

Metalografia das ligas de titânio

29/06/2022

Fernando JG Landgraf

contextualizando

- Ligas de titânio correspondem a um nicho do mercado de metais.
- Em 2019, **consumo anual** foi da ordem de **30.000 toneladas***,

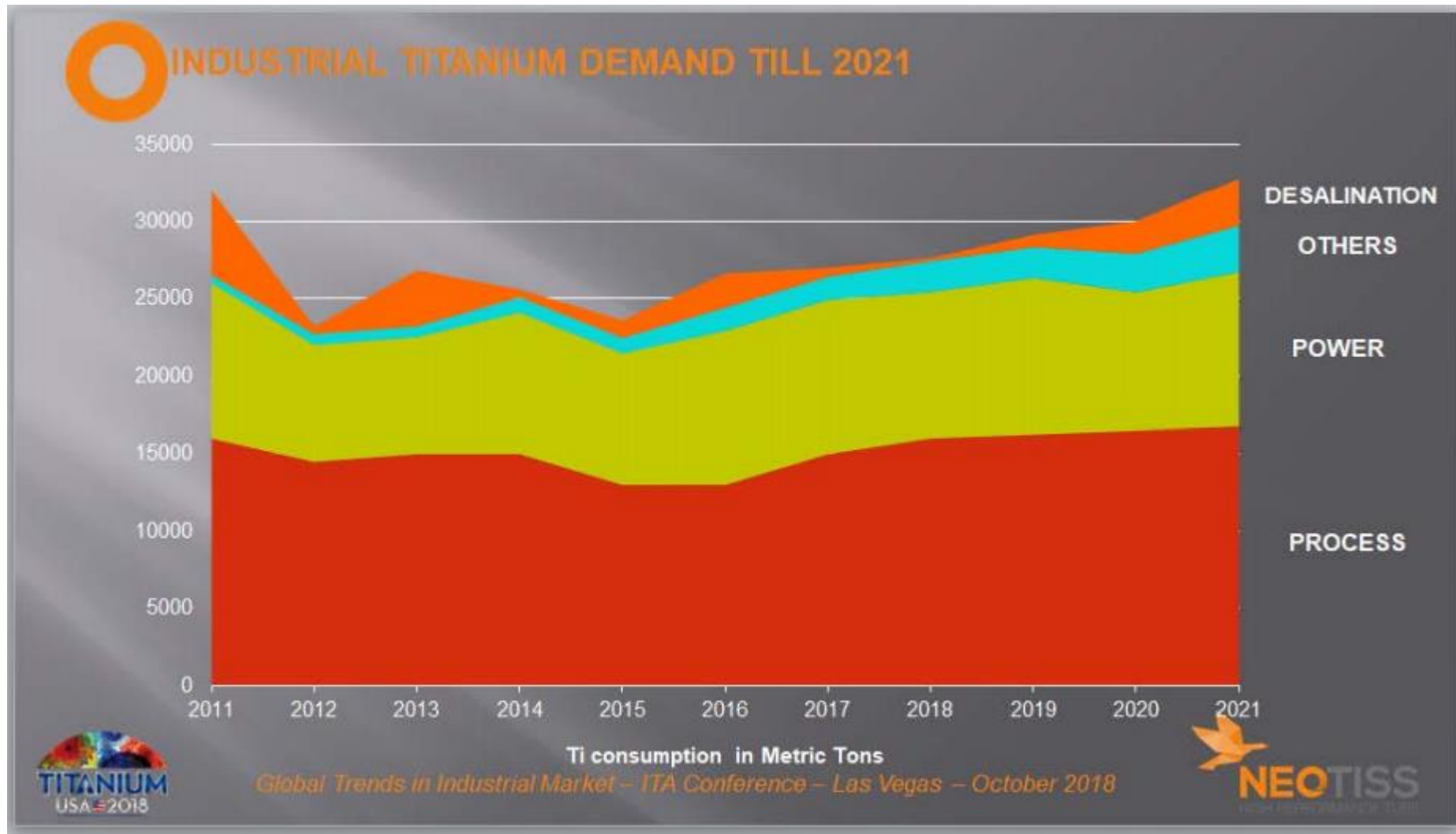
https://cdn.ymaws.com/titanium.org/resource/resmgr/02_jens_folder/titanium_usa_2018_executive_.pdf

- Para comparação:

- superligas de níquel: 15.000 t
- Ligas de cobre: 18 milhões t
- Ligas de alumínio: 60 milhões t
- Aços inoxidáveis: 35 milhões t
- Aços ferramenta: 2 milhões t (<https://www.gminsights.com/industry-analysis/tool-steel-Market>)
- Aços para fins elétricos: 15 milhões t
- Aços: 1,5 bilhões t.

- * excluindo uso de óxido de titânio em tintas

Usos do titânio

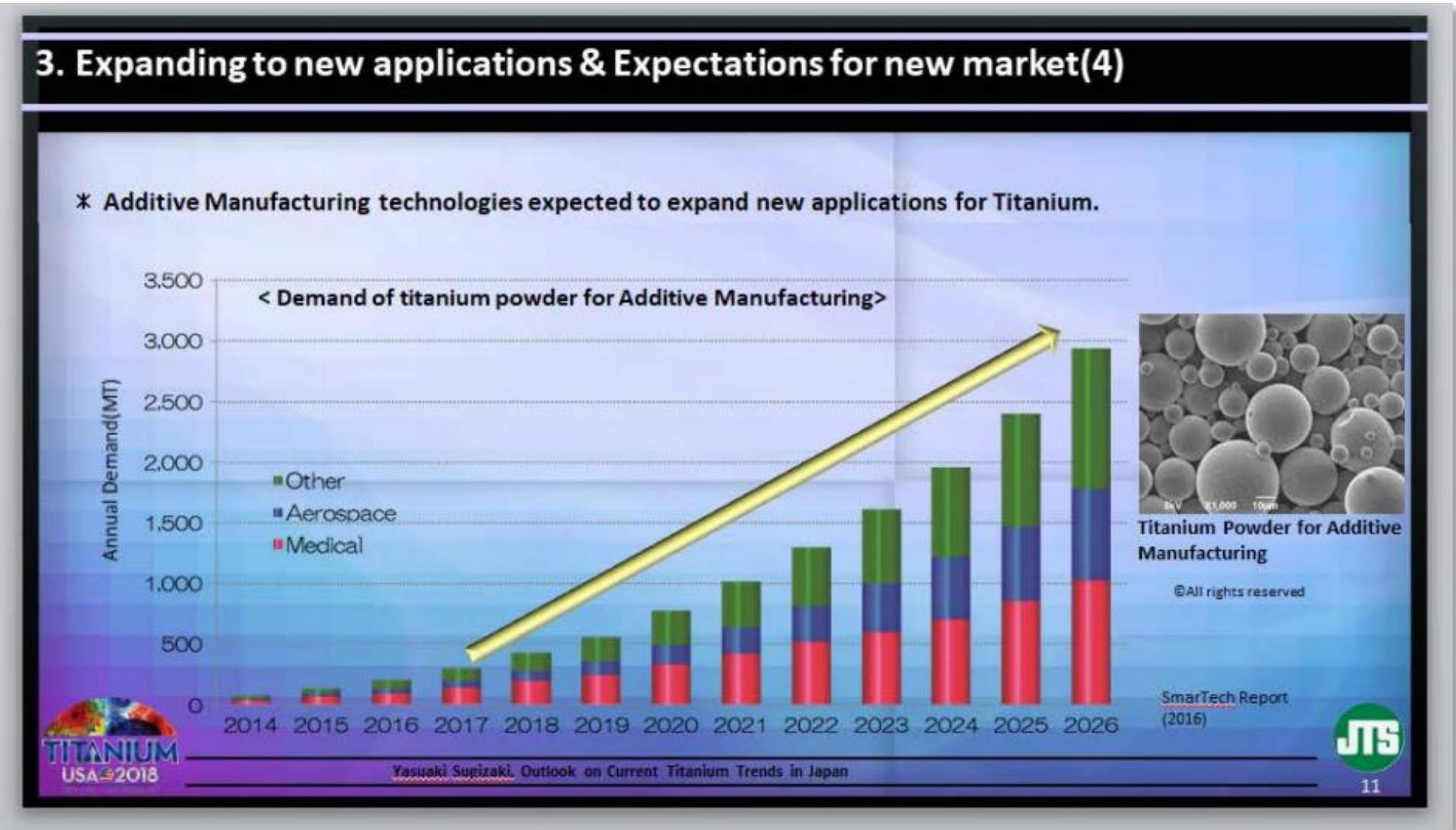


Power: Titânio nas palhetas de turbina

Process: Titânio em componentes usados na fabricação de outros bens.

Visão geral demais...

Uso de pó de titânio deverá crescer com a **Manufatura Aditiva**:
Hoje 700t anuais, crescendo até 3.000 t anuais em 2026



Propriedades úteis das ligas de titânio

- baixa densidade ($\rho_{Al} < \rho_{Ti} < \rho_{Fe}$) cerca de 60% da densidade do ferro.
- Limites de escoamento entre 180 MPa e 1100 MPa.
- Pode ser usado em temperaturas entre 540°C e 600 °C.
- Boa resistência a corrosão
- Boa biocompatibilidade, boa osteointegração
- Baixo módulo de elasticidade
- Propriedades especiais de algumas ligas:
 - Ti-53%Nb: supercondutividade
 - Ti-50%Ni: efeito memória; pseudoelasticidade.

Resistência específica em função da temperatura

Até 550° C as ligas de titânio são a melhor opção, em termos de resistência específica (LE/densidade), propriedade importante em aeronaves.

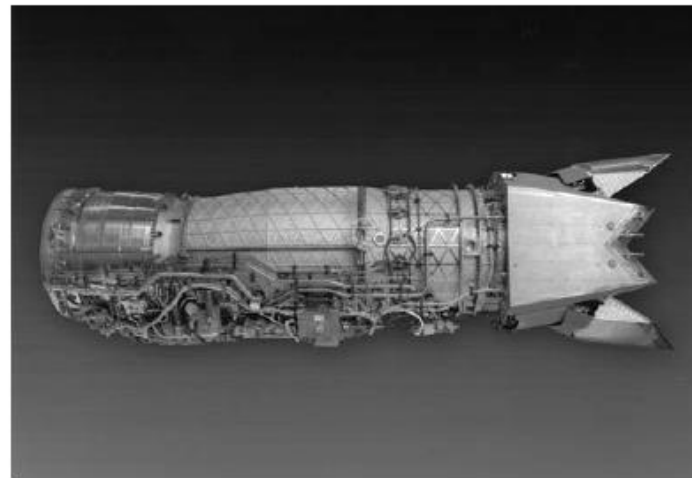


Fig. 1.2 F119 engine by Pratt & Whitney powering the F22 Raptor aircraft

Aplicação em alta temperatura

Liga usada nessa região:

Operating temperature [°C]

Ti-64

up to 230

Ti-6246

up to 430

Ti-834

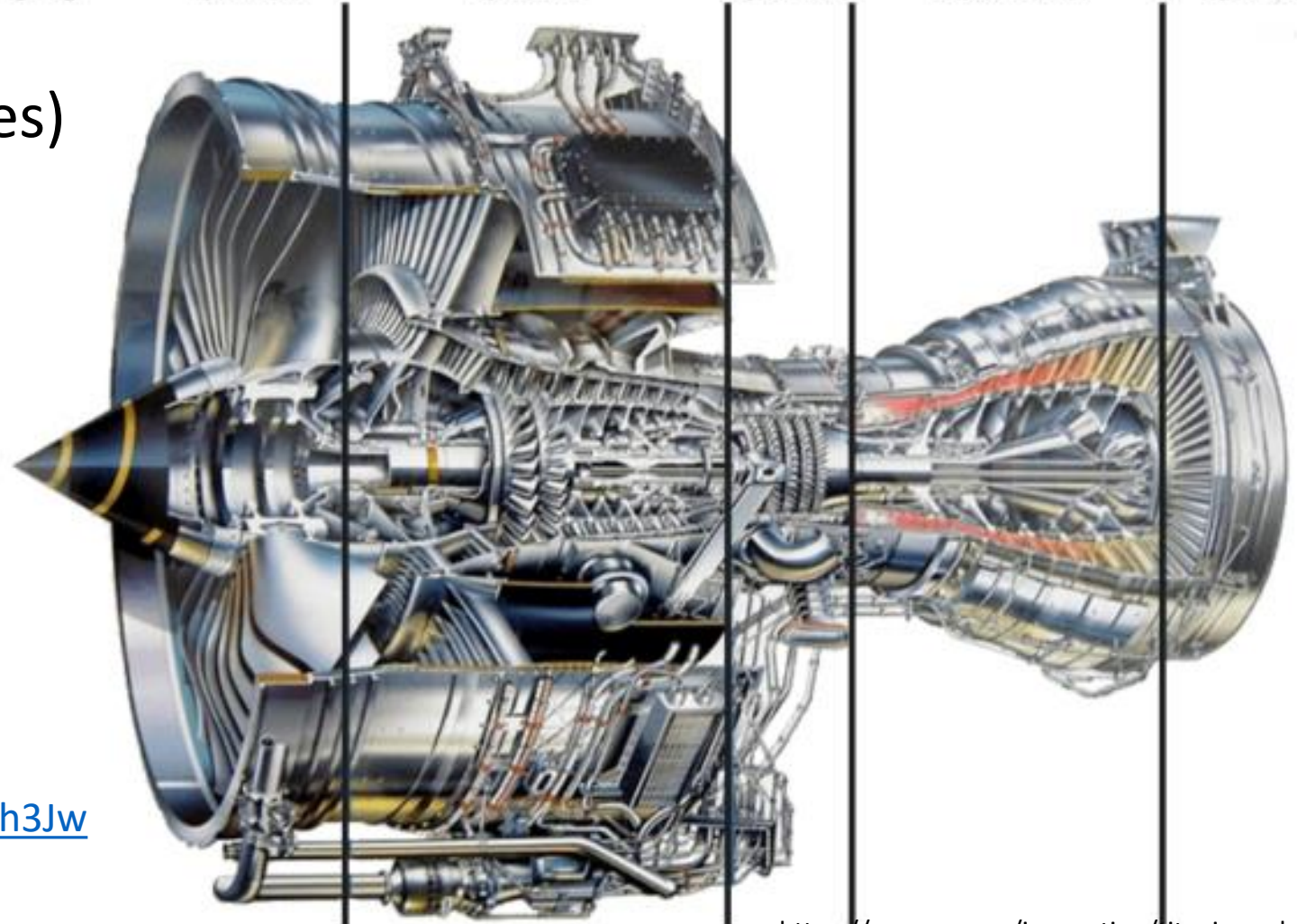
up to 730

Ni-based
Superalloys

1,230 - 730

Titanium
Aluminides

up to 730



- Turbofan
(Turbinas de motores de aviões)

<http://www.youtube.com/watch?v=LaKIE2h3Jw>

<https://amg-nv.com/innovation/titanium-aluminides/>

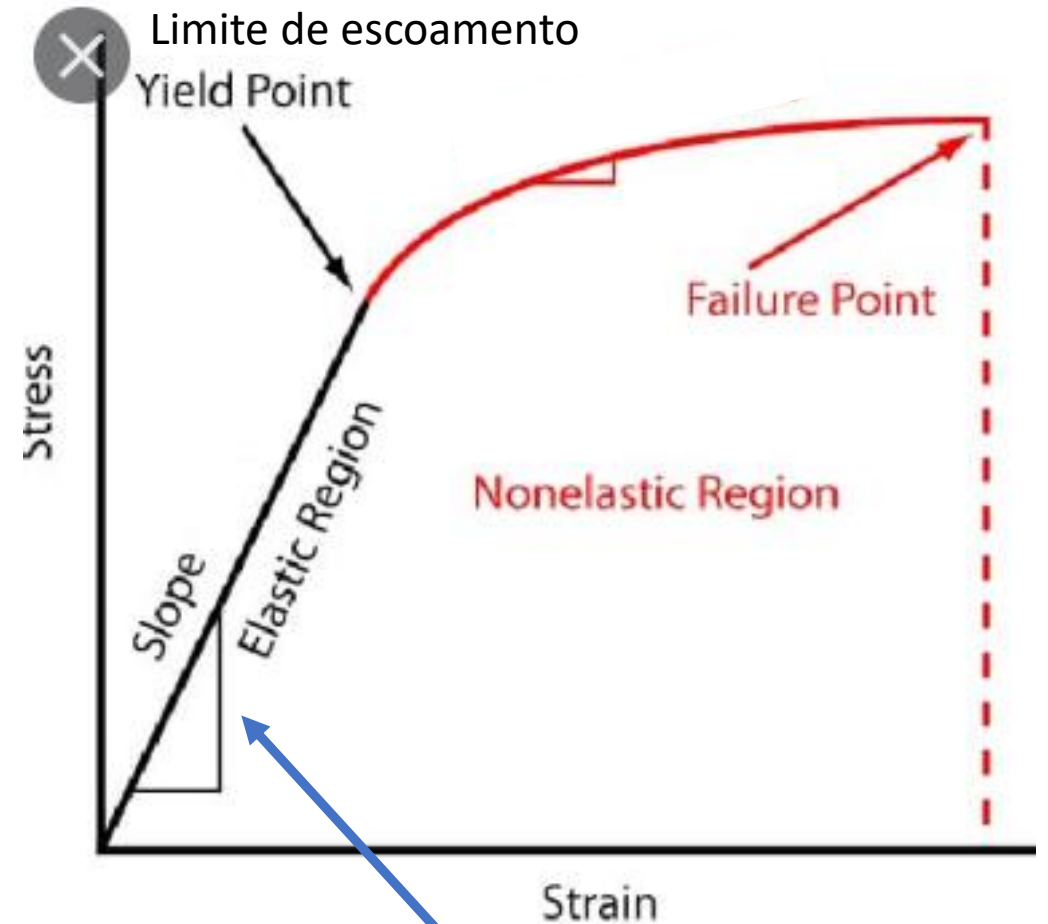
Resistência à corrosão

- O Titânio é muito resistente à corrosão. Sua resistência à corrosão é melhor que a do aço inoxidável na maioria dos ambientes.
- Muito boa biocompatibilidade no corpo humano.
- O titânio é imune aos fluídos corpóreos contendo cloretos e pH tendendo para o ácido.



Módulo de elasticidade

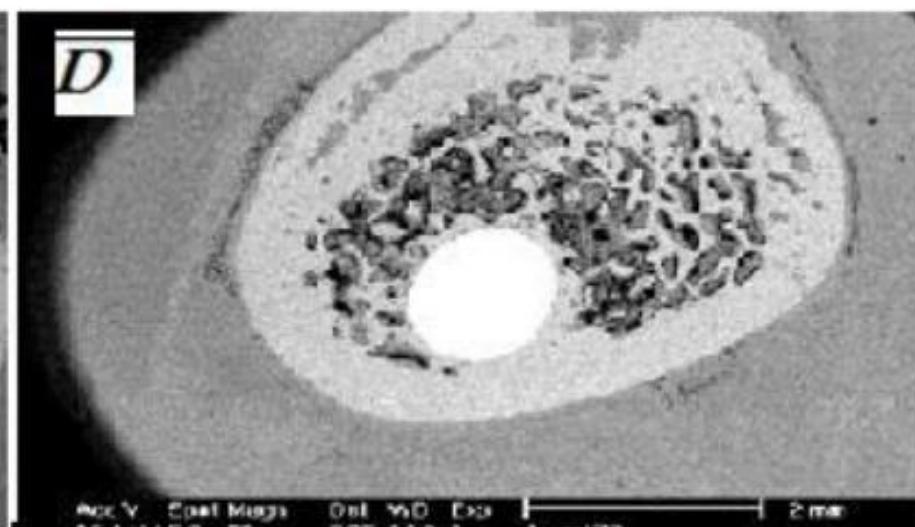
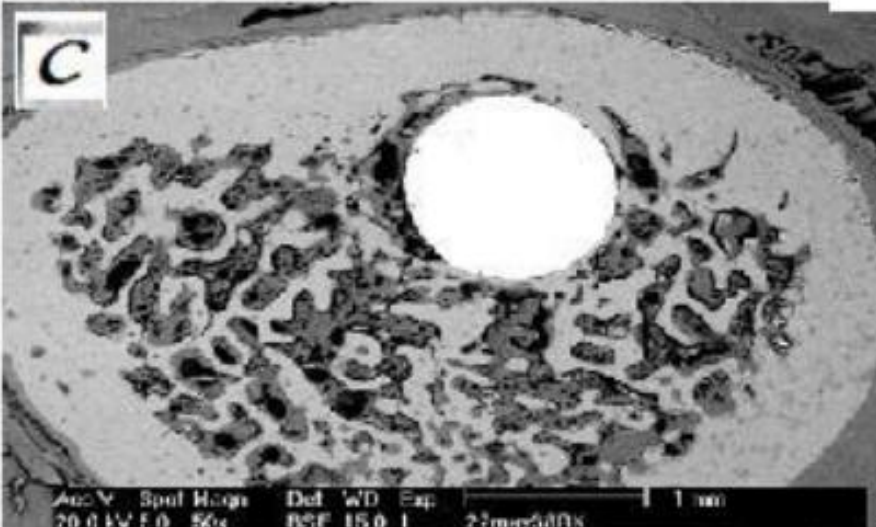
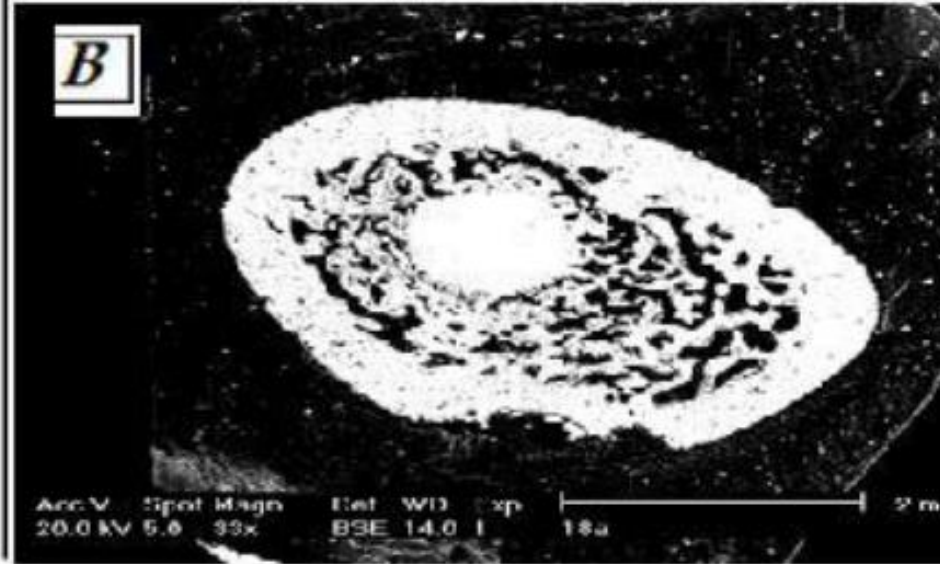
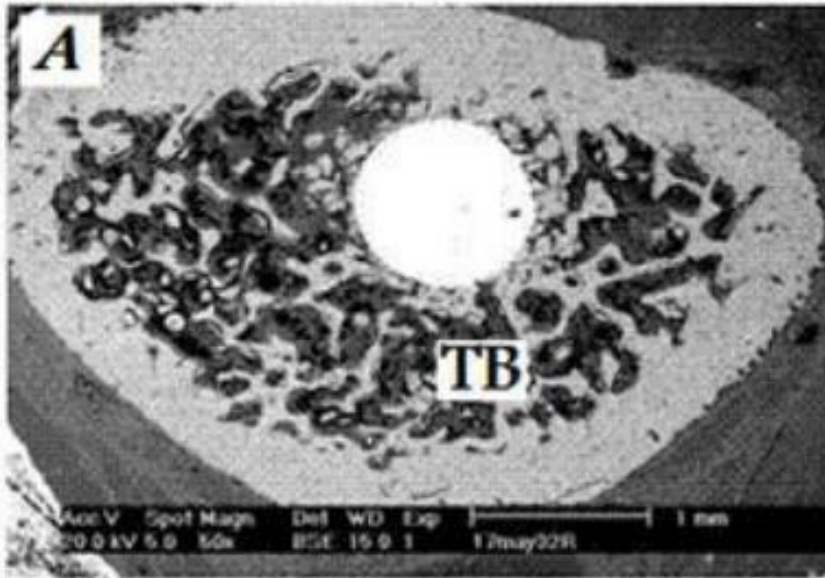
- Enquanto aços inox e ligas de cobalto usadas como biomateriais tem módulo E acima de 200 GPa, ligas de titânio tem módulo entre 100 e 60 GPa.
- Isso é vantajoso para evitar descalcificação do osso onde uma prótese é atachada: o “stress shielding”.



