

ESTUDO DE TRATAMENTOS TÉRMICOS DA LIGA Nb - 1% Zr

Luis C. Q. Figueira e C. De Moura Neto

Divisão de Engenharia Mecânica - Aeronáutica
Instituto Tecnológico de Aeronáutica
12.228-900 - SÃO JOSÉ DOS CAMPOS - SP

RESUMO

O objetivo deste trabalho foi estudar a influência de diferentes tratamentos térmicos na microestrutura da liga Nb - 1% Zr. Para isso foram obtidos corpos de prova de uma barra com cerca de 68% de deformação a frio. Adotou-se o seguinte esquema de tratamentos térmicos: dividiu-se as amostras em quatro grupos de quatro amostras cada; para cada grupo fixou-se uma temperatura de tratamento (entre 1200 e 1500 °C); em cada grupo deixou-se uma amostra 2, e as outras 4, 6 e 8 horas no patamar de recozimento. Os tratamentos térmicos foram realizados sob vácuo de $1,33 \times 10^{-3}$ Pa (10^{-5} Torr). Foram feitas medidas de dureza em todas as amostras, antes e depois dos tratamentos térmicos. Após os tratamentos foram feitas micrografias e medidas de tamanho de grãos em algumas amostras. Foi sugerido o índice $\Delta H\%$ (variação percentual de dureza) para avaliar os tratamentos térmicos. Esse índice mostrou-se válido, indicando que ocorreu queda de dureza devido aos tratamentos térmicos, onde ocorrem ainda a quebra dos grãos originais e posterior crescimento de grão. O perfil da curva $\Delta H\% \times T$ (temperatura), de resposta aos tratamentos térmicos é, possivelmente, o mesmo para ganho ou perda de dureza.

1. INTRODUÇÃO

O nióbio é um metal refratário. Entre suas propriedades destacam-se boas ductilidade e resistência mecânica [1 a 3]. Suas propriedades podem ser melhoradas por tratamentos térmicos [2,4,5 e 6]. Esses tratamentos consistem usualmente de aquecimento, permanência por curtos períodos (1 a 10 horas) em altas temperaturas (1200 a 2000 °C), seguido de resfriamento ao forno [1,2,4 e 6].

Em temperaturas acima de aproximadamente 450°C o nióbio e suas ligas interagem fortemente com a atmosfera [3,7 e 8]. Devido a essa interação o tratamento térmico deve ser realizado sob vácuo de 10^{-4} Torr ($1,33 \times 10^{-2}$ Pa) ou melhor [1 e 2]. Durante o tratamento térmico da liga Nb - 1% Zr ocorre interação entre o zircônio e as impurezas presentes na atmosfera residual do forno (especialmente o oxigênio), e devido a essa interação formam-se partículas precipitadas que, ao mesmo tempo, reforçam o material e impedem (ou dificultam) a oxidação da liga [1,2,4,5,6 e 9].

O objetivo do presente trabalho é estudar as modificações microestruturais geradas na liga Nb - 1% Zr após tratamentos térmicos. Os resultados foram analisados com base na variação percentual de dureza $\Delta H\%$.

2. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

Foi usada a liga Nb - 1% Zr fundida em forno de feixe de elétrons e trabalhada a frio por forjamento rotativo (TF = 68%). Da barra resultante foram cortados discos, e desses discos foram tiradas as amostras definitivas para os ensaios (cada disco foi cortado em oito corpos de prova).

Foi adotado o seguinte esquema de tratamento térmico:

- as amostras foram divididas em 4 grupos de 4 amostras cada;
- para cada grupo fixou-se uma temperatura de tratamento (entre 1200 e 1500°C);
- em cada grupo deixou-se uma amostra 2 horas, e as outras 4, 6 e 8 horas no patamar de recozimento (devido a problemas de limitação de equipamento não foi realizado o tratamento de 8 horas a 1500°C). O tempo de aquecimento foi de 70 minutos [4] e o resfriamento foi ao forno. Os tratamentos foram realizados sob vácuo de 10^{-5} Torr ($1,33 \times 10^{-3}$ Pa).

