



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE**  
**PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E**  
**ENGENHARIA DE MATERIAIS (*P<sup>2</sup>CEM*)**

**TIAGO NUNES LIMA**

**ESTUDO DO COMPORTAMENTO DE PROPAGAÇÃO DE**  
**TRINCAS POR FADIGA DE LIGAS DE TiNbSn EM**  
**FUNÇÃO DO TEOR DE ELEMENTOS DE LIGA,**  
**DEFORMAÇÃO A FRIO E ENVELHECIMENTO**

**SÃO CRISTÓVÃO, SE - BRASIL**  
**FEVEREIRO DE 2017**

“Estudo do comportamento de propagação de trincas por fadiga de ligas de TiNbSn em função do teor de elementos de liga, deformação a frio e envelhecimento”.

Tiago Nunes Lima

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS DA UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS.

Aprovada por:



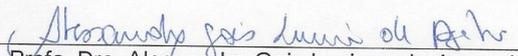
---

Prof. Dr. Sandro Griza



---

Profa. Dra. Sandra Andréia Stewart de Araujo Souza



---

Profa. Dra. Alessandra Gois Luciano de Azevedo

SÃO CRISTÓVÃO, SE – BRASIL.

Fevereiro/2017

**FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA CENTRAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE**

Sxxxx Lima, Tiago Nunes  
Estudo do comportamento de propagação de trincas por fadiga de ligas TiNbSn em função do teor de elementos de liga, deformação a frio e envelhecimento / Tiago Nunes Lima; orientador Sandro Griza. – São Cristóvão, 2017.

xx f. : il.

Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Sergipe, 2017.

1. Engenharia de materiais. 2. Mecânica da Fratura. 3. Ligas TiNbSn 4. Deformação a frio. I. Griza, Sandro, orient. II. Características de Mecânica da Fratura de Ligas TiNbSn deformadas a frio

CDU: xxxxxxxxxxxx

## DEDICATÓRIA

*Dedico este trabalho a minha família,  
minha namorada e meus amigos.*

*“Não te suponhas tão grande a ponto de  
ver os outros menores que  
você”.(Confúcio)*

## AGRADECIMENTOS

Agradeço, primeiramente, a minha família que fornece toda a estrutura para eu seguir firme nesse rumo que decidi para minha vida. Com certeza, as etapas que estão sendo concluídas se tornaram mais fáceis graças ao apoio da minha linda namorada, Carla Mayra. Agradeço também ao companheirismo do meu brother Ikaró Arthur.

Aos exemplos de engenheiros de materiais que tive o prazer de trabalhar junto, Celestino, Silvando e Thiaguinho. Agradeço a ajuda de Celestino nos ensaios de compressão com extensometria. Agradeço a Silvando por todas as dicas durante o mestrado e, principalmente, pelos ensinamentos fundamentais para a realização dos ensaios de propagação de trincas. Agradeço também a Thiaguinho por toda ajuda em relação à, praticamente, todas as etapas do meu projeto.

Ao meu orientador Sandro Griza pelas dicas e orientações para o desenvolvimento deste projeto. Aos companheiros de laboratório, Jader, Lucas, Renan, Ihanna, Abraão e Rafael. Enfim, toda a estrutura e apoio do grupo de pesquisa LAMP.

À CBMM pelo fornecimento do Nióbio.

Aos Prof. Dr. Juan Garcia de Blas e Prof. Dr. Luis Carlos Pereiras e a COPE-UFRJ pelo auxílio no processo de laminação a frio das ligas.

Ao Engenheiro Amós pela usinagem dos corpos de prova na Retífica Itabaiana. E a todos as outras pessoas que fazem parte do meu dia a dia, mas que não foram citadas.

Resumo da Dissertação apresentada ao P<sup>2</sup>CEM/UFS como parte dos requisitos necessários para a obtenção do título de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais.

## **ESTUDO DO COMPORTAMENTO DE PROPAGAÇÃO DE TRINCAS POR FADIGA DE LIGAS DE TiNbSn EM FUNÇÃO DO TEOR DE ELEMENTOS DE LIGA, DEFORMAÇÃO A FRIO E ENVELHECIMENTO**