Módulo de elasticidade $E = \Delta\sigma/\Delta\varepsilon$

osteointegração

Imagens de fio de Ti 6 4 inserido no fêmur de ratos e retirado depois de diferentes períodos:



A: 10 dias

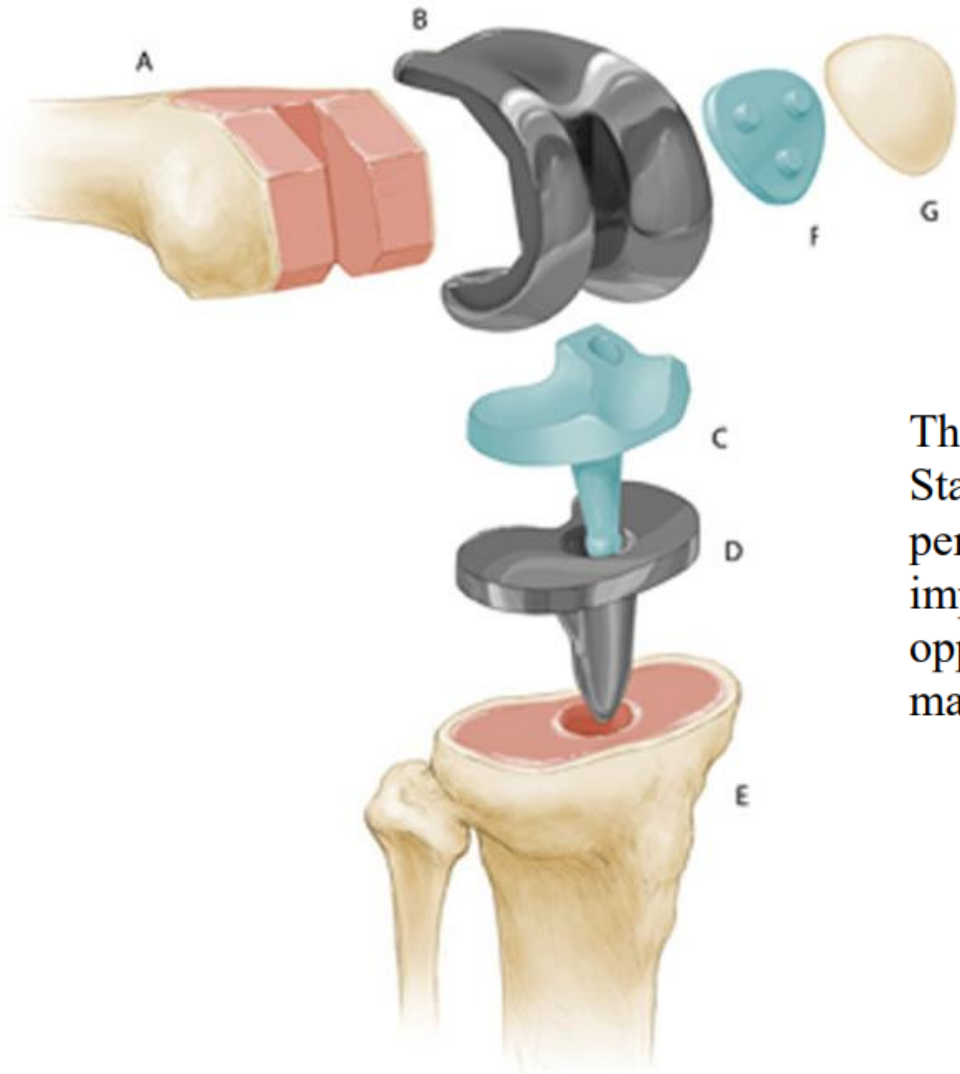
B: 1 mês

C: 2 meses

D: 6 meses

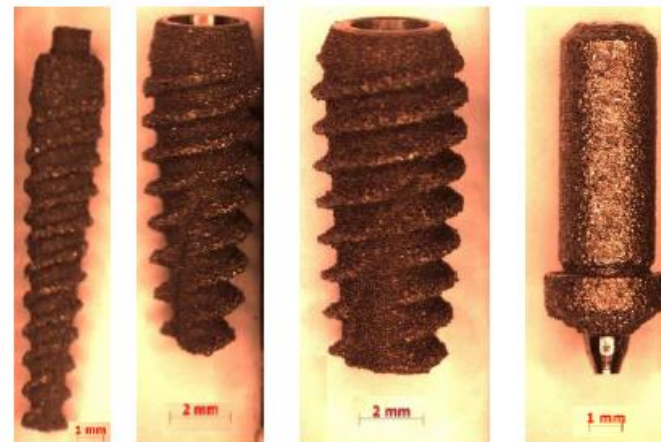
Nota-se que depois de 6 meses o fio já está totalmente circundado pelo tecido trabecular do osso

Aplicações médicas do titânio devem crescer muito



The global orthopedic device market was \$52 billion in 2017, and the United States accounts for 50 percent of that market. Titanium accounts for up to 70 percent of hip, spine and trauma implants. He described 3D printed titanium knee implants as a “success story in the making;” a potential \$4-billion market opportunity. Knee surgery, which requires numerous bone cuts and soft tissue manipulation, is more complex than hip surgery, he said.

Components of knee replacement surgery. The femur is cut (A) to fit the femoral component (B); the tibial plate (D) inserts into the hollowed-out tibia (E); the spacer (C) sits between the femoral and tibial implants; the patellar implant (F) fits onto the underside of the knee cap (G).



Implantes dentários de titânio, investigados no TF de Letícia Kobayashi, em 2019.

Propriedades de fabricação das ligas de Ti

- Pode ser fundido, forjado, laminado, sinterizado,
- Muito adequado para Manufatura Aditiva (Fusão em Leito de Pó-FLP)
 - Já existem pelo menos 4 empresas processando comercialmente ligas de Titânio por FLP no Brasil.
- Boa soldabilidade.
- Usinabilidade mais difícil que dos aços, requer ajustes nas técnicas.

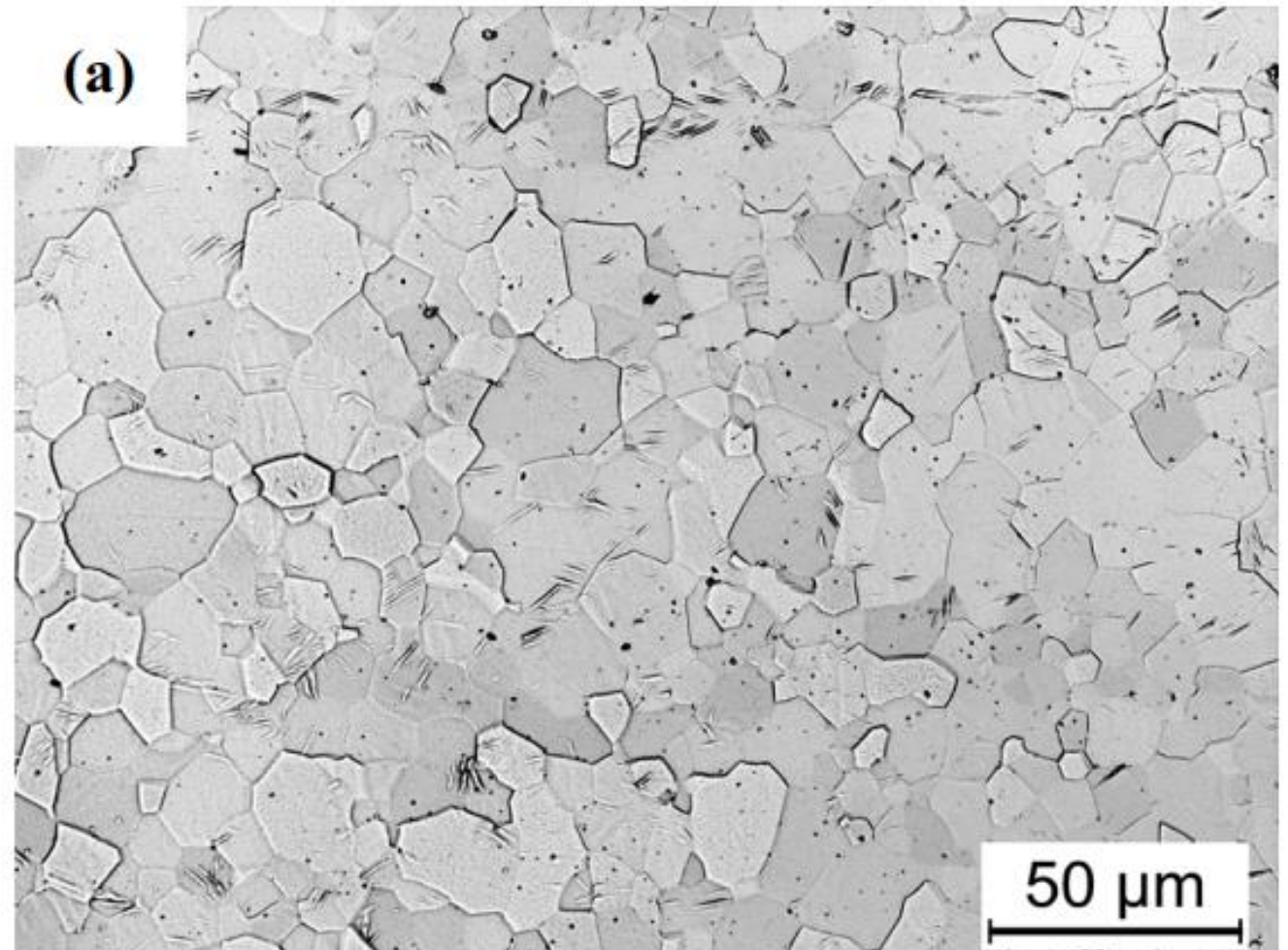
O problema da fusão do titânio

- apesar de que ligas de Ti ter grande potencial de uso, os volumes de produção são pequenos devido ao alto custo de produção. Seu alto ponto de fusão (1600°C) e sua reatividade química torna muito difícil encontrar materiais de baixo custo para os cadinhos de fusão em forno à indução a vácuo.
- Hoje são fabricados por V.A.R. (Vacuum Arc Remelting) ou por “skull melting”

Quem quiser saber sobre skull melting, busque Metals 2019, 9, 539; doi:10.3390/met9050539

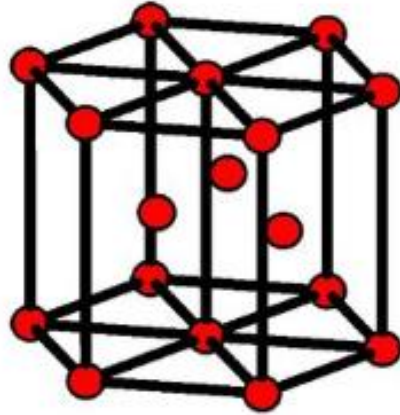
Microestruturas das ligas de titânio: titânio puro laminado

- Titânio tem estrutura hexagonal compacta (HC), à Tamb.
- Nas aulas de PMT 3402, é a primeira liga HC que analisamos.
- Foto da liga Ti ASTM grau 2 (contém 0,2%O)
- Grãos HC poligonais.



Estrutura cristalográfica de titânio alfa (HC)

Hexagonal compacto



Hexagonal system: $a=b \neq c$ and $\alpha=\beta=90^\circ, \gamma=120^\circ$

Two lattice parameters a and c . Ideal ratio $c/a = 1.633$

CN=12

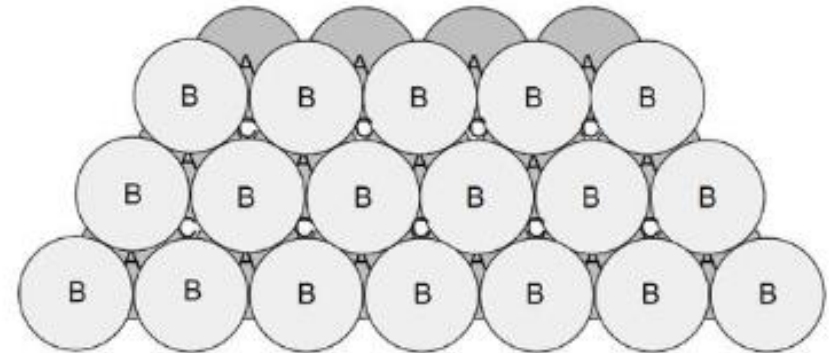
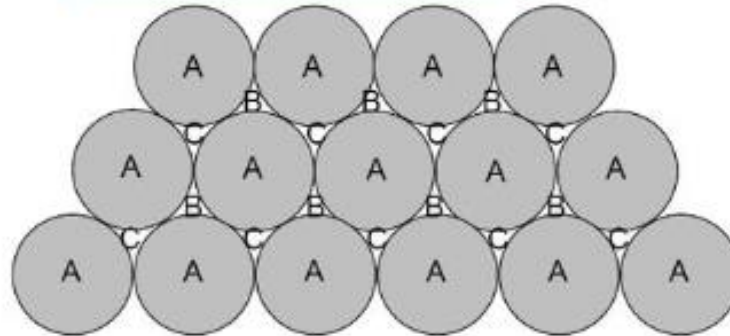
APF = 74%

of atoms in unit cell: $6 (= \frac{1}{6} \times 12 + \frac{1}{2} \times 2 + 3)$

Example: Mg, Ti, Zn, Be, Co, Zr, Cd

* Stacking sequence

São planos de máxima densidade, empilhados em camadas ABABAB...

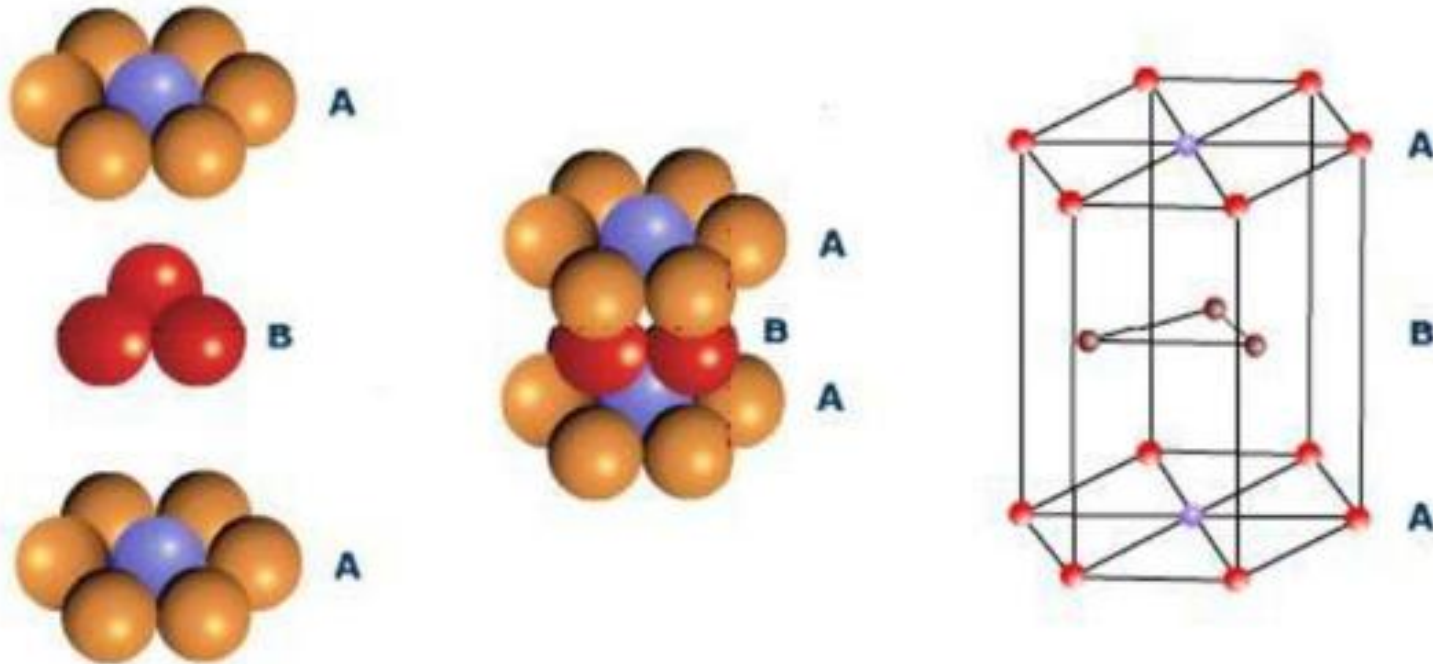


Diferença entre HCP e CFC

Layers stacked ABABAB... → hexagonal close-packed (HCP)

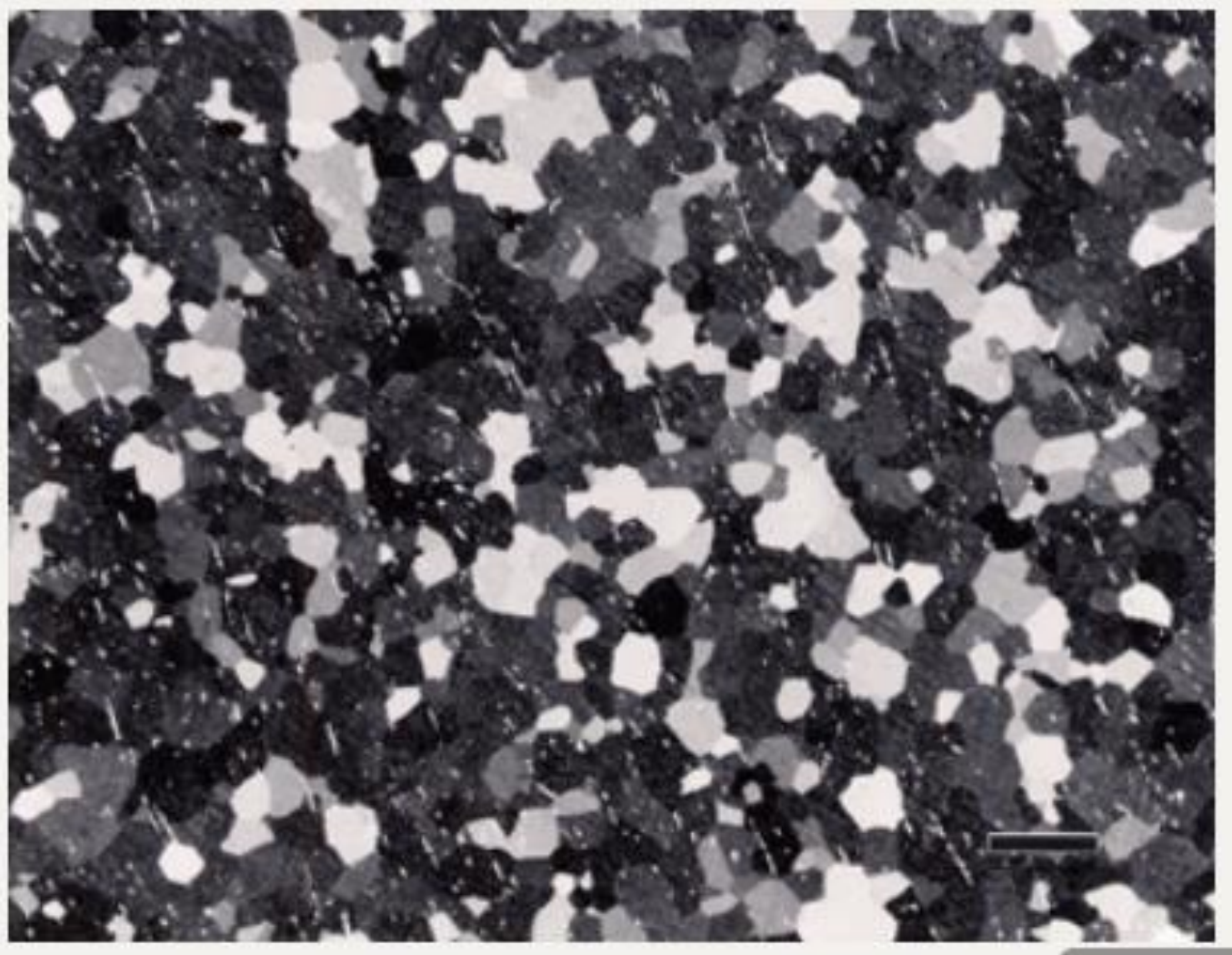
Layers stacked ABCABC... → cubic close-packed (CCP) Tb conhecida como FCC, face centered cubic

O empilhamento dos planos densos no HCP

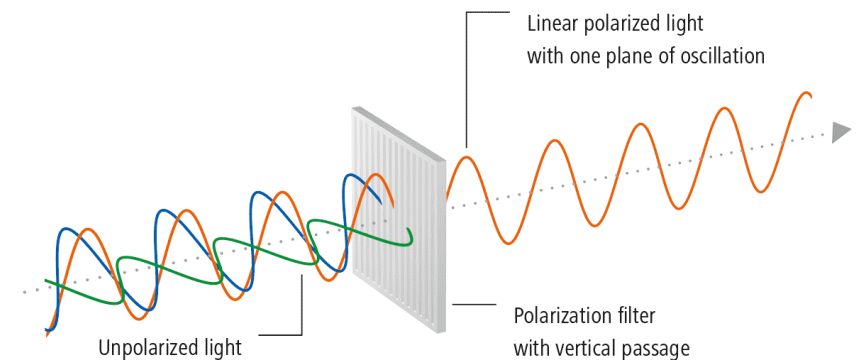


Relembrando, na estrutura CFC o empilhamento era ABCABCABCA...

Na estrutura HC, planos compactos são empilhados numa série ABABAB...



- **Ti-alfa é sensível à luz polarizada:** grãos podem ficar claros ou escuros, dependendo da relação entre o plano cristalino na superfície e o plano de polarização da luz.



Quer saber mais sobre luz polarizada? <https://www.khanacademy.org/science/physics/light-waves/introduction-to-light-waves/v/polarization-of-light-linear-and-circular>

Quatro ligas consideradas “Ti comercial”

Designation	Tensile strength (min)		0.2% yield strength (min)		Impurity limits, wt% (max)					
	MPa	ksi	MPa	ksi	N	C	H	Fe	O	
Unalloyed grades										
ASTM grade 1	240	35	170	25	0.03	0.08	0.015	0.20	0.18	
ASTM grade 2	340	50	280	40	0.03	0.08	0.015	0.30	0.25	
ASTM grade 3	450	65	380	55	0.05	0.08	0.015	0.30	0.35	
ASTM grade 4	550	80	480	70	0.05	0.08	0.015	0.50	0.40	

- Teor de oxigênio é o principal diferenciador, mas não único



Ligas alfa

Em inglês,
Ti Commercially Pure (TiCP alloys)

Propriedades mecânicas são muito sensíveis ao teor de intersticiais (C, N, O, H): **umenta L.E.** e diminui ductilidade.

Os átomos intersticiais estabilizam a fase alfa. São Alfacênicos.