Foram feitas medidas de dureza Rockwell (HRB) antes e depois dos tratamentos térmicos, em todas as amostras. Após os tratamentos foram feitas medidas de tamanho de grão em algumas amostras.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A figura 1 mostra curvas temperatura x variação percentual de dureza ($\Delta H\%$) devido ao tratamento térmico juntamente com indicações de tamanho de grão em alguns tratamentos térmicos. O primeiro ponto que se deve realçar é que $\Delta H\%$ é negativo, pois o material de partida estava trabalhado a frio e com os tratamentos térmicos houve queda da dureza em todas as amostras. Deve-se enfatizar, ainda, que todos os resultados devem ser interpretados como indicativos de tendências e não em termos de valores absolutos.

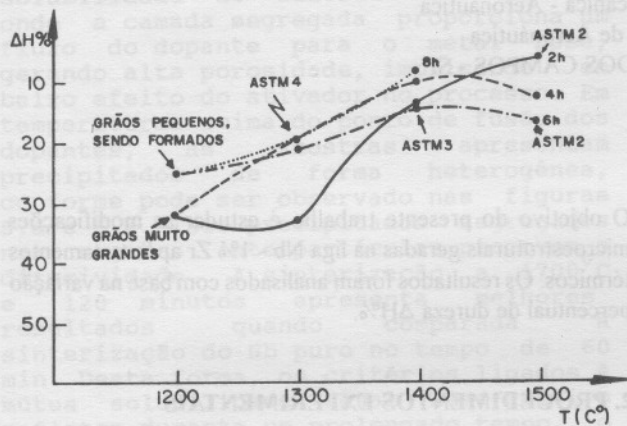


FIGURA 1: $\Delta H\%$ (variação percentual de dureza) x T, com indicações de tamanho de grão para os tratamentos térmicos.

Para os tratamentos térmicos a 1200°C vê-se praticamente o mesmo $\Delta H\%$ para 2 e 4 horas de tratamento, variação do $\Delta H\%$ entre 4 e 6 horas e, a seguir, o mesmo $\Delta H\%$ para 6 e 8 horas de tratamento. As figuras 2 e 3 mostram as microestruturas para 2 e 8 horas de tratamento térmico a 1200°C. Pode-se concluir que o mesmo $\Delta H\%$ para 2 e 4 horas seja devido à mesma microestrutura de grãos muito grandes, que é uma característica dos materiais fundidos por feixe de elétrons [10]. Para 6 e 8 horas de tratamento tem-se uma microestrutura formada por grãos grandes e grãos pequenos sendo formados.

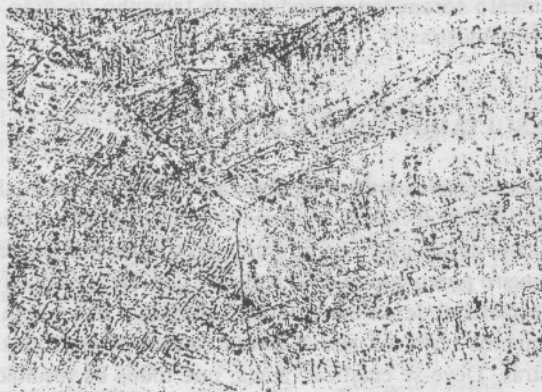


FIGURA 2: Amostra tratada por 2 horas a 1200°C. 100 x.

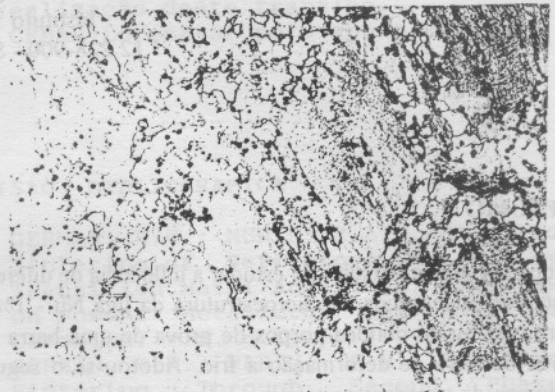


FIGURA 3: Amostra tratada por 6 horas a 1200°C. 100 x.