Tiago Nunes Lima

Fevereiro / 2017

Orientador: Sandro Griza

Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais

Ligas de titânio são utilizadas para várias aplicações de maior responsabilidade, como por exemplo, nos setores biomédico, aeronáutico, energia, segurança, entre outros. Diversos estudos vem demonstrando que as ligas TiNbSn apresentam vantagens se comparadas a outras ligas de titânio com respeito a propriedades mecânicas. Estudos indicam a possibilidade de obter valor de resistência a tração tão elevado quanto de ligas tradicionalmente usadas como Ti6Al4V, através de deformação a frio e envelhecimento. Além disso, as ligas TiNbSn deformadas a frio podem apresentar módulo de elasticidade inferior a metade do módulo apresentado por ligas tradicionais. Esses indícios apontam para a possibilidade de intensificar a produção e comercialização de ligas TiNbSn para a fabricação de componentes de alta responsabilidade. Portanto, para essas aplicações, estudos sobre o comportamento de propagação de trincas são importantes e até mandatórios em certas circunstâncias, como por exemplo para a fabricação de componentes que possam sofrer falhas catastróficas. O objetivo do presente estudo foi avaliar o comportamento de propagação de trincas por fadiga das ligas do sistema TiNbSn deformadas a frio e envelhecidas. Neste estudo, foram produzidas as ligas Ti35Nb2Sn, Ti42Nb2Sn e Ti42Nb laminadas a frio com

80% de deformação verdadeira e envelhecidas a 400 °C por 48 horas. Ensaios  $da/dN \times \Delta K$  foram realizados e foi visto que as ligas Ti422 e Ti420, ambas envelhecidas, apresentaram os melhores resultados de resistência à propagação de trincas no regime de Paris e no limiar de propagação de trinca. Ou seja, o aumento de Nióbio e o tratamento de envelhecimento produzem liga de maior resistência a propagação de trinca. Esses resultados foram atribuídos à grande tortuosidade das trincas. Essa tortuosidade leva a um maior efeito de fechamento de trinca induzido pela rugosidade da fratura. Os valores de limiar aumentaram com o processo de envelhecimento devido ao aumento dos valores de módulo de elasticidade.

**Palavras-chave:** Ligas TiNbSn, Deformação a Frio, Envelhecimento, Propagação de Trincas.

Abstract of Master dissertation presented to P<sup>2</sup>CEM/UFS as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Master in Materials Science and Engineering (D.Sc.)

# **STUDY OF FATIGUE CRACK PROPAGATION BEHAVIOR OF TiNbSn ALLOYS AS A FUNCTION OF ALLOYS ELEMENTS, COLD DEFORMATION AND AGED**

Tiago Nunes Lima

February / 2017

Advisoris: Sandro Griza

Department: Materials Science and Engineering

Titanium alloys are used for several applications of greater responsibility, for example in the biomedical, aeronautical, energy, security, among others sectors. Several studies have shown that TiNbSn alloys have advantages compared to other titanium alloys with respect to mechanical properties. Studies indicate a possibility of obtaining a tensile strength value as high as that of alloys traditionally used as Ti6Al4V, through cold deformation and aging. In addition, cold deformed TiNbSn alloys may have modulus of elasticity less than half the modulus presented by traditional alloys. These indications point to the possibility of intensifying the production and commercialization of TiNbSn alloys for the manufacture of highly responsible components. Therefore, for these applications, studies on the crack propagation behavior are important and even mandatory in certain circumstances, for example for the manufacture of components that may suffer catastrophic failures. The purpose of this study was to evaluate the fatigue crack propagation behavior of TiNbSn alloys system cold deformed and aged. In this study, the cold-rolled Ti35Nb2Sn, Ti42Nb2Sn and Ti42Nb alloys were produced with 80% true deformation and aged at 400 ° C for 48 hours.  $da/dN \times \Delta K$  tests were carried out and it was observed that the

Ti422 and Ti420 alloys, both aged, had the best results of crack propagation resistance in the Paris regime and in the crack propagation threshold. That is, the increase of Niobium and the aging treatment produces alloy of greater crack propagation resistance. These results were attributed to the great cracks tortuosity. This tortuosity leads to a greater roughness induced crack closure effect. The threshold values increased with the aging process due to the increase in the modulus of elasticity values.