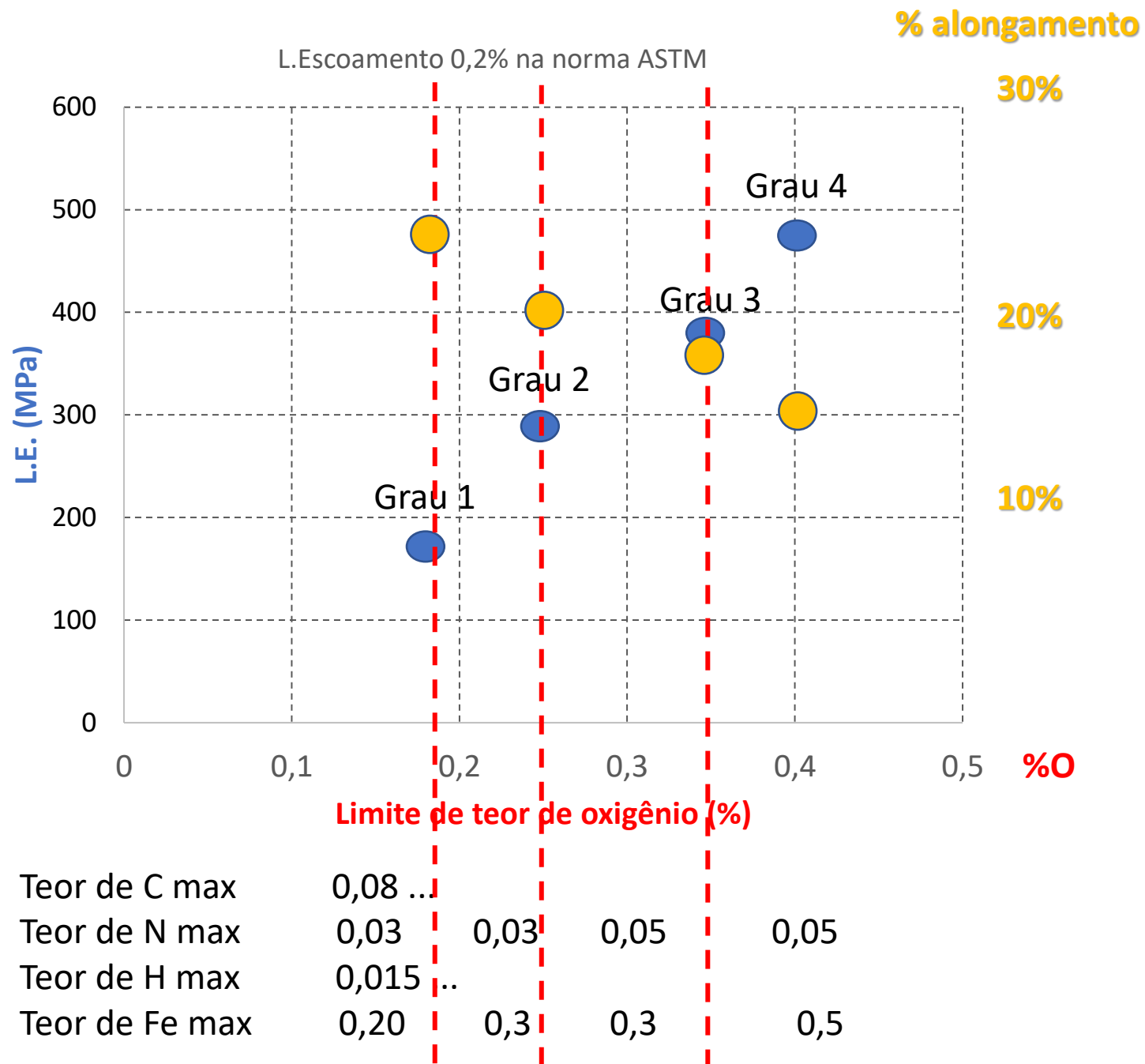
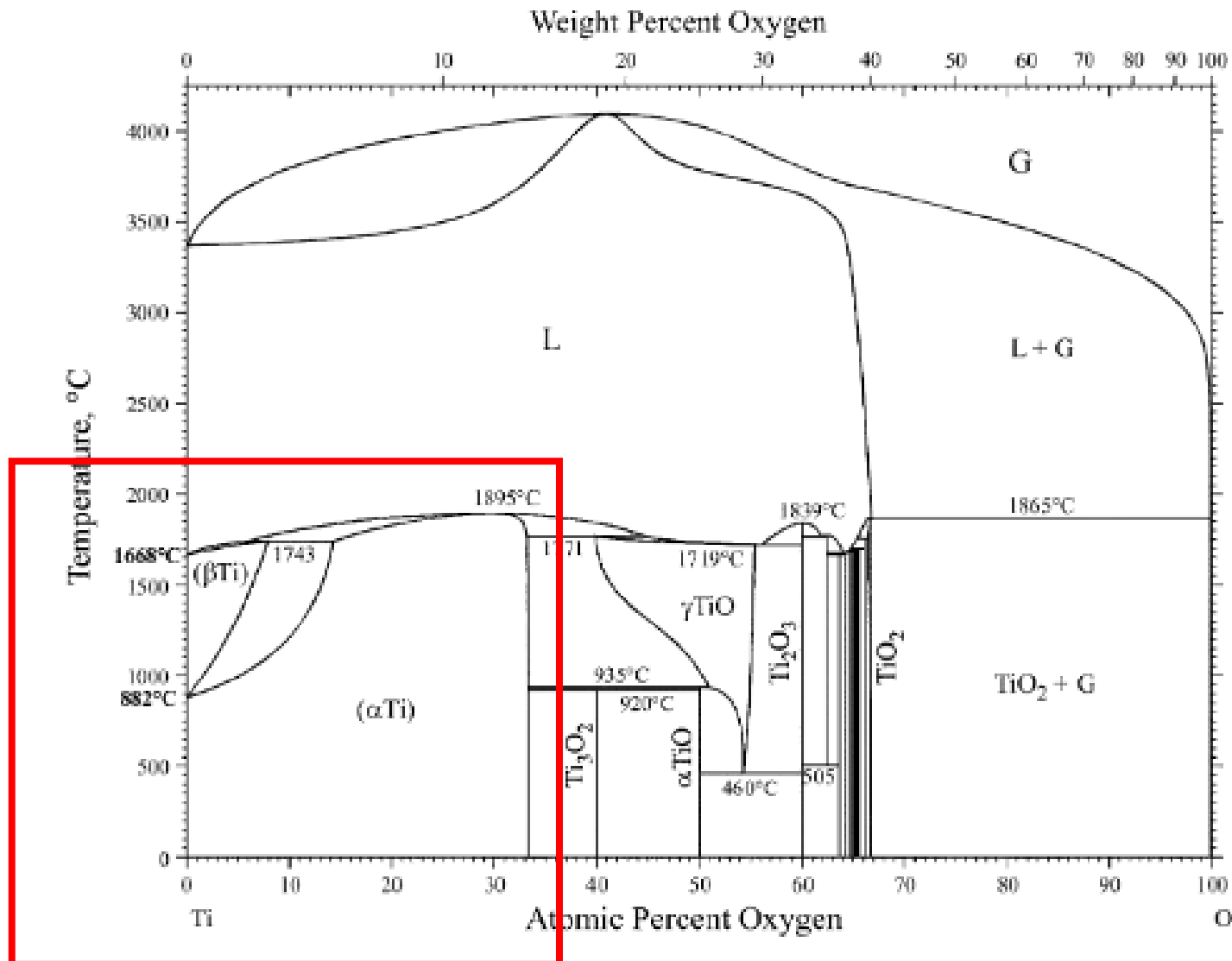


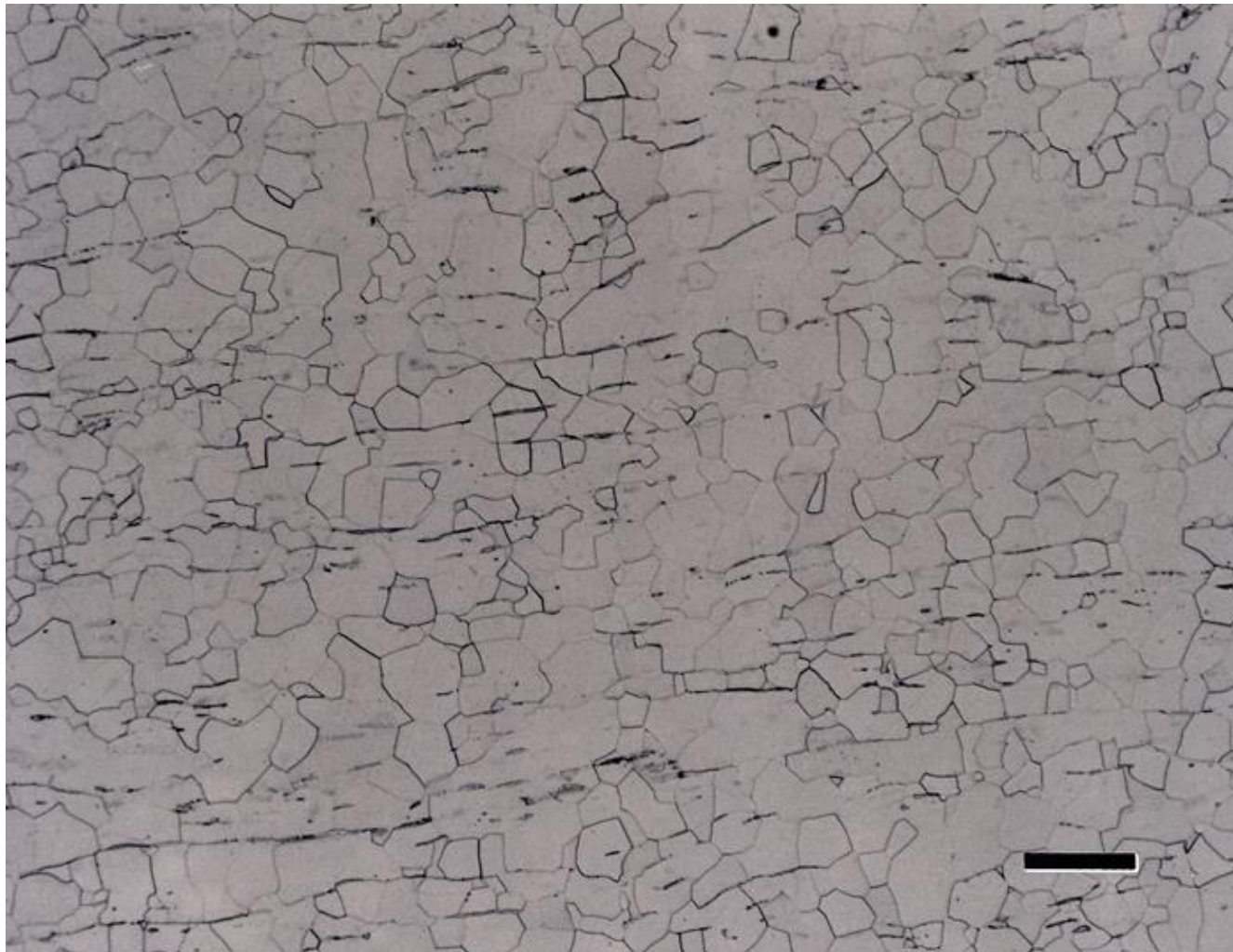
Diagrama Ti-oxigênio

Titânio é muito ávido por oxigênio.
Cavaco de Ti é usado como “purificador” de oxigênio em fluxo de gases.

Ti-alfa dissolve até 15% de oxigênio

Oxigênio reduz a estabilidade do Ti-beta: oxigênio é “alfagênico”



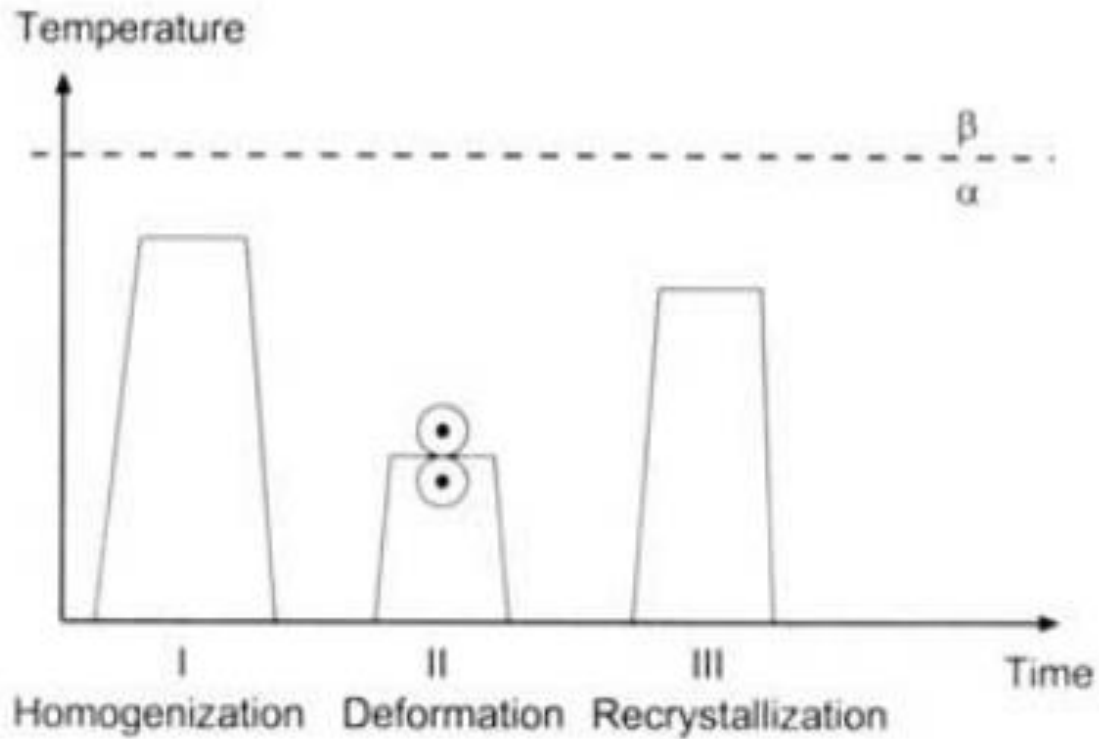


Teor alto de ferro no Ti grau 4 pode estabilizar pequena quantidade de fase beta, que aparece como inclusões alongadas

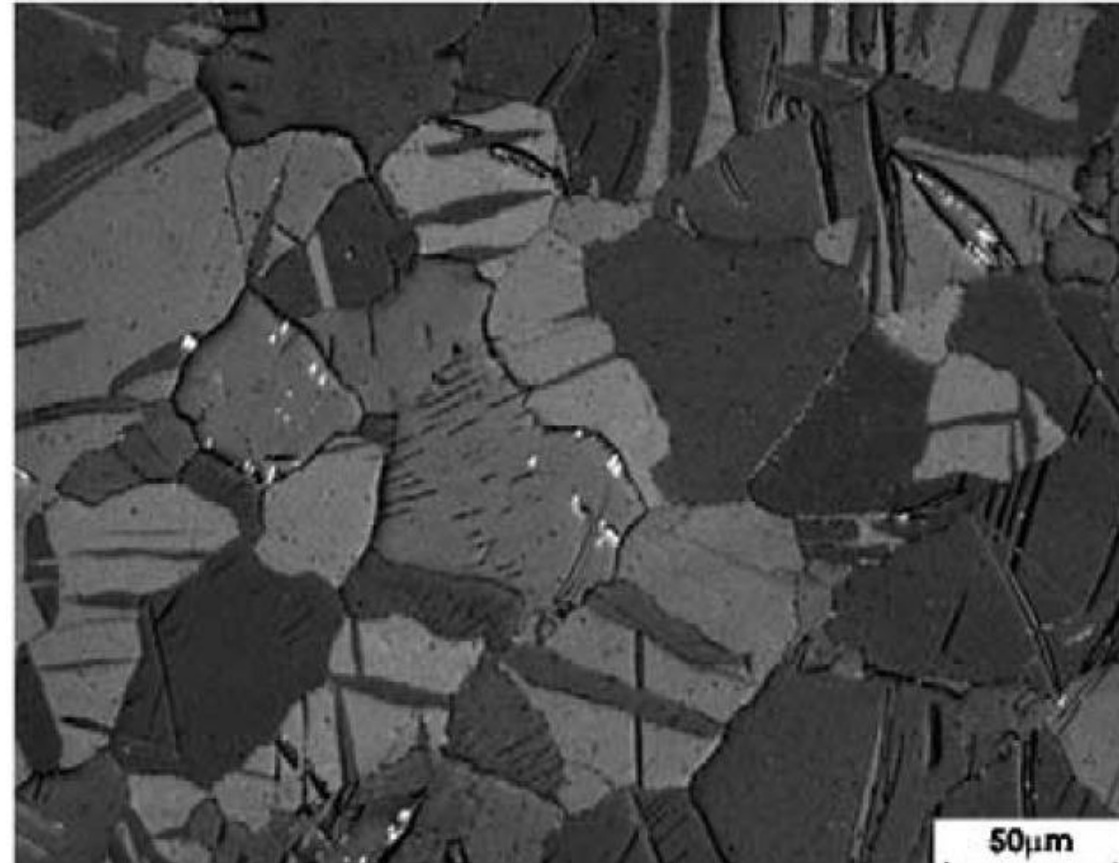
Titanium grau 4, recozido: *prepared using 320-grit SiC, 9- μ m diamond on the flat, woven silk cloth, and colloidal silica on the second medium nap, flocked cloth with addition of an attack-polish agent (Kroll's reagent; magnification bar is 50- μ m long).* Escala de 50 μ m.

<https://vacaero.com/information-resources/metallography-with-george-vander-voort/1397-metallographic-preparation-of-titanium-and-its-alloys.html>

Processamento do titânio alfa e microestrutura



Homogeneização é feita no campo alfa
Boa ductilidade a quente permite que laminação seja feita no campo alfa, até em T ambiente
Tratamento de recristalização também é feito no campo alfa.
Tratamentos são feitos em fornos com atmosfera protetora, para não absorver intersticiais



Titânio grau 1: grãos equiaxiais e maclas.
Maclação é mecanismo comum de deformação, quando teor de intersticiais é baixo

α and near- α alloys

Ti-0.3Mo-0.8Ni

Ti-5Al-2.5Sn

Ti-5Al-2.5Sn-ELI

ELI – Extra Low
Interstitial

Ti-8Al-1Mo-1V

Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo

Ti-6Al-2Nb-1Ta-0.8Mo

Ti-2.25Al-11Sn-5Zr-1Mo

Ti-5.8Al-4Sn-3.5Zr-0.7Nb-0.5Mo-0.35Si

α - β alloys

Ti-6Al-4V(a)

Ti-6Al-4V-ELI(a)

Ti-6Al-6V-2Sn(a)

Ti-8Mn(a)

Ti-7Al-4Mo(a)

Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo(b)

Ti-5Al-2Sn-2Zr-4Mo-4Cr(b)(c)

Ti-6Al-2Sn-2Zr-2Mo-2Cr(c)

Ti-3Al-2.5V(d)

Ti-4Al-4Mo-2Sn-0.5Si

β alloys

Ti-10V-2Fe-3Al(a)(c)

Ti-13V-11Cr-3Al(b)

Ti-8Mo-8V-2Fe-3Al(b)(c)

Ti-3Al-8V-6Cr-4Mo-4Zr(a)(c)

Ti-11.5Mo-6Zr-4.5Sn(a)

Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn

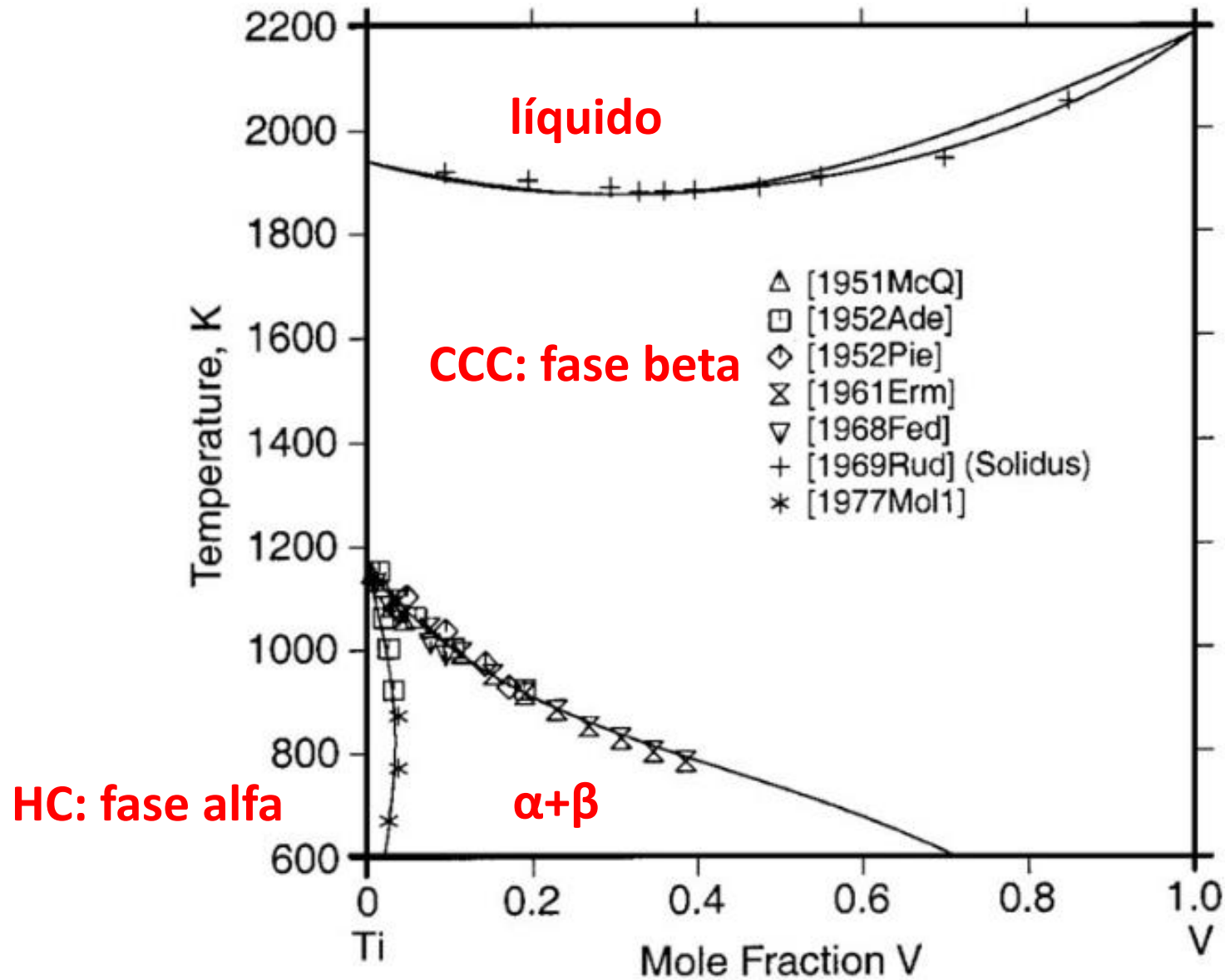
Ti-15Mo-3Al-2.7Nb-0.2Si

Ligas de Titânio

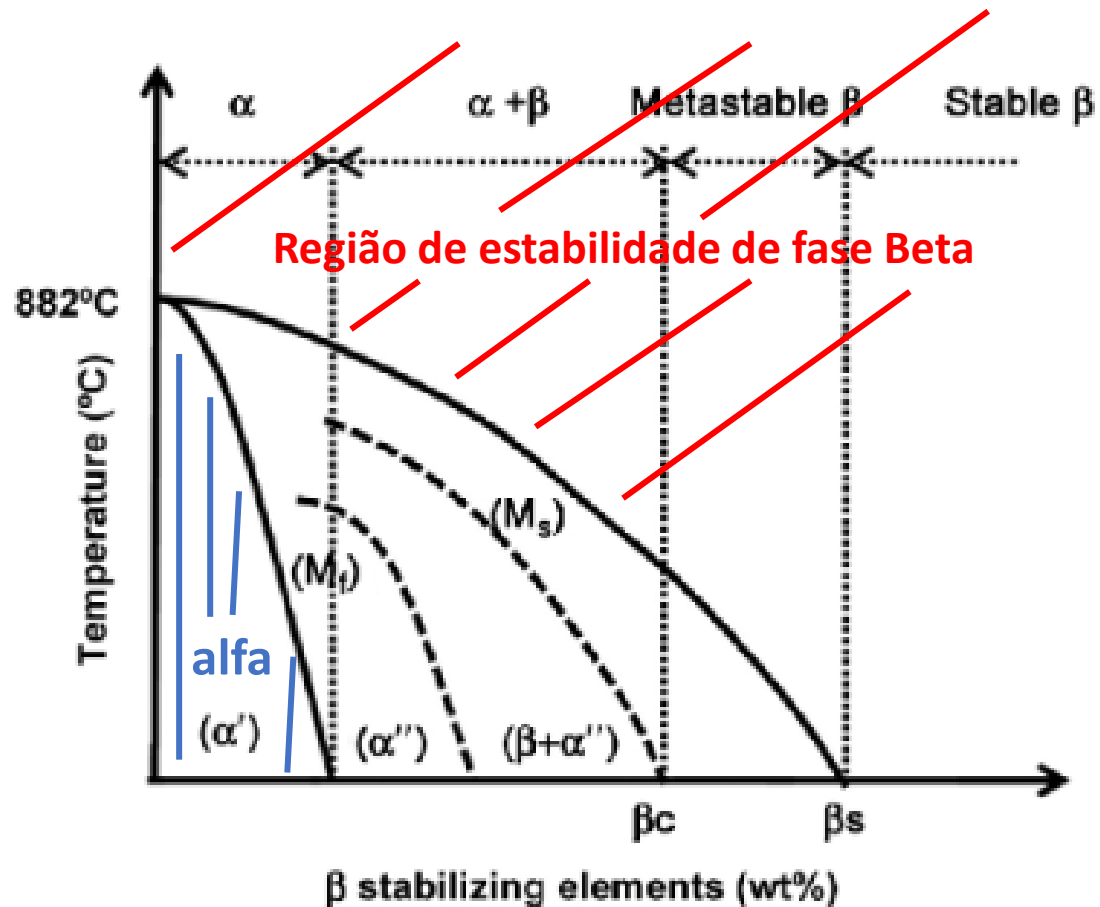
- A adição de elementos de liga traz mudanças na microestrutura e propriedades das ligas de Ti.
- Por essa razão, as ligas são reunidas em classes, de acordo com sua microestrutura:
- Ligas alfa e quase só alfa
- Ligas $\alpha+\beta$
- Ligas Beta
- Mas a microestrutura pode conter martensita.