No recozimento a 1300°C o valor de $\Delta H\%$ para 2 horas é o mesmo que para o tratamento a 1200°C, o que indica que os materiais possuem o mesmo tipo de microestrutura. Para 4, 6 e 8 horas de tratamento o valor de $\Delta H\%$ é praticamente o mesmo. Logo, pode-se admitir que as microestruturas sejam semelhantes, com granulação ASTM 4, conforme mostra a figura 4. O aumento de tempo e temperatura de tratamento quebrou a estrutura de grãos grandes, surgindo uma microestrutura nova e mais fina.

No tratamento térmico a 1400°C os valores de $\Delta H\%$ são próximos uns dos outros. Isso indica que as microestruturas sejam semelhantes. Devido a um aumento na temperatura de tratamento houve um pequeno crescimento de grão que passa a ser ASTM 3, conforme mostra a figura 5.

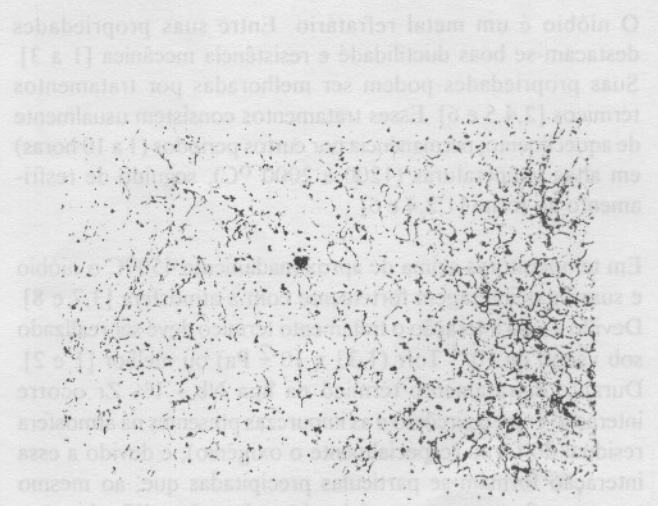


FIGURA 4: Amostra tratada por 4 horas a 1300°C. 100 x.

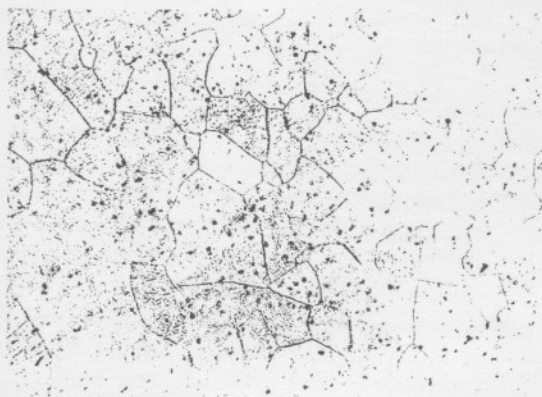


FIGURA 5: Amostra tratada por 6 horas a 1400°C. 100 x

Nos tratamentos a 1500°C temos valores de $\Delta H\%$ razoavelmente diferentes, entretanto como o mesmo tamanho de grão ASTM 2. Mais uma vez houve crescimento de grão em relação à temperatura anterior, conforme mostra a figura 6.

É interessante comparar-se as curvas das figuras 1 e 7 [2]. A liga C-103 da figura 7 também é uma liga de nióbio endurecida por partículas precipitadas. Seu perfil de resposta ao tratamento térmico é considerado típico para as ligas de nióbio endurecidas por partículas de segunda fase. Comparando-se a curva de 2 horas da figura 1 com a figura 7 até 1600°C, nota-se a semelhança no perfil das curvas, apesar da primeira ser para queda e a segunda para ganho de dureza. Apesar de faltarem pontos que confirmem (ou não) a ocorrência de uma diminuição de $\Delta H\%$ (em valores absolutos) para temperaturas acima de 1500°C, pode-se supor que as curvas são semelhantes. As curvas para 4 e 6 horas na figura 1 apresentam um perfil mais suave que a de 2 horas, mas que é basicamente o mesmo da figura 7, ou seja, aumento na variação, ponto máximo, queda na variação. Esse é, possivelmente, o comportamento padrão de ligas de nióbio endurecidas por precipitação, sob tratamentos térmicos. Entretanto, devido a limitações materiais a confirmação (ou não) do proposto acima só poderá ser feita de trabalhos posteriores.

