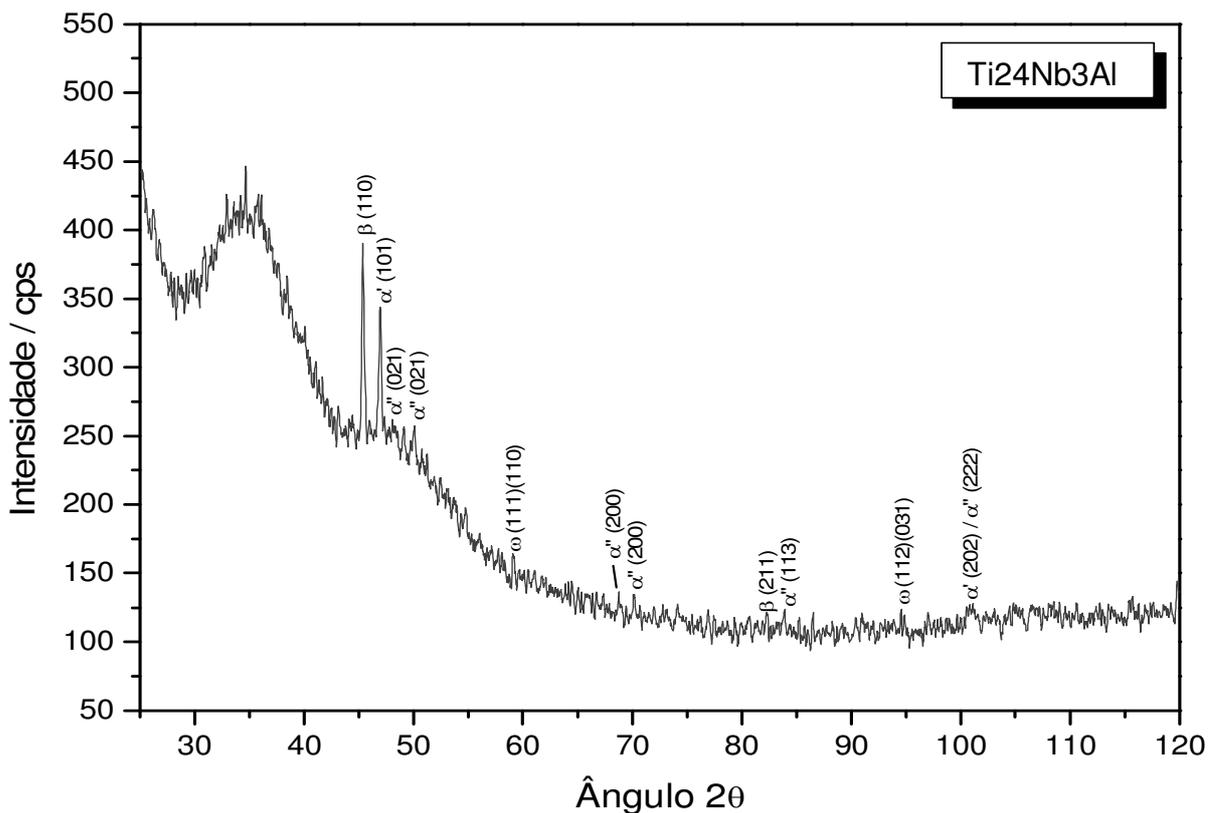


Figura 71 - Difratograma da liga Ti-24%Nb-3%Al termicamente tratada.

5.6.4 – Liga Ti-26%Nb-3%Al Termicamente Tratada

O difratograma obtido da liga Ti-26%Nb-3%Al após aquecimento, está apresentado na Figura 72, revelando uma estrutura complexa, composta de fases martensíticas α' e α'' , fases β , α HC e ω .

A presença da fase α HC foi determinada pelo pico $(112)_\alpha$ e a fase β pelos picos $(110)_\beta$, $(200)_\beta$, $(211)_\beta$ e $(220)_\beta$. As fases martensíticas α' e α'' foram identificadas pela maioria dos picos. Observa-se que a fase β se encontra em maior quantidade do que nas ligas com 15 e 22 % de nióbio. A fase ω , determinada pelos picos $(111)_\omega$ e $(021)_\omega$, é um produto da decomposição da fase β metaestável. A Tabela 4, Apêndice B, apresenta os resultados obtidos pela difração de raios-X da liga Ti-26%Nb-3%Al aquecida e a identificação das fases presentes.

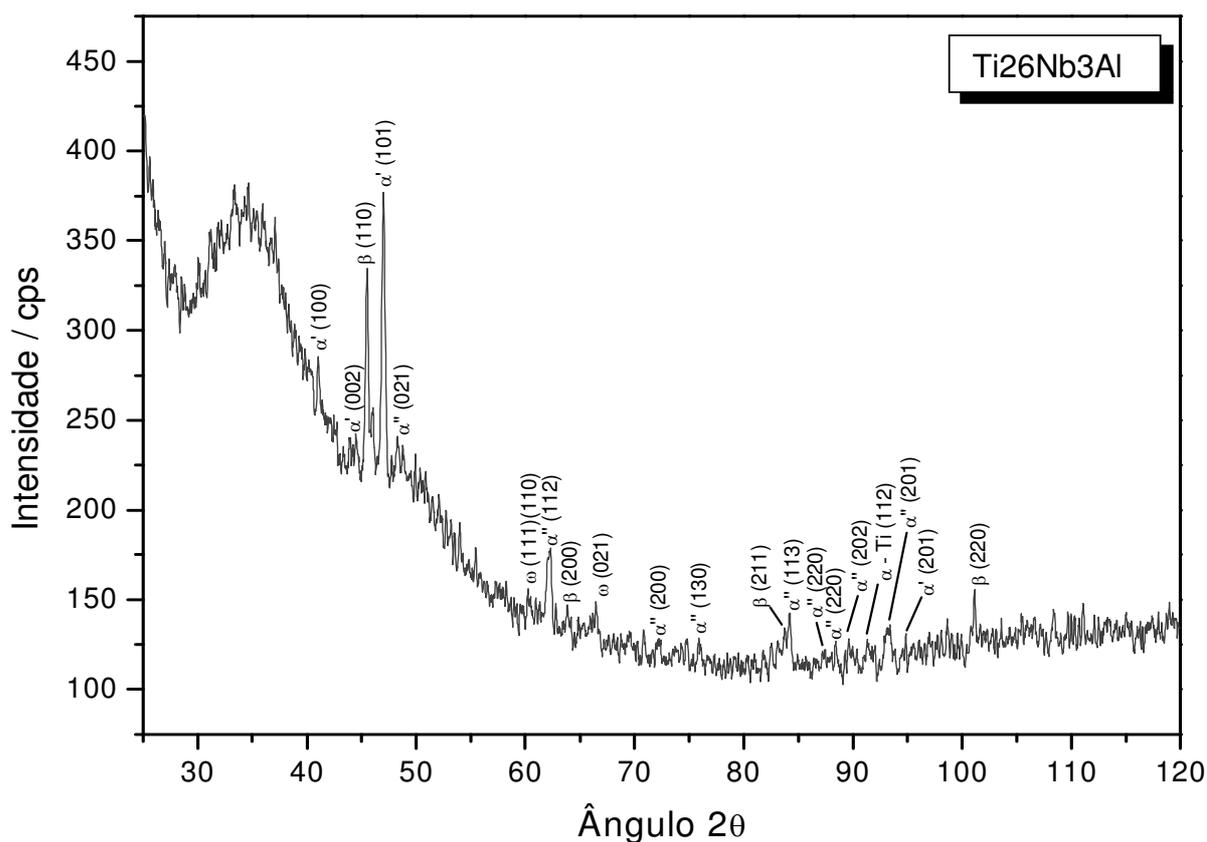


Figura 72 - Difratograma da liga Ti-26%Nb-3%Al termicamente tratada.

5.6.5 – Liga Ti-32%Nb-3%Al Termicamente Tratada

O difratograma obtido da liga Ti-32%Nb-3%Al após aquecimento, está apresentado na Figura 73, não evidenciando a presença da fase estável α HC. A presença da fase α' foi observada pelos picos: $(002)_{\alpha'}$, $(110)_{\alpha'}$ e $(201)_{\alpha'}$. A fase α'' teve seus picos correspondentes a $(111)_{\alpha''}$, $(200)_{\alpha''}$, $(131)_{\alpha''}$, e $(200)_{\alpha''}$, enquanto que a fase β foi identificada pelo pico $(110)_{\beta}$, sendo este o principal. Também foi observada a presença da fase ω pelo pico $(001)_{\omega}$. A Tabela 5, Apêndice B, apresenta os resultados obtidos pela difração de raios-X da liga Ti-32%Nb-3%Al aquecida e a identificação das fases presentes.

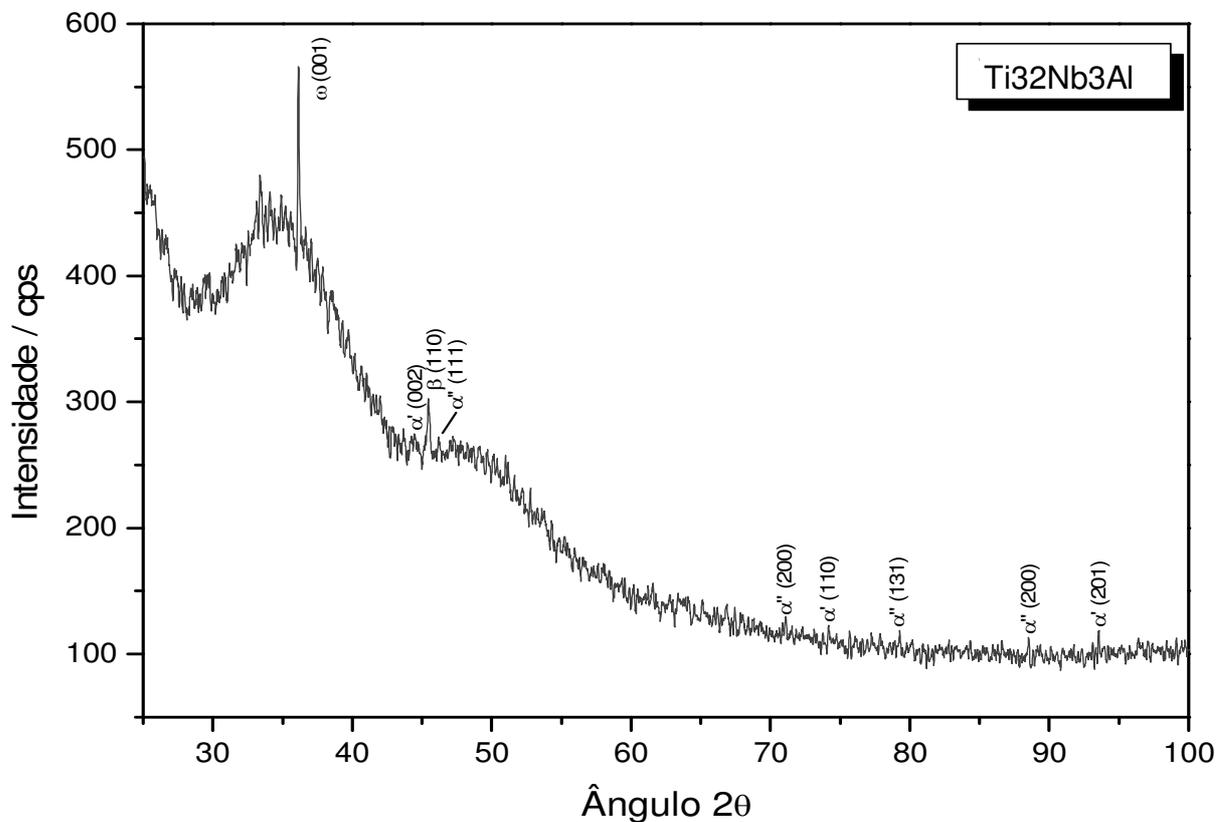


Figura 73 - Difratograma da liga Ti-32%Nb-3%Al termicamente tratada.

5.6.6 – Liga Ti-38%Nb-3%Al Termicamente Tratada

O difratograma obtido da liga Ti-38%Nb-3%Al após aquecimento, está apresentado na Figura 74. A estrutura é composta da fase β como principal, com a participação das fases α' e α'' e traços de fases α HC e ω .

A presença da fase β foi identificada por um pico muito intenso $(110)_\beta$ e $(200)_\beta$, menor. A fase martensítica α' foi identificada pelos picos $(101)_{\alpha'}$, $(110)_{\alpha'}$ e $(113)_{\alpha'}$, e a fase α'' identificada pelos picos $(021)_{\alpha''}$ e $(113)_{\alpha''}$. A presença da fase α HC foi determinada pelo pico $(100)_\alpha$. A liga ainda apresenta a fase ω como produto da decomposição da fase β metaestável, revelada pelo pico $(221)_\omega$. A Tabela 6, Apêndice B, apresenta os resultados obtidos pela difração de raios-X da liga Ti-38%Nb-3%Al aquecida e a identificação das fases presentes.

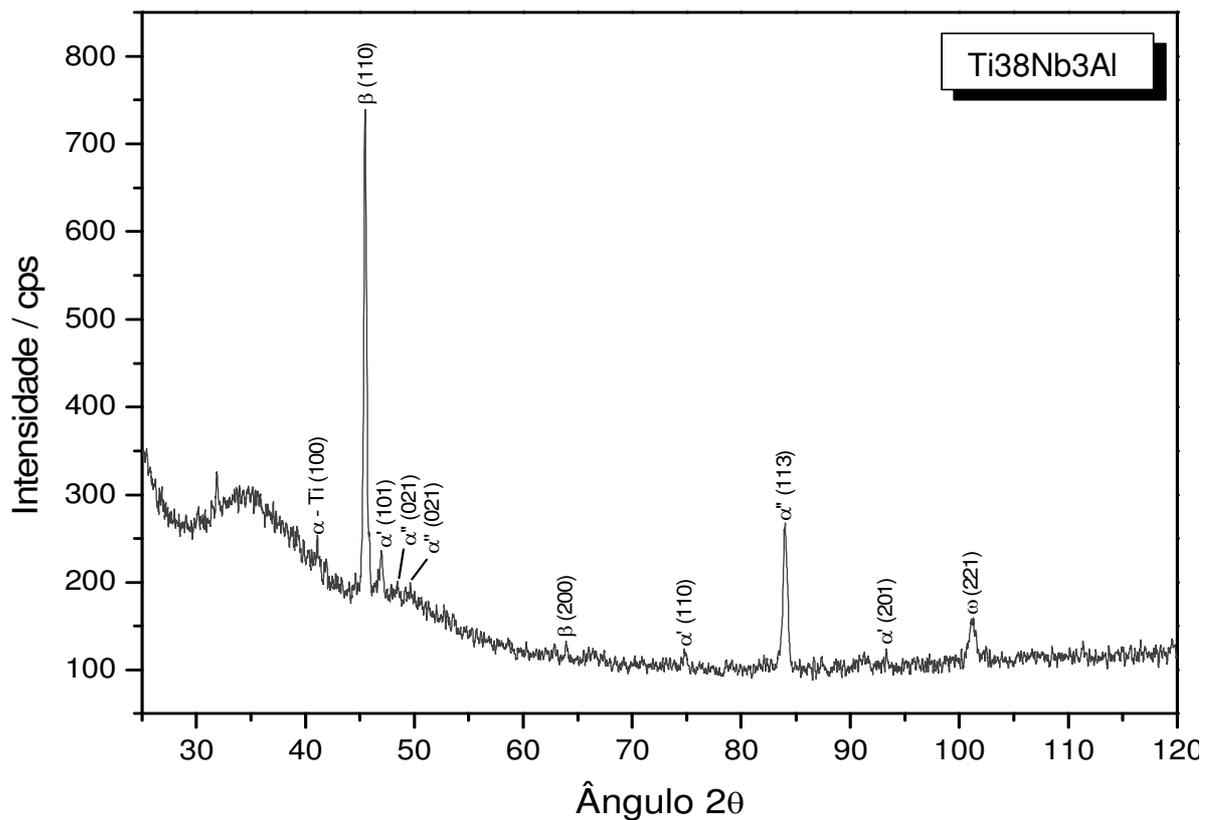


Figura 74 - Difratograma da liga Ti-38%Nb-3%Al termicamente tratada.

Os resultados da análise de difração de raios-X das ligas Ti-Nb-3%Al aquecidas revelam que durante o tratamento térmico aplicado, as ligas temperadas sofrem diversos processos incluindo decomposição das fases metaestáveis α' , α'' e β metaestável, envolvendo processos de distribuição dos elementos de liga, formação de regiões ricas e pobres de nióbio, dando origem às fases estáveis α HC e β CCC. A presença das fases estáveis é notada em todas as ligas observadas. Com resfriamento adotado, é possível também prever uma transformação parcial da fase β para α pelo mecanismo martensítico com a formação das fases α' e α'' . Nas

ligas com elevado teor de nióbio, a fase estável α HC não aparece evidenciando o mecanismo preferencial martensítico na transformação de $\beta \rightarrow \alpha$. Entretanto, a fase β nestas ligas se difere da mesma nas ligas temperadas, pelo fato de esta sofrer uma decomposição. O produto desta decomposição, a fase ω , foi notado nas ligas analisadas a partir de 24 % de nióbio.

Ainda foi observado que, com aumento do teor de nióbio, a quantidade relativa da fase β aumenta. Entretanto, a liga com 38%Nb, no estado temperado apresentava somente a fase β metaestável, após o tratamento térmico, apresenta uma estrutura multifásica, composta de fase β , como a principal, além das fases α'/α'' e ω .

Certamente, as ligas analisadas, aquecidas e resfriadas com a velocidade adotada, ainda não se encontram no estado termodinamicamente estável, entretanto, o processo de decomposição com distribuição de elementos de liga é evidenciado.

5.7 – Microscopia Ótica das Ligas Termicamente Tratadas a 800°

5.7.1 – Liga Ti-15%Nb-3%Al Termicamente Tratada

As micrografias da Figura 75 apresentam a morfologia da liga aquecida até 800° C, que possui a estrutura composta de fase α HC estável, como principal, com pouca presença de fase β e traços das fases martensíticas α' e α'' , como foi determinado pela análise de difração de raios-X. O aspecto microscópico da liga aquecida de Ti-15%Nb-3%Al, Figura 75, revela contornos de grãos da fase β contendo em seu interior agulhas grossas e finas entrelaçadas das fases α HC e martensíticas α' e α'' .