Diagrama Ti – Vanádio

Alguns elementos de liga formam diagramas semelhantes ao Ti-V: Ti Nb



Microestrutura das ligas de titânio



Várias fases podem ocorrer nas ligas de titânio

Fase alfa, na T amb: Hexagonal compacta (HCP), produzida no resfriamento lento a partir de alta T.

Fase beta, em alta T, ou à temperatura ambiente quando com alto teor de elementos estabilizantes de beta: cúbica de corpo centrado (CCC)

Martensita alfa' (alfa linha, em inglês alpha prime): Hexagonal, oriunda da têmpera a partir da fase beta em transformação martensítica

Martensita Fase alfa'' (alfa duas linhas): fase ortorrômica, oriunda da têmpera a partir de beta em transformação martensítica, em ligas de alto teor.

Fase ômega (w): fragilizante

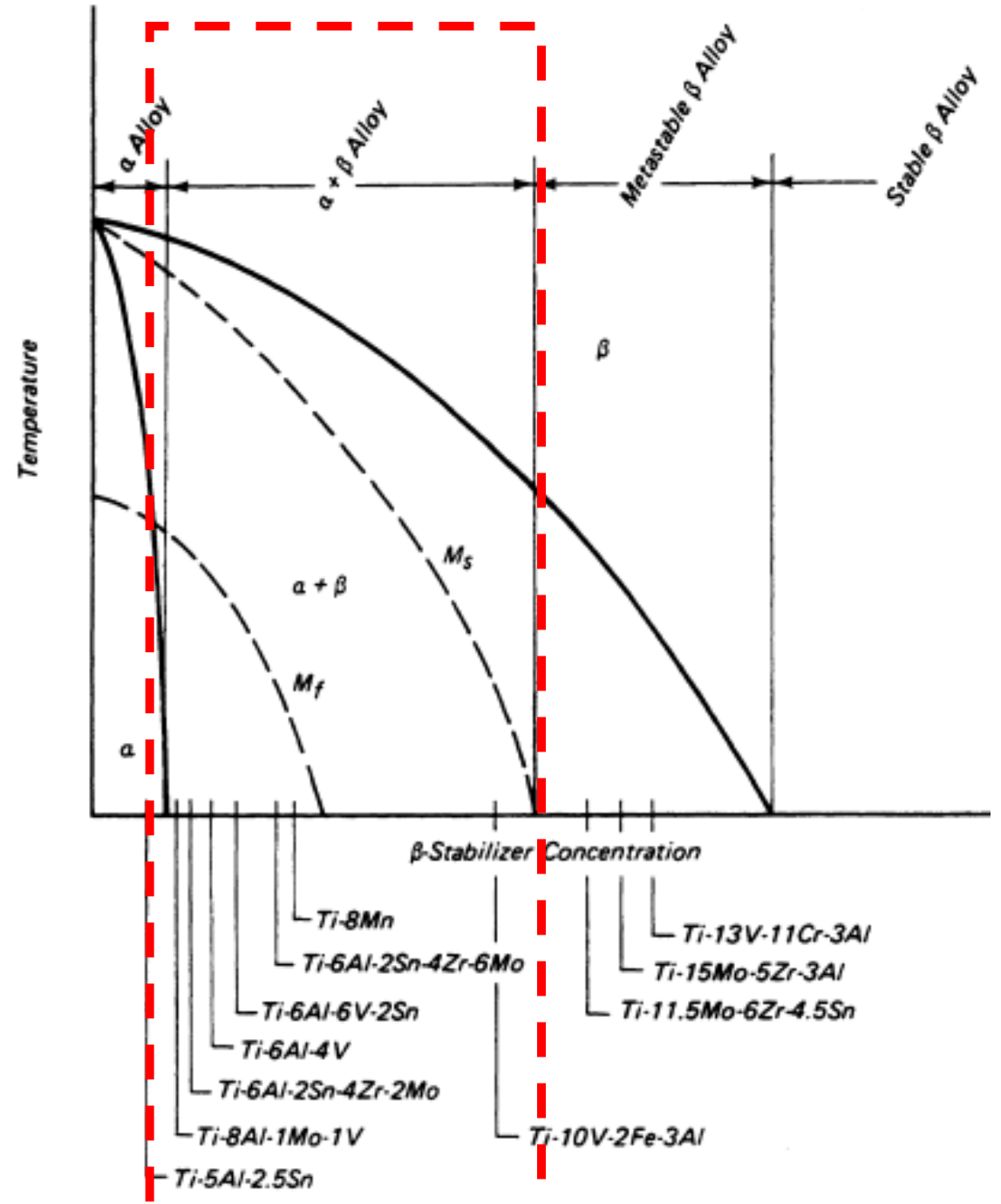
Table 2.2 Some commercial and semicommercial grades and alloys of titanium

Designation	Tensile strength (min)		0.2% yield strength (min)		Impurity limits, wt% (max)					Nominal composition, wt%				
	MPa	ksi	MPa	ksi	N	C	H	Fe	O	Al	Sn	Zr	Mo	Others
Unalloyed grades														
ASTM grade 1	240	35	170	25	0.03	0.08	0.015	0.20	0.18
ASTM grade 2	340	50	280	40	0.03	0.08	0.015	0.30	0.25
ASTM grade 3	450	65	380	55	0.05	0.08	0.015	0.30	0.35
ASTM grade 4	550	80	480	70	0.05	0.08	0.015	0.50	0.40
ASTM grade 7	340	50	280	40	0.03	0.08	0.015	0.30	0.25	0.2Pd
ASTM grade 11	240	35	170	25	0.03	0.08	0.015	0.20	0.18	0.2Pd
α and near-α alloys														
Ti-0.3Mo-0.8Ni	480	70	380	55	0.03	0.10	0.015	0.30	0.25	0.3	0.8Ni
Ti-5Al-2.5Sn	790	115	760	110	0.05	0.08	0.02	0.50	0.20	5	2.5
Ti-5Al-2.5Sn-ELI	690	100	620	90	0.07	0.08	0.0125	0.25	0.12	5	2.5
Ti-8Al-1Mo-1V	900	130	830	120	0.05	0.08	0.015	0.30	0.12	8	1	1V
Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo	900	130	830	120	0.05	0.05	0.0125	0.25	0.15	6	2	4	2	0.08Si
Ti-6Al-2Nb-1Ta-0.8Mo	790	115	690	100	0.02	0.03	0.0125	0.12	0.10	6	1	2Nb, 1Ta
Ti-2.25Al-11Sn-5Zr-1Mo	1000	145	900	130	0.04	0.04	0.008	0.12	0.17	2.25	11	5	1	0.2Si
Ti-5.8Al-4Sn-3.5Zr-0.7Nb-0.5Mo-0.35Si	1030	149	910	132	0.03	0.08	0.006	0.05	0.15	5.8	4	3.5	0.5	0.7Nb, 0.35Si
α-β alloys														
Ti-6Al-4V(a)	900	130	830	120	0.05	0.10	0.0125	0.30	0.20	6	4V
Ti-6Al-4V-ELI(a)	830	120	760	110	0.05	0.08	0.0125	0.25	0.13	6	4V
Ti-6Al-6V-2Sn(a)	1030	150	970	140	0.04	0.05	0.015	1.0	0.20	6	2	0.75Cu, 6V
Ti-8Mn(a)	860	125	760	110	0.05	0.08	0.015	0.50	0.20	8.0Mn
Ti-7Al-4Mo(a)	1030	150	970	140	0.05	0.10	0.013	0.30	0.20	7.0	4.0	...
Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo(b)	1170	170	1100	160	0.04	0.04	0.0125	0.15	0.15	6	2	4	6	...
Ti-5Al-2Sn-2Zr-4Mo-4Cr(b)(c)	1125	163	1055	153	0.04	0.05	0.0125	0.30	0.13	5	2	2	4	4Cr
Ti-6Al-2Sn-2Zr-2Mo-2Cr(c)	1030	150	970	140	0.03	0.05	0.0125	0.25	0.14	5.7	2	2	2	2Cr, 0.25Si
Ti-3Al-2.5V(d)	620	90	520	75	0.015	0.05	0.015	0.30	0.12	3	2.5V
Ti-4Al-4Mo-2Sn-0.5Si	1100	160	960	139	(e)	0.02	0.0125	0.20	(e)	4	2	...	4	0.5Si
β alloys														
Ti-10V-2Fe-3Al(a)(c)	1170	170	1100	160	0.05	0.05	0.015	2.5	0.16	3	10V
Ti-13V-11Cr-3Al(b)	1170	170	1100	160	0.05	0.05	0.025	0.35	0.17	3	11.0Cr, 13.0V
Ti-8Mo-8V-2Fe-3Al(b)(c)	1170	170	1100	160	0.03	0.05	0.015	2.5	0.17	3	8.0	8.0V
Ti-3Al-8V-6Cr-4Mo-4Zr(a)(c)	900	130	830	120	0.03	0.05	0.20	0.25	0.12	3	...	4	4	6Cr, 8V
Ti-11.5Mo-6Zr-4.5Sn(a)	690	100	620	90	0.05	0.10	0.020	0.35	0.18	...	4.5	6.0	11.5	...
Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn	1000(b)	145(b)	965(b)	140(b)	0.05	0.05	0.015	0.25	0.13	3	3	15V, 3Cr
	1241(f)	180(f)	1172(f)	170(f)										
Ti-15Mo-3Al-2.7Nb-0.2Si	862	125	793	115	0.05	0.05	0.015	0.25	0.13	3	15	2.7Nb, 0.2Si

(a) Mechanical properties given for the annealed condition; may be solution treated and aged to increase strength. (b) Mechanical properties given for the solution-treated-and-aged condition; alloy not normally applied in annealed condition. (c) Semicommercial alloy; mechanical properties and composition limits subject to negotiation with suppliers. (d) Primarily a tubing alloy; may be cold drawn to increase strength. (e) Combined O₂ + 2N₂ = 0.27%. (f) Also solution treated and aged using an alternative aging temperature (480 °C, or 900 °F)

As ligas alfa + beta

Vários elementos químicos (metais de transição como V, Nb, Ta,) tem por efeito estabilizar a fase beta, reduzindo a temperatura Beta Transus e também a temperatura de início (M_s) e de fim (M_f) da transformação martensítica de beta em alfa linha.



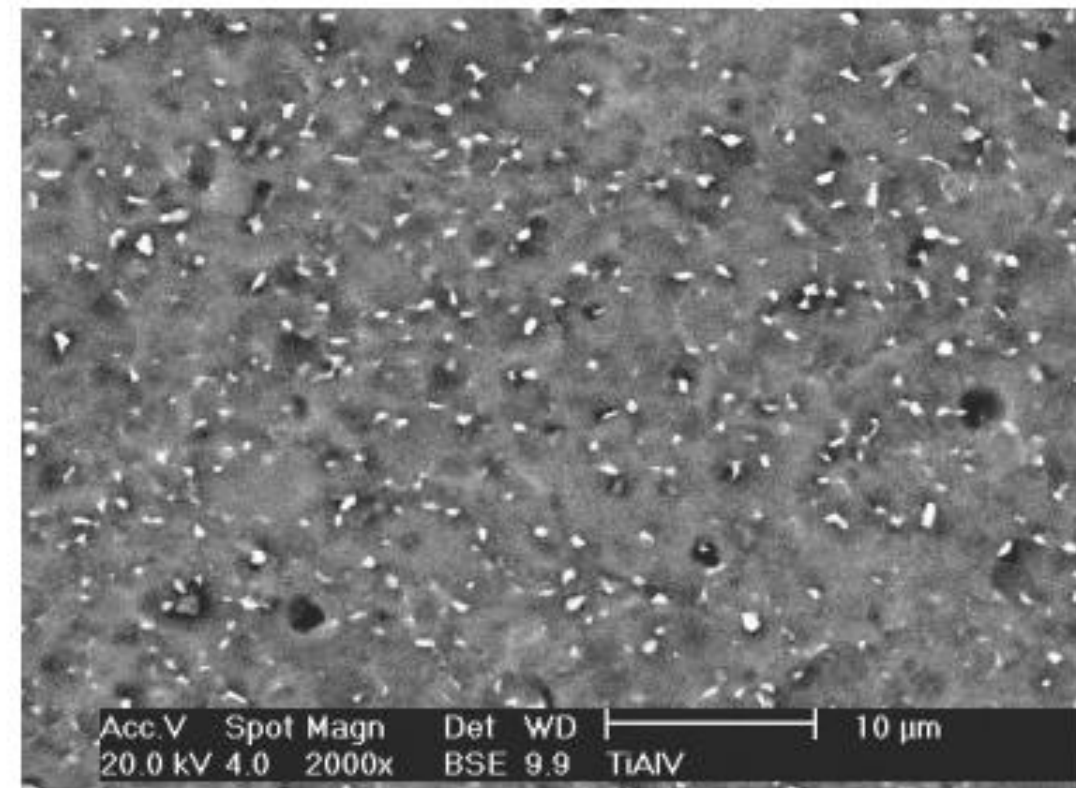
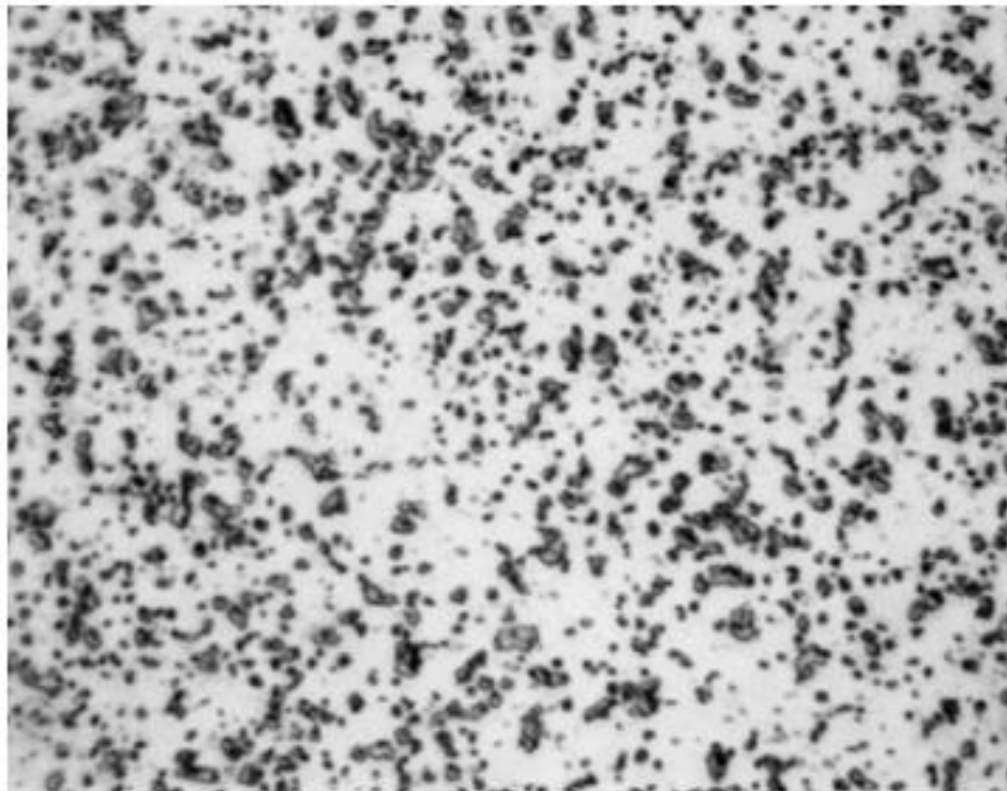
Ligas alfa-beta: o caso da Ti-6%Al-4%V

- Liga muito usada pela indústria aeronáutica pela alta resistência
- Passou a ser usada em implantes

Designation	Tensile strength (min)		0.2% yield strength (min)		Impurity limits, wt% (max)				
	MPa	ksi	MPa	ksi	N	C	H	Fe	O
Ti-6Al-4V(a)	900	130	830	120	0.05	0.10	0.0125	0.30	0.20
Ti-6Al-4V-ELI(a)	830	120	760	110	0.05	0.08	0.0125	0.25	0.13

ELI = extralow interstitial : notar que L.E. aumenta com aumento de teor de oxigênio

Microestrutura da liga Ti 6Al 4V no estado “como fornecido”



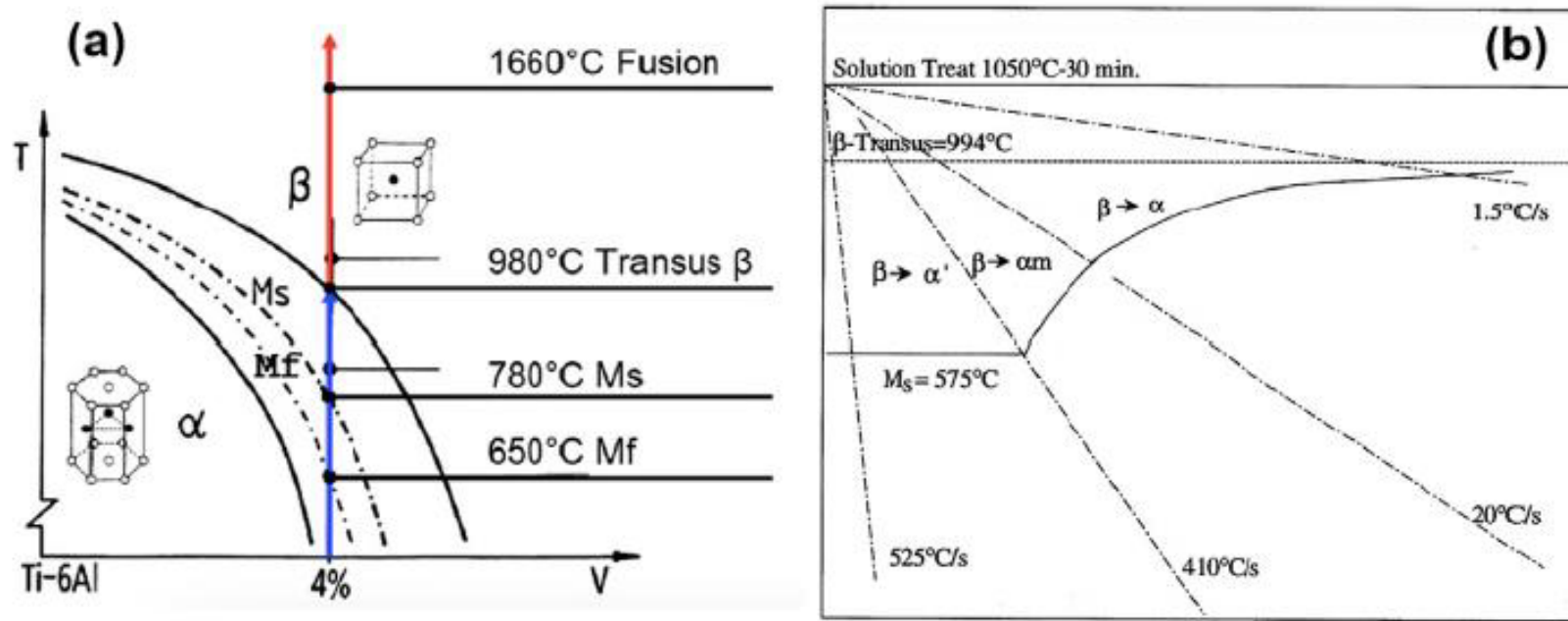
Pequena quantidade de fase beta, de tamanho muito pequeno, em matriz de alfa.

Obtida com recozimento a 800° C.

A. A. Couto^{1,2}; S. B. Faldini²; G. F. C. Almeida²; T. S. Sekeres²; C. T. Kunioshi³;
A. E. Morcelli⁴; N. B. Lima¹.

CBECIMAT 2006

Diagrama pseudo-binário Ti 6%Al - %V



Notar que, na Tamb, equilíbrio prevê pequena quantidade de fase beta numa matriz de alfa

Figura 2: a) Diagrama de fases do Ti-6Al-4V e b) transformação de fase da liga em função da taxa de resfriamento.

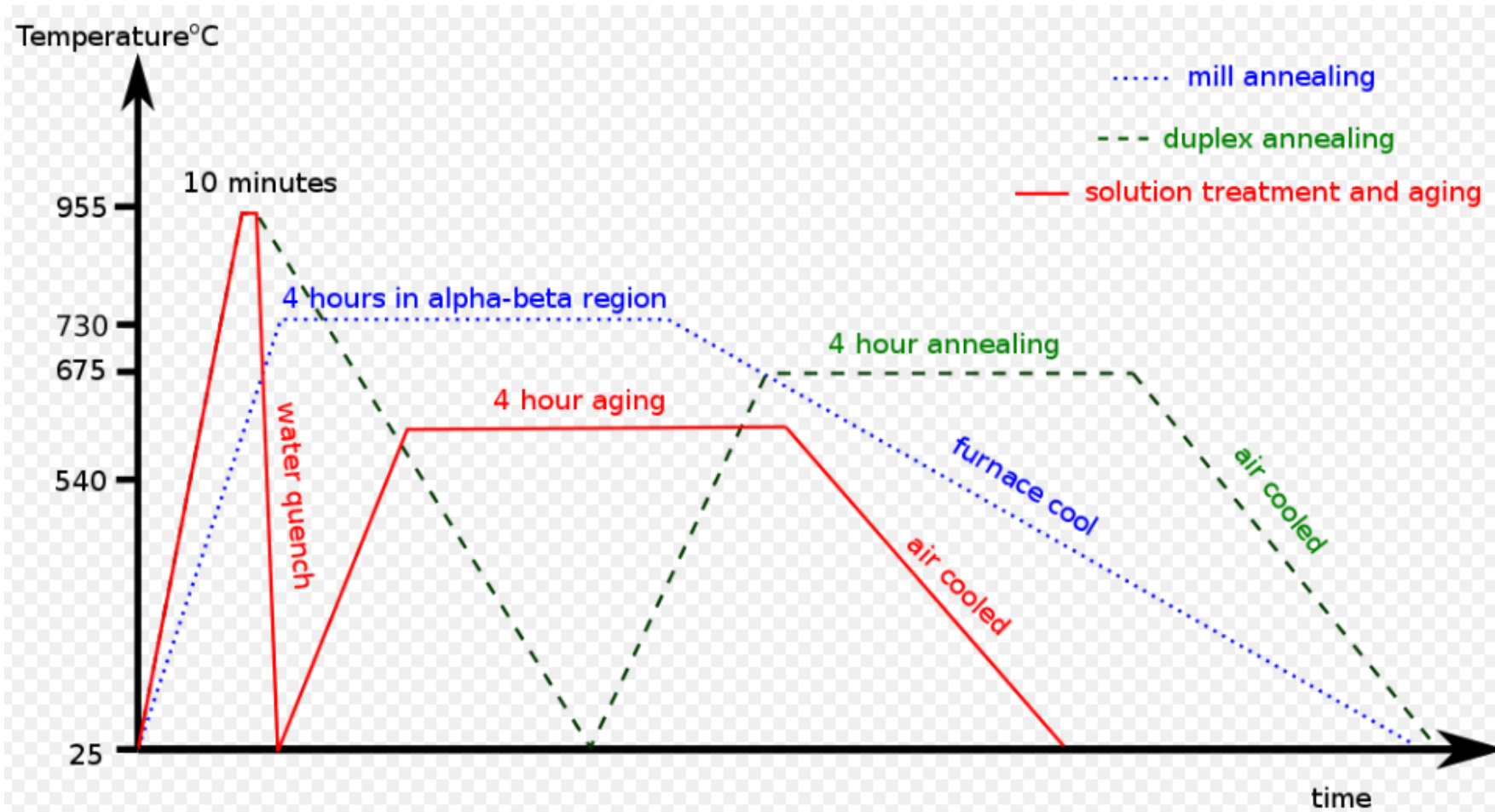
Fonte: Liu, 2019.

