

## Conformação Mecânica do Nióbio Comercialmente Puro pelo processo de Forjamento “Swage”

**Gilbert Silva<sup>1</sup>, Murilo Oliveira Borges<sup>2</sup>, Rosinei Batista Ribeiro<sup>3</sup>, Gustavo A. S. Martinez<sup>4</sup>**

<sup>1</sup>Universidade Federal de Itajubá/Departamento, Av. BPS, 1303 Itajubá - MG, 37500-903, gilbert@unifei.edu.br

<sup>2</sup>Universidade Federal de Itajubá/Graduação em Engenharia Mecânica, Av. BPS, 1303 Itajubá - MG, 37500-903, murilooliveirab@yahoo.com.br

<sup>3</sup>Faculdades Integradas Teresa D’Ávila – FATEA - Lorena - SP/ Departamento de Engenharia de Materiais, Estrada Municipal, sem n°, Lorena, SP, baptistan@demar.eel.usp.br

<sup>4</sup>Escola de Engenharia de Lorena – USP/Departamento de Materiais Estrada Municipal, sem n°, Lorena, SP, martinez@easygold.com.br

**Resumo-** O nióbio (Nb) é um metal refratário com alto ponto de fusão (2468°C) e densidade de 8,57g/cm<sup>3</sup> possuindo elevada resistência a corrosão. Sendo assim, é bastante utilizado para diversas aplicações na indústria nuclear, química, elétrica, biológica etc (BLIANT, 1999). Sua obtenção pode ser realizada através da fusão por feixe eletrônico obtendo-se maior pureza, cerca de 99,99%. Sua estrutura CCC possibilita um alto grau de conformação mecânica e redução em área (RA), o que permite a obtenção de componentes com diversas geometrias. Este trabalho tem o objetivo de estudar a evolução da microestrutura do nióbio conformado por Swage em temperatura ambiente através de ensaios mecânicos. Uma barra de Nb sofreu RA na ordem de 96,9%, mostrando um aumento exponencial da microdureza até 80% RA. A partir deste valor a microdureza estabilizou-se tanto na seção longitudinal quanto na seção transversal. Verificou-se então o aumento da resistência mecânica através do ensaio de tração após forjamento do Nb.

**Palavras-chave:** Nióbio, forjamento rotativo, recuperação dinâmica.

**Área do Conhecimento:** Engenharias

### Introdução

Os metais refratários e suas ligas apresentam excelente comportamento mecânico em elevadas temperaturas e ótima resistência à corrosão, à abrasão e boa condutividade térmica. Os metais que constituem este grupo são tradicionalmente Tungstênio, Molibidênio, Tântalo e Nióbio (BLIANT, 1999). O “columbium” ou nióbio (Nb) é um metal com elevado ponto de fusão de 2468 °C, densidade 8,57 g/cm<sup>3</sup> e estrutura cristalina CCC (cúbica de corpo centrado) (HAMPEL, 1971; ZHANG, 2008). Devido às propriedades de elevada resistência à corrosão, alto ponto de fusão, biocompatibilidade e baixa densidade relativa, o Nb tem sido utilizado em diferentes áreas de aplicações como a eletrônica, química, aeroespacial, nuclear e biológica (RAMÍREZ, 2011). Grande parte do Nb é utilizado na composição dos aços na formação de ligas de aço para as áreas automotiva e estrutural. O Nb também é usado como elemento de liga nas superligas, em supercondutores magnéticos e em biomateriais (PAWAR, WEAVER, JANI, 2011; CHO, MUN, KOO, LEE, 2011).

Os metais refratários interagem fortemente com gases como o oxigênio (O<sub>2</sub>), nitrogênio (N<sub>2</sub>),

vapor de água (H<sub>2</sub>O), monóxido de carbono (CO), ou seja, gases que estão presentes no meio ambiente (SCHULZE, JEHN, HÖRZ, 1988). O aumento no teor de oxigênio no nióbio é suficiente para aumentar sua resistividade elétrica, dureza, resistência a tração, módulo de elasticidade, em detrimento do alongamento, redução em área e resistência a corrosão (HAMPEL, 1971). Por estas características, o nióbio é obtido e refinado em sistemas que possibilitam a utilização de atmosfera inerte e alto vácuo. A redução aluminotérmica (ATR) do Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> seguida da fusão por feixe eletrônico (EBM) de eletrodos de ATR tem sido amplamente utilizada para a obtenção do nióbio puro (NUNES, PINATTI, ROBIN, 1999).