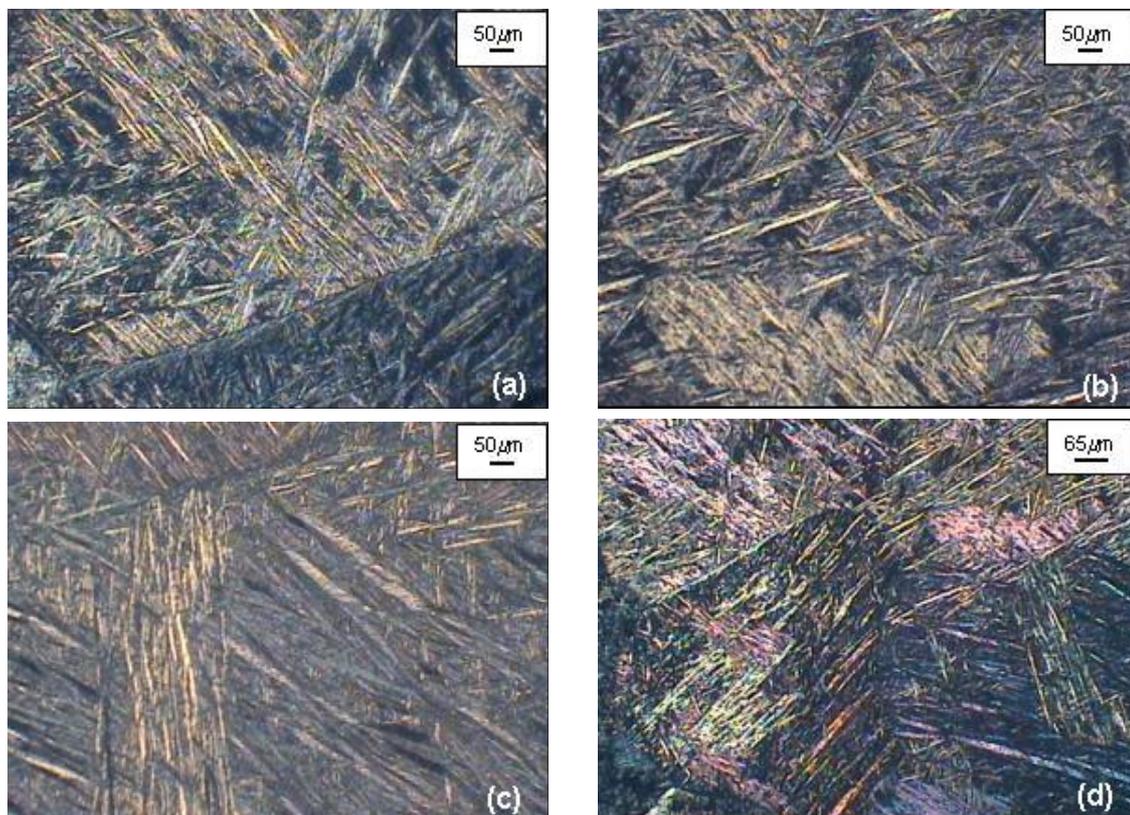


Figura 75 – Microestrutura da liga Ti-15%Nb-3%Al termicamente tratada observada em luz polarizada. Ampliação: (a, b, c) 200x, (d) 100x com iluminação de xenônio.

Dentro de um grão é possível observar vários subgrãos com uma orientação preferencial das lamelas agulhadas, separadas entre si por uma fronteira, Figura 75 (a, d), podendo, dentro do próprio grão, Figura 75 (d) as agulhas terem orientações diferentes.

Analisando as micrografias junto com os dados da análise de difração de raios-X da liga, e os dados do trabalho de Donachie Junior (2000), conclui-se que a fase estável α HC, presente na liga com 15 % de Nb, possui a estrutura de Widmanstätten e forma-se no resfriamento a partir da fase β de alta temperatura, quando se envolvem processos de difusão e redistribuição de nióbio. Entretanto, uma parte da fase β , provavelmente mais rica em nióbio, se transforma pelo mecanismo martensítico, originando as martensitas α' e α'' , cujas agulhas também aparecem na microestrutura.

As fases presentes nesta liga são produtos de uma série de transformações, ocorridas no aquecimento da liga temperada, envolvendo a decomposição das fases metaestáveis e no resfriamento, envolvendo transformações de $\beta \rightarrow \alpha$ com os mecanismos difusivo e não-difusivo.

5.7.2 – Liga Ti-22%Nb-3%Al Termicamente Tratada

A liga temperada Ti-22%Nb-3%Al após tratamento térmico, apresentou a estrutura composta de fases α , α' HC, β e pequena quantidade da martensita α'' , como foi revelada pela análise de difração de raios-X.

Nesta liga, o interior dos grãos da fase β transformada, apresenta uma morfologia de agulhas, onde as linhas de deslizamento podem ser paralelas, entrelaçadas ou desordenadas, dependendo da posição espacial do cristalito, Figura 76 (a, b, c, d). As fases agulhadas presentes na estrutura da liga exibiram-se com morfologia diferente, aparentando serem grossas e finas, além de mostrarem em forma de linhas de deslizamento paralelas e entrelaçadas, Figura 76 (a, b, c). Essa estrutura pode ser o resultado de vários processos envolvendo a decomposição e distribuição, no aquecimento, e envolvendo transformações de $\beta \rightarrow \alpha$ com os mecanismos difusivos e não-difusivos durante o resfriamento, originando as fases estáveis (β e α) e não estáveis (α' e α''). A interface entre os grãos é predominantemente incoerente, Figura 76 (a, c), e coerente, representado no canto direito da Figura 76 (d).

No aspecto óptico, a liga Ti-22%Nb-3%Al, possui uma microestrutura constituída de grãos com fase martensítica metaestável α' e α'' , sendo comprovada pela análise de raios-X e de acordo com a literatura (Donachie Junior, 2000).

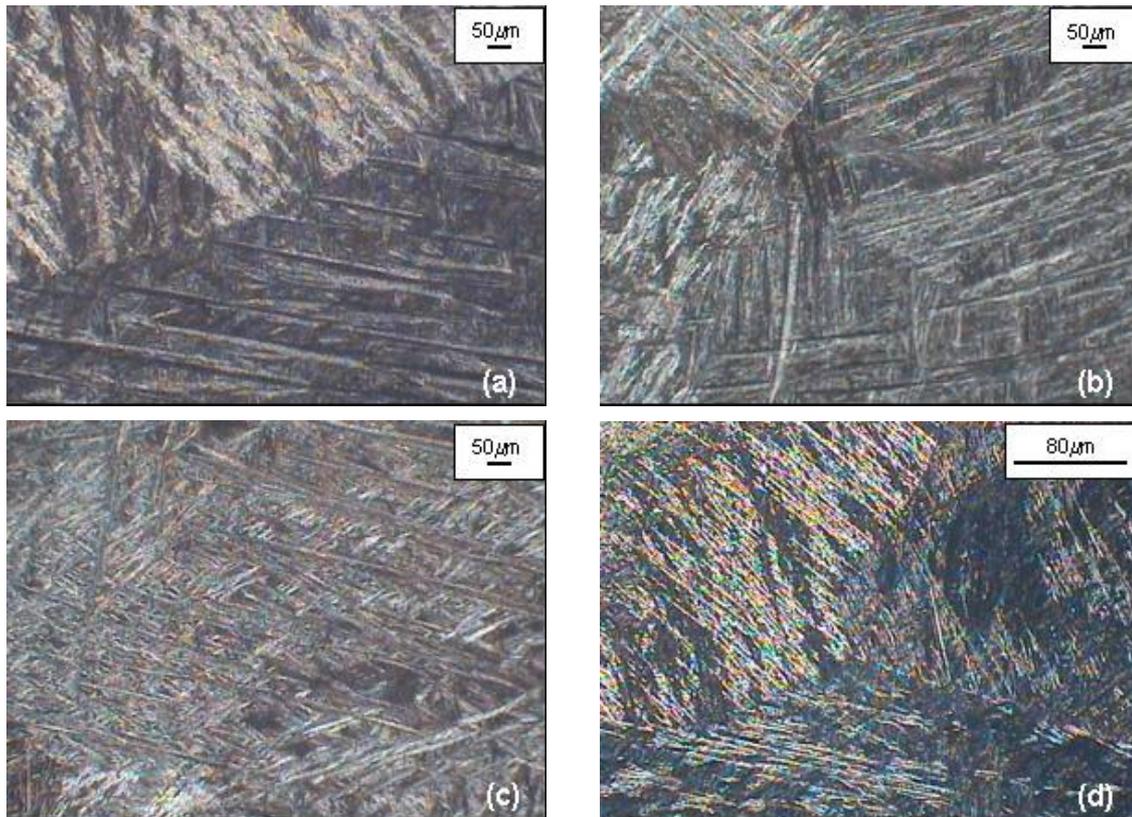


Figura 76 – Microestrutura da liga Ti-22%Nb-3%Al termicamente tratada observada em luz polarizada. Ampliação: (a, b, c) 200x, (d) 50x.

5.7.3 – Liga Ti-24%Nb-3%Al Termicamente Tratada

O aspecto morfológico da liga Ti-24%Nb-3%Al, Figura 77, mostra-se parecido com o mesmo da liga anterior com 22 % de Nb. A liga com 24 % de Nb possui a estrutura composta da fase β , martensita α' e com traços das fases α'' e ω , sem presença da fase estável α , como foi detectada pela análise de raios-X (item 5.6.3).

A Figura 77 (a, b, c) apresenta vários tipos de morfologia, onde as agulhas aparecem de tamanhos variáveis, volumosas e toma o espaço dos grãos da fase β transformada, Figura 77 (b). Em alguns grãos a morfologia da agulha se mostra muito fina e paralela quando comparada as outras regiões, Figura 77 (d).

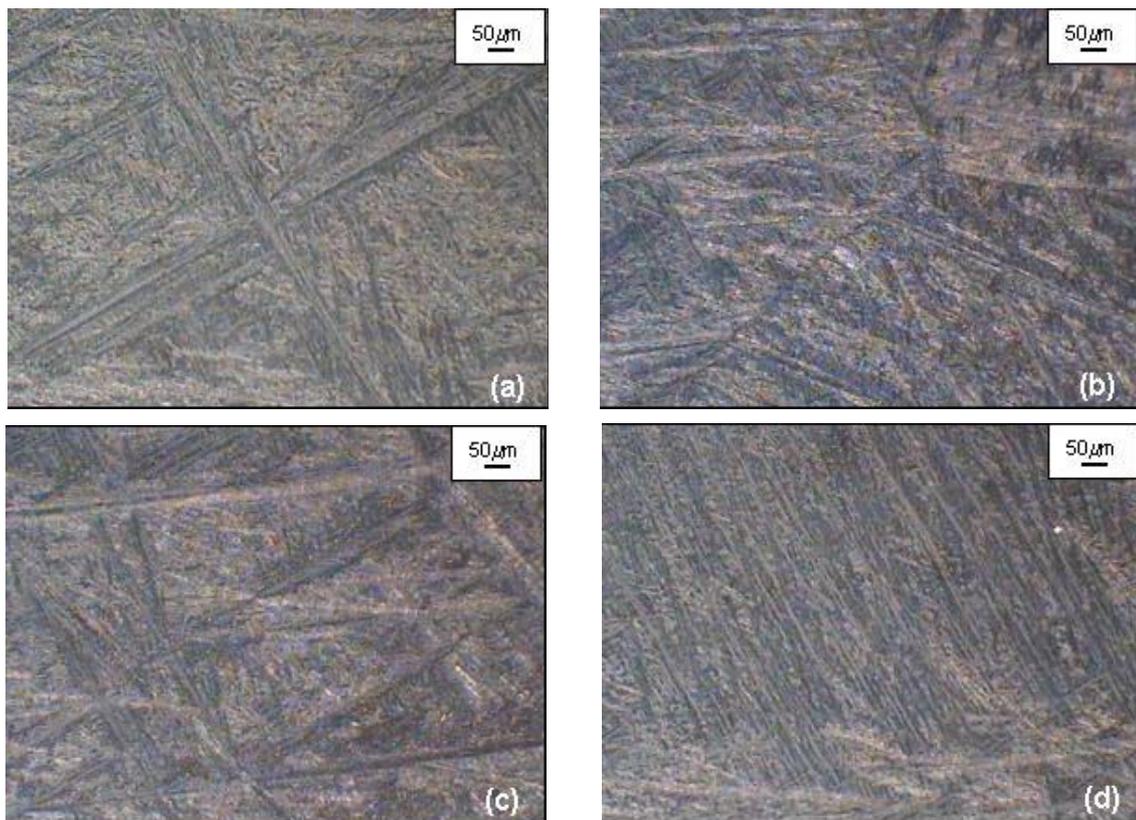


Figura 77 – Microestrutura da liga Ti-24Nb-3%Al termicamente tratada observada em luz polarizada. Ampliação: (a, b, c, d) 200x.

5.7.4 – Liga Ti-26%Nb-3%Al Termicamente Tratada

A estrutura da liga Ti-26%Nb-3%Al após tratamento térmico, apresentada pela Figura 78, mostrou as agulhas finas e algumas grossas, contendo os grãos da fase β com morfologias distintas atribuídas às fases α' e α'' , uma vez que as análises de difração de raios-X revelaram a presença destas fases em grande proporção. Ainda a análise de difração de raios-x revelou a presença das fases β , α HC e ω . Espera-se que a fase α HC possua a morfologia agulhada. A fase ω não é revelada pela análise óptica.

A interface entre os grãos revelou-se predominantemente incoerente, Figura 78 (b, c, d), contendo no seu interior agulhas entrelaçadas e um pouco ordenadas, Figura 78 (a, b, c, d).

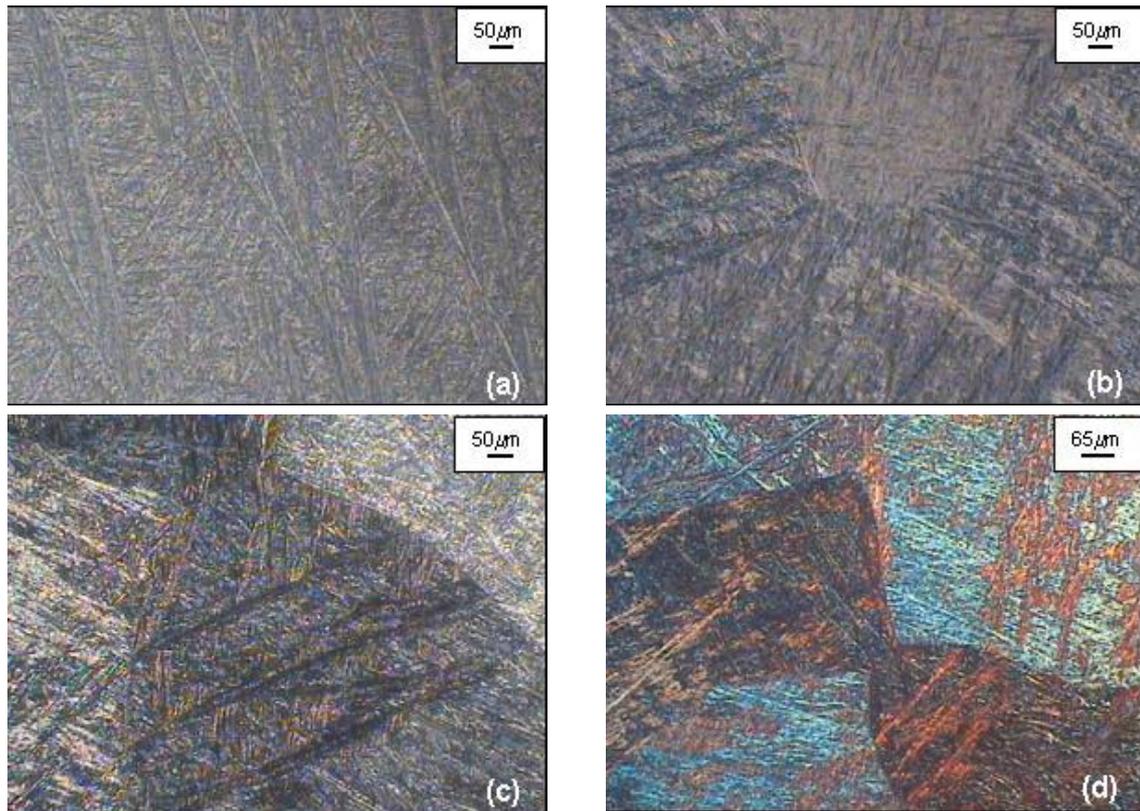


Figura 78 – Microestrutura da liga Ti-26Nb-3%Al termicamente tratada observada em campo claro (a) e luz polarizada (b, c, d). Ampliação: (a, b, c) 200x, (d) 100x, (c, d) com iluminação de xenônio.

5.7.5 – Liga Ti-32%Nb-3%Al Termicamente Tratada

A liga com 32 % de Nb é constituída de grãos quase equiaxiais da fase β , e agulhas martensíticas α'/α'' , grossas e finas que estão paralelas ou entrelaçadas, Figura 79 (a, b, c, d), sendo identificadas por difração de raios-X. Foi identificada ainda a fase ω , que não foi revelada pela análise ótica. Observou-se nesta liga a presença de interface entre os grãos predominantemente incoerente, Figura 79 (a,c).

5.7.6 – Liga Ti-38%Nb-3%Al Termicamente Tratada

Na liga com 38% de Nb, pela difração de raios-X, foi revelada a presença da fase β como principal, com a participação das fases α' e α'' e traços de fases α HC e ω . A análise de microscopia ótica, Figura 80, mostra os grãos aproximadamente equiaxiais da fase β , sendo que a maioria destes é livre de agulhas martensíticas. A Figura 80 (c) mostra em detalhes como os contornos de grãos são mais pronunciados quando comparados as outras ligas.