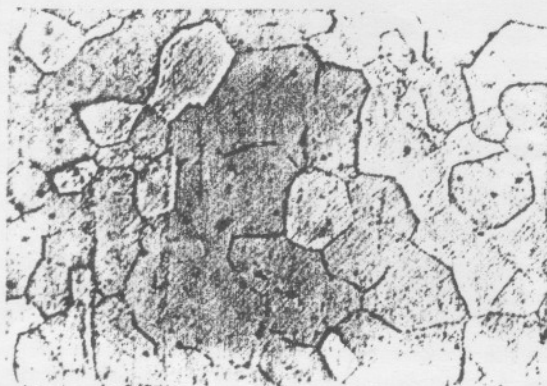


FIGURA 6: Amostra tratada por 2 horas a 1500°C. 100 x

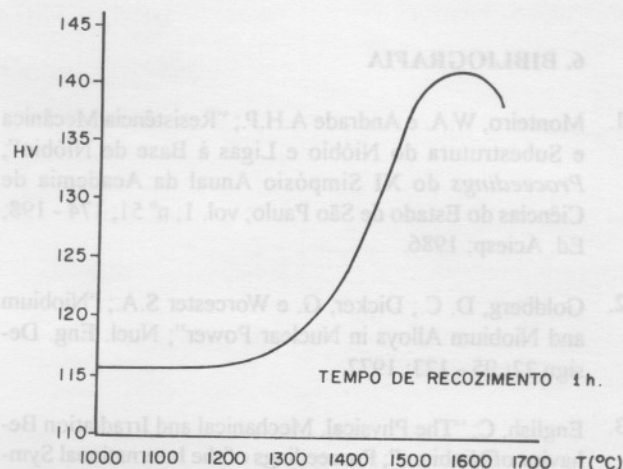


FIGURA 7: Dureza Vickers x temperatura de recozimento para chapa recristalizada de C - 103 (Nb - 10% Hf - 1%Ti).

4. CONCLUSÃO

Conclui-se primeiramente que o índice $\Delta H\%$ (variação percentual de dureza) é válido na avaliação da resposta ao tratamento térmico da liga Nb - 1% Zr. Verificou-se que houve formação de partículas precipitadas em todas as peças tratadas e que, devido ao material de partida estar trabalhado a frio, houve também redução de dureza após todos os tratamentos térmicos. Deve-se notar que, variando-se tempos e temperaturas de tratamento, é possível obter-se o mesmo $\Delta H\%$, mas com tamanho de grão diferente na amostra. Entre os tratamentos térmicos estudados os tempos e temperaturas recomendadas são: 2 ou 6 horas a 1200°C, 4 horas a 1300°C, 2 ou 4 horas a 1400°C e qualquer dos tempos a 1500°C.

5. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao ITA - Instituto Tecnológico de Aeronáutica - especialmente aos professores e funcionários do Departamento de Tecnologia - por ter propiciado as condições acadêmicas necessárias à execução deste trabalho; à Fundação de Tecnologia Industrial de Lorena SP, que forneceu a liga usada neste trabalho; a Direção do Instituto de Estudos Avançados do CTA - Centro Técnico Aeroespacial, pelo apoio em fornecer o tema básico no qual se insere o escopo deste trabalho; à direção do Instituto de Aeronáutica e Espaço CTA, pelo apoio fornecido através de sua Divisão de Materiais e a todos que direta ou indiretamente contribuíram para a execução desta pesquisa.