Beta-transus: temperatura acima da qual material é 100% beta

Alfa-transus: temperatura abaixo da qual material é 100% alfa

Ms: temperatura de início de formação de martensita alfa'. Varia muito com teor de intersticiais

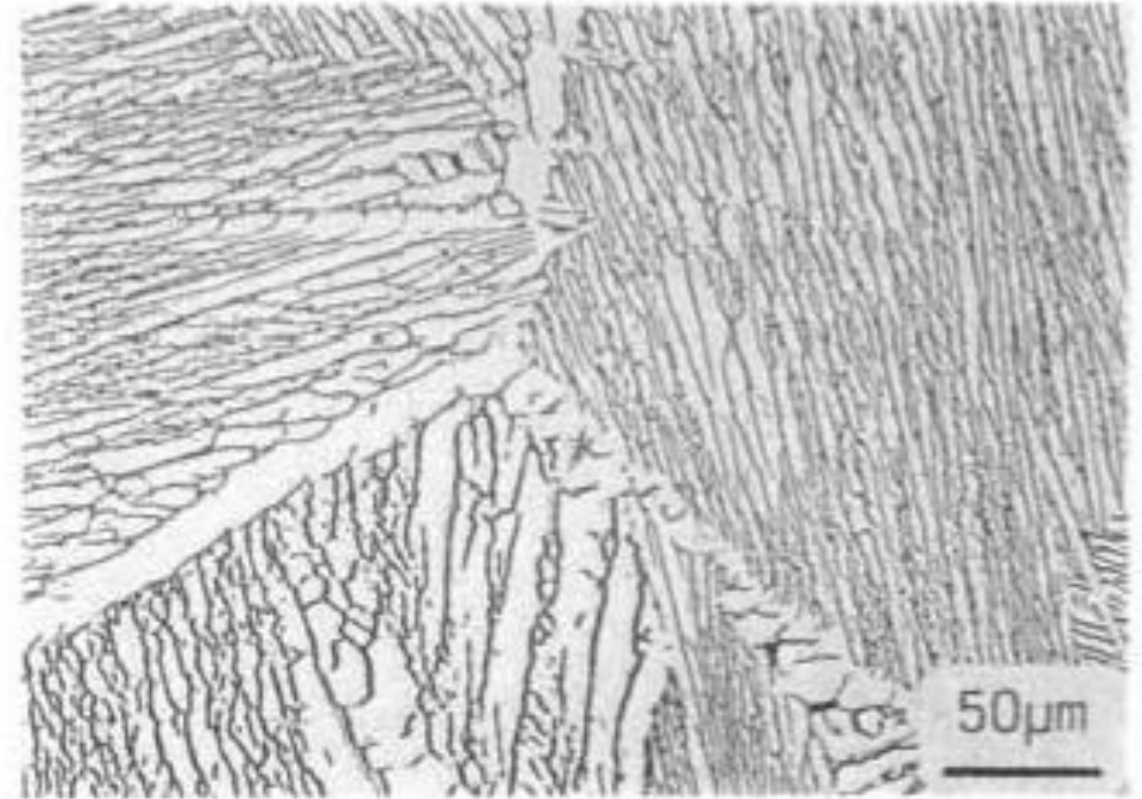
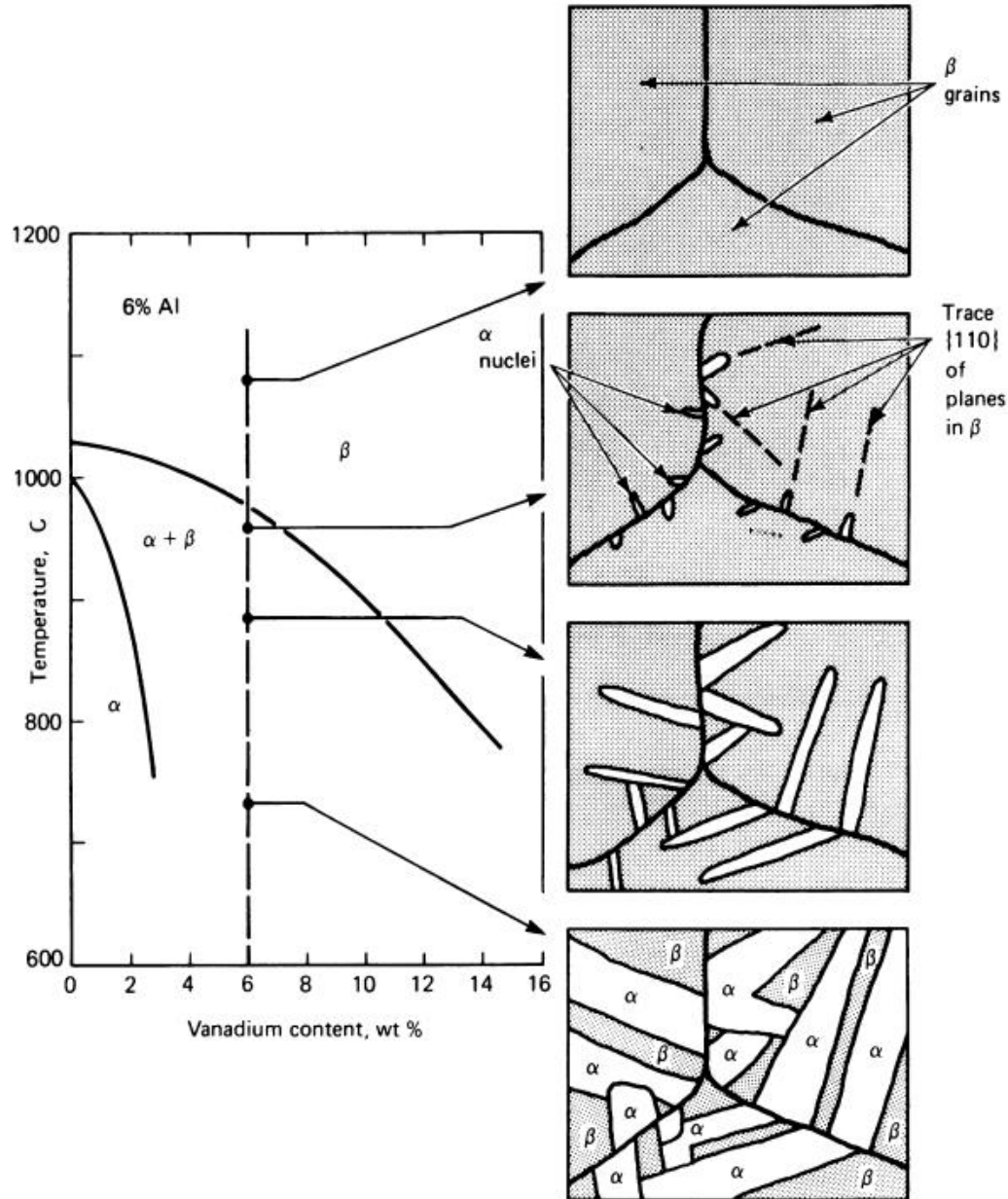
Mf: temperatura de fim de formação de martensita alfa'. Varia com teor de intersticiais



Três tratamentos térmicos comuns em barras da liga Ti 6Al 4V

ASM Committee (2000). "The Metallurgy of Titanium". *Titanium: A Technical Guide*. ASM International. pp. 22–23

Microestrutura de Ti 6Al 4V resfriada lentamente a partir de fase beta.



Conhecida como “estrutura acicular” (forma de agulha), mas são placas da fase alfa com fase beta entre elas.

Microstructures achieved at various intermediate temperatures by slowly cooling from above the β transus. Final microstructure consists of plates of α (white) separated by the β phase (dark).

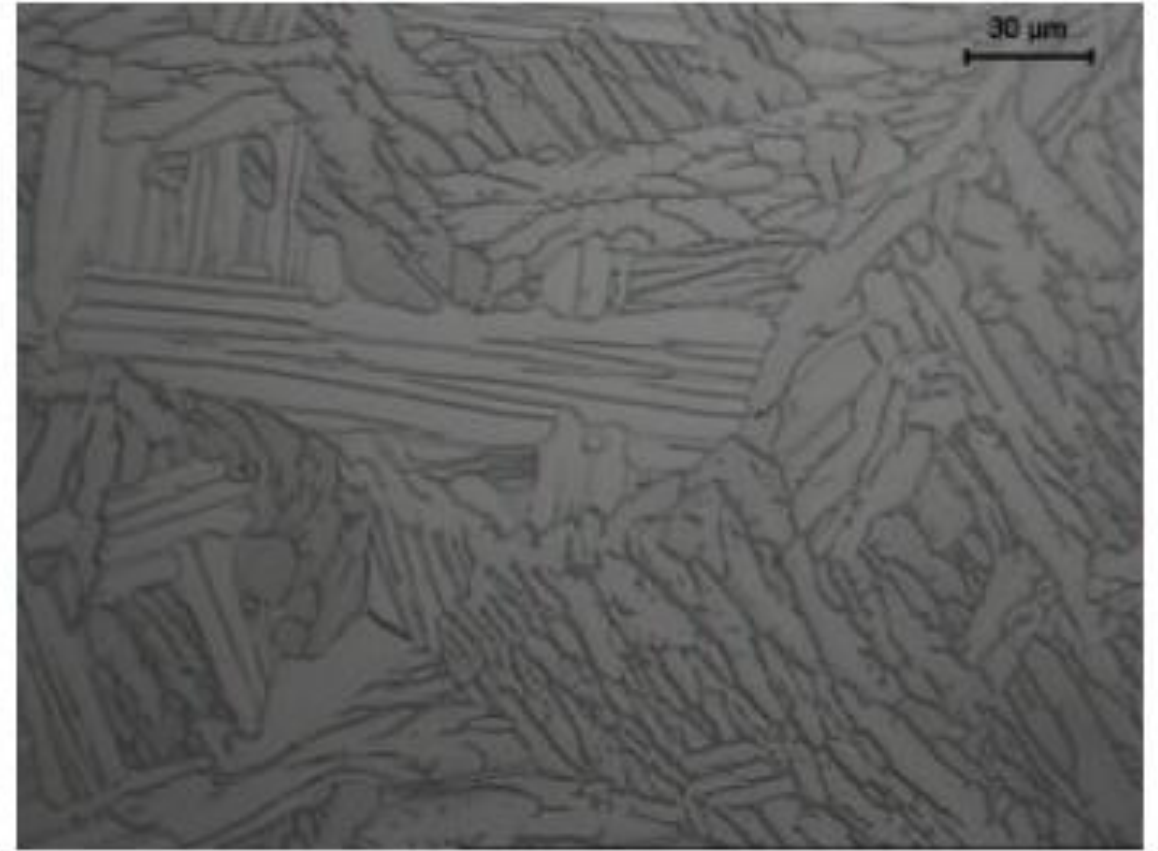
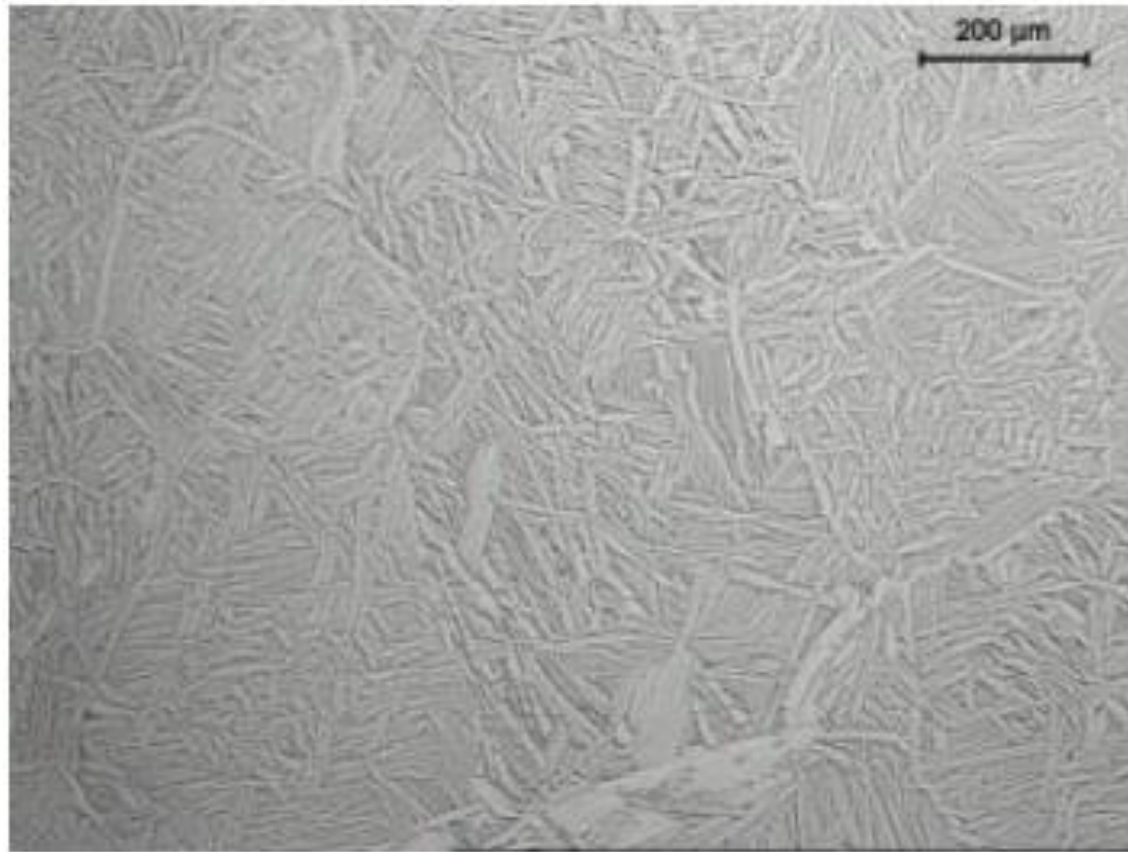
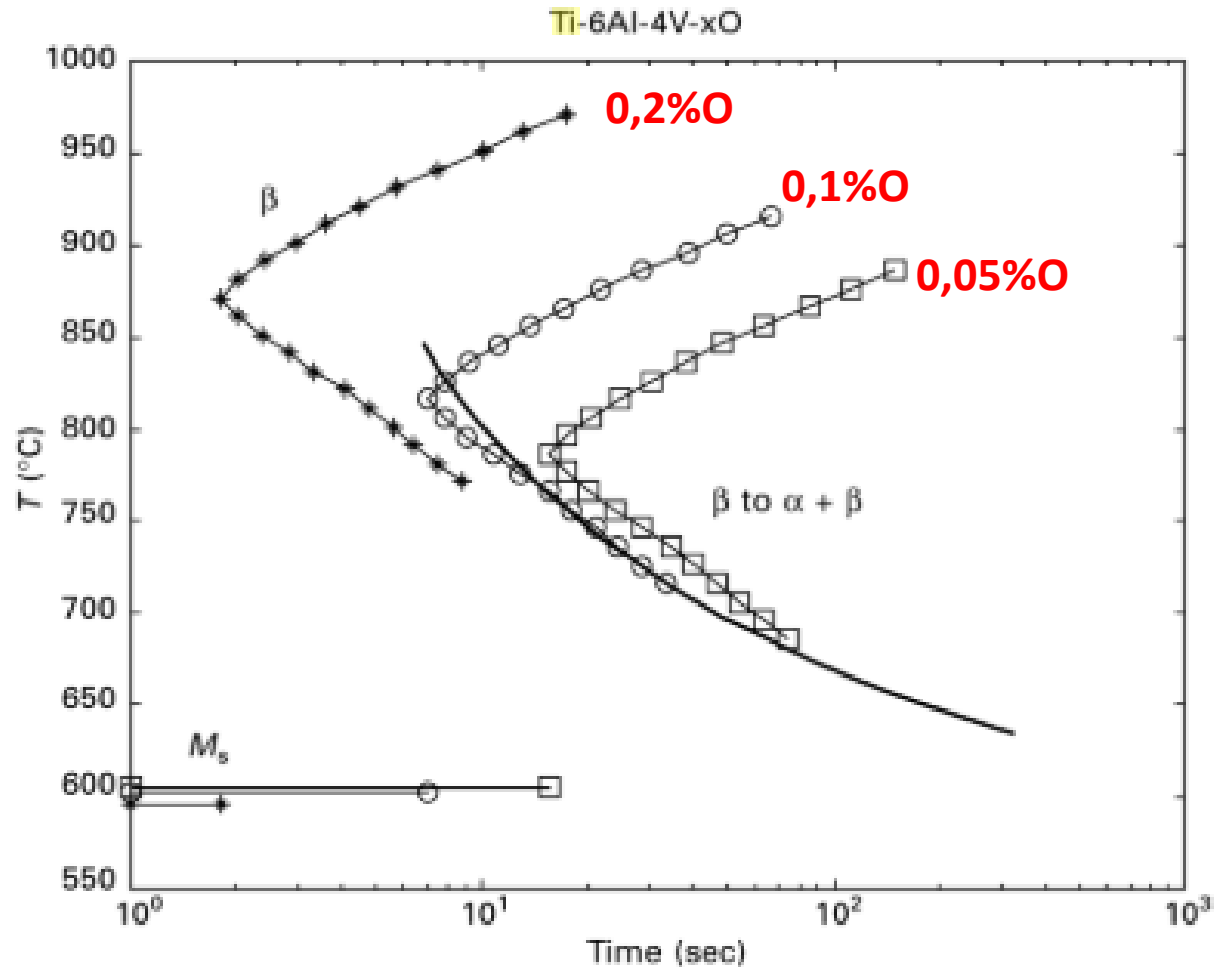


Figura 6 - Micrografia da liga Ti-6Al-4V com estrutura de Widmanstätten.

Ti 6Al 4V,
Estrutura também conhecida como ‘trança de cesto’ (basketweave)

Efeito do teor de oxigênio na cinética de transformação beta-alfa em Ti 6Al 4V



Quanto maior o teor de oxigênio, mais rapidamente é iniciada a transformação beta-alfa

Aparentemente não altera Ms!!

14.17 Calculated TTT diagrams for start of β to $\alpha + \beta$ transformation in Ti-6Al-4V alloy with different oxygen levels: \square , 0.05; \circ , 0.10; $*$, 0.20 wt.% O. Bold line is experimental result.

A transformação martensítica

- Como nos aços, é o resfriamento rápido que transforma beta em martensita (alfa linha).

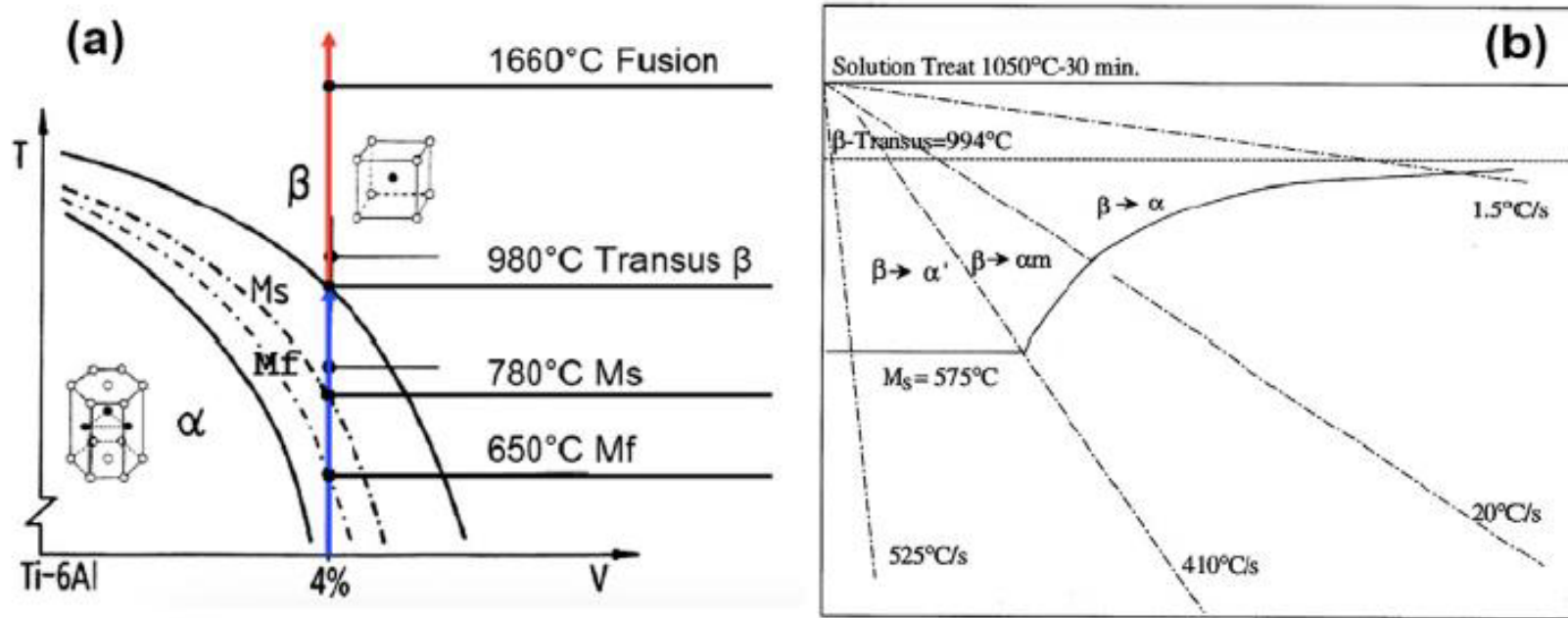
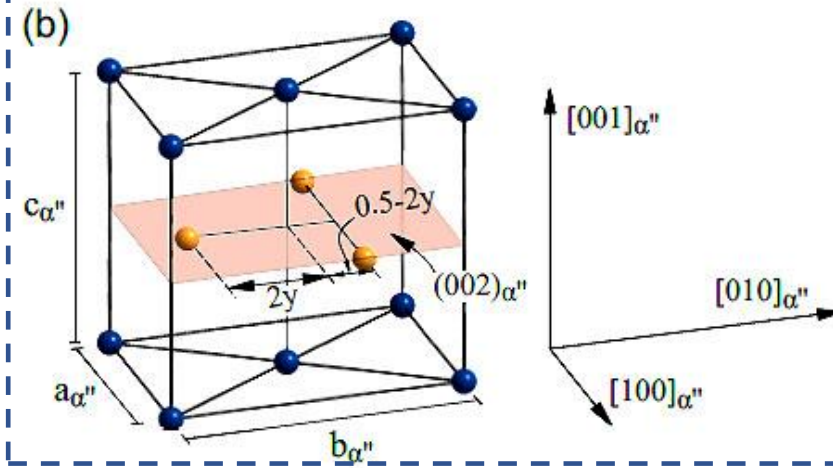
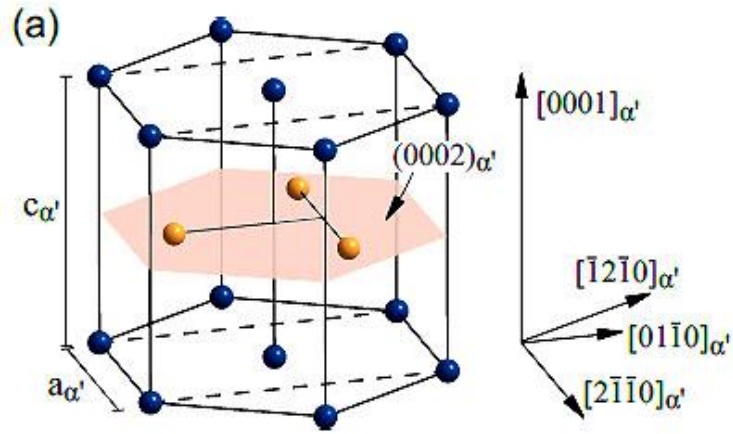


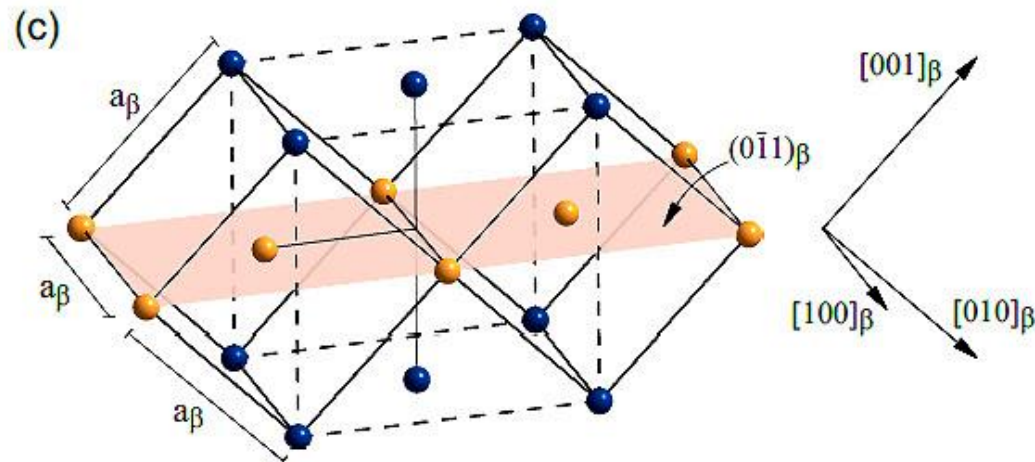
Figura 2: a) Diagrama de fases do Ti-6Al-4V e b) transformação de fase da liga em função da taxa de resfriamento.

Fonte: Liu, 2019.