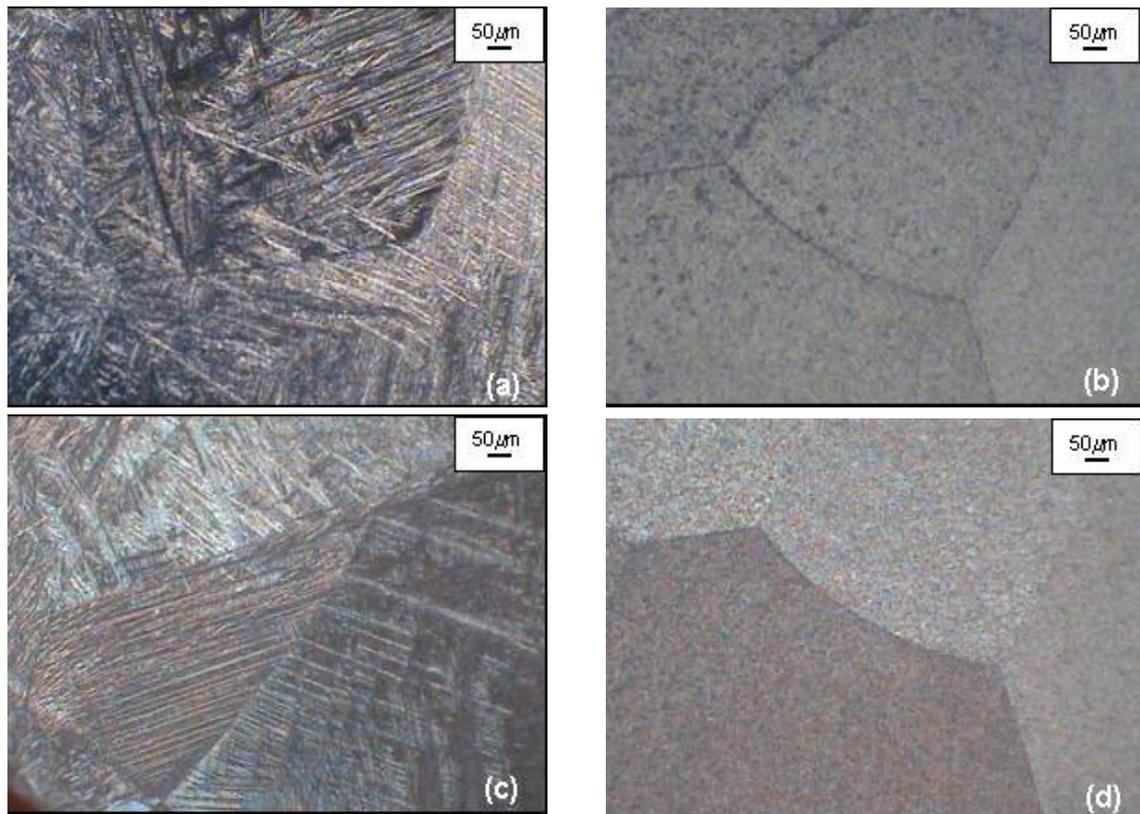


Figura 79 – Microestrutura da liga Ti-32%Nb-3%Al termicamente tratada observada em luz polarizada (a, c, d) e campo claro (b). Ampliação: (a, b, c, d) 200x, (c, d) com iluminação de xenônio.

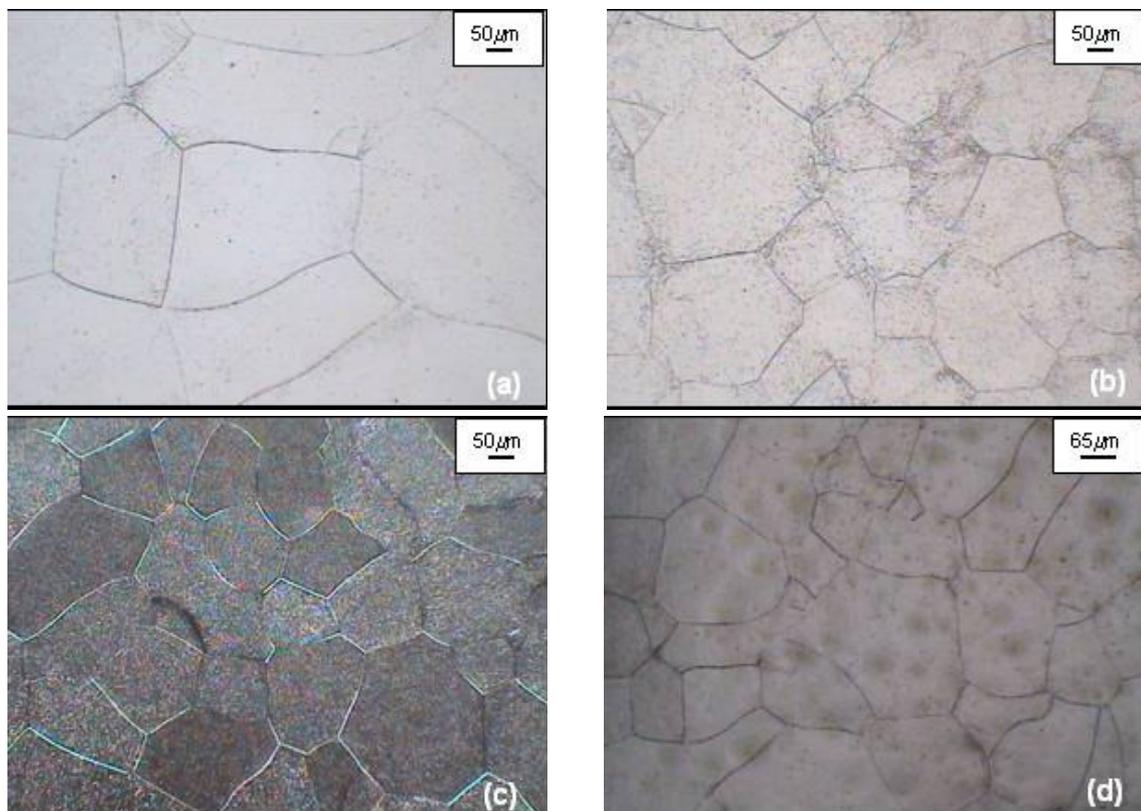


Figura 80 – Microestrutura da liga Ti-38%Nb-3%Al termicamente tratada observada com iluminação de xenônio em campo claro (a, b, d) e luz polarizada (c). Ampliação: (a, b, c) 200x, (d) 100x.

5.8 – Microdureza Vickers das Ligas Termicamente Tratadas a 800° C

A microdureza das agulhas martensitas e dos grãos da fase β das ligas Ti-15%Nb-3%Al, Ti-22%Nb-3%Al, Ti-24%Nb-3%Al, Ti-26%Nb-3%Al, Ti-32%Nb-3%Al e Ti-38%Nb-3%Al foi medida. Na Tabela 7 estão apresentados os valores médios da microdureza (HV), bem como o desvio padrão (σ) e o erro absoluto (ε) para as fases presentes nas ligas, variando a concentração de nióbio.

Tabela 7 – Microdureza das ligas Ti-Nb-3%Al termicamente tratadas.

<i>Nb</i> (% em peso)	<i>Fases</i> <i>Metaestáveis</i>	<i>HV</i> (kgf/mm ²)	σ (kgf/mm ²)	ε (kgf/mm ²)
15	α HC	191,1	24,5	48,0
22	α HC/ α'	197,3	24,0	47,0
24	α'/α''	237,0	24,4	47,9
26	α'/α''	228,8	17,4	34,1
32	α'/α''	220,9	23,7	46,5
	β	258,6	23,1	45,2
38	β	183,9	19,1	37,5

As ligas de titânio, aquecidas até 800° C e que possuem a temperatura ambiente a estrutura com morfologia de agulhas martensíticas, apresentam uma variação no valor da microdureza. Pela Tabela 7, observa-se que as agulhas da liga com 15 % de Nb possuem uma microdureza no valor de $191,1 \pm 48,0$ kgf/mm² e as agulhas da liga com 22 % de Nb uma tendência em aumentar o valor da microdureza para $197,3 \pm 47,0$ kgf/mm². Estes valores para a microdureza das agulhas com 15 e 22 % de Nb, por serem próximos, podem ser explicados devido à presença da fase α estável na estrutura destas ligas, formadas durante o processo de decomposição $\alpha \rightarrow \beta$. O aumento da microdureza da liga com 24 % de Nb, $237,0 \pm 47,9$ kgf/mm², e posteriormente uma diminuição no seu valor quando comparado com a liga de 26 % de Nb, $228,8 \pm 34,1$ kgf/mm², pode estar relacionado com a presença da fase ω que se originou como produto da decomposição $\alpha \rightarrow \beta$, durante o aquecimento da liga.

A liga Ti-32%Nb-3%Al apresentou em sua estrutura morfologias bem distintas, agulhas e grãos, sendo seus valores da microdureza $220,9 \pm 46,5 \text{ kgf/mm}^2$ e $258,6 \pm 45,2 \text{ kgf/mm}^2$, respectivamente. Supõe-se que esses grãos tivessem uma microdureza menor, quando comparados às agulhas, por esses grãos representarem as regiões mais ricas em elementos β -estabilizador, contudo isso não foi observado. Nas análises de raios-X, verificou-se a presença de fases martensíticas e da fase β , sendo esta última em pequena porcentagem. Pode ser que as fases martensíticas não tiveram tempo suficiente para sofrer a decomposição por completo, atingindo a fase β , então apenas se formaram grãos e no seu interior haviam agulhas muito pequenas e finas que foram mascaradas pela presença passivadora de piches, interferindo nos resultados.

Com o aumento de nióbio na estrutura da liga com 38 %, a fase β metaestável durante o aquecimento tende a se decompor, formando regiões pobres e ricas de elementos β -estabilizadores, apresentando em sua estrutura fases próximas à estável β , portanto diminuindo o valor da microdureza para $183,9 \pm 37,5 \text{ kgf/mm}^2$ e por causa da maior concentração de nióbio.

Na Figura 81 observa-se a microdureza Vickers calculada nas fases presentes das ligas aquecidas, com a variação do erro absoluto. O valor da microdureza aumenta levemente quando o teor de Nb muda de 15 para 22 %. Quando o teor de nióbio aumenta de 24 para 32 %, o valor da microdureza para a morfologia tipo agulhas é $237,0 \pm 47,9 \text{ kgf/mm}^2$, apresentando uma leve diminuição para $220,9 \pm 46,5 \text{ kgf/mm}^2$. Os grãos da liga com 32 % de Nb apresentaram um valor de microdureza para $258,6 \pm 45,2 \text{ kgf/mm}^2$ e posteriormente um decréscimo para a microdureza dos grãos, alcançando um mínimo de $183,9 \pm 37,5 \text{ kgf/mm}^2$, para a liga com 38 % de Nb, devido ao maior teor de nióbio na rede cristalina. O aumento médio no valor da microdureza para as ligas de 24 a 32 % de Nb em relação às outras composições apresentadas pode estar relacionado com a presença da fase ω , a qual aumenta o valor da microdureza nas ligas.

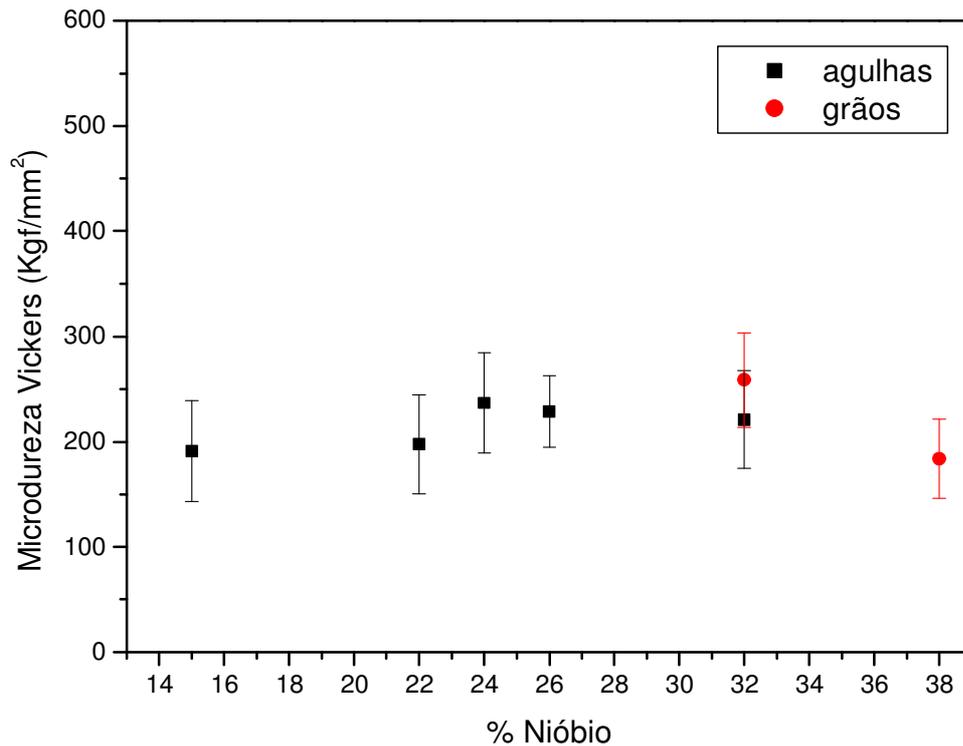


Figura 81 – Flutuação da microdureza das fases das ligas Ti-Nb-3%Al termicamente tratadas.

5.8.1. Discussão das Seções 5.6 a 5.8

Nas ligas de Ti-Nb-3%Al, inicialmente temperadas e, em seguida, termicamente tratadas por dois ciclos de aquecimento até 800° C e resfriamento até a temperatura ambiente, com a velocidade de 10° C/min, a estrutura apresenta modificações significativas, sendo comparada com o estado temperado das mesmas.

Na liga com 15 % de Nb, o constituinte principal é a fase α HC estável, com pouca presença de fase β e traços das fases martensíticas α' e α'' . Pode-se dizer que esta liga se encontra na região bifásica $\alpha + \beta$, onde ainda uma parte de fase β (em menor quantidade) sofreu a transformação martensítica formando as martensitas α' e α'' .

Na liga com maior teor de nióbio, 22 % de Nb, no aquecimento e resfriamento, a decomposição das fases metaestáveis e redistribuição do nióbio ocorreram, originando as fases distintas: a fase alfa, com menor teor de nióbio, e beta, com maior teor de nióbio. Entretanto, o fato de que a fase alfa aparece como martensita

α' , em vez de α HC estável, indica que o teor de nióbio nela é maior que no estado de equilíbrio, e aparece pela reação $\beta \rightarrow \alpha'$, pelo mecanismo martensítico.

Com aumento do teor de nióbio de 22 a 32 %, a quantidade de fase β aumenta e da martensita α' diminui, proporcionalmente. Nestas composições a presença da fase estável α não foi revelada. A presença da martensita α' , com uma participação das fases α'' e ω , indica que no aquecimento ocorreu uma decomposição das fases metaestáveis, acompanhada por processos difusivos de redistribuição dos elementos de liga. Isso é evidenciado pela presença da fase ω , como uma etapa de decomposição de fase β metaestável. Bem provável, que a fase β , mesmo no aquecimento, continua ser heterogênea pela distribuição dos elementos de liga (mais rica e menos rica), se comportando de modo diferente no resfriamento, originando na sua transformação fases martensíticas diferentes como α' (regiões menos supersaturadas) e α'' (nas regiões mais supersaturadas). Na liga com 32 % de Nb, a participação da fase ω na estrutura foi notável, revelando o processo de decomposição da fase β metaestável para o estável. Maior teor de nióbio, com 38 %, retarda ainda todos os processos no resfriamento e a estrutura possui a fase β como a principal e fases α' e α'' , com traços de fase ω .

As ligas onde aparece a fase ω (de 24 a 38%Nb), revelam um aumento na microdureza, que é mais notável na liga com 32%Nb. Isso está em acordo com os dados de outros pesquisadores (Fedotov *et al.*, 1982a, 1982b; Lee *et al.*, 2002).

5.9 – Análise Térmica das Ligas Temperadas

Para tentar compreender os processos ocorridos na estrutura das ligas Ti-Nb-3%Al temperadas, durante o aquecimento, avaliando a sua estabilidade a temperatura, foram feitas análises térmicas, a saber, a análise térmica diferencial (DTA), aquecendo as ligas até 800° C, e para estudo mais detalhado, a análise de calorimetria exploratória diferencial (DSC), mantendo a taxa de aquecimento padronizada de 10° C/min.

5.9.1 – Análise Térmica Diferencial (DTA)

Para compreender os efeitos térmicos da ligas, foi feito a análise por DTA para observar as transformações de fase nas ligas temperadas com 15, 22, 24, 26, 32 e 38 % de Nb. A técnica DTA foi realizada com a uma taxa de aquecimento de 10° C/min, desde 25 até 800° C, realizando dois aquecimentos em cada liga após o resfriamento da mesma.

5.9.1.1 – Liga Temperada Ti-15%Nb-3%Al

Durante o primeiro aquecimento, até 800° C, a curva térmica da liga temperada Ti-15%Nb-3%Al, com estrutura inicial martensítica α' , está apresentada na Figura 82. No aquecimento, a liga sofre pequenas alterações na sua estrutura que são pouco reveladas na análise de DTA. Na faixa de 70 a 120° C, foi observado um leve e difuso efeito exotérmico. A partir deste pico, não foi notado na curva térmica nenhum outro efeito durante todo o primeiro aquecimento.

No segundo aquecimento, até 800° C, a curva térmica da mesma liga mostrada na Figura 82, revela um efeito endotérmico na faixa de temperatura 420 a 480° C, podendo estar relacionado com as fases estáveis formadas durante a decomposição ocorrida no primeiro aquecimento, que sofre uma transformação reversa $\beta \rightarrow \alpha$ no segundo aquecimento, formando as fases martensíticas. Para valores de temperaturas maiores, não se observa nenhum efeito térmico. Portanto, a fase martensítica α' da liga Ti-15%Nb-3%Al se mostra bastante estável durante todo o aquecimento até 800° C.