Existem três técnicas para obtenção do Nb: metalurgia do pó (PM), fusão a arco (VAR) e fusão por feixe eletrônico (EBM). O processo de fusão por feixe eletrônico é o mais comum, obtendo-se um metal de maior pureza (cerca de 99,99%). Os lingotes possuem uma microestrutura de grãos grosseiros orientados axialmente no sentido da solidificação [9]. Os elementos de baixo ponto de fusão são evaporados e somente Ta, W e Mo não podem ser retirados devido ao seu alto ponto de fusão. O processo por fusão a arco também produz grãos grosseiros e com teores

mais elevados de oxigênio e nitrogênio em comparação com o método de fusão por feixe eletrônico. O material obtido por metalurgia do pó possui grãos pequenos, contudo os teores de oxigênio e nitrogênio são elevados (KUMAR, 1999).

O nióbio possui vários sistemas de deslizamento:  $\{110\}\langle 111 \rangle$ ,  $\{211\}\langle 111 \rangle$  e  $\{321\}\langle 111 \rangle$ , que permite realizar elevadas reduções sem que haja a necessidade de tratamento térmico (recozimento) (HAYHAYDEN, MOFFATT, WULFF, 1965). Alguns mecanismos permitem aumentar a resistência do Nb puro. Como por dispersão de partículas incoerentes e o endurecimento por precipitação coerente que é alcançado mediante a adição de metais reativos como o Ti e o Zr, por , capazes de formar precipitados com os elementos intersticiais presentes (C, N e O) (ASHBY, 1968). No processo de deformação plástica o endurecimento ocorre devido a multiplicação, interação e distribuição de discordâncias que é afetada fortemente pela EDE(energia de falha de empilhamento e pela presença de elementos intersticiais (MINCHER, SHEELY, 1961).

Materiais de estrutura cristalina CCC submetidos à conformação plástica tendem a apresentar um encruamento linear em elevadas reduções ( $\epsilon$ ), diferentes dos materiais CFC (cúbica de face centrada) (SPITZIG, TRYBUS, LAABS, 1991). Acredita-se que a ausência de uma saturação em elevadas reduções seja devido à formação de uma microestrutura em forma de caracol “curling”, desenvolvida em elevadas reduções, onde a forma dos grãos é distorcida para manter a compatibilidade com o grão vizinho, se isto não ocorresse haveria uma separação entre os grãos (SEVILLANO, 1986; HOSFORD, 1964). A evolução microestrutural durante a deformação a frio de metais é importante na relação dos mecanismos de deformação, propriedades mecânicas e formação de textura. Além disso, as características das microestruturas de deformação afetam o comportamento dos materiais durante os processos de recuperação e recristalização (HANSEN, 1990).

Um dos processos utilizados na conformação plástica do nióbio é o forjamento rotativo que consiste num processo de conformação direta, que pode ser realizado a quente ou a frio, utilizado para modificar a área de secção transversal de barras, tubos ou fios. Por se tratar de um processo de conformação plástica e, considerando-se que o volume permanece constante durante a conformação (SCHAEFFER, 1999), a redução de secção transversal tem como consequência o aumento do comprimento da peça trabalhada. A taxa de deformação no processo de

forjamento rotativo é, em muitos casos, superior a  $10^3 \text{ s}^{-1}$ . A redução máxima de diâmetro por passe é limitada pelo projeto do cone de entrada das matrizes ou pela capacidade de redução da máquina. A dureza, a resistência à tração e a redução em área em cada passe são os fatores que afetam mais fortemente a forjabilidade do material. O tipo e homogeneidade da microestrutura também influenciam na facilidade de forjamento e no grau de redução com o qual o metal pode ser trabalhado (HOFFMANNER, 1990).

### Materiais e Métodos

O Nb utilizado neste trabalho possui pureza de (99,8%), fundido em forno de feixe eletrônico (EBM). Como o material se encontrava num estado encruado, ele foi submetido a um tratamento térmico a 1300°C durante 2 horas em um forno Astro com atmosfera controlada de argônio e uma pureza de 99,999%, tendo como objetivo a sua recristalização. Logo depois, seccionou-se uma amostra na seção transversal e longitudinal para realizar a microdureza e avaliar se a microestrutura havia recristalizado. Os valores de microdureza vickers estão descritos na tabela 1. Após esta etapa, o lingote foi usinado para se reduzir sua seção transversal possibilitando a entrada do lingote na matriz de forjamento. Em seguida a barra circular de 150X14,6 mm foi submetida novamente ao processo de forjamento rotativo onde as reduções assim como os pontos onde foram retiradas as amostras estão especificados na tabela 2.