Fases alfa e Alfa- linha: hexagonal compacto HCP



Martensita alfa''
Ortorrômico:
Paralelepípedo,
Com $a \neq b \neq c$



Fase beta, cúbica de corpo centrado

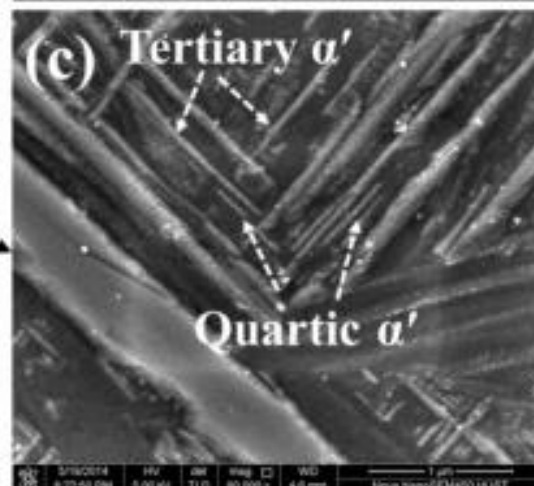
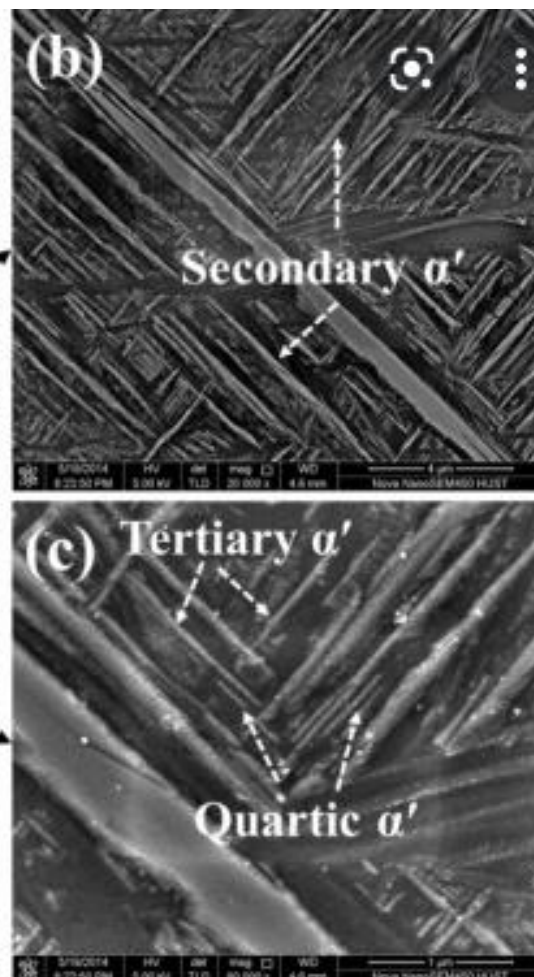
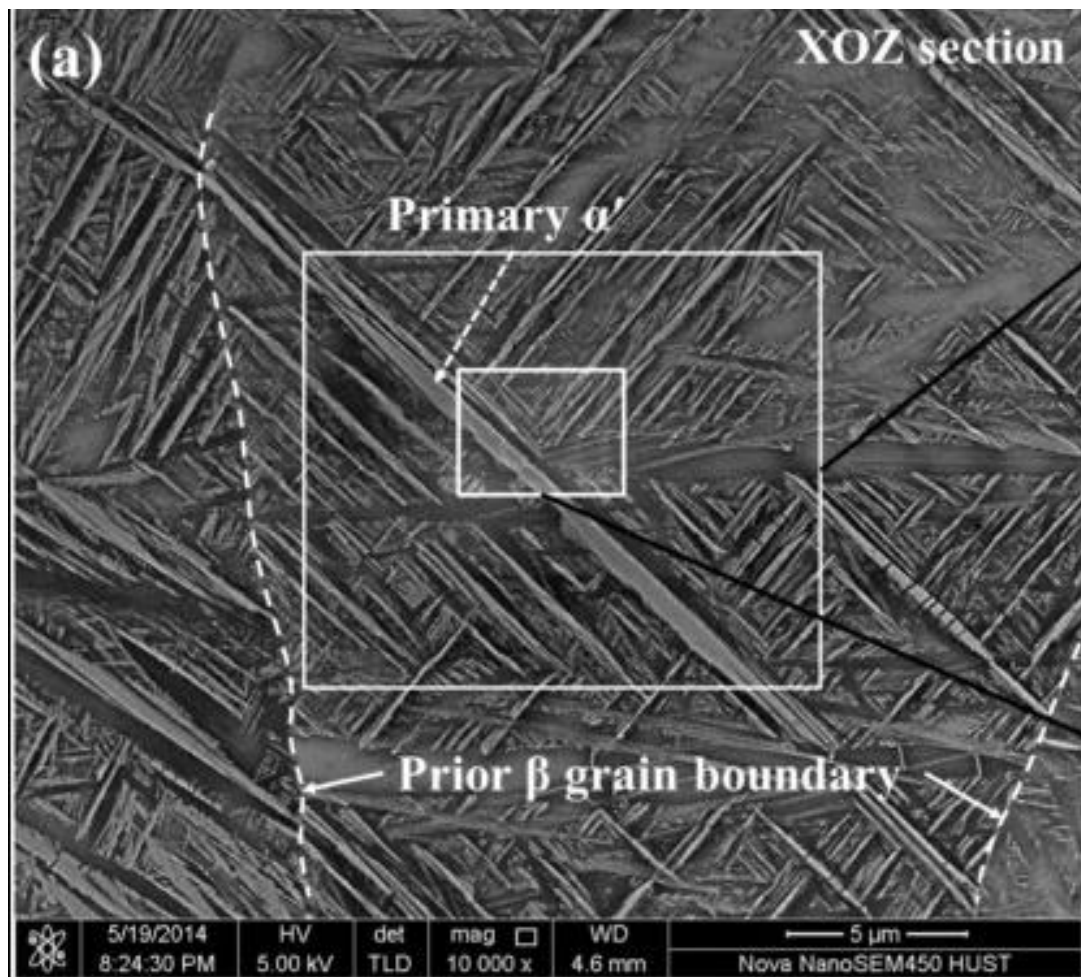
Similaridade entre as microestruturas da fase beta (CCC) , fase alfa e alfa' (HC) e fase alfa'' (ortorrômica) comparadas do ponto de vista do plano (110) do CCC: há um deslocamento lateral dos átomos amarelos. Na transformação de Beta para Alfa linha, é como se o plano (011) do CCC escorregasse para a direita

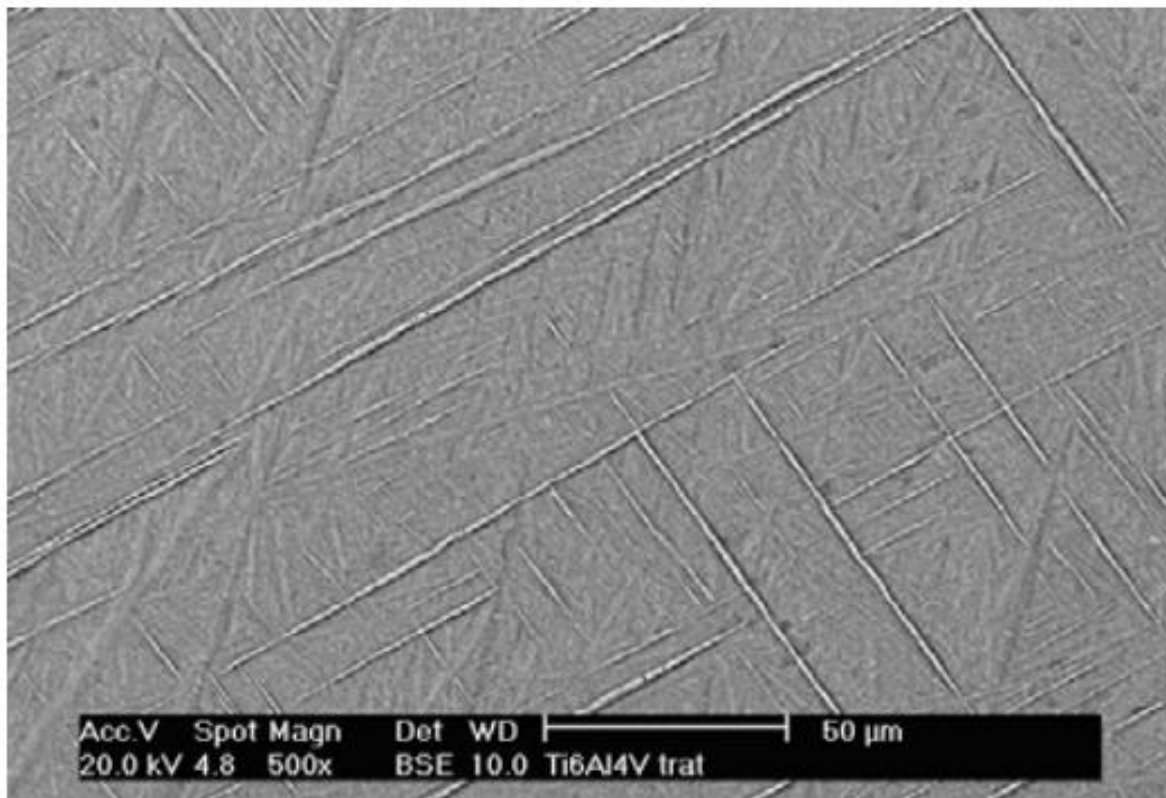
Diferenças entre martensita de aço e martensita de titânio

- A fase alfa linha é supersaturada em elementos substitucionais, enquanto a martensita dos aços é supersaturada em elementos intersticiais
- A transformação martensítica no titânio resulta em efeito endurecedor pequeno, quando comparado aos aços.
- A martensita do titânio tem boa plasticidade (boa ductilidade), diferentemente da martensita dos aços.

Três morfologias de martensita

- Grandes zonas com maclas
- Agulhas ou ripas tendo várias orientações e alta densidade de discordância – típica para fase alfa linha
- Ripas com grande quantidade de maclas estreitas – característico de alfa duas linhas.





Ti 6Al 4V aquecido a 1000° C e resfriado em água



idem

A. A. Couto^{1,2}; S. B. Faldini²; G. F. C. Almeida²; T. S. Sekeres²; C. T. Kunioshi³;
A. E. Morcelli⁴; N. B. Lima¹.

CBECIMAT 2006

Transformação martensítica consome beta nos planos (110).

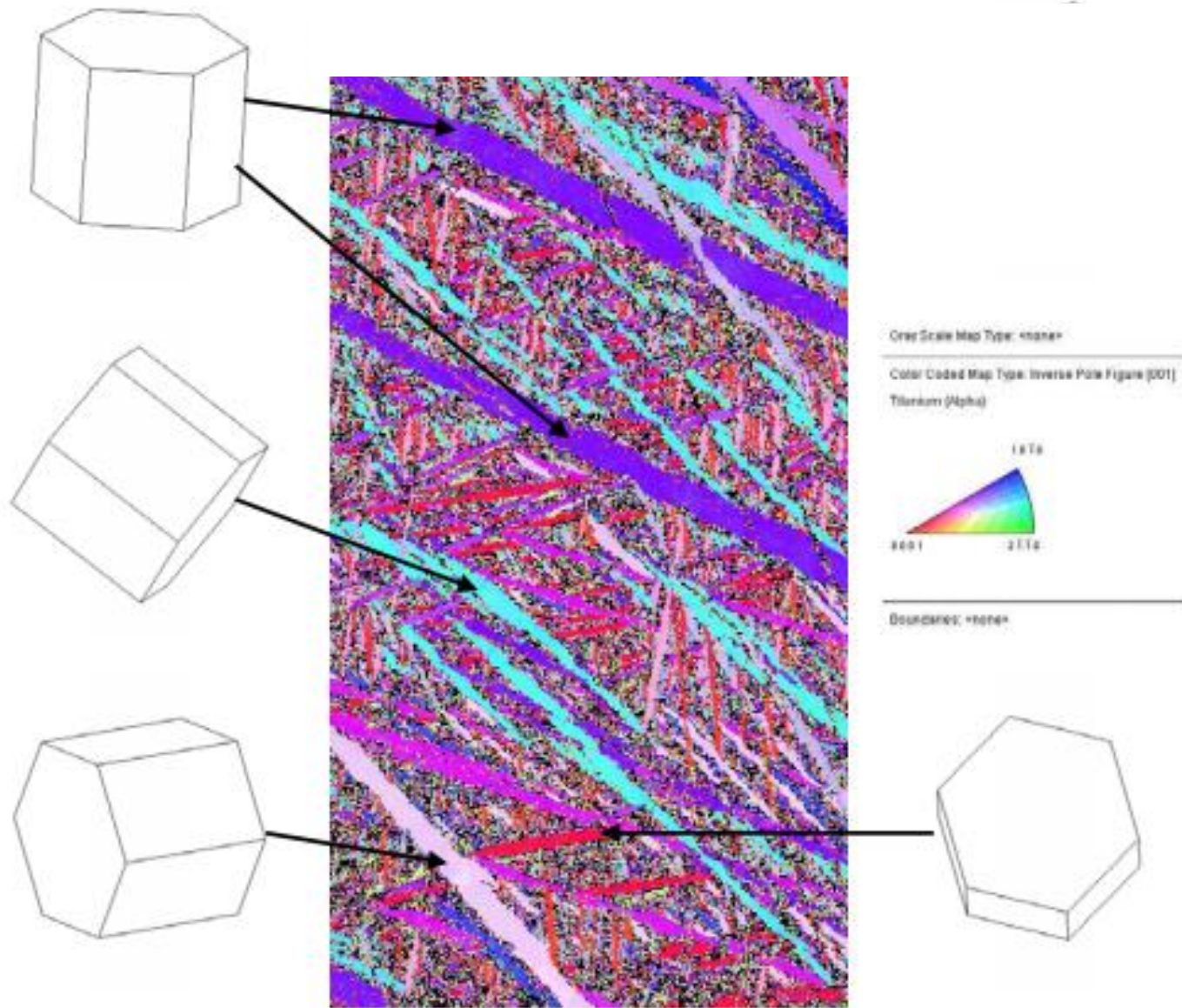


Imagem de EBSD de liga Ti 6Al 4V temperada a partir de 1000° C, Mostrando as diferentes orientações cristalinas das agulhas de martensita

36.00 μm = 60 steps

A. A. Couto^{1,2}; S. B. Faldini²; G. F. C. Almeida²; T. S. Sekeres²; C. T. Kuniochi³; A. E. Morcelli⁴; N. B. Lima¹.

CBECIMAT 2006

Efeito do teor de oxigênio nas propriedades mecânicas de Ti 6Al 4V e Ti CP

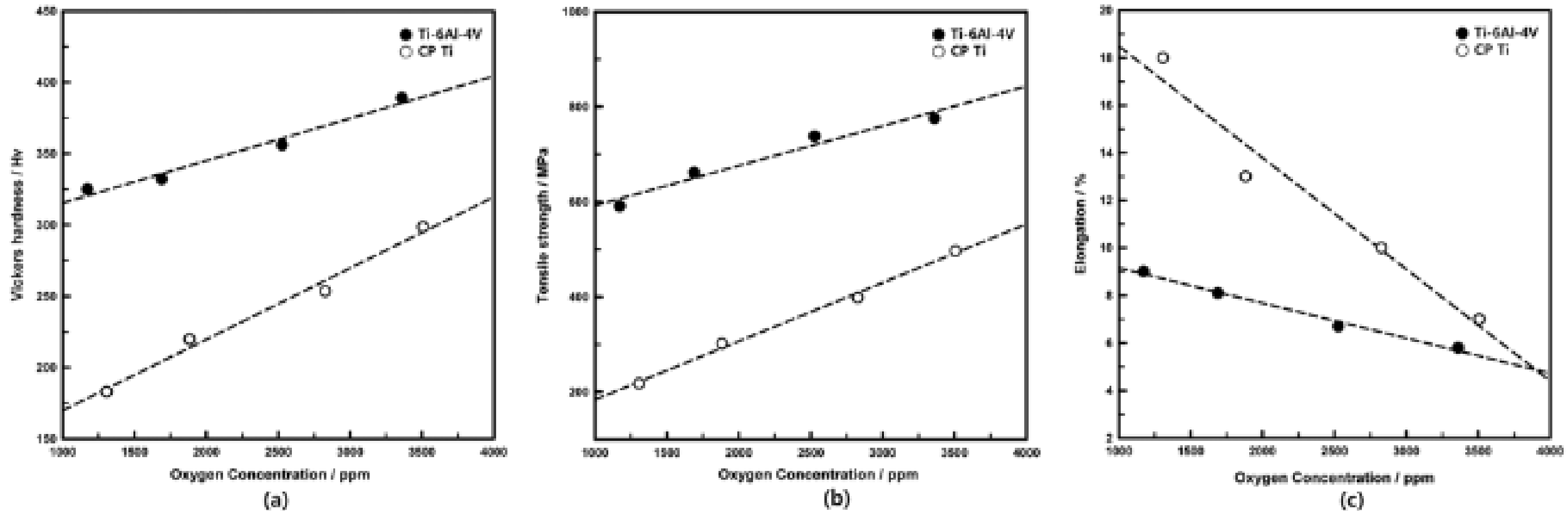
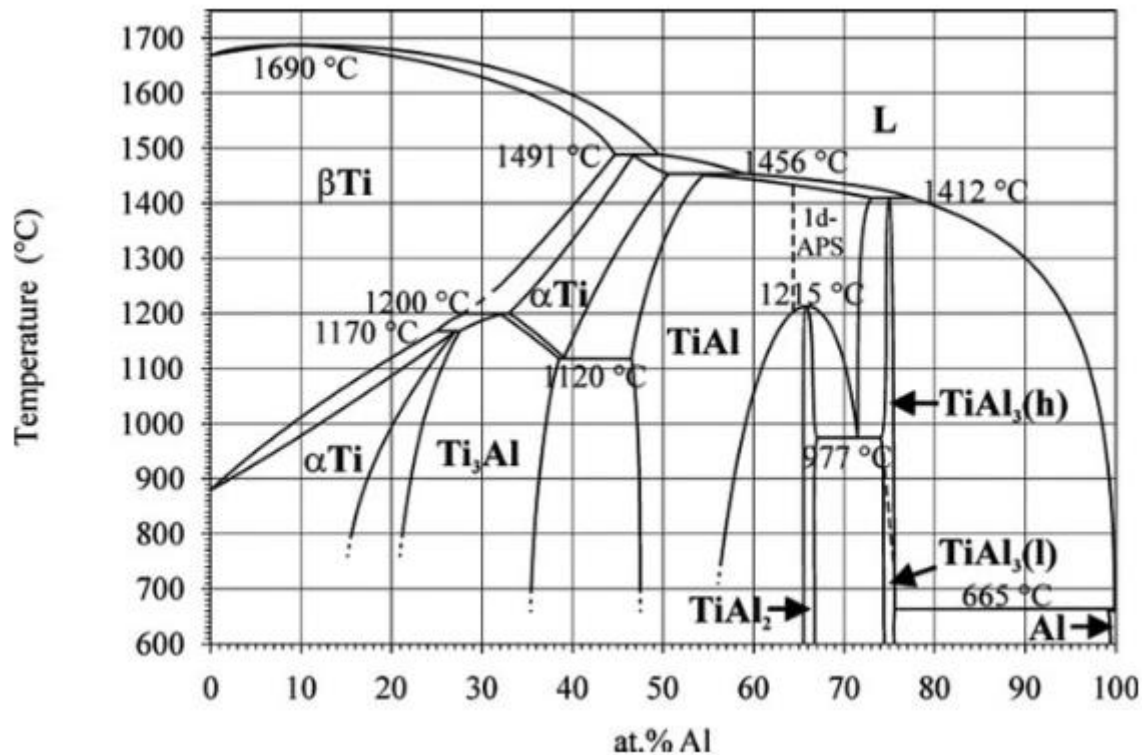


Fig. 2. Variations of (a) Vickers hardness, (b) tensile strength, and (c) elongation of the CP Ti and the Ti-6Al-4V alloys.

Condição: bruta de fusão em CP solidificado em base refrigerada, ou seja, resfriamento rápido a partir de beta.

Tratamento de envelhecimento no Ti6Al4V



- Nessa liga, a T_{solvus} da formação de Ti_3Al é 550°C.
- é um tratamento muito usado nessa liga, por trazer um aumento (pequeno) de limite de escoamento e resistência, devido à decomposição da fase alfa linha em alfa + beta e da precipitação de Ti_3Al dentro de alfa



(c)

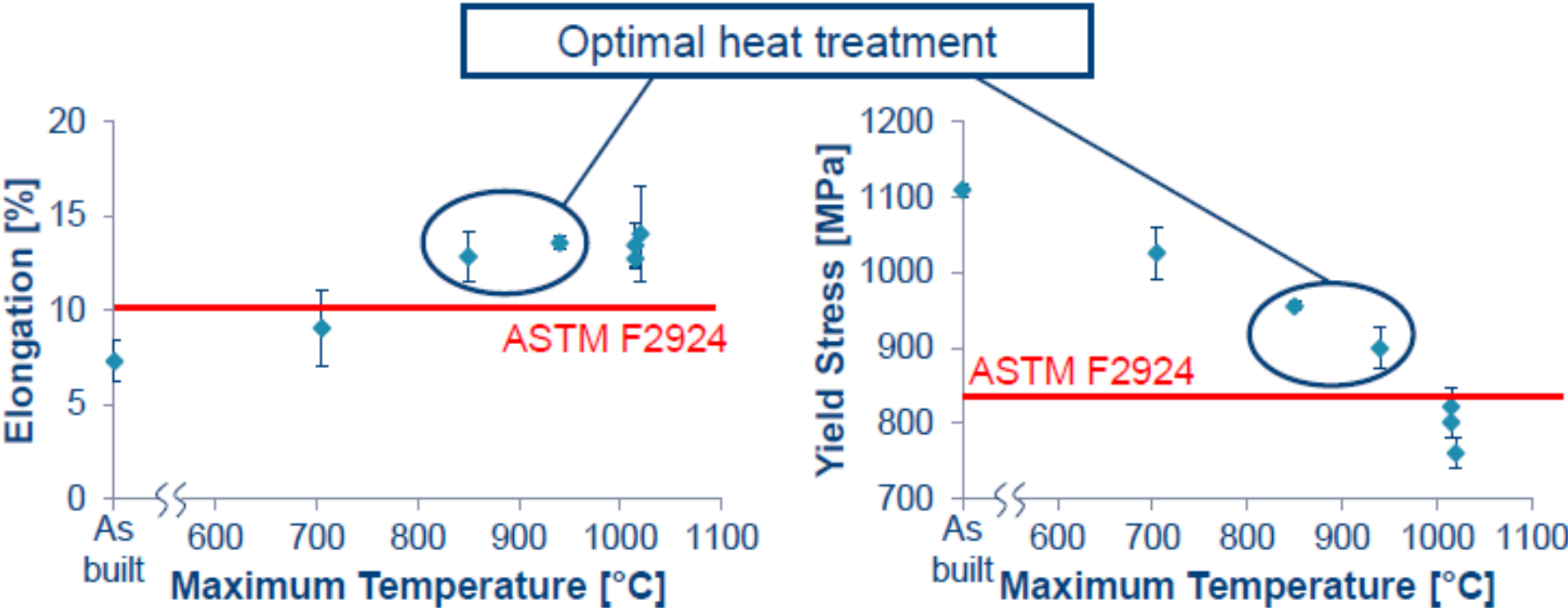
20 μm

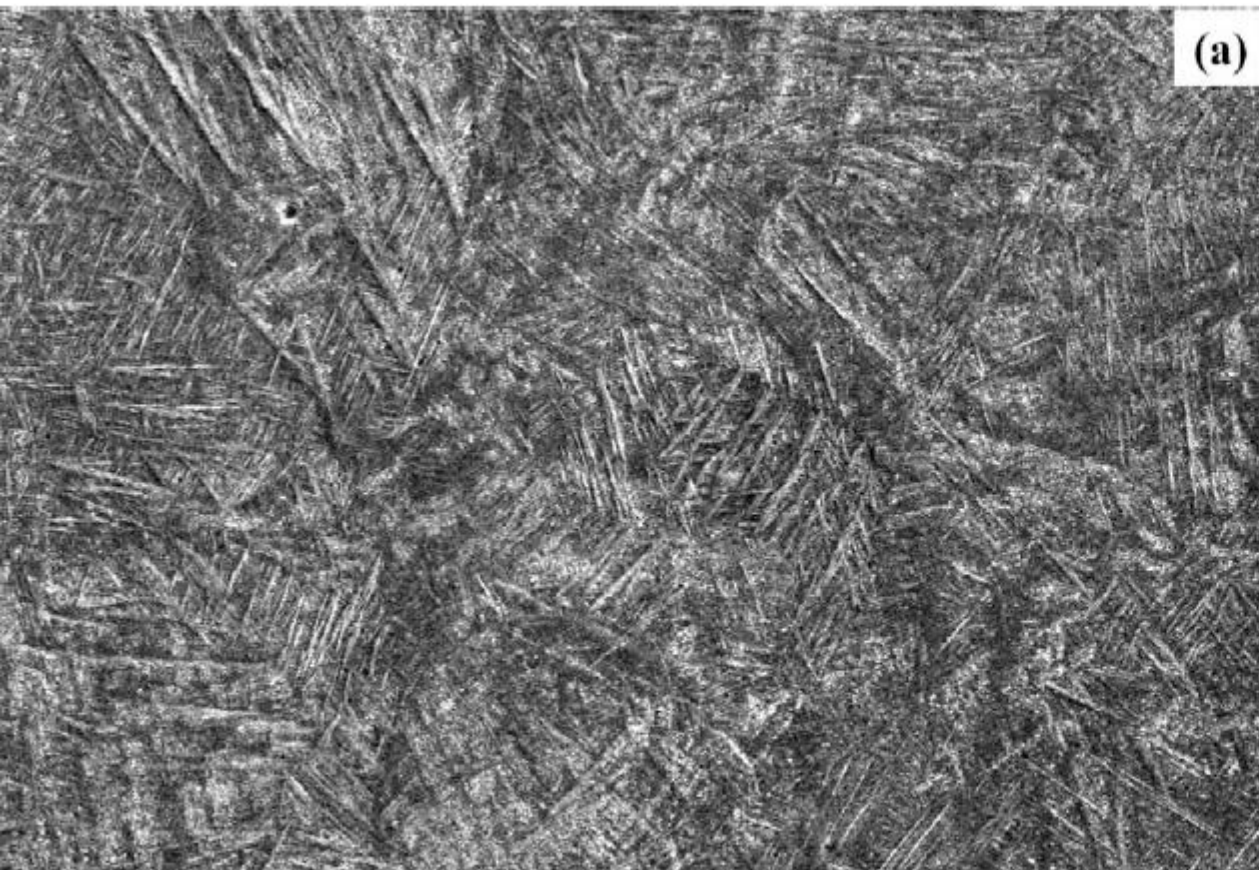
- Microestrutura de Ti6Al4V solubilizado a 950°C e envelhecido a 550°C.
- Fase clara (alfa) contém precipitados de 2nm, não visíveis nesse aumento, mas detectáveis por DRX.
- Fase escura contém alfa+beta.