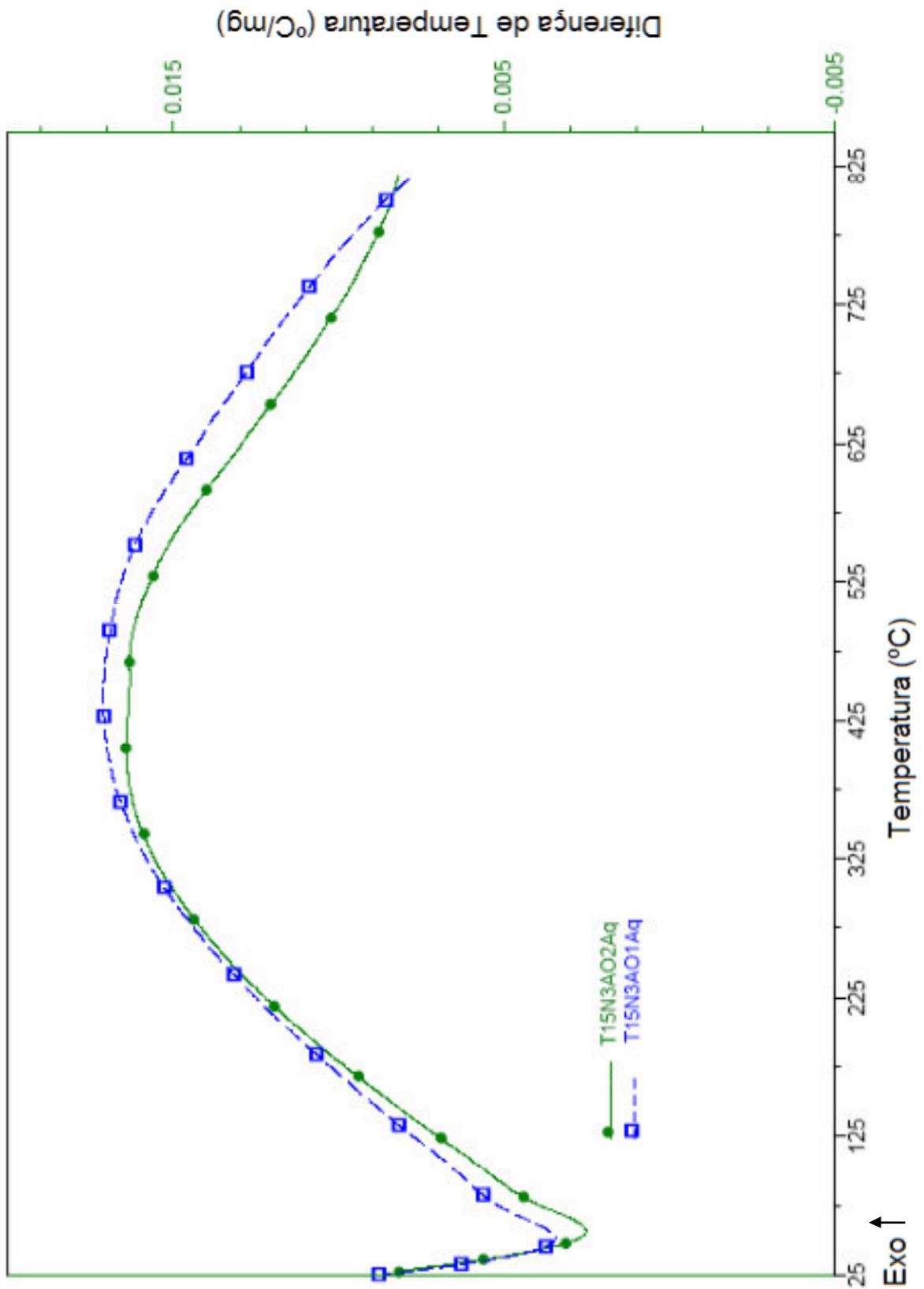


Figura 82 – Análise por DTA da liga Ti-15%Nb-3%Al temperada

5.9.1.2 – Liga Temperada Ti-22%Nb-3%Al

A curva térmica no primeiro aquecimento da liga temperada Ti-22%Nb-3%Al, com a estrutura martensítica de α' e α'' , é apresentada na Figura 83. Nota-se que a liga sofre alterações na sua estrutura que são pouco reveladas na análise de DTA. Na temperatura em torno de 435° C parece haver um pequeno efeito térmico bastante difuso, onde pode estar ocorrendo à transformação reversa das fases martensíticas α' e α'' para a fase β metaestável, entretanto, o efeito é muito pequeno para fazer uma conclusão definitiva. Na faixa de temperatura de 610 a 680° C, aparece uma transformação com efeito exotérmico, relacionada ao processo de decomposição, o qual origina as fases estáveis.

Durante o segundo aquecimento até 800° C, a curva térmica da liga temperada Ti-22%Nb-3%Al, mostrada na Figura 83, revela somente um pequeno efeito endotérmico na faixa de temperatura de 420 a 475° C, correlacionada com a transformação reversa $\alpha'/\alpha'' \rightarrow \beta$ metaestável.

As fases resultantes destes aquecimentos podem ser verificadas pela análise de raios-X da Figura 70. As fases martensíticas da liga Ti-22%Nb-3%Al se mostram estáveis ao aquecimento até 800° C.

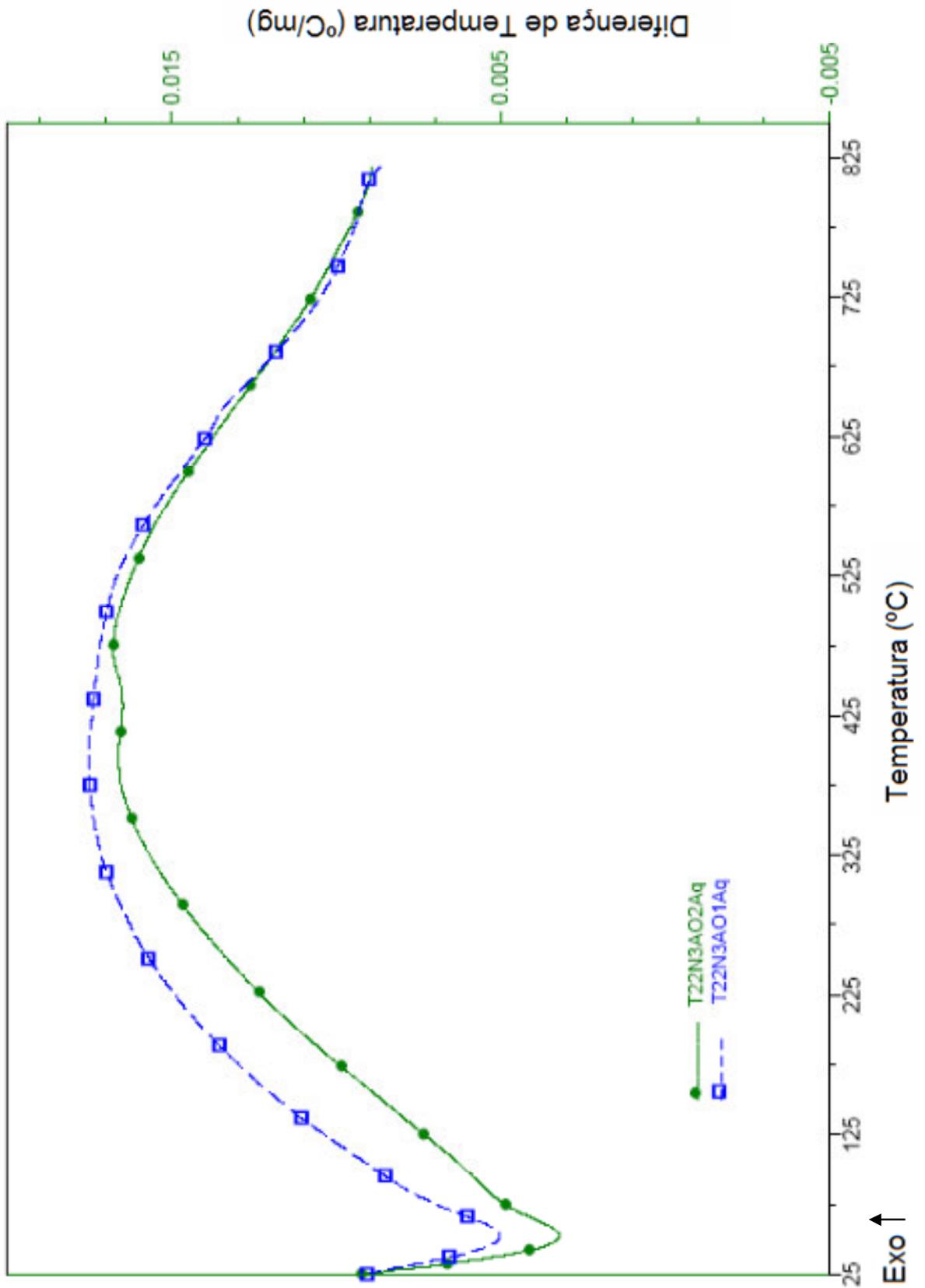


Figura 83 – Análise por DTA da liga Ti-22%Nb-3%Al temperada

5.9.1.3 – Liga Temperada Ti-24%Nb-3%Al

Durante o primeiro aquecimento, até 800° C, a curva térmica da liga temperada Ti-24%Nb-3%Al, com estrutura inicial martensítica α'' , está apresentada na Figura 84. No primeiro aquecimento, a liga sofre pequenas alterações na sua estrutura que são pouco reveladas na análise de DTA. Em torno da temperatura de 520° C foi observado um pequeno e difuso pico endotérmico que se refere às transformações reversas, isto é, a fase martensítica α'' presente na liga ao ser aquecida, tende a sofrer transformações até alcançar a fase β metaestável. Na faixa de 525 a 620° C, foi notado um pequeno efeito exotérmico, referente à decomposição das fases metaestáveis presentes para as fases estáveis α e β , gerando regiões pobres e ricas em nióbio, respectivamente. Durante este processo de decomposição, pode haver a presença da fase metaestável ω como produto deste processo, o que foi observado na difração de raios-X, Figura 71. A partir de 730° C, nota-se na curva térmica uma tendência para o efeito exotérmico, provavelmente dando continuidade ao processo de decomposição a fases estáveis.

No segundo aquecimento, até 800° C, a curva térmica da mesma liga mostrada na Figura 84, apresenta uma pequena curvatura, bem difusa, provavelmente de um efeito endotérmico seguido pelo processo de decomposição, efeito exotérmico. Portanto, a fase martensítica α'' da liga Ti-24%Nb-3%Al se mostra bastante estável durante o aquecimento até 800° C.

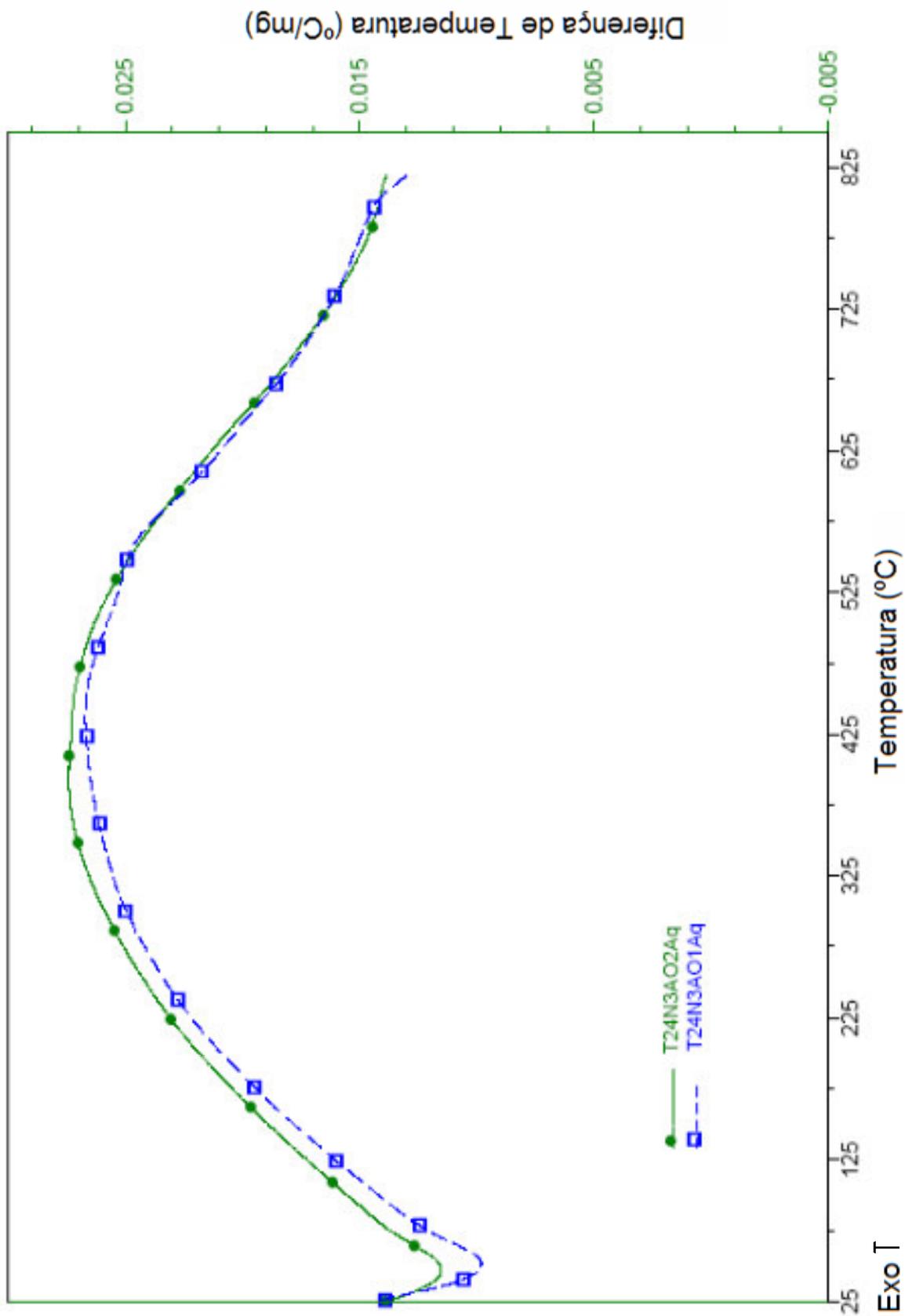


Figura 84 – Análise por DTA da liga Ti-24%Nb-3%Al temperada

5.9.1.4 – Liga Temperada Ti-26%Nb-3%Al

A curva térmica do aquecimento da liga temperada Ti-26%Nb-3%Al, com a estrutura martensítica de α'' , é apresentada na Figura 85. Nota-se que a liga sofre alterações na sua estrutura que são pouco reveladas na análise de DTA. Para o primeiro aquecimento, na faixa de 72 a 90° C, foi notado um efeito que está relacionado à decomposição da fase martensítica α'' para as fases estáveis, originando regiões pobres e ricas para teores de nióbio, α e β . Por este processo ocorrer a uma temperatura baixa, pode ser que a estabilidade não seja alcançada, como o esperado, originando a fase martensítica α' . Provavelmente a temperaturas próximas a 500° C ocorre um efeito endotérmico bem difuso e pequeno, correlacionada à transformação reversa $\alpha' \rightarrow \beta$ metaestável, entretanto, o efeito é muito pequeno para fazer uma conclusão definitiva. O volume da liga que participa desta transformação é muito pequeno. A partir de 560° C, começa uma transformação com efeito endotérmico, dando continuidade ao processo de transformação reversa, formando a fase β metaestável a partir das fases martensíticas α'/α'' e que vai até a temperatura máxima analisada.

Durante o segundo aquecimento até 800° C, a curva térmica da liga temperada Ti-26%Nb-3%Al, Figura 85, é revelado um pequeno efeito endotérmico, 375 a 440° C, seguido de um leve efeito exotérmico. Nestes processos, acredita-se, que ao término da transformação reversa do primeiro aquecimento, a liga continua tendo em sua estrutura as fases α'' e β metaestável, que com o segundo aquecimento passa pela mesma transformação, tendendo a formar a fase β metaestável, que sofre uma branda decomposição logo em seguida, aparecendo então às fases estáveis α e β . Após esta temperatura do efeito exotérmico, não se observa nenhum efeito térmico até a temperatura de 800° C.

As fases resultantes destes aquecimentos podem ser verificadas pela análise de raios-X da Figura 72. Em todo o processo térmico desta liga, observou-se que acontecem transformações martensíticas reversíveis e decomposição a fases estáveis. As fases martensíticas da liga Ti-26%Nb-3%Al se mostram estáveis ao aquecimento até 800° C.

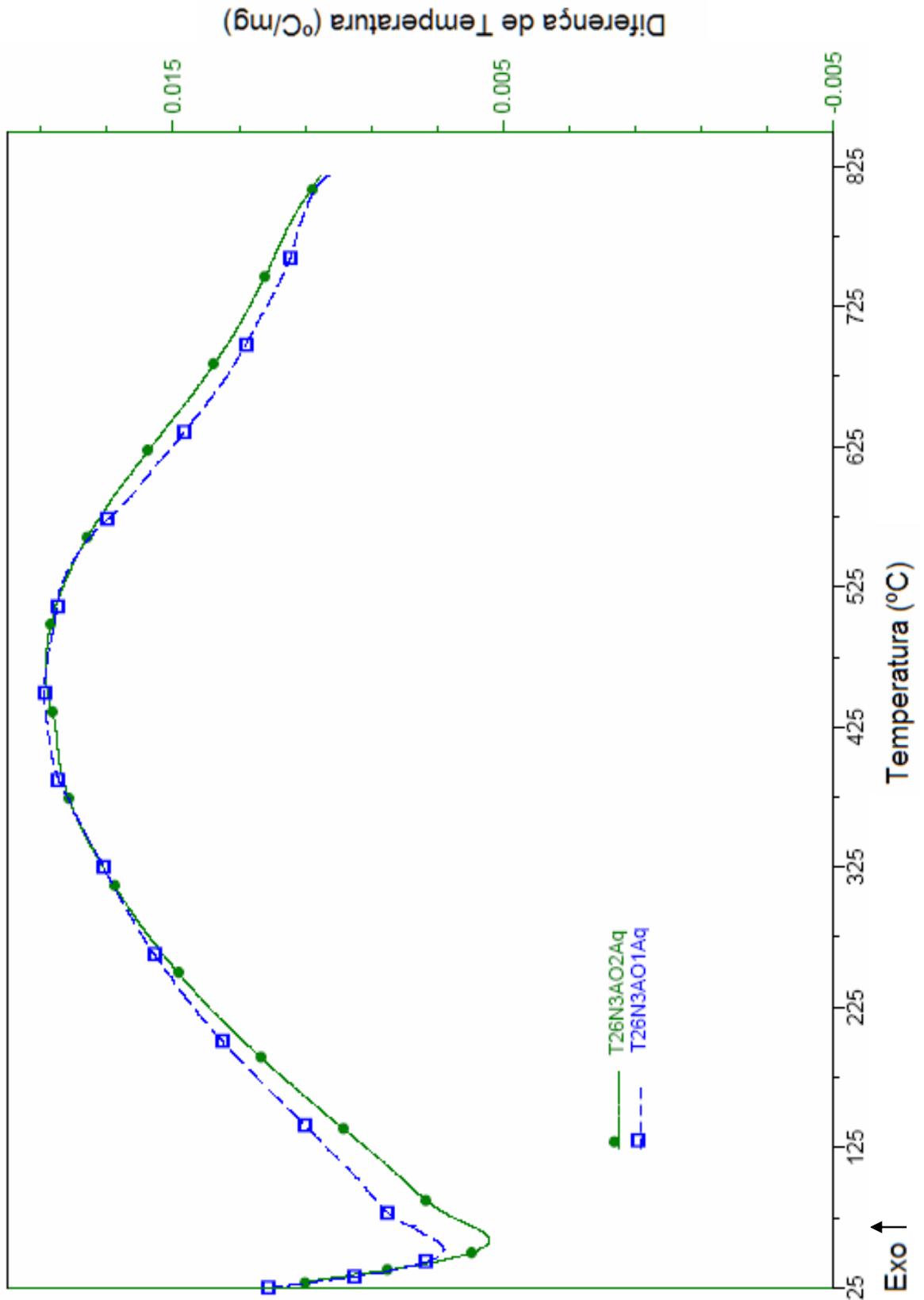


Figura 85 – Análise por DTA da liga Ti-26%Nb-3%Al temperada

5.9.1.5 – Liga Temperada Ti-32%Nb-3%Al

A liga temperada Ti-32%Nb-3%Al, que possui na sua estrutura a fase martensítica α'' e alguns traços da fase β metaestável, durante o primeiro aquecimento, sofre várias transformações de fase reveladas pela análise DTA, apresentada na Figura 86. Na faixa de temperatura de 250 a 350° C, revela-se um efeito endotérmico que é seguido por um efeito exotérmico, até aproximadamente 410° C, e com aquecimento posterior, revela-se mais um efeito endotérmico, bem difuso, em torno de 480° C. Provavelmente, o efeito endotérmico acompanha a transformação martensítica reversa $\alpha'' \rightarrow \beta$ metaestável, e este produto da reação, acima de 350° C começa a sofrer a decomposição originando as regiões ricas e pobres em nióbio. Em torno de 480° C, ocorre uma transformação reversa das fases α'/α'' para a fase β metaestável, que sofrerá uma decomposição alcançando as fases estáveis ricas e pobres em teor de nióbio, α e β , para temperaturas acima de 775° C até a 800° C.