6. BIBLIOGRAFIA

1. Monteiro, W.A. e Andrade A.H.P.; "Resistência Mecânica e Subestrutura do Nióbio e Ligas à Base de Nióbio"; *Proceedings do XI Simpósio Anual da Academia de Ciências do Estado de São Paulo*; vol. 1; nº 51; 174 - 198; Ed. Aciesp; 1986.
2. Goldberg, D. C.; Dicker, G. e Worcester S.A.; "Niobium and Niobium Alloys in Nuclear Power"; *Nucl. Eng. Design* 22; 95 - 123; 1972.
3. English, C.; "The Physical, Mechanical and Irradiation Behavior of Niobium"; *Proceedings of the International Symposium Niobium 81*; Califórnia, EUA; The Metal Society Aime; 239-324; Ed. Harry Stuart.
4. Sokolova, G. V.; "Changes in the Gas Content and Properties of Niobium and its Alloys During Heat Treatment in Vácuo"; *Phip. Met. Metall*; vol. 47; nº 11; 96-102, 1980.
5. Hobson, D. O.; "Precipitation in the Nb - 1% Zr Alloy and its Role in Duplex Grain Size Formation"; *Proceedings of the 7th Symposium on Space Nuclear Power Systems*; 140-3; 1990.
6. Avtonomov, G. A.; Glazunov, M. G.; Drachinshiy, A. S.; Prodezov, Yu. N.; Treflov, V. I. e Shtyko, L. G.; "Concerning the Structure Dependence of the Elastic Limit and Peculiar Features in the Failure of Alloy Nb - 1% Zr - 0,1% C"; *Phip. Met. Metall*, vol 46, nº 6, 136-142, 1980.
7. "Properties and Selection of Stainless Steels, Tool Materials and Special Purpose Materials"; *Metals Handbook*, 9th ed.; vol. 3, 321-3, 1986.
8. Schulze, K. K.; Jehn, H. A. e Hörz, G.; "High Temperature Internations of Refractory Metals With Gases"; *J. of Metals*, 25-31, 1988.
9. Prokoshkin, P. A. e Vasil_Eva, E. V.; "Alloys of Niobium"; Ed. Samarin, Jerusalém, 217-229, 1965.
10. Sandim, H. R. Z.; Pinatti, D. G.; Baldan, C. A. e Dainesi, C. R.; "Produção da Liga Nb - 1% Zr"; *Anais do 45º Congresso Anual da Associação Brasileira de Metais*.

FIGURA 2: Amostra tratada por 6 horas a 1400°C. 100x

Nos tratamentos a 1400°C temos valores de ΔH_v razoavelmente diferentes, entretanto como o mesmo tamanho de grão ASTM 2. Mas uma vez houve crescimento de grão em relação à temperatura anterior, conforme mostra a figura 2. É interessante comparar-se as curvas das figuras 1 e 2. A figura 1, da figura 2 também é uma linha de nióbio endurecida por partículas precipitadas. Seu perfil de resposta no tratamento térmico é considerado típico para as ligas de nióbio endurecidas por partículas de segunda fase. Comparando-se a curva de 2 horas da figura 1 com a figura 2, nota-se a semelhança no perfil das curvas, apesar da diferença de tamanho de grão e a segunda fase para ambas de dureza. Apesar de tamanho de grão e conteúdo (ou não) de partículas de uma diminuição de ΔH_v (com valores absolutos) para temperaturas acima de 1400°C, pode-se supor que as curvas são semelhantes. As curvas para 6 e 2 horas na figura 1 apresentam um perfil mais suave que a de 2 horas, mas que é bastante o mesmo da figura 2, ou seja, aumento na variação, ponto máximo, queda na variação. Esse é, possivelmente, o comportamento padrão de ligas de nióbio endurecidas por precipitação, sob tratamentos térmicos. Entretanto, devido a limitações materiais a confirmação (ou não) do proposto acima só poderá ser feita de trabalhos posteriores.



FIGURA 3: Amostra tratada por 2 horas a 1200°C. 100x