Impressão 3D de liga Ti 6Al 4V (manufatura aditiva)

- Um dos assuntos mais estudados no momento é a manufatura aditiva de ligas de titânio, por Fusão em leito de Pó a Laser (Powder Bed Fusion, Selective Laser Melting) ou por Electron Beam.
- A liga Ti 6Al 4V permite obtenção de baixíssima porosidade (menor que 0,5%).
- O resfriamento hiper rápido exige alívio de tensão para reduzir tensões residuais.
- Pelo menos 4 empresas brasileiras já estão fabricando implantes com essa liga, por essa técnica

Efeito do TT nas propriedades mecânicas de Ti 6Al 4V fabricado por PBF-L



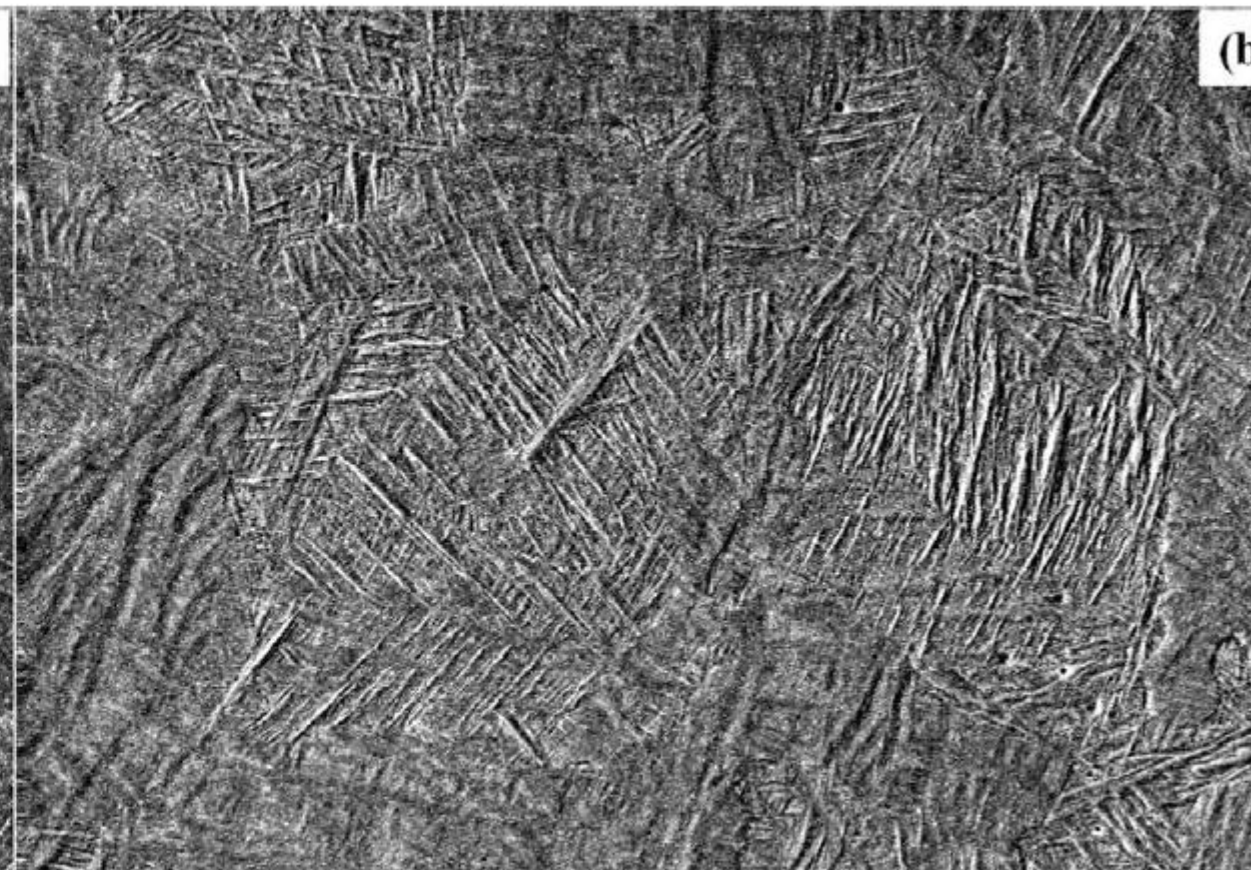


AB

Signal A = SE1
Mag = 1.00 K X

EHT = 20.00 kV
WD = 10.5 mm

10 μ m



SR

Signal A = SE1
Mag = 1.00 K X

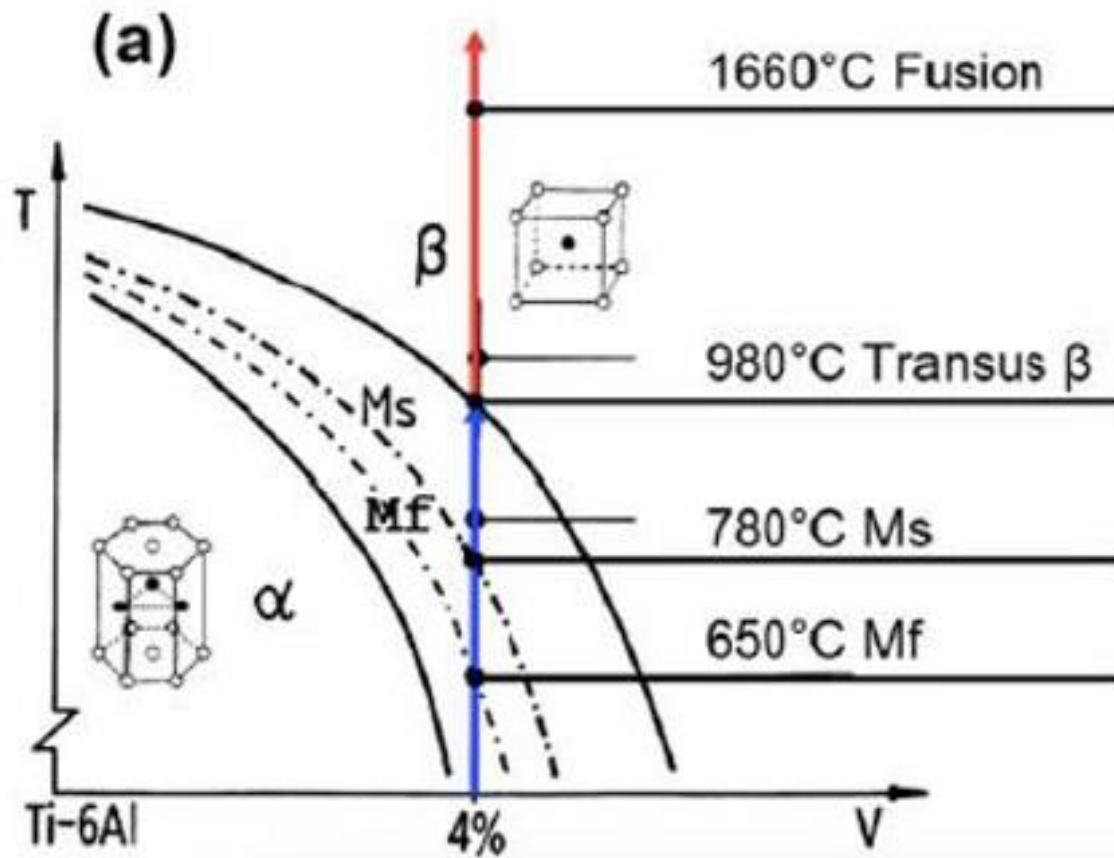
EHT = 20.00 kV
WD = 10.5 mm

20 μ m

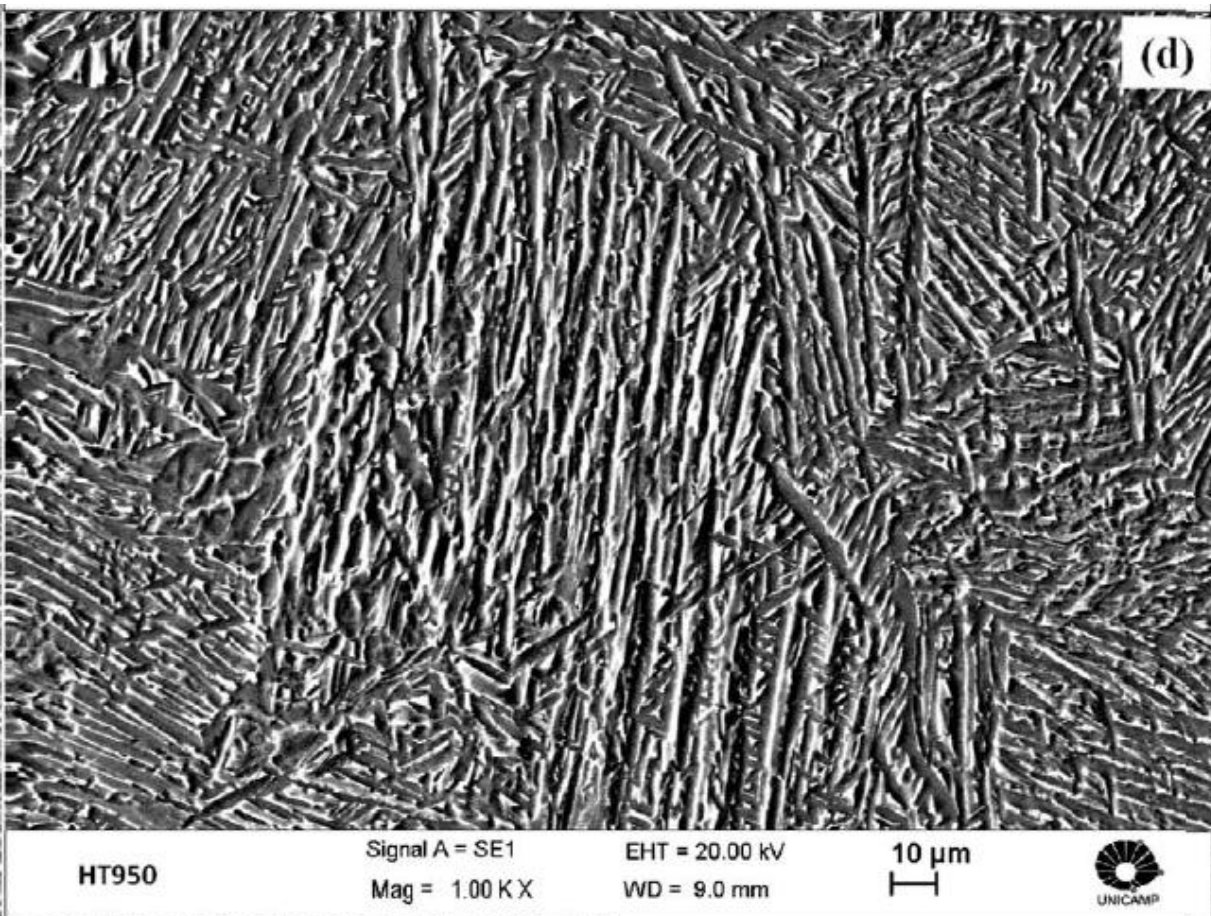


Microestrutura da liga Ti 6Al 4V produzida por Impressão 3D (FLP) n condição como fabricada. Velocidade resfr. 10^6 K/s
L.E. 1015 MPa, A=6%

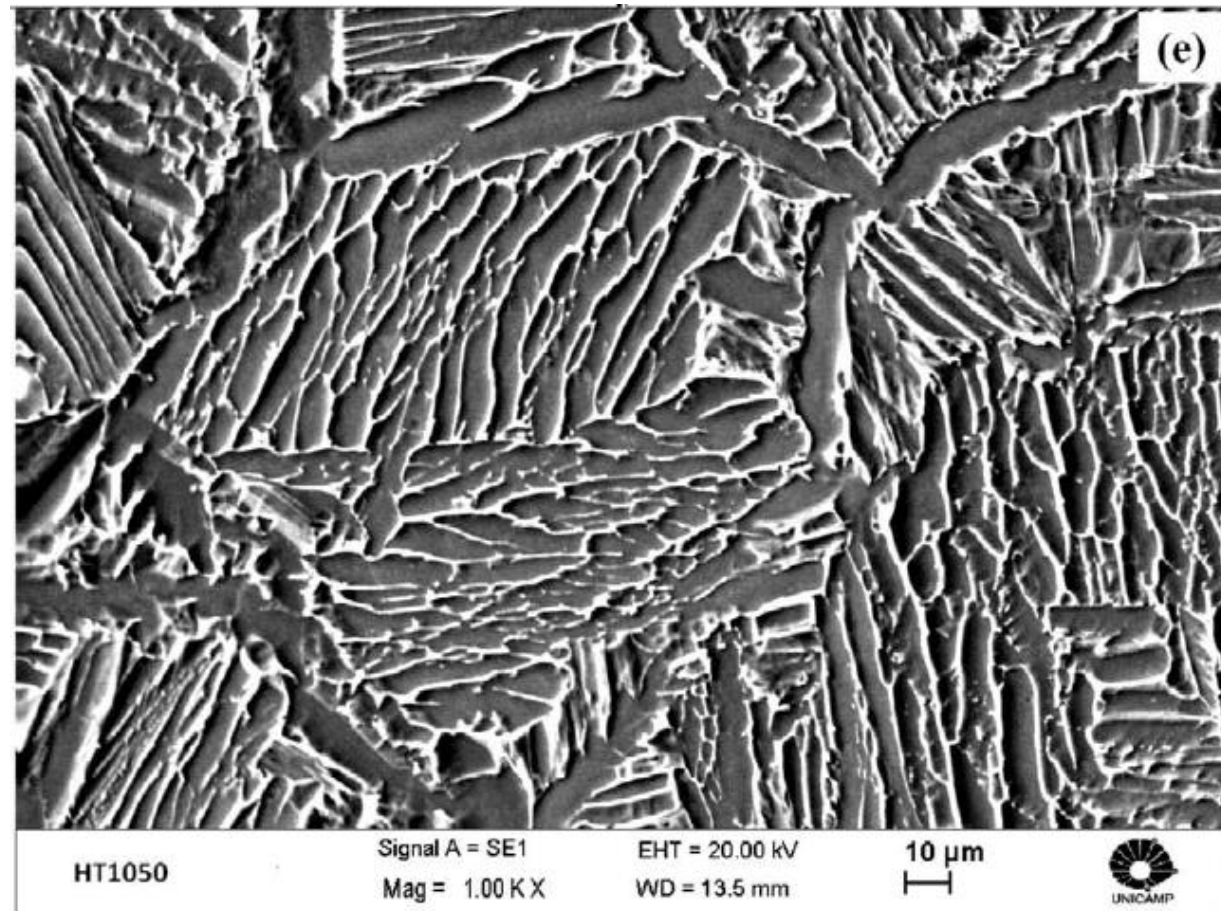
Idem, depois de alívio de tensão a 650° C
L.E= 1040 MPa, A=8%.



Segundo este diagrama de fases, o alívio de tensões deve promover a decomposição da martensita alfa', formando fase alfa e precipitando fase Beta .
Como a fase Beta contém teor mais alto de vanádio, a fase alfa é formada com uma pequena redução de parâmetro de rede na estrutura cristalina.



Microestrutura da liga Ti 6Al 4V produzida por Impressão 3D (FLP) após tratamento a 950° C, resfr forno
L.E.= 860 MPa, A= 10,5%



Microestrutura da liga Ti 6Al 4V produzida por Impressão 3D (FLP) após tratamento a 1050° C: lamelas de alfa com beta em relevo
L.E. = 790 MPa, A= 11,5%

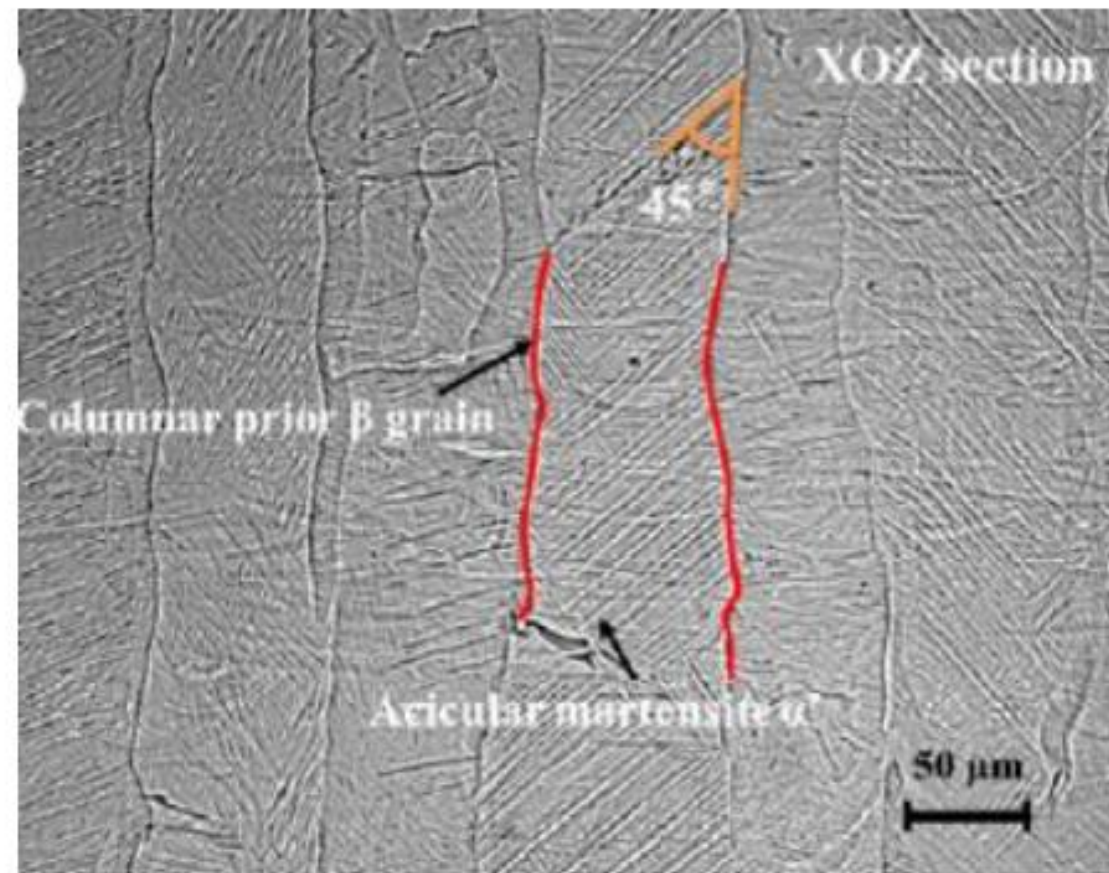


Figura 15: Microestrutura de grãos alongados de β .

Fonte: Yang et al., 2016.

A estrutura é de martensita alfa', mas é possível notar os contornos originais dos grãos colunares da fase beta formados na solidificação.



Seção transversal de pino de liga Ti 6Al 4V produzido por FLP-L Com estratégia de varredura espiral. Estrutura martensítica alfa'. Três poros, defeito comum do processo, podem ser observados.

TF de Letícia Kobayashi, 2019, PMT, EPUSP

Ligas Beta Metaestáveis

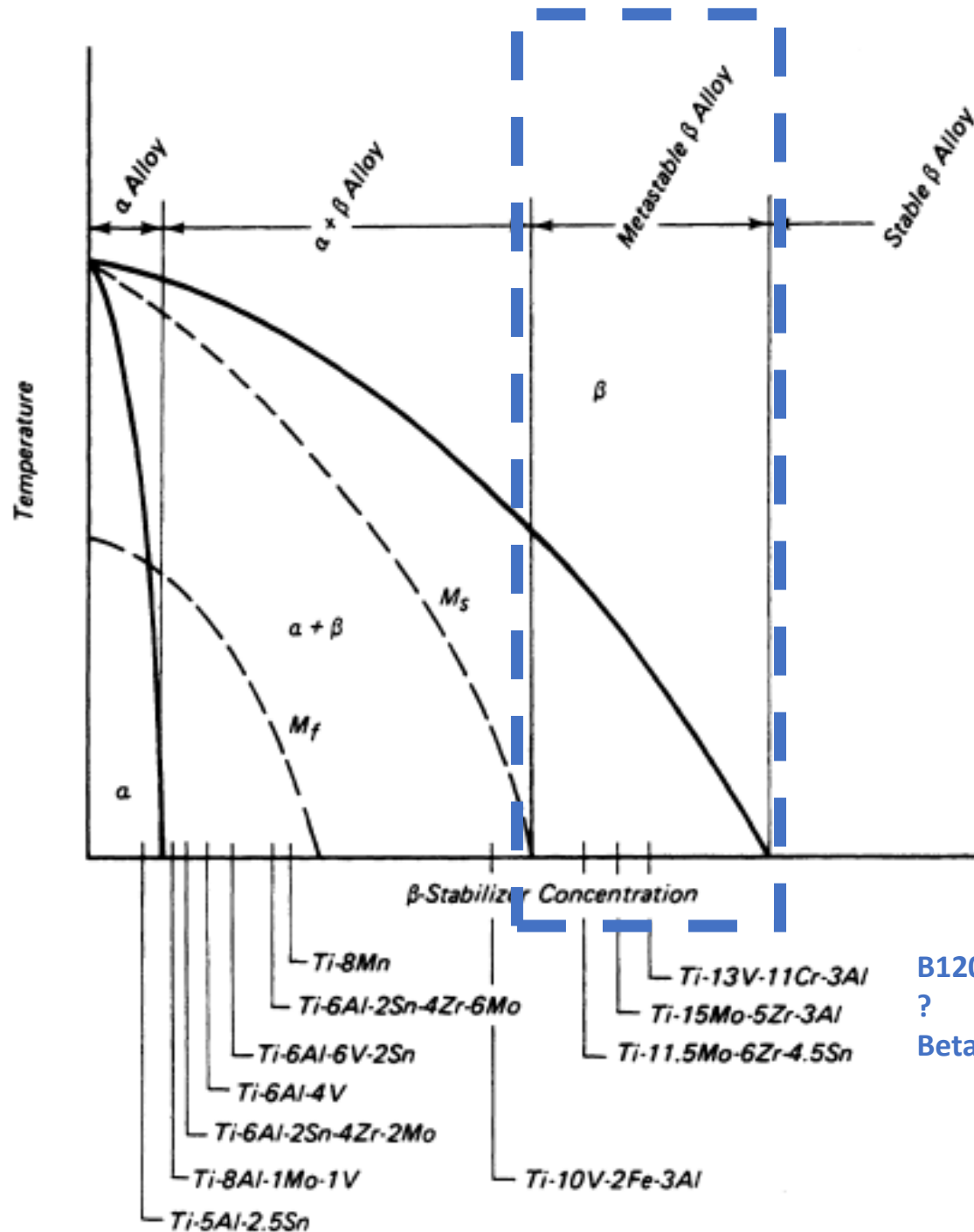


Table 7 Ranges and effects of some alloying elements used in titanium

Alloying element	Range (approx), wt%	Effect on structure
Aluminum	2-7	α stabilizer
Tin	2-6	α stabilizer
Vanadium	2-20	β stabilizer
Molybdenum	2-20	β stabilizer
Chromium	2-12	β stabilizer
Copper	2-6	β stabilizer
		α and β strengthener
Zirconium	2-8	(see text)
Silicon	0.05 to 1	Improves creep resistance

B120 VCA

?