Durante todo o segundo aquecimento, até 800° C, a liga Ti-32%Nb-3%Al não apresentou nenhum efeito térmico. As fases resultantes destes aquecimentos podem ser verificadas pela análise de raios-X da Figura 73. As fases martensíticas da liga Ti-32%Nb-3%Al se mostram estáveis ao aquecimento até 800° C.

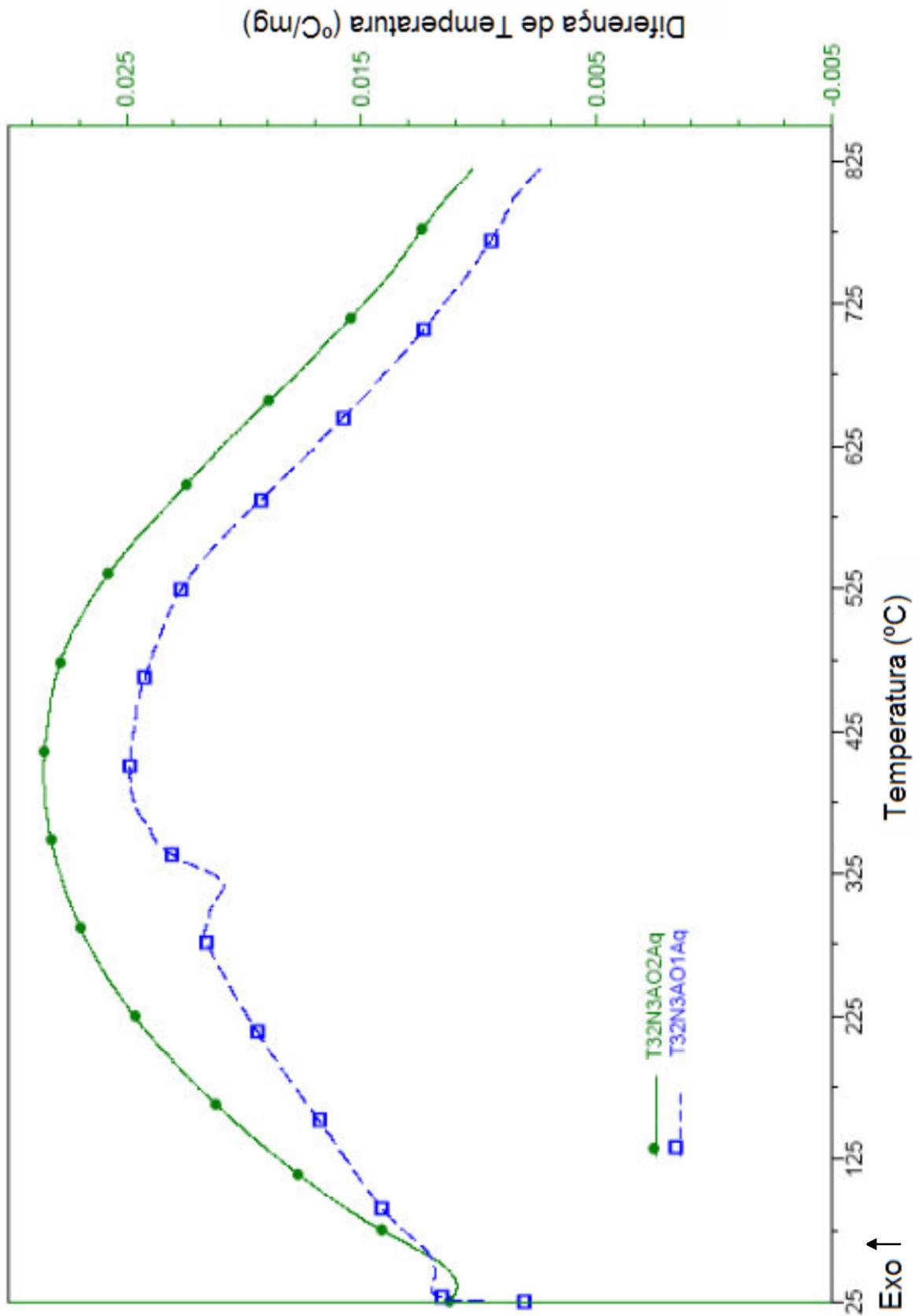


Figura 86 – Análise por DTA da liga Ti-32%Nb-3%Al temperada

5.9.1.6 – Liga Temperada Ti-38%Nb-3%Al

No primeiro aquecimento, a partir da temperatura ambiente até 800° C, a liga temperada Ti-38%Nb-3%Al com estrutura β metaestável, com pequena participação da fase martensítica α'' , apresenta uma curva endotérmica revelada em torno de 380° C, Figura 87. Suponha-se que em torno desta temperatura, a pequena porcentagem da fase α'' possa sofrer uma transformação reversa, originando a fase β metaestável, sendo este efeito verificado pela curva amenizada. Na faixa de temperatura 550 a 680° C, acontece um efeito exotérmico, onde a fase β metaestável sofre um processo de decomposição com a formação das regiões ricas e pobres em nióbio. As regiões pobres se transformam para a fase α , enquanto que as regiões ricas, após aquecimento posterior acima de 775° C, se transformam para a fase β estável. É bem provável que a fase α seja supersaturada com nióbio.

A curva térmica do segundo aquecimento da mesma liga, não revela nenhum efeito térmico. Suponha-se então, que a estrutura da liga, após o aquecimento, é composta por fase β estável com uma fração da fase α'/α'' , sendo observadas as fases no final do aquecimento na difração de raios-X da Figura 74.

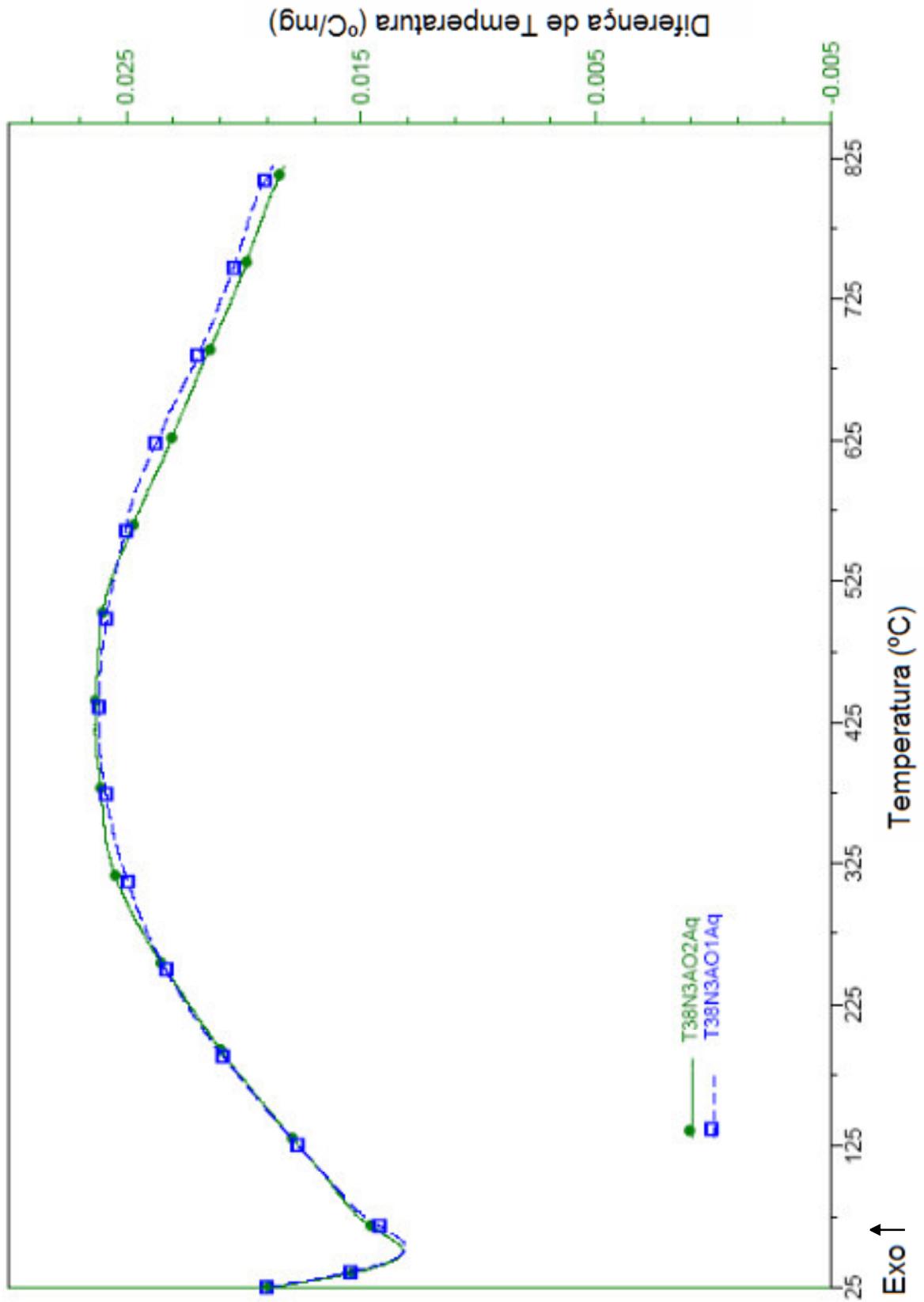


Figura 87 – Análise por DTA da liga Ti-38%Nb-3%Al temperada

Pôde-se verificar através das análises por DTA, que este não é um método tão eficaz quando se trata de verificar a estabilidade das fases das ligas do sistema Ti-Nb-3%Al temperadas. Entretanto, percebe-se a transformação reversa $\alpha'' \rightarrow \beta$ metaestável ocorrendo nestas ligas através dos efeitos endotérmicos, enquanto que a formação das fases estáveis é alcançada através de decomposição das fases metaestáveis e transformações de fase como $\beta \rightarrow \alpha$, acompanhadas por efeitos exotérmicos, $\alpha \rightarrow \beta$.

5.9.2 – Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC)

Para compreender e visualizar de uma forma mais clara os efeitos térmicos das ligas, foi feita a análise por DSC para suprir a análise de DTA das ligas temperadas com 15, 22, 32 e 38 % de Nb. A técnica DSC foi realizada com uma taxa de aquecimento de 10° C/min, desde 25 até 500° C, efetuando dois aquecimentos na mesma liga.

5.9.2.1 – Liga Temperada Ti-15%Nb-3%Al

Durante o primeiro aquecimento, até 500° C, a curva térmica da liga temperada Ti-15%Nb-3%Al, com estrutura inicial martensítica α' , está apresentada na Figura 88. No aquecimento, a liga sofre pequenas alterações na sua estrutura que são pouco reveladas na análise de DSC. Na faixa de 260 a 400° C, foi notado um pequeno e difuso efeito exotérmico, que pode estar relacionado com uma leve decomposição da fase α' para a fase α estável, como foi observado na difração de raios-X na Figura 69. A partir de 475° C, nota-se na curva térmica uma tendência ao início de um efeito exotérmico, provavelmente dando continuidade ao processo de decomposição a fases estáveis.

No segundo aquecimento, até 500° C, a curva térmica da mesma liga mostrada na Figura 88, não revela qualquer efeito térmico durante todo o ensaio.

Portanto, a fase martensítica α' da liga Ti-15%Nb-3%Al se mostra bastante estável durante o aquecimento até 500° C.

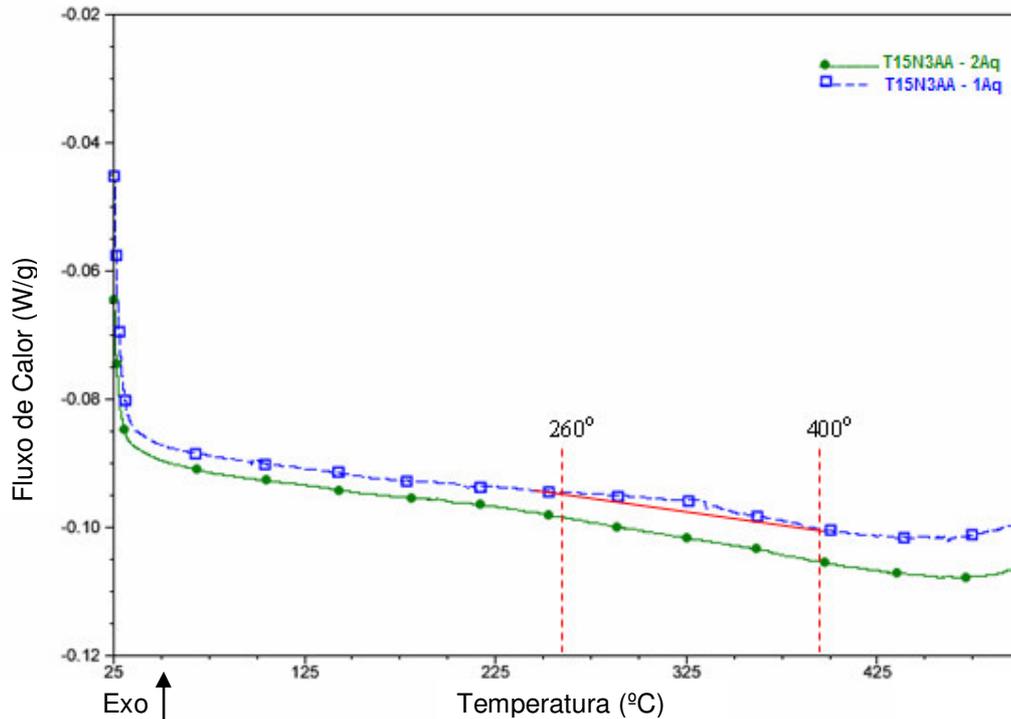


Figura 88 – Análise por DSC da liga Ti-15%Nb-3%Al temperada.

5.9.2.2 – Liga Temperada Ti-22%Nb-3%Al

A curva térmica no primeiro aquecimento da liga temperada Ti-22%Nb-3%Al, com a estrutura martensítica de α' e α'' , é apresentada na Figura 89. Nota-se que a liga sofre pequenas alterações na sua estrutura que são pouco reveladas na análise de DSC. Na faixa de 250 a 380 °C, foi notado um pequeno efeito térmico bastante difuso, onde pode estar ocorrendo à decomposição das fases martensíticas α' e α'' para as fases estáveis. Bem provável ainda que a temperaturas próximas a 300 °C ocorre uma reação endotérmica, correlacionada com a transformação reversa $\alpha'' \rightarrow \beta$ metaestável, entretanto, o efeito é muito pequeno para fazer uma conclusão definitiva. O volume da liga que participa desta transformação, é muito pequeno. A partir de 440 °C, começa uma transformação com efeito exotérmico, dando continuidade ao processo de decomposição e que vai além da temperatura máxima analisada.

Durante o segundo aquecimento até 500 °C, a curva térmica da liga temperada Ti-22%Nb-3%Al, está mostrada na Figura 89, onde é revelado somente o

início do efeito exotérmico, a partir de 470° C, onde ocorre a decomposição parcial, transformando as fases martensíticas para as fases estáveis.

As fases resultantes destes aquecimentos podem ser verificadas pela análise de raios-X da Figura 70. Em todo o processo térmico desta liga, observou-se que não acontecem transformações martensíticas reversíveis. As fases martensíticas da liga Ti-22%Nb-3%Al se mostram estáveis ao aquecimento até 500° C.

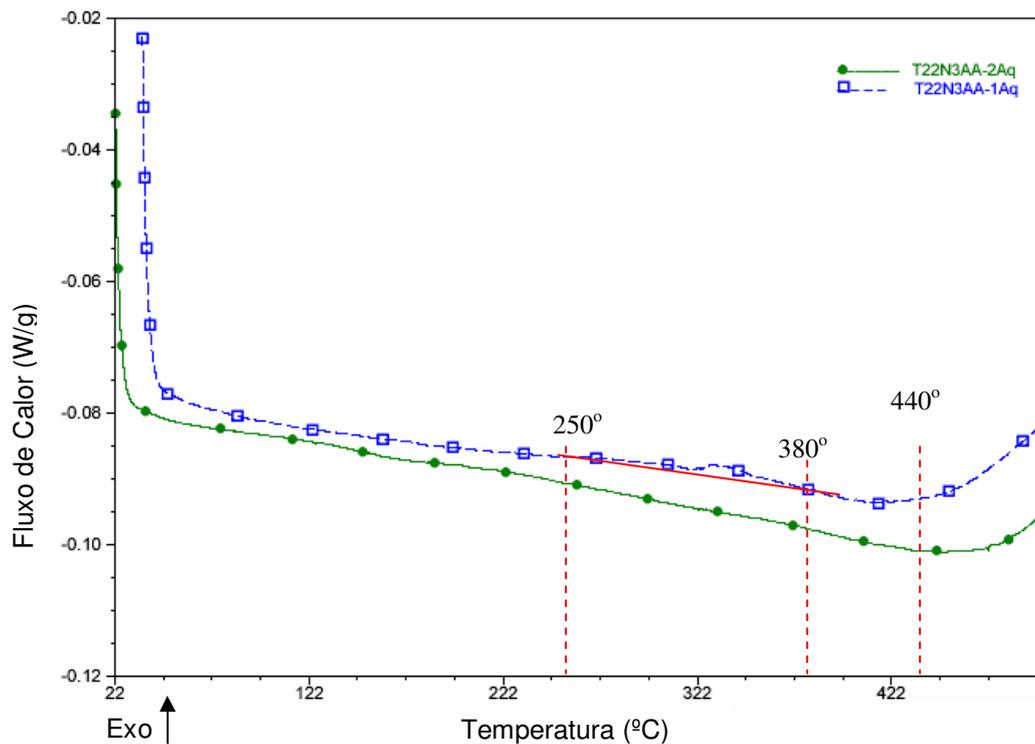


Figura 89 – Análise por DSC da liga Ti-22%Nb-3%Al temperada.