**Keywords:** TiNbSn alloys, Cold Deformation, Aging, Crack propagation.

# SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS.....	xii
LISTA DE TABELAS.....	xv
1. INTRODUÇÃO.....	1
2. OBJETIVOS .....	4
<b>2.1. Objetivo geral.....</b>	<b>4</b>
<b>2.2. Objetivos específicos.....</b>	<b>4</b>
3. Revisão Bibliográfica .....	5
<b>3.1. Titânio e suas ligas.....</b>	<b>5</b>
<b>3.2. Deformação plástica.....</b>	<b>7</b>
<b>3.3. Envelhecimento .....</b>	<b>12</b>
<b>3.4. Ligas de titânio tipo <math>\beta</math>.....</b>	<b>16</b>
<b>3.5. Ligas Ti-Nb-Sn .....</b>	<b>20</b>
<b>3.6. Ensaio de propagação de trinca da/dN x <math>\Delta K</math> .....</b>	<b>24</b>
<b>3.7. Comportamento de crescimento de trincas por fadiga em ligas de titânio.....</b>	<b>33</b>
4. MATERIAIS E MÉTODOS .....	35
<b>4.1. Produção das ligas.....</b>	<b>35</b>
<b>4.2. Tratamentos termomecânicos .....</b>	<b>38</b>
<b>4.3. Ensaio de compressão.....</b>	<b>40</b>
<b>4.4. Ensaio da/dN x <math>\Delta K</math>.....</b>	<b>42</b>
<b>4.5. Análise metalográfica do perfil de propagação da trinca .....</b>	<b>47</b>
<b>4.6. Análise da superfície de fratura.....</b>	<b>47</b>
5. RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	48
<b>5.1. Ensaio de compressão .....</b>	<b>48</b>
<b>5.2. Ensaio de propagação de trincas da/dn x <math>\Delta K</math>.....</b>	<b>52</b>
<b>5.3. Análise metalográfica do perfil de propagação da trinca .....</b>	<b>59</b>
<b>5.4. Análise da superfície de fratura.....</b>	<b>63</b>
6. CONCLUSÕES.....	70
7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....	71
8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	72

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 1.</b> Microscopia eletrônica de transmissão de campo escuro mostrando os precipitados da fase $\omega$ com morfologia (a) elipsoidal na liga Ti16Mo envelhecida a 450 °C por 48 horas e (b) cuboidal na liga Ti8Fe envelhecida a 400 °C por 4 horas [20].....	06
<b>Figura 2.</b> Diferentes microestruturas que podem ser produzidas na liga Ti6Al4V: (a) lamelar ou Widmanstätten e (b) bimodal. A fase $\beta$ está representada pela fase clara e a fase $\alpha$ pela fase escura nas metalografias [22].....	07
<b>Figura 3.</b> (a) cristal perfeito e (b) logo após a ocorrência de deformação plástica quando o metal é cisalhado, formando uma discordância [24].....	08
<b>Figura 4.</b> (a) Representação e (b) metalografia de Ti puro deformado mostrando a formação das bandas de cisalhamento [25].....	09
<b>Figura 5.</b> Microestrutura de um metal (a) antes e (b) depois da deformação plástica. Antes temos uma microestrutura com grãos equiaxiais e depois os grãos ficam alongados na direção do processo de deformação [23].....	10
<b>Figura 6.</b> Sistema de escorregamento da estrutura HC [24].....	11
<b>Figura 7.</b> Representação da interface entre duas fases sólidas hipotéticas $\alpha$ e $\beta$ : (a) coerentes sem deformação da rede; (b) coerentes com deformação da rede; (c) semicoerentes; e (d) incoerentes [28].....	14
<b>Figura 8.</b> Representação da sequência de precipitados formados ao longo do tempo para uma liga AlCu e sua influência na dureza [28].....	15
<b>Figura 9.</b> Imagem de microscopia eletrônica de transmissão das lamelas da fase $\alpha$ (a) nucleada no interior dos grãos e (b) nucleadas a partir dos contornos de grãos [41].....	18
<b>Figura 10.</b> Diagrama de fases no equilíbrio do sistema Ti-Nb [48].....	21
<b>Figura 11.</b> Efeito da temperatura de envelhecimento na resistência à tração e no módulo de elasticidade de ligas Ti-33,6Nb-4Sn deformadas a frio (adaptado) [5].....	23
<b>Figura 12.</b> Imagem de microscópio eletrônico de alta resolução da liga Ti25Nb11Sn envelhecida a 400 °C por 2 horas (a) e transformada rápida de Fourier de regiões que consistem em $\beta$ (b) e $\alpha$ (c) [49].....	24