Tabela 1 - Microdurezas de amostra recristalizada.

Microdureza Vickers		
	Seção transversal	Seção longitudinal
1	78,5	80,8
2	77,7	80,0
3	78,0	80,8
4	74,2	81,3
5	75,5	82,7
6	73,1	82,7

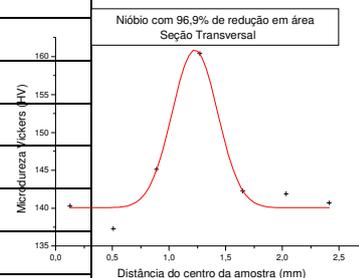
As amostras foram seccionadas na direção longitudinal e transversal em todos os pontos identificados na tabela 2. Com o objetivo de avaliar o encruamento do Nb mediante o processo de conformação mecânica por forjamento rotativo, medidas de microdureza Vickers foram realizadas utilizando-se um microdurômetro Micromet 2004 Bueher, com carga de 100gf com tempo de penetração de 30 segundos. Após a última redução no forjamento rotativo foram colhidas amostras para a realização do ensaio de tração em uma máquina Universal de Ensaio Mecânicos, marca MTS Cervo-Hidráulica modelo 81023M, com o objetivo de avaliar a resistência final da barra de Nb. O método Johnson foi utilizado para calcular as tensões de escoamento no gráfico obtido pela máquina de ensaio.

Tabela 2 – Reduções utilizadas durante o forjamento.

$\varnothing$ (mm)	RA (%) $100 \left[ 1 - \left( \frac{A_f}{A_i} \right) \right]$	$\Sigma$ RA (%)	$\epsilon$ $\ln \left[ \frac{100}{100 - (RA\%)} \right]$	$\Sigma$ $\epsilon$	Identificação das Amostras
14.6	----	----	----	----	01
13.4	15.7	15.7	0.17	0.17	
12.4	14.3	27.8	0.15	0.3	
11.4	15.4	39.0	0.16	0.5	02
10.4	16.7	49.2	0.18	0.6	
9.5	16.5	57.6	0.18	0.8	
8.7	16.1	64.4	0.17	1.0	03
7.9	17.5	70.7	0.19	1.2	
7.1	19.2	76.3	0.21	1.4	
6.3	21.2	81.3	0.23	1.6	04
5.8	15.2	84.2	0.16	1.8	
5.3	16.4	86.8	0.18	2.0	
4.8	17.9	89.1	0.19	2.2	05
4.3	19.7	91.3	0.22	2.4	
3.9	17.7	92.8	0.19	2.4	
3.5	19.4	94.2	0.21	2.8	06
3.1	21.5	95.4	0.24	3.0	
2.8	18.4	96.2	0.20	3.3	
2.5	20.2	96.9	0.22	3.4	07

**Resultados e Discussão**

Os valores encontrados de microdurezas estão



plotados nas figuras 1 e 2.

Podemos observar que tanto na seção transversal como na seção longitudinal, em reduções até aproximadamente 80% em área, o comportamento

do encruamento do nióbio mediante ao processo de conformação plástica se manteve crescente. No entanto, em reduções maiores que 80% em área observa-se que os valores de dureza tendem a estabilização, devido ao rearranjo e aniquilação de discordância durante a deformação, evidenciando a intensificação da recuperação dinâmica a partir deste estágio. Nota-se que as medidas iniciais de microdureza diferem para a amostra recristalizada nas seções longitudinal e transversal, isto talvez ocorra devido ao seccionamento de planos cristalográficos distintos.

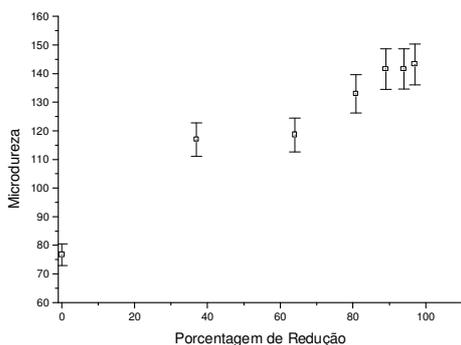


Figura 1 - Medidas de Microdureza – Seção Transversal.