5.9.2.3 – Liga Temperada Ti-32%Nb-3%Al

A liga temperada Ti-32%Nb-3%Al, que possui na sua estrutura a fase martensítica α'' , durante o primeiro aquecimento, sofre várias transformações de fase reveladas pela análise DSC, apresentada na Figura 90. Na faixa de 205 a 250° C, revela-se um efeito endotérmico que é seguido por um efeito exotérmico, até aproximadamente 390° C, e com aquecimento posterior, revela-se mais um efeito exotérmico, de 410 a 460° C, e após esta temperatura o efeito térmico continua para valores acima de 500° C. Provavelmente, na faixa de 205 a 250° C, o efeito endotérmico acompanha a transformação martensítica reversa $\alpha'' \rightarrow \beta$ metaestável, e este produto da reação, acima de 250° C começa a sofrer a decomposição

originando as regiões ricas e pobres em nióbio, aceleradas as temperaturas próximas de 500 °C.

Durante o segundo aquecimento, a liga Ti-32%Nb-3%Al, possui outra estrutura, mais próxima ao estado estável, a saber, uma parte da liga tem sofrido a decomposição até 500 °C, possuindo a 25 °C a fase α'/α'' e β estável. No segundo aquecimento, a análise de DSC revela um efeito endotérmico, que começa a partir de 100 °C, mas se desenvolve de modo intensivo a partir de 151 °C, tendo o pico do efeito a 178 °C e terminando a 205 °C. A grandeza da entalpia deste efeito, 3,5 J/g, é menor do que a mesma no primeiro aquecimento (12,2 J/g). O efeito exotérmico, notado no primeiro aquecimento, é pouco pronunciado no segundo aquecimento. No intervalo de 375 a 425 °C verifica-se um leve efeito exotérmico, realizando a decomposição às fases estáveis, notando-se o início de outro efeito exotérmico a partir de 430 °C que continua para temperaturas acima de 500 °C.

As fases resultantes destes aquecimentos podem ser verificadas pela análise de raios-X da Figura 73. O fato do intervalo térmico do efeito endotérmico se deslocar para as temperaturas mais baixas, indica que a fase α'' , que sofre a transformação reversa $\alpha'' \rightarrow \beta$ metaestável, é mais saturada em nióbio. Provavelmente, isso é o resultado de decomposição parcial que não foi terminado.

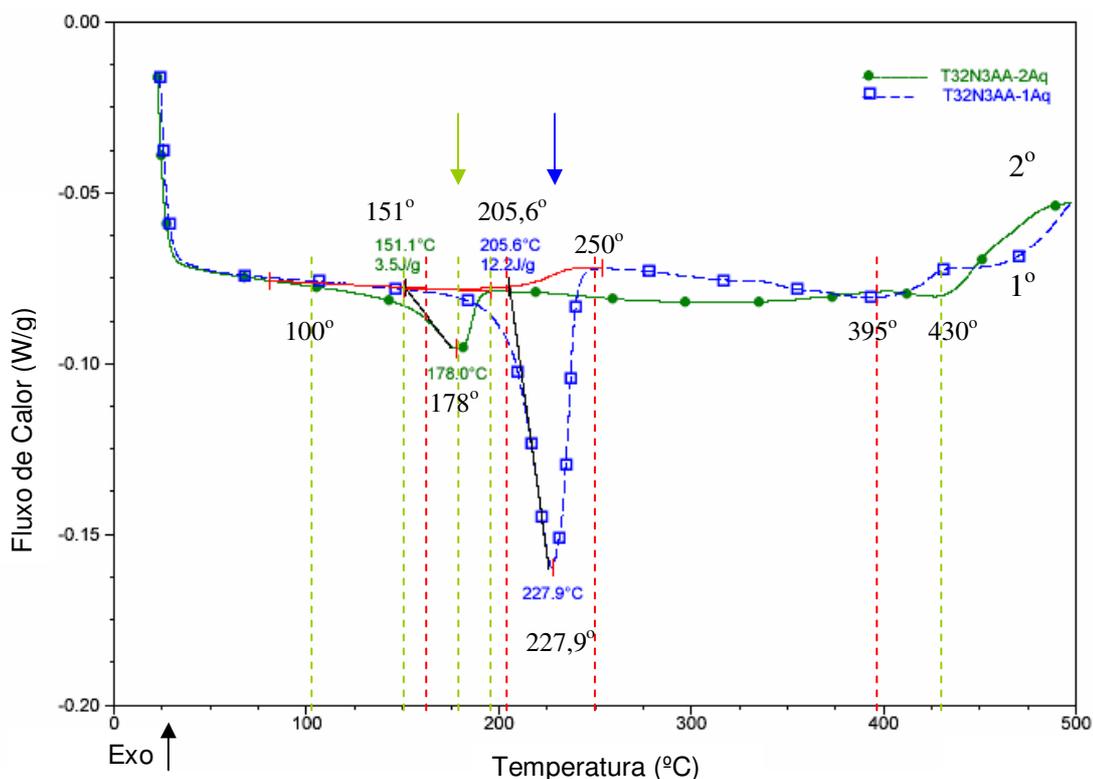


Figura 90 – Análise por DSC da liga Ti-32%Nb-3%Al temperada.

5.9.2.4 – Liga Temperada Ti-38%Nb-3%Al

No primeiro aquecimento da liga temperada Ti-38%Nb-3%Al, a partir da temperatura ambiente até 500° C, a curva térmica revela dois efeitos exotérmicos, o primeiro, maior, na faixa de 220 a 390° C, seguido por outro, menor, na faixa de 400 a 440° C, Figura 91. A liga no estado inicial possui a estrutura principal de fase β metaestável, com pequena participação da fase martensítica α'' . Suponha-se que no primeiro aquecimento, de 220 a 390° C, a fase β metaestável possa sofrer um processo de decomposição com a formação das regiões ricas e pobres em nióbio. As regiões pobres se transformam para a fase α . Bem provável que a fase α tem uma variação de nióbio na sua composição. Com o aquecimento posterior, de 400 a 440° C, esta se transformam para a fase β .

A curva térmica do segundo aquecimento da mesma liga, revela um pequeno efeito endotérmico, na faixa de 140 a 200° C seguido por um súbito efeito exotérmico, bastante difuso, na faixa de 200 a 360° C. Suponha-se que a estrutura da liga, após o primeiro aquecimento, é composta por fase β estável com uma fração da fase α'/α'' . É bem provável que a fase α continua ser ainda supersaturada com nióbio. A favor disso, um pequeno efeito endotérmico aparece na faixa de 140 a 200° C, onde pode ocorrer a transformação reversa α saturada \rightarrow β metaestável, e o produto da reação com aquecimento posterior sofre a degradação, da mesma forma que ocorre no primeiro aquecimento. O efeito exotérmico, o difuso, pode ser correlacionado com a decomposição da fase β metaestável formada pela reação mencionada. A falta do segundo efeito exotérmico pode ser correlacionada com a transformação α estável \rightarrow β estável, pode ser explicada por pequena fração do volume que participa deste processo, sendo observada as fases no final do aquecimento na difração de raios-X da Figura 74.

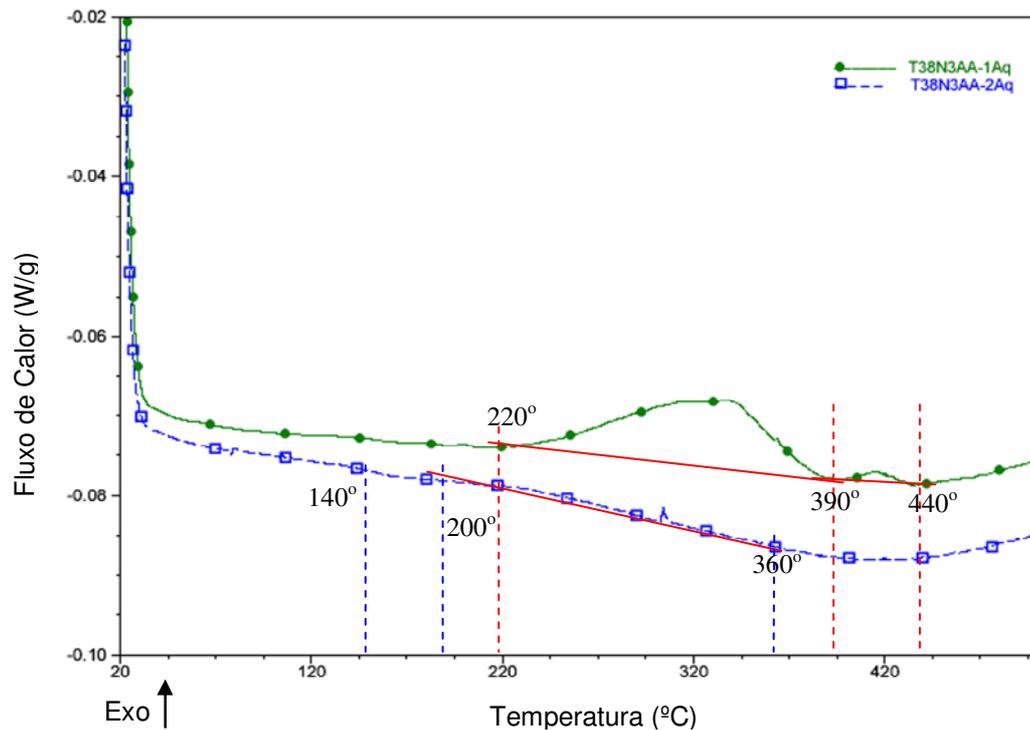


Figura 91 – Análise por DSC da liga Ti-38%Nb-3%Al temperada.

Portanto, as ligas Ti-Nb-3%Al, que possuem na sua estrutura a fase martensítica α'' , durante o aquecimento podem sofrer a transformação martensítica reversa do tipo $\alpha'' \rightarrow \beta$ metaestável. Caso a fase β metaestável não seja aquecida a temperaturas que favorecem a sua decomposição completa a fases estáveis, estas ligas podem sofrer transformações martensíticas reversíveis ($\alpha'' \leftrightarrow \beta$ metaestável) e nestas ligas em certas condições pode ser esperado o efeito de memória de forma.

5.9.3 – Discussão da Seção 5.9

As análises térmicas mostraram que as fases das ligas do sistema Ti-Nb-3%Al temperadas tendem alcançar o estado estável durante o processo de aquecimento/resfriamento adotado. Entretanto, as análises de DTA não revelam curvas térmicas intensas relacionadas com os efeitos endotérmicos e exotérmicos ocorridos nas ligas durante o aquecimento. A liga com 32 % de Nb foi a que apresentou um melhor resultado desta análise, onde se percebeu no primeiro aquecimento um efeito endotérmico, relacionado com a transformação martensítica

reversa $\alpha'' \rightarrow \beta_{\text{metaestável}}$, acompanhado por um efeito exotérmico, onde acontece a decomposição das fases metaestáveis às fases estáveis, $\beta_{\text{metaestável}} \rightarrow \alpha \rightarrow \beta$.

Para os efeitos endotérmicos e exotérmicos observados pela análise de DSC para as ligas temperadas Ti-Nb-3%Al, os efeitos térmicos apresentaram de forma mais intensa, principalmente na liga com 32 % de Nb. Nestas análises também foram verificados processos de decomposição das fases metaestáveis, viabilizando a formação das fases estáveis. Durante o aquecimento, a fase β metaestável precisa atingir uma temperatura que favoreça a decomposição completa, caso isso não ocorra, as ligas podem sofrer transformações reversas ($\alpha'' \leftrightarrow \beta_{\text{metaestável}}$), apresentando curvas endotérmicas. A liga com 32%Nb mostrou curvas endotérmicas nos dois aquecimentos, pois possui na sua estrutura a fase martensítica α'' , que durante o aquecimento sofreu a transformação martensítica reversa do tipo $\alpha'' \rightarrow \beta_{\text{metaestável}}$. Entretanto, o efeito endotérmico do segundo aquecimento se deslocou para as temperaturas mais baixas e se apresentou menos intenso, o que indica que a fase α'' é mais saturada em nióbio devido ao processo de decomposição parcial que não foi terminado durante o primeiro aquecimento.

Os resultados de DSC para as demais ligas pesquisadas se mostraram com os mesmos efeitos térmicos, mas em intervalos de temperaturas diferentes, revelando sempre a estabilidade das ligas.

CAPÍTULO 6: CONCLUSÕES

1 – A liga Ti-15%Nb-3%Al temperada é composta predominantemente pela fase metaestável martensítica α' . Esta liga, após ter sido aquecida até 800° C, seguida de resfriamento, a estrutura apresenta modificações significativas, sendo o constituinte principal a fase α HC estável, com pouca presença de fase β e traços das fases martensíticas α' e α'' . Pode-se dizer que esta liga se encontra na região bifásica $\alpha+\beta$, onde ainda uma pequena parte de fase β sofreu a transformação martensítica formando as martensitas α' e α'' .

2 – A estrutura da liga temperada Ti-22%Nb-3%Al se mostra complexa com morfologias diferentes, α' e α'' , agulhas martensíticas grossas e finas, respectivamente. A presença em maior quantidade da fase α'' demonstrou um retardamento da transformação $\beta \rightarrow \alpha$ devido ao aumento de teor de nióbio na liga. Durante o aquecimento, a decomposição das fases metaestáveis e redistribuição do Nb ocorreram, originando fases distintas: α , com menor teor de Nb, e β , com maior teor de Nb. O fato de que a fase α aparece como martensita α' , em vez de α HC estável, indica que o teor de Nb presente é maior que no estado de equilíbrio, que se origina pela reação $\beta \rightarrow \alpha'$.

3 – A liga Ti-24%Nb-3%Al temperada é constituída pela fase martensítica α'' . Após o aquecimento, a liga sofreu uma decomposição das fases metaestáveis, acompanhada por processos difusivos de redistribuição dos elementos de liga, apresentando uma estrutura composta de fases β , α' e uma participação das fases α'' e ω .

4 – A liga Ti-26%Nb-3%Al temperada apresenta principalmente a fase martensítica α'' em sua estrutura e traços da fase β metaestável, α' e ω . Quando aquecida, a liga sofre processos de decomposição e transformações, apresentando em sua estrutura as fases martensíticas α' e α'' , fases β , α HC e ω .

5 – A liga Ti-32%Nb-3%Al temperada apresenta em sua estrutura a fase martensítica α'' e pouca participação da fase β metaestável. Após o aquecimento, a liga passa por processos de decomposição da fase β metaestável para a estável,

compondo-se de fases β , ω e martensíticas α' e α'' . Nessa liga, foi revelada uma transformação martensítica de caráter reversível.

6 – A estrutura da liga Ti-38%Nb-3%Al temperada é composta de uma fase β metaestável na forma de grãos aproximadamente equiaxiais. Alto teor de nióbio retarda todos os processos de transformação polimórfica nesta liga, tanto na têmpera, como após o aquecimento até 800° C e resfriamento, quando se revela a estrutura da fase β como a principal e fases α' e α'' , com traços de fase ω .

7 – A fase metaestável ω foi observada nas ligas temperadas com 22, 24 e 26 % de Nb, o que ocasiona um aumento nos valores da microdureza. As ligas de 24 a 38 % de Nb aquecidas apresentam a fase ω , revelando um aumento na microdureza, que é mais notável na liga com 32%Nb. A participação da fase ω na estrutura foi evidente, comprovando a existência do processo de decomposição da fase β metaestável para a estável.

8 – Com aumento do teor de Nb de 15 a 38 % de Nb, a estrutura das ligas temperadas Ti-Nb-3%Al se altera em sentido de $\alpha' \rightarrow \alpha' + \alpha'' \rightarrow \alpha'' \rightarrow \alpha'' + (\beta)\beta \rightarrow$ metaestável. Contudo, com o aquecimento destas ligas, a estrutura inicial se modifica visivelmente, formando estruturas complexas com morfologias distintas, apresentando as fases α HC, α' , α'' , ω e β .

CAPÍTULO 7: SUGESTÕES

- 1 – Analisar a decomposição de fases metaestáveis nas ligas do sistema Ti-Nb-3%Al através de um estudo mais detalhado a altas temperaturas e sistema a vácuo.

- 2 – Realizar a microanálise por EDS das ligas do sistema Ti-Nb-3%Al temperadas e termicamente tratadas, analisando a distribuição dos elementos Ti, Nb e Al e comparando com a sua estrutura e propriedades.

- 3 – Realizar análise quantitativa de fases presentes utilizando o método de Rietveld através da difração de raios-X, obtendo os percentuais quantitativos de fases.

- 4 – Fazer análises de deformações simultaneamente com a variação de temperatura de ligas do sistema Ti-Nb-3%Al para avaliar a possibilidade de realizar o efeito de memória de forma (EMF).

- 5 – Dar ênfase maior em efeitos não elásticos nas ligas do sistema Ti-Nb-3%Al, comparando com a sua estrutura e propriedades.

CAPÍTULO 8: REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Andres, C.; Gysler, A.; Luetjering, G. (1993) *Titanium'92 Science and Technology*, In: F.H. Froes, I. Caplan (Eds.), TMS, Warrendale, p. 31.

Anuário Mineral Brasileiro. (2005) *Titânio*. [on line]. DNPM/PB. Disponível em: <http://www.dnpm.gov.br> [capturado em 11 de março de 2006].

ASTM Standards (1998) *Standard especification for Ti-6Al-4V alloy casting for surgical implants*. p.1108 – 1188.

Baker, C. (1971) *The Shape Memory Effect in a Titanium-35wt.% Niobium Alloys*. Metal Science J., v.5, p.92-100.

Barbalace, K.L. (2006) *Periodic Table of Elements*. [on line]. Environmental Chemistry. Disponível em: <http://environmentalchemistry.com/yogi/periodic/Ti> [capturado em 28 de abril de 2006].

Bento, C.A.S. (2000). *Estudo da Interface Ti-6Al-4V/TiO₂ por Microscopia Eletrônica de Varredura*. Tese (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais)- São Carlos – SP, Universidade de São Paulo – USP, 83p.

Bhadeshia, H.K.D.H. (2003) *Metallurgy of Titanium and its Alloys*. [on line]. University of Cambridge. Disponível em: <http://www.msm.cam.ac.uk/phase-trans/2003/titanium-movies/titanium.html> [capturado em 28 de abril de 2006].