Beta III

Se Ms está abaixo da Tamb, não ocorre transf martensítica

Ligas beta metaestáveis

- Tem M_s abaixo da temperatura ambiente
- No estado solubilizado são integralmente fase beta, com boa ductilidade, boa trabalhabilidade
- Permitem tratamentos de envelhecimento, precipitando fase ômega

Exemplo de liga quase totalmente beta: Ti-4.3Fe-6.7Mo-1.5Al

- Liga beta com pequena quantidade de alfa
- Reconstrução 3D da fase alfa de contorno de grão

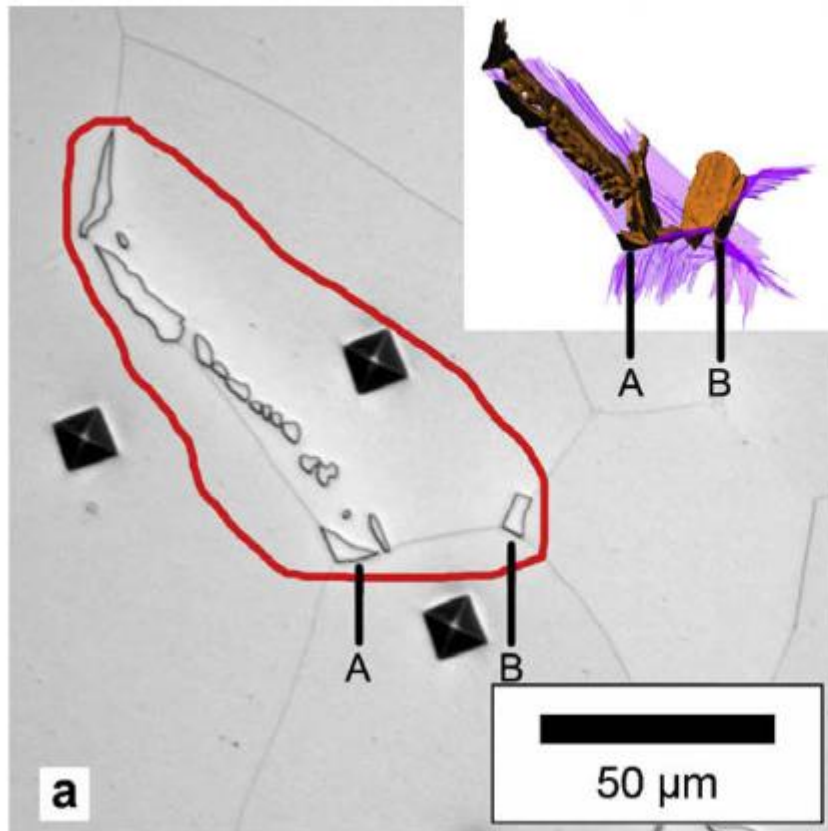
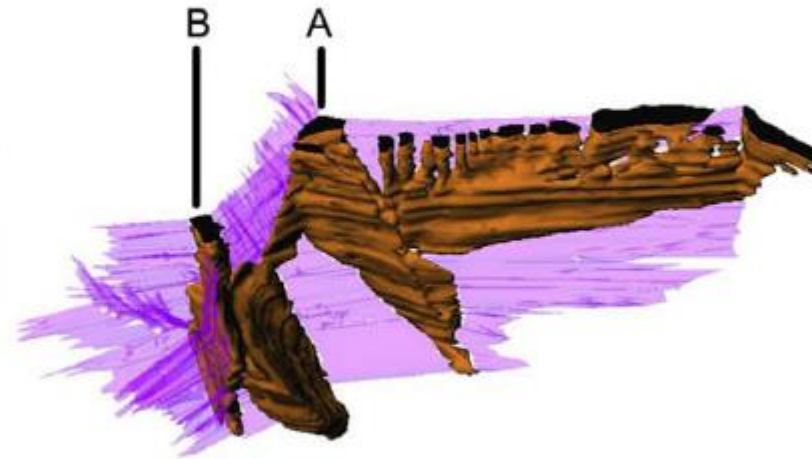


Imagem construída por sucessivos polimento + ataque. Permitiu identificar que a sequência de precipitados no contorno de grão, que pareciam desconectados, correspondem a um único cristal, e que não são glóbulos.



H. Sharma et al. / Acta Materialia 58 (2010) 2399–2407

Endurecimento da fase β

Fases ω e β'

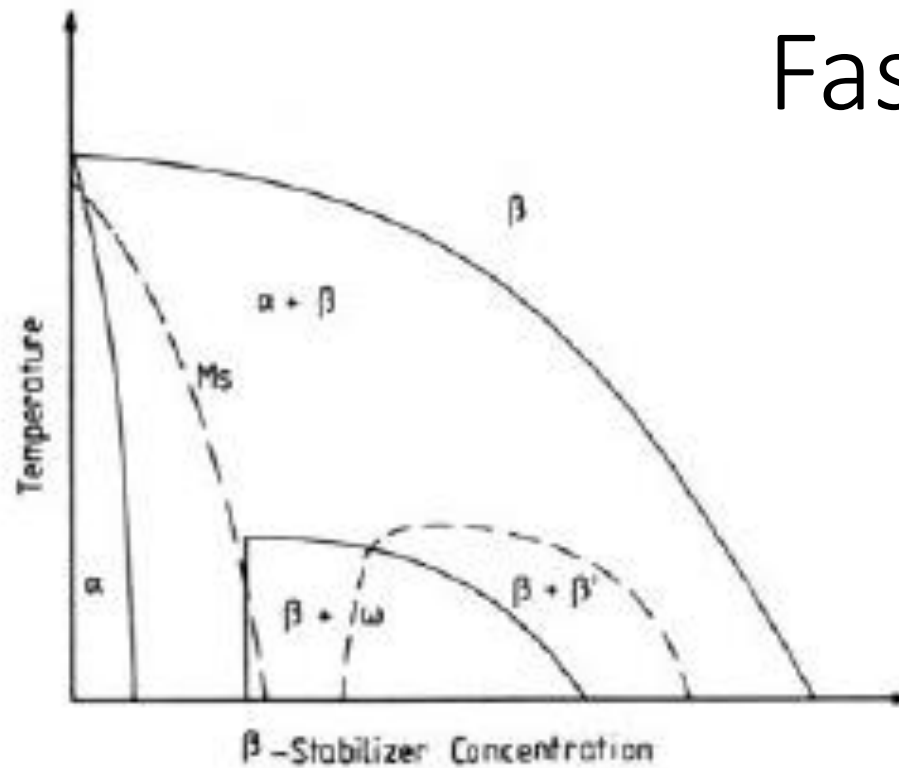


Fig. 11: Metastable $\beta + \omega$ and $\beta + \beta'$ phase fields within β -isomorphous equilibrium phase diagram (schematically).

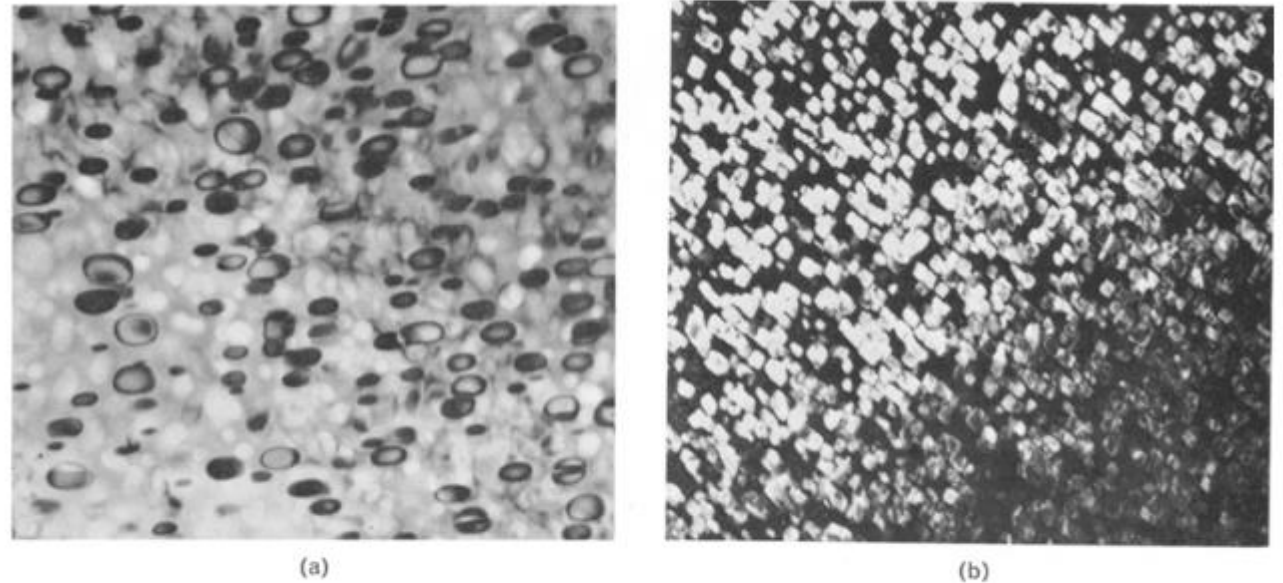
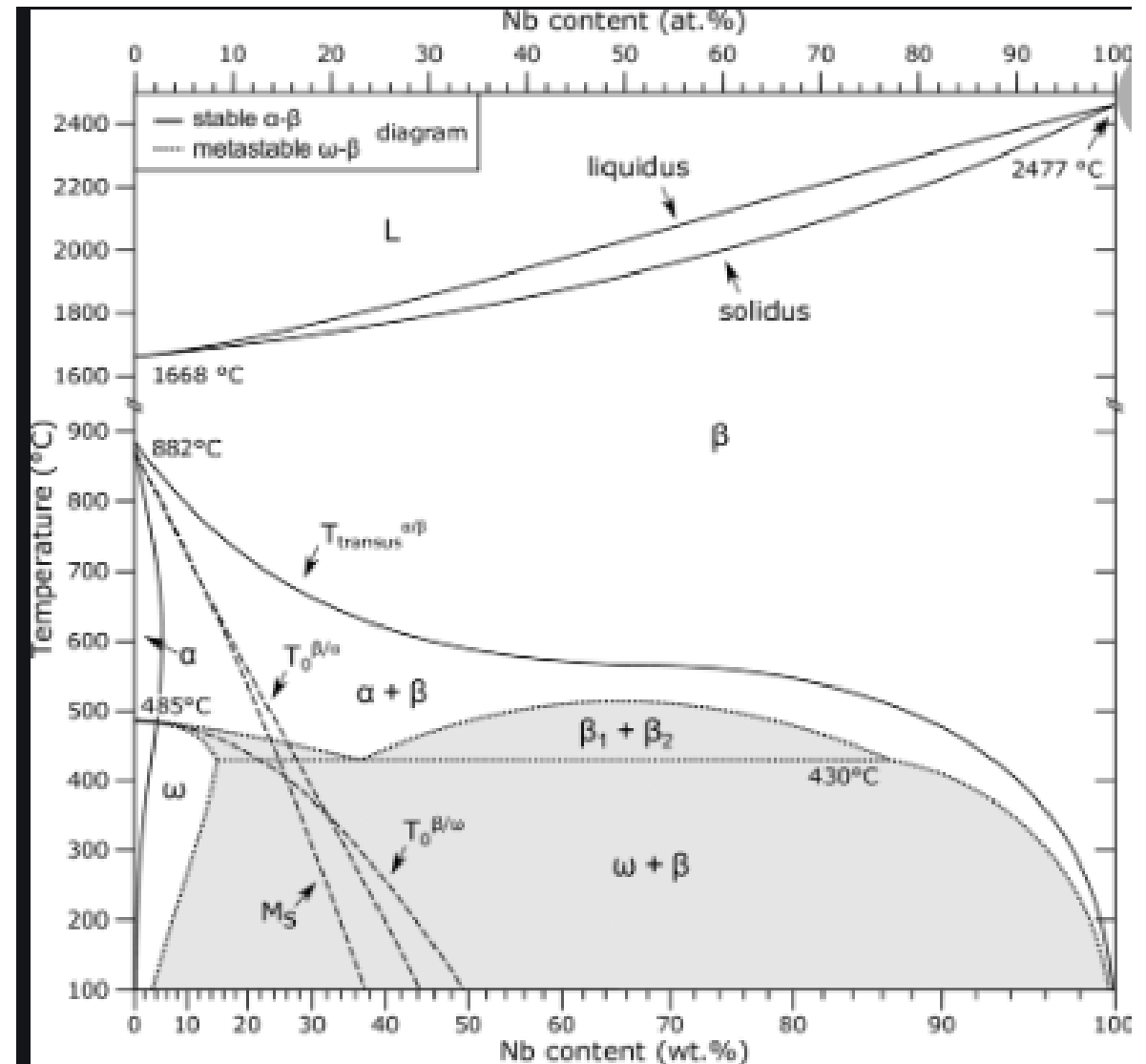


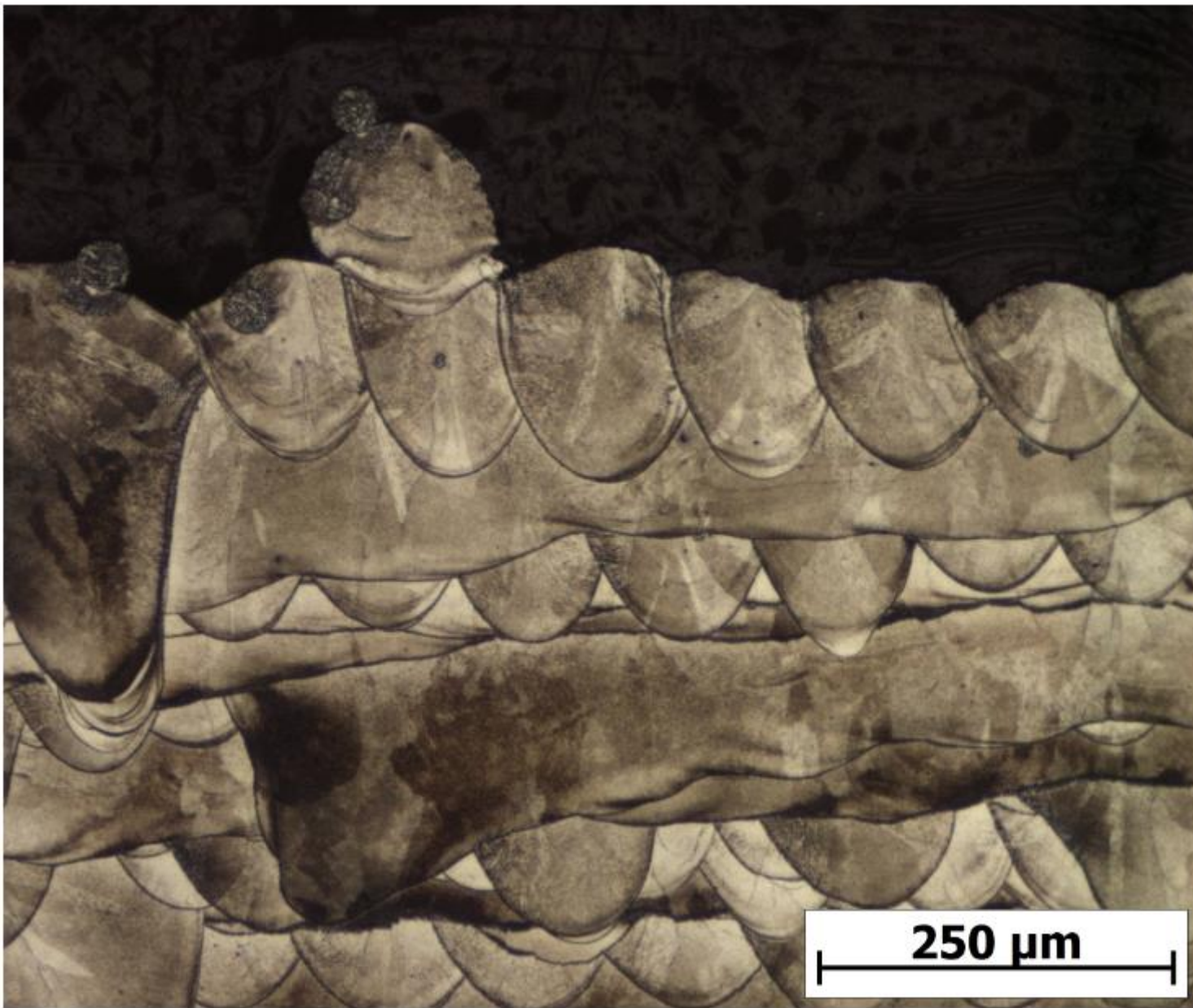
Figure 4(a) Electron micrograph showing ellipsoidal omega precipitates in a Ti-35 wt% Nb alloy (after Brammer and Rhodes [24]) ($\times 10000$). (b) Electron micrograph showing cube shaped omega precipitates in a Ti-20 wt% V alloy (after Blackburn and Williams [15]) ($\times 25000$).

A fase ômega é associada com perda de ductilidade e fragilização

Ligas beta “estáveis”

- Tem resistência relativamente baixa (400MPa) e boa ductilidade (20%)
- Em várias ligas de Ti com metais de transição (Nb, V, Mo, Ta) o diagrama de equilíbrio prevê a decomposição da fase beta em temperaturas abaixo de 600° C, mas as transformações são lentas, e as ligas existem com estrutura 100% beta quando resfriadas rapidamente.





Liga Ti-53%Nb, fase beta.

Corte XZ de cubo fabricado por Fusão em Leito de Pó – a Laser (Selective Laser Melting-SLM).

Ataque químico revela a borda das poças fundidas, e nota-se, por contraste, grãos da fase beta no interior das poças.

Camada da superfície superior foi fabricada com trilhas de laser na direção y, entrando e saindo da tela.

Camada logo abaixo foi fabricada com laser se movendo na direção x

Abaixo novamente trilha y, e assim por diante.

Microestrutura de “ células colunares” formadas por crescimento epitaxial

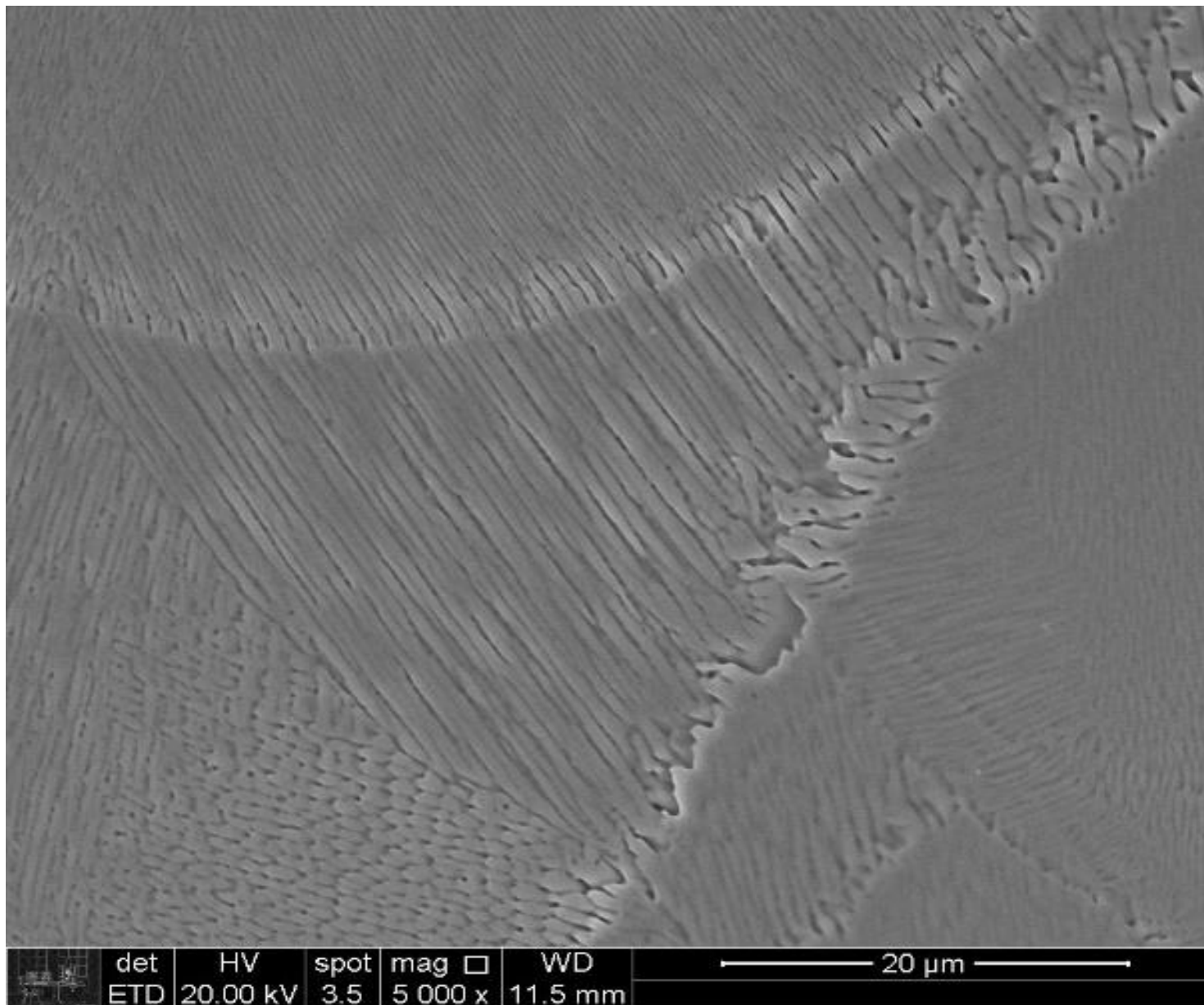
Peças fabricadas por Fusão em Leito de Pó a Laser sempre tem essa microestrutura.

Na passagem do laser, o pó é fundido, forma-se uma poça de metal líquido que solidifica-se em contato com a região não fundida, abaixo do líquido.

O líquido solidifica seguindo a orientação cristalina do sólido pré-existente: é a solidificação epitaxial.

O novo sólido cresce sob taxa de resfriamento altíssima, 10^6 K/s, sob a forma de um pacote de células alongadas, paralelas, de $1 \mu\text{m}$ de diâmetro e dezenas de μm de comprimento.

Células crescem na direção $\langle 100 \rangle$ mais próxima da direção de retirada de calor.



Procedimento proposto pela Struers

Samples for the light microscopy were mechanically ground up to P2400 grit using SiC papers and then polished with the solution of 80 ml Struers OP-S colloidal silica mixed with 20 ml of 30% H₂O₂. Two-step etching was employed to obtain both grain boundary and crystallographic contrast for light microscopy observation – the first step, Kroll's reagent etching; the second step, a solution of 90 ml of H₂O and 10 ml of NH₄HF₂. The time used for Kroll and NH₄HF₂ etching varied between 3 s and 10 s depending on the microstructural features.











Preparation Method				
Grinding				
 Step		PG 	FG 	OP 
	Surface	Foil/Paper	MD-Largo	MD-Chem
	Abrasive	Type	SiC	Diamond
		Size	#320	9 μm
	Suspension/ Lubricant	Water	DiaPro Allegro/Largo 9	OP-S*
	rpm	300	150	150
	Force [N]/ specimen	15	20	20
	Time (min)	Until Plane	5	25 (or longer)

Table 2 shows a general, automatic preparation method for pure titanium (grade 1-4) with unmounted samples, 30 mm dia. Please be aware that the polishing time can vary depending on the purity of the titanium and the area of the sample surface.

*80% OP-S + 10% H₂O₂ (30%) + 10% NH₄OH (25%)

Ataque químico usual para Ti e suas ligas

- Ataque de Kroll:
- 100 ml **água**, 1-3 ml ácido fluorídrico e 2-6 ml ácido nítrico acid.
- A concentração pode ser variada dependendo da liga a ser atacada.

Resumo

- Ligas de titânio podem ter fases alfa , alfa linha, alfa duas linhas, beta e ômega.
- É importante conhecer as Betasolvus, alfasolvus e Ms das ligas.
- Intersticiais H, C, O, N causam endurecimento e perda de ductilidade.
- Alfa e alfa linha são cristalograficamente semelhantes, mas a primeira se forma no resfriamento lento ou na precipitação, e a segunda se forma em transformação martensítica.
- Fase ômega só se forma no envelhecimento.
- Microestrutura da manufatura aditiva é muito diferente, com células colunares.