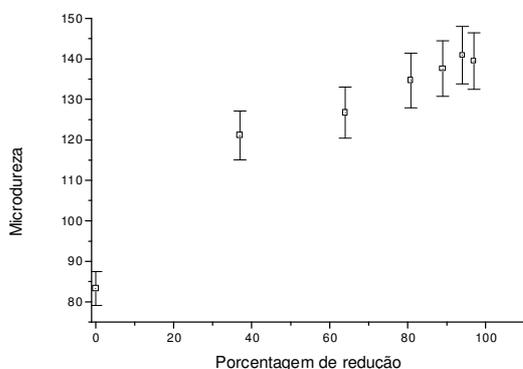


Figura 2 - Medidas de microdureza – Seção Longitudinal.

Amostras com reduções em área de 81,3 e 96,9% foram seccionadas nas seções transversal e longitudinal e em seguida realizou-se um mapeamento da microdureza da borda em relação ao centro para cada caso como mostra a figura 3 (a,b,c,d). Utilizou-se regressão Gaussiana para similar o comportamento da microdureza. Verificou-se um maior valor de microdureza no centro das amostras, isto devido ao processo de conformação mecânica onde o escoamento do material ocorre no centro da amostra. Havendo

assim uma maior movimentação das discordâncias e consequentemente maior dureza.

a) Nb 96,9% RA, seção transversal

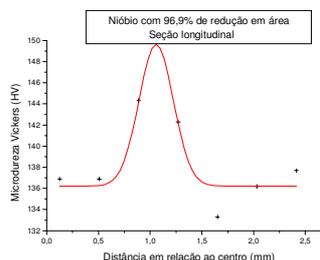
b) Nb 96,9% RA, seção longitudinal

c) Nb 81,3% RA, seção transversal

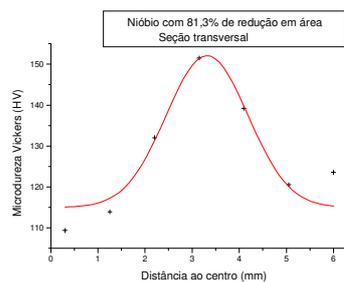
d) Nb 81,3% RA, seção longitudinal

Figura 3 – Avaliação da dureza nos seguintes casos:

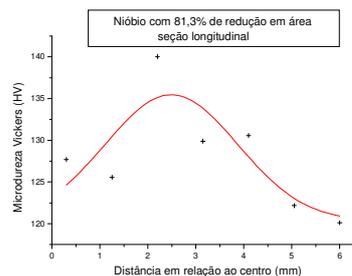
Os resultados obtidos pelo ensaio de tração estão demonstrados na tabela 3. Nota-se o aumento das tensões de escoamento, tensão



máxima e tensão de ruptura das amostras



tracionadas (2, 3 e 4) em relação ao material bruto

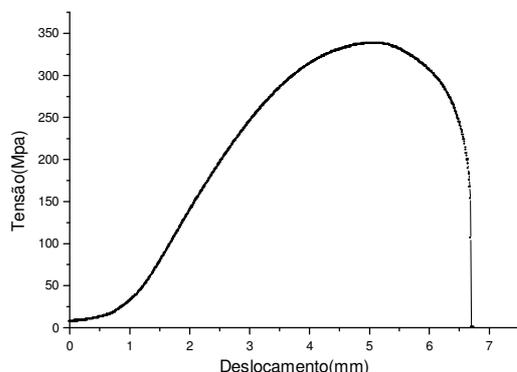


de fusão (amostra 1). O aumento destas tensões é imposta pela deformação plástica que, pela movimentação de discordâncias que ficam acumuladas nos contornos dos grãos e outros contornos dentro dos grãos (paredes de células, contornos de subgrão, bandas, etc), fazem com que a resistência do material aumente devido a difícil mobilidade dessas discordâncias. Na figura 4 está representado o gráfico tensão x deformação

Tabela 3 – Principais tensões obtidas para as amostras.

$\sigma$ (MPa)	Amostra				Média
	1	2	3	4	
$\sigma_{esc. (2)}$	110	267.5	268.7	275.0	270.5
$\sigma_{rup. (4)}$	105	154.0	145.0	150.0	150.0
$\sigma_{máx. (1)}$	175	340.0	335.0	340.0	338.0

Figura 4 – Gráfico tensão deformação considerando a média obtida para as tensões.