Bresciani Filho, E. (1997) *Seleção de Metais não Ferrosos*. 2.ed. Campinas, SP: UNICAMP, p.111-15.

Bumps, E.S., Kessler, H.D., Hansen, M. (1952) *Journal of Metals*, Trans. Amer. Inst. Min. Met. Eng., 6: 194, 609.

Callister, W.D. (2002) *Engenharia e Ciência dos Materiais*. 5.ed. Rio de Janeiro: LTC, 589p.

Colombo, D. (2004) *Titanio, leghe di titanio ed applicazioni nel settore automobilistico*. [on line]. Università degli Studi di Trento-Facoltà di ingegneria-Corso di Laurea in Ingegneria dei Materiali. Disponível em: <http://www.ing.unitn.it> [capturado em 28 de abril de 2006].

Collings, E.W. (1984) *The Physical Metallurgy of Titanium*. American Society for Metals. Metals Park, OH 44073.

Danielson, P., Wilson, R., Alman, D. (2004) *Microstructure of titanium welds*. Struers – Journal of Materialography. n. 3. p. 1-7.

Donachie Junior, M. J. (2000) *Titanium: a technical guide*. 2.ed. United States of America: ASM International, 381p.

Fedotov, S.G. (1964) In: Il Komilov (ed). *As Fases Metaestáveis nas Ligas de Titânio, o Mecanismo e as Condições de Formação: Investigações dos Metais dos Estados Líquidos e Sólidos*. Moscou, Nauka Pub, p. 207-240.

Fedotov, S.G.; Konstantinov, K.M.; Koknaev, R.G.; Sinodova, E.P. (1982a) *Estrutura, Propriedades e Decomposição da Martensita nas Ligas de Titânio - Nióbio*. Ligas de Titânio com Propriedades Especiais. Moscou, Nauka, p. 29-32.

Fedotov, S.G.; Konstantinov, K.M.; Sinodova, E.P. (1982b) *Propriedades, Estruturas e Transformações nas Ligas Temperadas de Titânio - Nióbio com Estruturas ($\alpha'+\omega+\beta$), ($\omega+\beta$) e β* . Ligas de Titânio com Propriedades Especiais. Moscou, Nauka, p. 78 - 82.

Fedotov, S.G.; Sinodova, E.P.; Konstantinov, K.M.; Kvasova, N.F. (1973) *J.Chem. Met. Alloys Acad. Sci. USSR*, p. 171–176.

Gorelik, S.S.; Skakov, Yu.A.; Rastorguev, L.N. (1994) *Análise por difração de raios-X e microscopia eletrônica*. Moscou, MISIS, 270p.

Ivanhko, A. A. (1968) *Durezza*. Naukova Dumka, Kiev, Ucrânia, 127p.

Hatt, B.A., Rivlin, V.G. (1968) *Phase transformations in superconducting Ti-Nb alloys*. Brit. J. Appl. Phys. (J. PHYS. D), 1968, 2, V.1. p. 1145-1149.

Jae, K.; Young, K.H.; Hideki, H.; Shuichi, M. (2005) *Shape memory behavior of Ti-22Nb-(0.5-2.0)O(at %) biomedical alloys*. Univ. of Tsukuba, JP; Tokyo Inst. of Technol., Yokohama, JP. Zeitschriftenaufsatz: Materials Transactions, JIM.

Jepson, K.S.; Brown, A.R.G.; Gray, J.A. (1970) *The Effect of Cooling Rate on the Beta Transformation in Titanium-Niobium and Titanium-Aluminum Alloys*. Journal of Applied Physics, p. 677-690.

Kanaplon, A.G. (2005) *Diagramas de Fases* [on line]. Metals Handbook. ASM International. Disponível em: <http://www.infomet.com.br> [capturado em 06 de outubro de 2005].

Lee, C.M., Ju, C.P., Chern Lin, J.H. (2002) *Structure-property relationship of cast Ti-Nb alloys*. Journal of Oral Rehabilitation. 29: p. 314-322.

Leyens, C., Peters, M. (2003) *Titanium and Titanium Alloys*. Wiley-VCH GmbH & Co. KGaA. Germany, 513p.

Lucas, E., F.; Soares, B., G.; Monteiro, E., E., C. (2001) *Caracterização de Polímeros*. E-papers, Rio de Janeiro, RJ, p. 247-330.

Luetjering, G.; Albrecht, J.; Gysler, A. (1993) *Titanium'92 Science and Technology*, In: F.H. Froes, I. Caplan (Eds.), TMS, Warrendale, p.163–165.

Lujnikov, L.P.; Novikova, V.M.; Mareev, A.P.; Orlova, I.S. (1968) *J. News Acad. Sci. USSR Met.* 3, p.166–173.

Ma, F., Lu, W., Qin, J., Zhang, D. (2006) *Microstructure evolution of near- α titanium alloys during thermomechanical processing*. Materials Science and Engineering A. V.416, p.59–65.

Maeda, I.; H.M. Flower, H.M. (1988) *Proceedings of the Sixth World Conference of Titanium*, Cannes, France, p. 1589–1594.

Maia, A. (2006) *Titânio*. [on line]. Departamento Nacional de Produção Mineral - DNPM/PB. Disponível em: <http://www.dnpm.gov.br> [capturado em 22 de setembro de 2006].

Massalski, T. B. (1990) *Binary Alloy Phase Diagrams*. Hardcover. A.S.M. International.

Matlakhova, L.A., Matlakhov, A.N., Monteiro, S.N., Fedotov, S.G., Goncharenko, B.A. (2005) *Properties and structural characteristics of Ti-Nb-Al alloys*. Materials Science and Engineering A, 393: p. 320-326.

Matlakhova, L.A., Fedotov, S.G., Matlakhov, A.N., Monteiro, S.N. (1996) *Propriedades Físico Mecânicas e Estrutura de Ligas de Titânio-Nióbio-Alumínio*. In: 51º Congresso Anual da ABM, Porto Alegre, RS, Brasil.

Matlakhova, L.A., Matlakhov, A.N., Monteiro, S.N., Fedotov, S.G. (2006) *Influence of temperature on the properties and phase transformations in Ti-Nb alloys with 2% Al*. Revista Matéria, v.11, n.1, p. 41-47.

Mello, G.M.R., Aleixo, G.T., Chaves, R.R., Caram, R. (2004) *Estabilidade e meta-estabilidade em ligas de titânio e sua relação com teores de Nb, Ta e Zr*. In: Cbecimat: XVI Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciências dos Materiais, Porto Alegre, RS, Brasil.

Metals Handbook. (1964) *Properties and Selections of Metals*, ASM, M.Park, 8.ed. v.1, pp.44.

Metals Handbook. (1980) *Properties and selection: stainless steels, tool materials and special – purpose metals*, ASM, M.Park, 9.ed. v.3, pp.353-417.

Metals Handbook. (1988) *Forming and Forging*, ASM, M.Park, 9.ed. v.14, 978p.

Oliveira, V., Chaves, R.R., Bertazzoli, R., Caram, R. (1998) *Preparation and Characterization of Ti-Al-Nb alloys for orthopedic implants*. Brazilian Journal of Chemical Engineering, 15; 4.

Otsuka, K.; Wayman, C.M. (1999) *Shape Memory Materials*. 1 ed. Cambridge University Press. United Kingdom-Cambridge, USA. 284p.

Qazi, J., I.; Senkov, O., N.; Rahim, J.; Froes, S., F., H. (2003) *Kinetics of martensite decomposition in Ti-6Al-4V-xH alloys*. Materials Science and Engineering A. V.359, p. 137-149.

Rack, H.J., Qazi, J.I. (2006) *Titanium alloys for biomedical applications*. Materials Science and Engineering C. 26, p.1269-1277.

Silcock, J. M. (1958) *An X-Ray Examination of the ω Phase in TiV, TiMo, and TiCr Alloys*. Acta Metall. p. 481-492.

Silva, H.M; Shneider, S.G; Moura Neto, C. (2003) *Estudo das Propriedades Mecânicas das ligas Ti-8Nb-Zr e Ti-18Nb-13Zr para Aplicações como Biomaterial*. Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo, v.22, n.1, p.5-7.

Tarasov, A.V., Ytkin, N.I. (1997) *Metalurgia geral*. Moscou, Rússia. “Metalurgia”.

Taylor, B., Weidmann, E. (2004) *Metallographic preparation of titanium* [on line]. Struers. Disponível em: <http://www.struers.com> [capturado em 02 de outubro de 2005].

Tian, Q.; Wu, J. (2002) *Dynamic properties of $Ti_{51}Pd_{30}Ni_{19}$ high-temperature shape memory alloy under different heat treatment conditions*. Scandinavian Journal of Metallurgy. 31, p.251-255.

Universitat Politècnica de Catalunya. (2004) *Comportamiento Mecánico y Químico de Biomateriales para sustitución ósea*. [on line]. Disponível em: <http://biblioteca.upu.es/PFC/arxiu/migrats/49408-1> [capturado em 28 de abril de 2006].

Vol, A., E. (1966) *Estrutura e Propriedades de Ligas Binárias dos Sistemas Metálicos*. 1.ed. Moscou – Rússia. Fizmat. p. 471-492.

Yang, G., Zhang, T. (2005) *Phase transformation and mechanical properties of the $Ti_{50}Zr_{30}Nb_{10}Ta_{10}$ alloy with low modulus and biocompatible*. Journal of Alloys and Compounds. 1-2, 392: p. 291-294.

Zelikman, A.N. (1980) *Metalurgia de metais raros*. Moscou, Rússia. “Metalurgia”.

ANEXO A: ESTATÍSTICAS POR SUBSTÂNCIAS PRESENTES NO BRASIL ONDE SE ENCONTRAM CONSIDERÁVEIS CONCENTRAÇÕES DE ILMENITA, ANATÁSIO E RUTILO.

Tabela 1 – Concentrações de anatásio, ilmenita e rutilo presentes na Federação e nos Estados. (1) Dados do ano 2004. (Adaptado de Anuário Mineral Brasileiro, 2005).

UNIDADES DA FEDERAÇÃO/ MUNICÍPIOS	RESERVAS (1)				Lavrável	
	Medida		Indicada	Deferida	Minério	Contido t TiO ₂
	Minério	Contido t TiO ₂	Contido t TiO ₂	Contido t TiO ₂		
TITÂNIO		83.911.706 t	42.135.677 t	103.322.443,840 t		107.235.285 t
TITÂNIO (Anatásio)	428.459.546 t	74.895.212 t	25.055.082 t	79.344.237 t	467.769.152 t	82.038.656 t
TITÂNIO (Ilmenita)	54.711.431 t	8.330.632 t	16.462.290 t	23.978.207 t	158.177.452 t	23.893.685 t
TITÂNIO (Rutilo)	2.051.980 t	685.862 t	618.306 t	-	3.134.580 t	1.302.944 t
Bahia		2.630.060	17.763	-		2.630.060
Espírito Santo		123.974	-	-		123.974
Goiás		9.972.174	5.786.627	11.103.279		10.080.090
Minas Gerais		67.965.798	33.297.123	90.219.165		88.942.339
Paraíba		1.277.804	1.234.164	-		2.511.968
Pernambuco		475.076	-	-		312.834
Rio de Janeiro		114.020	-	-		114.020
Santa Catarina		1.352.800	1.800.000	2.000.000		2.520.000

Tabela 2 - Estatísticas do anatásio e rutilo das Reservas Minerais presentes nos Estados e suas respectivas cidades. (1) Dados obtidos em 2004. (Anuário Mineral Brasileiro, 2005).

UNIDADES DA FEDERAÇÃO/ MUNICÍPIOS	RESERVAS (1)				Lavrável	
	Medida		Indicada	Deferida	Minério	Contido t TiO2
	Minério	Contido t TiO2	Contido t TiO2	Contido t TiO2		
TITÂNIO (ANATÁSIO)	428.459.546 t	74.896.212 t	26.055.082 t	79.344.237 t	467.769.162 t	82.038.666 t
GOIÁS	42.711.741 t	9.897.236 t	6.785.502 t	11.098.070 t	44.277.587 t	10.004.027 t
Catalão	28.156.700	7.320.742	3.468.530	10.789.272	28.156.700	7.320.742
Ouvidor	14.555.041	2.576.494	2.316.972	308.796	16.120.687	2.683.285
MINAS GERAIS	385.747.805 t	64.997.976 t	19.269.580 t	68.246.168 t	423.491.565 t	72.034.629 t
Patrocínio	84.069.300	20.906.253	10.666.196	31.854.168	78.141.060	19.339.522
Tapira	301.678.505	44.091.723	8.603.384	36.392.000	345.350.505	52.695.107
TITÂNIO (RUTILO)	2.051.980 t	685.862 t	618.306 t	-	3.134.580 t	1.302.944 t
BAHIA	46.083 t	43.862 t	1.224 t	-	46.083 t	43.862 t
Ituberá	17.310	16.445	1.224	-	17.310	16.445
Maraú	22.210	20.877	-	-	22.210	20.877
Porto Seguro	468	447	-	-	468	447
Una	6.097	5.793	-	-	6.097	5.793
ESPÍRITO SANTO	7.122 t	-	-	-	7.122 t	-
Linhares	6.446	-	-	-	6.446	-
São Mateus	676	-	-	-	676	-
PARAÍBA	1.054.942 t	638.902 t	617.082 t	-	2.137.542 t	1.266.984 t
Mataraca	1.054.942	638.902	617.082	-	2.137.542	1.266.984
RIO DE JANEIRO	943.833 t	3.398 t	-	-	943.833 t	3.398 t
São Francisco de Itabapoana	943.833	3.398	-	-	943.833	3.398

Tabela 3- Estatísticas da ilmenita presente nas Reservas Minerais dos Estados e em suas cidades. (1) Dados obtidos em 2004. (Anuário Mineral Brasileiro, 2005).

UNIDADES DA FEDERAÇÃO/ MUNICÍPIOS	RESERVAS (1)				Lavrável	
	Medida		Indicada	Deferida	Minério	Contido t TiO2
	Minério	Contido t TiO2	Contido t TiO2	Contido t TiO2		
TITÂNIO (ILMENITA)	64.711.431 t	8.330.632t	16.462.290t	23.978.207t	168.177.462 t	23.893.685 t
BAHIA	10.349.990 t	2.586.498t	16.540t	-	10.349.998 t	2.586.498 t
Ituberá	3.240.729	454.655	16.540	-	3.240.729	454.655
Maraú	1.392.645	765.955	-	-	1.392.645	765.955
Porto Seguro	42.011	24.786	-	-	42.011	24.786
Prado	4.063	2.235	-	-	4.063	2.235
Una	621.085	341.597	-	-	621.085	341.597
Valença	5.049.465	997.269	-	-	5.049.465	997.269
ESPÍRITO SANTO	924.821 t	123.974t	-	-	924.821 t	123.974 t
Linhares	864.918	115.476	-	-	864.918	115.476
São Mateus	59.903	8.498	-	-	59.903	8.498
GOIÁS	493.391 t	74.938t	1.125t	5.209t	606.891 t	76.063 t
Avelinópolis	56.373	4.753	1.125	1.480	68.873	5.678
Iporá	5.782	1.159	-	-	5.782	1.159
Israelândia	176.884	26.303	-	-	176.884	26.303
Santa Bárbara de Goiás	254.352	42.724	-	3.729	254.352	42.724
MINAS GERAIS	11.884.801 t	2.967.822t	14.027.643 t	21.972.997t	71.074.560 t	16.907.710 t
Careaçu	59.567	27.573	-	-	59.567	27.573
Cordislândia	88.946	41.544	-	-	88.946	41.544
Grão Mogol	1.305	600	892	231	1.305	600
Papagaios	1.141.780	-	-	-	1.141.780	-
Patrocínio	10.300.832	2.762.186	13.939.188	21.959.257	69.490.591	16.701.374
Pouso Alegre	75.086	34.699	-	-	75.086	34.699
São Gonçalo do Sapucaí	194.375	90.618	49.749	13.509	194.375	91.318
São Sebastião da Bela Vista	6.383	2.958	-	-	6.383	2.958
Silvianópolis	16.527	7.644	37.714	-	16.527	7.644
PARAÍBA	24.697.514 t	638.902t	617.082t	-	66.756.114 t	1.266.984 t
Mataraca	24.697.514	638.902	617.082	-	66.756.114	1.266.984
PERNAMBUCO	1.934.847 t	476.076t	-	-	1.222.009 t	312.834 t
Floresta	1.934.847	476.076	-	-	1.222.009	312.834
RIO DE JANEIRO	1.044.069 t	110.622t	-	-	1.044.069 t	110.622 t
São Francisco de Itabapoana	943.833	54.495	-	-	943.833	54.495
São João da Barra	100.226	56.127	-	-	100.226	56.127
SANTA CATARINA	3.382.000 t	1.352.800t	1.800.000t	2.000.000t	6.300.000 t	2.520.000 t
Botuverá	3.382.000	1.352.800	1.800.000	2.000.000	6.300.000	2.520.000

ANEXO B: CLASSIFICAÇÃO DA ASTM PARA O TITÂNIO COMERCIAL, DIVIDIDO EM QUATRO GRAUS. ESTÁ APRESENTADA A COMPOSIÇÃO QUÍMICA E PROPRIEDADES MECÂNICAS (MEDIDAS EM ENSAIOS DE TRAÇÃO) DOS 4 TIPOS DE TITÂNIO.

Tabela 1 – Composição química referente aos graus de pureza (ASTM, 1998).

COMPOSIÇÃO MÁXIMA (%) p/p								
	GRAU 1		GRAU 2		GRAU 3		GRAU 4	
	CHAPA	BARRA OU TARU- GO	CHAPA	BARRA OU TARU- GO	CHAPA	BARRA OU TARU- GO	CHAPA	BARRA OU TARU- GO
NITROGÊNIO	0,03	0,03	0,03	0,03	0,05	0,05	0,05	0,05
HIDROGÊNIO	0,015	0,0125	0,015	0,0125	0,015	0,0125	0,015	0,0125
OXIGÊNIO	0,18	0,18	0,25	0,25	0,35	0,35	0,40	0,40
CARBONO	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10
FERRO	0,20	0,20	0,30	0,30	0,30	0,30	0,50	0,50
TITÂNIO	Balanço							

Tabela 2 – Propriedades mecânicas para o titânio comercial do grau 1 ao 4.
(Donachie Junior, 2000)

Designação ASTM	Elementos de Impureza (% em peso)					Propriedades Mecânicas		
	C	H	O	N	Fe	Limite de Ruptura	Tensão de Escoamento	Alongamento Mínimo
						(MPa)	(MPa)	(%)
Grau 1	0,10	0,0125	0,18	0,03	0,20	240	170-310	24
Grau 2	0,10	0,0125	0,25	0,03	0,30	343	275-410	20
Grau 3	0,10	0,0125	0,35	0,05	0,30	440	377-520	18
Grau 4	0,10	0,0125	0,40	0,05	0,50	550	480	20

APÊNDICE A: IDENTIFICAÇÃO POR DIFRAÇÃO DE RAIOS-X DAS FASES CRISTALINAS DAS LIGAS DO SISTEMA Ti-Nb-3%Al TEMPERADAS.