### Conclusão

A partir das análises das seções transversal e longitudinal pôde-se notar que para reduções de até 80% o Nb teve sua microdureza elevada de forma vertiginosa. No entanto, a partir de reduções superiores a esta o metal se comportou de forma diferente ao revelar valores de microdurezas bem próximas umas as outras. Esta ocorrência é explicada pela recuperação dinâmica em que há uma aniquilação das discordâncias geradas quando se trata de altas reduções. Numa outra perspectiva em torno das

microdurezas obtidas está a curva Gaussiana formada nos gráficos de microdureza pela distância do centro da amostra, tanto para seção transversal como para longitudinal, pois o escoamento da barra é maior no centro da mesma ocorrendo nessa região uma maior movimentação das discordâncias, o que retorna um valor maior de microdureza neste ponto.

### Referências

ASHBY, M.F. theory of work-hardening of precipitation – hardened alloys, In: MARTIN, J.W.

Precipitation hardening. Oxford, Pergamon Press,1968.

Bliant C. L.; Processing Refractory Metals: The Traditional and the Novel. JOM, Journal of Metals. April, 1999.

Cho K. C., D.J. Mun, Y.M. Koo, J.S. Lee, Effect of niobium and titanium addition on the hot ductility of boron containing steel, Materials Science and Engineering A 528 (2011) 3556-3561.

Hampel A.C., Rare metals handbook, second edition, New York, 1971.

Hansen. N.; Cold deformation microstructures, Materials Science and Technology, November 1990, vol. 6.

HAYHAYDEN, H.W.; MOFFATT, W.G.; WULFF, J. The structure and properties of materials. New York, John Wiley & Sons, 1965].

HOFFMANN L.A., Rotary swaging of bars and tubes. In: ASM Handbood. Materials pard, Ohio: ASM International, 1990, v.14,p. 128-144.

Hosford W.F., Jr.; Microstructural Changes During Deformation of{011} Fiber-Textured Metals, Transactions of the Metallurgical Society, vol. 230, February 1964.

Kumar, K.D.; The Manufacture and Fabrication of Tantalum. Refractory Metals. p. 29-31, April 1999.

MINCHER, A.L.;SHEELY, W.F. Effect of structured and purity on the mechanical properties of columbium. Transactions AIME, V.221, p19-25, 1961.

Nunes C. A., D. G. Pinatti and A. Robin.; Refractory metals & Hard Materials 17 (1999) p. 305-314.

Pawar V., C. Weaver, S. Jani; Physical characterization of a new compositions of oxidized zirconium-2,5 wt % niobium produced using a two step process for biomedical applications, Applied Surface Science 257 (2011) 6118-6124.

Ramírez G., Rodil S. E., Arzate H., Muhl S., Olaya J.J. - Niobium based coatings for dental implants- Applied Surface Science, 2011.

Schaeffer, L., “Conformação Mecânica”, Imprensa Livre Ed., 1999, RS – Brasil.

Schulze, K. K., Jehn, H. A., Hörz, G., High Temperature Interactions of Refractory Metals with Gases, Journal of Metals, 1988.

Sevillano, J. G., Cleavage-limited maximum strenght of work-hardened B.C.C. polycrystals, Acta Metall, 1986.

# XVINIC

Encontro Latino Americano  
de Iniciação Científica

# XI EPG

Encontro Latino Americano  
de Pós Graduação

# VINIC Jr

Encontro Latino Americano  
de Iniciação Científica Júnior

Spender, F., Liesner, C., Tantalum in Chemical Process Engineering Plants, First International Symposium on Tantalum, Rothenburg ob der Tauber – West Germany may 10-12, 1978.

Spitzig, W. A., Trybus, C. L. and Laabs, F. C., Structure properties of heavily cold-drawn niobium, Materials Science for Engineering, 1991.

Zhang G. X., Yukawa H., Watanabe N., Saito Y., Fukaya H., Morinaga M., Nambu T., Matsumoto Y. – Analysis of Hydrogen Diffusion Coefficient during Hydrogen permeation through pure niobium. Journal of Hydrogen Energy, 2008.

XVINIC

Encontro Latino Americano  
de Iniciação Científica

XI EPG

Encontro Latino Americano  
de Pós Graduação

VINIC Jr

Encontro Latino Americano  
de Iniciação Científica Júnior