Tabela 1 – Comparação entre os valores observados no difratograma da liga Ti-15%Nb-3%Al temperada e valores apresentados na literatura.

Resultados				Identificação e análise			
Nº Pico	Intensidade Relativa	2 θ (graus)	d (Å)	HKL	Fase	d (Å)	Referência
1	0,434	41,020	2,55302	(100)	α'	2,558	Fedotov (1982a)
2	0,633	44,770	2,34884	(002)	α'	2,341	Fedotov (1982a)
3	1,000	46,930	2,24643	(101)	α'	2,244	Fedotov (1982a)
4	0,328	48,190	2,19106	(021)	α''	2,192	Fedotov (1982a)
5	0,341	62,350	1,72800	(102)	α'	1,729	Fedotov (1982a)
6	0,423	75,040	1,46871	(110)	α'	1,475	Fedotov (1982a)
7	0,340	84,130	1,33513	(113)	α''	1,334	Fedotov (1982a)
8	0,300	84,550	1,32974	(023)	α''	1,331	Fedotov (1982a)
9	0,312	91,570	1,24804	(221)	α''	1,242	Fedotov (1982a)
10	0,341	92,860	1,23459	(132)	α''	1,239	Fedotov (1982a)
11	0,302	93,280	1,23031	(201)	α'	1,228	Fedotov (1982a)
12	0,301	99,520	1,17182	(004)	α''	1,165	Fedotov (1982a)
13	0,309	105,730	1,12204	(202)	α'	1,119	Fedotov (1982a)
14	0,363	113,680	1,06852	(104)	α'	1,059	Fedotov (1982a)

Tabela 2 - Comparação entre os valores observados no difratograma da liga Ti-22%Nb-3%Al temperada e valores apresentados na literatura.

Resultados				Identificação e análise			
Nº Pico	Intensidade Relativa	2 θ (graus)	d (Å)	HKL	Fase	d (Å)	Referência
1	0,597	40,450	2,58746	(110)	α''	2,579	Fedotov (1982a)
2	0,560	40,930	2,55839	(100)	α'	2,558	Fedotov (1982a)
3	0,554	42,670	2,45864	(020)	α''	2,482	Fedotov (1982a)
4	0,746	44,680	2,35333	(002)	α'	2,341	Fedotov (1982a)
5	1,000	46,870	2,2545 9	(101)	α'	2,244	Fedotov (1982a)
				(111)	α''	2,255	
6	0,564	48,100	2,19492	(021)	α''	2,192	Fedotov (1982a)
7	0,418	62,170	1,73250	(112)	α''	1,734	Fedotov (1982a)
8	0,432	62,380	1,72725	(102)	α'	1,729	Fedotov (1982a)
9	0,410	66,700	1,62710	(021)	ω	1,630	Silcock (1958)
10	0,414	72,490	1,51293	(200)	α''	1,511	Fedotov (1982a)
11	0,428	74,470	1,47831	(110)	α'	1,475	Fedotov (1982a)
12	0,418	75,730	1,45731	(130)	α''	1,455	Fedotov (1982a)
13	0,597	84,010	1,33668	(113)	α''	1,334	Fedotov (1982a)
14	0,445	84,400	1,33166	(023)	α''	1,331	Silcock (1958)
				(012)	ω	1,331	
				(121)			
				(030)			
15	0,439	89,710	1,26823	(202)	α''	1,267	Fedotov (1982a)
16	0,441	91,660	1,24708	(112)	α'	1,112	Fedotov (1982a)
17	0,518	92,440	1,23892	(132)	α''	1,239	Fedotov (1982a)
18	0,396	95,470	1,20872	(041)	α''	1,205	Silcock (1958)
				(112)	ω	1,207	
				(031)			

Tabela 3 - Comparação entre os valores observados no difratograma da liga Ti-24%Nb-3%Al temperada e valores apresentados na literatura.

1 Resultados				Identificação e análise			
Nº Pico	Intensidade Relativa	2 θ (graus)	d (Å)	HKL	Fase	d (Å)	Referência
1	0,209	42,250	2,48195	(020)	α''	2,482	Fedotov (1982a)
2	0,219	45,070	2,33401	(002)	α''	2,333	Fedotov (1982a)
3	1,000	46,360	2,27250	(111)	α''	2,255	Fedotov (1982a)
4	0,173	61,630	1,74616	(112)	α''	1,734	Fedotov (1982a)
5	0,153	62,860	1,71539	(022)	α''	1,705	Fedotov (1982a)
6	0,149	84,250	1,33359	(113)	α''	1,334	Fedotov (1982a)
7	0,158	84,400	1,33166	(023)	α''	1,331	Fedotov (1982a) e Silcock (1958)
				(012)	ω	1,331	
				(121) (030)			
8	0,172	85,090	1,32290	(103)	α'	1,326	Fedotov (1982a)
9	0,146	89,050	1,27564	(200)	α'	1,275	Fedotov (1982a)
10	0,148	89,890	1,26624	(202)	α''	1,267	Fedotov (1982a)
11	0,135	91,600	1,24772	(112)	α'	1,244	Fedotov (1982a)
12	0,142	92,050	1,24298	(221)	α''	1,242	Fedotov (1982a)
13	0,158	92,980	1,23337	(132)	α''	1,239	Fedotov (1982a)
14	0,137	93,430	1,22879	(201)	α'	1,228	Fedotov (1982a)
15	0,169	103,930	1,13568	(222)	α''	1,131	Fedotov (1982a)
16	0,155	113,800	1,06779	(221)	ω	1,069	Silcock (1958)

Tabela 4 - Comparação entre os valores observados no difratograma da liga Ti-26%Nb-3%Al temperada e valores apresentados na literatura.

Resultados				Identificação e análise			
Nº Pico	Intensidade Relativa	2 θ (graus)	d (Å)	HKL	Fase	d (Å)	Referência
1	0,464	36,310	2,87078	(001)	ω	2,837	Silcock (1958)
2	0,448	40,360	2,59298	(110)	α''	2,579	Fedotov (1982a)
3	0,437	42,250	2,48195	(020)	α''	2,482	Fedotov (1982a)
4	0,719	44,920	2,34140	(002)	α'	2,341	Fedotov (1982a)
	0,680	45,070	2,33401	(002)	α''	2,333	
5	1,000	46,240	2,27807	(111)	α''	2,255	Fedotov (1982a)
6	0,419	48,220	2,18978	(021)	α''	2,192	Fedotov (1982a)
7	0,399	61,810	1,74158	(112)	α''	1,734	Fedotov (1982a)
8	0,408	63,580	1,69797	(022)	α''	1,705	Fedotov (1982a)
9	0,752	76,150	1,45049	(130)	α''	1,455	Fedotov (1982a)
10	0,394	78,430	1,41483	(002)	ω	1,412	Silcock (1958)
11	0,381	80,530	1,38399	(131)	α''	1,386	Fedotov (1982a)
12	0,449	83,800	1,33941	(113)	α''	1,334	Fedotov (1982a)
	0,421	83,650	1,34100	(211)	β	1,340	Lee <i>et al.</i> (2002)
13	0,449	92,380	1,23954	(132)	α''	1,239	Fedotov (1982a)
14	0,425	91,930	1,24424	(112)	α'	1,244	Fedotov (1982a)
15	0,441	92,080	1,24267	(221)	α''	1,242	Fedotov (1982a)
16	0,437	100,960	1,15958	(220)	β	1,161	Lee <i>et al.</i> (2002)
17	0,464	103,660	1,13778	(222)	α''	1,131	Fedotov (1982a)
18	0,448	118,420	1,04127	(310)	β	1,038	Lee <i>et al.</i> (2002)

Tabela 5 - Comparação entre os valores observados no difratograma da liga Ti-32%Nb-3%Al temperada e valores apresentados na literatura.

Resultados				Identificação e análise			
Nº Pico	Intensidade Relativa	2 θ (graus)	d (Å)	HKL	Fase	d (Å)	Referência
1	0,329	42,580	2,46360	(020)	α''	2,482	Fedotov (1982a)
2	0,672	44,950	2,33992	(002)	α''	2,333	Fedotov (1982a)
3	1,000	46,240	2,27807	(111)	α''	2,255	Fedotov (1982a)
4	0,246	65,530	1,65283	(200)	β	1,642	Lee <i>et al.</i> (2002)
5	0,209	73,240	1,49957	(110)	α'	1,475	Fedotov (1982a)
6	0,216	76,480	1,44518	(130)	α''	1,455	Fedotov (1982a)
7	0,268	83,110	1,34849	(211)	β	1,340	Lee <i>et al.</i> (2002)
8	0,251	93,4300	1,22879	(201)	α'	1,228	Fedotov (1982a)
9	0,242	100,060	1,16718	(004)	α''	1,165	Fedotov (1982a)
10	0,422	1,13802	1,13802	(222)	α''	1,131	Fedotov (1982a)
11	0,290	119,020	1,03805	(310)	β	1,038	Lee <i>et al.</i> (2002)

Tabela 6 - Comparação entre os valores observados no difratograma da liga Ti-38%Nb-3%Al temperada e valores apresentados na literatura.

Resultados				Identificação e análise			
Nº Pico	Intensidade Relativa	2 θ (graus)	d (Å)	HKL	Fase	d (Å)	Referência
1	1,000	45,250	2,32521	(110)	β	2,322	Lee <i>et al.</i> (2002)
2	0,070	83,470	1,34373	(211)	β	1,340	Lee <i>et al.</i> (2002)

APÊNDICE B: IDENTIFICAÇÃO POR DIFRAÇÃO DE RAIOS-X DAS FASES CRISTALINAS DAS LIGAS DO SISTEMA Ti-Nb-3%Al TERMICAMENTE TRATADAS A 800 ° C.

Tabela 1 - Comparação entre os valores observados no difratograma da liga Ti-15%Nb-3%Al tratada termicamente e valores apresentados na literatura.

Resultados				Identificação e análise			
Nº Pico	Intensidade Relativa	2θ (graus)	d (Å)	HKL	Fase	d (Å)	Referência
1	0,619	41,20	2,54235	(100)	α-Ti	2,540	Gorelik (1994)
2	0,547	42,370	2,47524	(020)	α"	2,482	Fedotov (1982a)
3	0,570	44,740	2,35033	(002)	α-Ti	2,340	Gorelik (1994)
4	0,608	45,430	2,31648	(110)	β	2,322	Lee <i>et al.</i> (2002)
5	1,000	47,110	2,23833	(101)	α-Ti	2,230	Gorelik (1994)
6	0,249	91,690	1,24677	(112)	α'	1,244	Fedotov (1982a)
					α-Ti	1,248	Gorelik (1994)
7	0,241	94,300	1,22010	(201)	α'	1,228	Fedotov (1982a)
8	0,238	95,080	1,21248	(041)	α"	1,205	Fedotov (1982a)
9	0,248	104,50	1,13130	(222)	α"	1,131	Fedotov (1982a)
10	0,257	106,48	1,11653	(202)	α'	1,119	Fedotov (1982a)

Tabela 2 - Comparação entre os valores observados no difratograma da liga Ti-22%Nb-3%Al tratada termicamente e valores apresentados na literatura.

Resultados				Identificação e análise			
Nº Pico	Intensidade Relativa	2θ (graus)	d (Å)	HKL	Fase	d (Å)	Referência
1	0,907	42,430	2,47190	(020)	α"	2,482	Fedotov (1982a)
2	0,915	44,350	2,36994	(002)	α-Ti	2,340	Gorelik (1994)
3	0,948	45,520	2,31214	(110)	β	2,322	Lee <i>et al.</i> (2002)
4	1,000	46,990	2,24372	(101)	α'	2,244	Fedotov (1982a)
5	0,841	50,200	2,10869	(021)	α"	2,192	Fedotov (1982a)
6	0,548	61,870	1,74006	(112)	α"	1,734	Fedotov (1982a)
7	0,423	86,050	1,31098	(103)	α'	1,326	Fedotov (1982a)
8	0,413	87,430	1,2937	(220)	α"	1,293	Fedotov (1982a)
9	0,414	88,150	1,28595	(200)	α'	1,275	Fedotov (1982a)
					α-Ti	1,275	Gorelik (1994)

Tabela 3 - Comparação entre os valores observados no difratograma da liga Ti-24%Nb-3%Al tratada termicamente e valores apresentados na literatura.

Resultados				Identificação e análise			
Nº Pico	Intensidade Relativa	2θ (graus)	d (Å)	HKL	Fase	d (Å)	Referência
1	1,000	45,370	2,31938	(110)	β	2,322	Lee <i>et al.</i> (2002)
2	0,902	46,960	2,24508	(101)	α'	2,244	Fedotov (1982a)
3	0,684	48,130	2,19363	(021)	α''	2,192	Fedotov (1982a)
4	0,659	50,020	2,11578	(021)	α''	2,192	Fedotov (1982a)
5	0,447	59,110	1,81346	(111)(110)	ω	1,783	Silcook (1958)
6	0,356	68,710	1,58510	(200)	α''	1,511	Fedotov (1982a)
7	0,364	70,150	1,55661	(200)	α''	1,511	Fedotov (1982a)
8	0,332	82,330	1,35895	(211)	β	1,349	Lee <i>et al.</i> (2002)
9	0,314	83,950	1,33746	(113)	α''	1,334	Fedotov (1982a)
10	0,329	94,540	1,21774	(112)(031)	ω	1,207	Silcook (1958)
11	0,342	104,830	1,12878	(202)	α'	1,119	Fedotov (1982a)
				(222)	α''	1,131	Fedotov (1982a)

Tabela 4 - Comparação entre os valores observados no difratograma da liga Ti-26%Nb-3%Al tratada termicamente e valores apresentados na literatura.

Resultados				Identificação e análise			
Nº Pico	Intensidade Relativa	2θ (graus)	d (Å)	HKL	Fase	d (Å)	Referência
1	0,755	41,020	2,55302	(100)	α'	2,558	Fedotov (1982a)
2	0,650	44,470	2,36387	(002)	α'	2,341	Fedotov (1982a)
3	0,904	45,460	2,31503	(110)	β	2,322	Lee <i>et al.</i> (2002)
4	1,000	47,020	2,24237	(101)	α'	2,244	Fedotov (1982a)
5	0,648	48,220	2,18978	(021)	α''	2,192	Fedotov (1982a)
6	0,413	60,250	1,78228	(111)(110)	ω	1,783	Silcook (1958)
7	0,489	62,260	1,73024	(112)	α''	1,734	Fedotov (1982a)
8	0,393	63,850	1,69154	(200)	β	1,642	Lee <i>et al.</i> (2002)
9	0,407	66,490	1,63165	(021)	ω	1,630	Silcook (1958)
10	0,361	72,160	1,51890	(200)	α''	1,511	Fedotov (1982a)
11	0,350	75,820	1,45584	(130)	α''	1,455	Fedotov (1982a)
12	0,360	83,740	1,34020	(211)	β	1,340	Lee <i>et al.</i> (2002)
13	0,390	84,220	1,33397	(113)	α''	1,334	Fedotov (1982a)
14	0,341	87,460	1,29402	(220)	α''	1,293	Fedotov (1982a)
15	0,342	88,450	1,28248	(220)	α''	1,293	Fedotov (1982a)
16	0,343	89,560	1,26990	(202)	α''	1,267	Fedotov (1982a)
17	0,340	91,30	1,25091	(112)	α-Ti	1,248	Fedotov (1982a)
18	0,366	93,130	1,23184	(132)	α''	1,239	Fedotov (1982a)
19	0,352	94,840	1,21481	(201)	α'	1,228	Fedotov (1982a)
20	0,369	98,710	1,17890	(220)	β	1,169	Lee <i>et al.</i> (2002)
21	0,421	101,170	1,15783	(220)	β	1,161	Lee <i>et al.</i> (2002)

Tabela 5 - Comparação entre os valores observados no difratograma da liga Ti-32%Nb-3%Al tratada termicamente e valores apresentados na literatura.

Resultados				Identificação e análise			
Nº Pico	Intensidade Relativa	2θ (graus)	d (Å)	HKL	Fase	d (Å)	Referência
1	1,000	36,120	2,88538	(001)	ω	2,837	Silcook (1958)
2	0,468	44,480	2,36337	(002)	α'	2,341	Fedotov (1982a)
3	0,513	45,420	2,31696	(110)	β	2,322	Lee <i>et al.</i> (2002)
4	0,463	46,320	2,27435	(111)	α''	2,255	Fedotov (1982a)
5	0,231	71,100	1,53850	(200)	α''	1,511	Fedotov (1982a)
6	0,214	74,160	1,48360	(110)	α'	1,475	Silcook (1958)
7	0,201	79,220	1,40301	(131)	α''	1,386	Fedotov (1982a)
8	0,195	88,500	1,28191	(200)	α''	1,275	Fedotov (1982a)
9	0,214	93,540	1,22768	(201)	α'	1,228	Fedotov (1982a)

Tabela 6 - Comparação entre os valores observados no difratograma da liga Ti-38%Nb-3%Al tratada termicamente e valores apresentados na literatura.

Resultados				Identificação e análise			
Nº Pico	Intensidade Relativa	2θ (graus)	d (Å)	HKL	Fase	d (Å)	Referência
1	0,335	41,140	2,54589	(100)	α-Ti	2,540	Gorelik (1994)
2	1,000	45,500	2,31311	(110)	β	2,322	Lee <i>et al.</i> (2002)
3	0,313	46,960	2,24508	(101)	α'	2,244	Fedotov (1982a)
4	0,270	48,440	2,18043	(021)	α''	2,192	Fedotov (1982a)
5	0,272	49,640	2,13094	(021)	α''	1,192	Fedotov (1982a)
6	0,177	63,940	1,68942	(200)	β	1,653	Lee <i>et al.</i> (2002)
7	0,167	74,740	1,47374	(110)	α'	1,475	Fedotov (1982a)
8	0,360	84,060	1,33604	(113)	α''	1,334	Fedotov (1982a)
9	0,168	93,320	1,22991	(201)	α'	1,228	Fedotov (1982a)
10	0,184	111,380	1,08293	(221)	ω	1,069	Silcook (1958)