<b>Figura 13.</b> Gráfico do comportamento típico do crescimento de trincas por fadiga em metais (adaptado) [54].....	26
<b>Figura 14.</b> Curvas da $d/dN \times \Delta K$ de ligas de alumínio com $R = 0,05$ [55].....	27
<b>Figura 15.</b> Comportamento de crescimento de trinca bilinear. O comportamento sensível a microestrutura é observado quando a zona plástica cíclica < tamanho de grão médio. O comportamento insensível a microestrutura ocorre quando a zona plástica cíclica > tamanho de grão médio (adaptado) [26].....	30
<b>Figura 16.</b> Esquema ilustrativo do fenômeno de fechamento de trinca induzido pela rugosidade (adaptado) [77].....	32
<b>Figura 17.</b> Tortuosidade da trinca, tende reduzir a faixa de intensidade de tensão efetiva na ponta da trinca abaixo da faixa aplicada e envolve vários mecanismos (adaptado) [69].....	33
<b>Figura 18.</b> Fluxograma mostrando todas as atividades realizadas nesse estudo.....	34
<b>Figura 19.</b> Dois dos lingotes de 280 g produzidos no forno de fusão.....	37
<b>Figura 20.</b> Imagem das etapas do processo de deformação empregado nas ligas: (a) laminação a quente a 850 °C, (b) laminação a frio até 80% de deformação verdadeira.....	39
<b>Figura 21.</b> Imagem de uma chapa após o processo de laminação a frio.....	39
<b>Figura 22.</b> Representação das rotas de processamento termomecânico utilizadas neste trabalho, onde foram produzidas as ligas na condição laminada a frio (D) e envelhecida (E).....	40
<b>Figura 23.</b> Detalhes dos ensaios realizados para medir o módulo de elasticidade em diferentes direções das ligas laminadas. Em (a) temos os corpos de prova com os extensômetros colados nas direções paralela e perpendicular a direção de laminação. Em (b) é mostrado fotos do sistema de extensometria utilizado e do posicionamento do corpo de prova na máquina de ensaios.....	42
<b>Figura 24.</b> Representação da geometria do corpo de prova em milímetros.....	43
<b>Figura 25.</b> Imagens da (a) fabricação do entalhe e (b) dos corpos de prova de MF.....	44
<b>Figura 26.</b> Diferentes configurações para a fabricação de corpos de prova tipo SENB3 para ensaio de mecânica da fratura.....	45

<b>Figura 27.</b> Curvas tensão x deformação para as ligas (a) Ti352, (b) Ti420 e (c) Ti422 ensaiadas por compressão.....	49
<b>Figura 28.</b> Corpo de prova antes e depois do ensaio de compressão.....	50
<b>Figura 29.</b> Curvas da/dN x $\Delta K$ para dois corpos de prova da liga Ti352E.....	52
<b>Figura 30.</b> Curvas da/dN x $\Delta K$ para as ligas (a) deformadas a frio e (b) envelhecidas.....	54
<b>Figura 31.</b> Comparação das curvas da/dN x $\Delta K$ para as ligas Ti352D e Ti352DE.....	55
<b>Figura 32.</b> Curva da/dN x $\Delta K$ no regime de Paris para a liga Ti420D mostrando as diferentes zonas formadas: reta preta (Zona A) e reta branca (Zona B).....	58
<b>Figura 33.</b> Microestruturas das ligas (a) Ti352D, (b) Ti352E, (c) Ti420D, (d) Ti420E, (e) Ti422D e (f) Ti422E.....	60
<b>Figura 34.</b> Perfil do caminho de propagação da trinca para as ligas (a) Ti352D, (b) Ti352E, (c) Ti422D, (d) Ti422E, (e) Ti420D e (f) Ti420E.....	62
<b>Figura 35.</b> Fotos tiradas através de lupa das superfícies de fraturas da liga Ti352D.....	65
<b>Figura 36.</b> Fotos tiradas através de lupa das superfícies de fraturas da liga Ti352E.....	66
<b>Figura 37.</b> Fotos tiradas através de lupa das superfícies de fraturas da liga Ti422D.....	67
<b>Figura 38.</b> Fotos tiradas através de lupa das superfícies de fraturas da liga Ti422E.....	68
<b>Figura 39.</b> Análise de MEV da região em que ocorreu a fratura instável das ligas (a) Ti352D, (b) Ti352E, (c) Ti422D, (d) Ti422E, (e) Ti420D e (f) Ti420E. As setas indicam a direção da propagação da fratura.....	69

## LISTA DE TABELAS

<b>Tabela 1.</b> Distribuição das matérias-primas em relação ao grau de pureza e origem.....	36
<b>Tabela 2.</b> Pesagem das composições das ligas TiNbSn.....	37
<b>Tabela 3.</b> Resultados das propriedades de módulo de elasticidade (E), tensão de escoamento ( $\sigma_e$ ) e tensão na ruptura ( $\sigma_{m\acute{a}x}$ ) para as diferentes ligas do sistema TiNbSn nas diferentes direções em relação a direção de laminação. Os valores de desvio padrão estão entre parênteses.....	51
<b>Tabela 4.</b> Relação dos valores de limiar para várias classes de materiais testadas a uma razão de carregamento igual a 0,1.....	56
<b>Tabela 5.</b> Valores de “C”, “m” e $R^2$ obtidas da equação da região II da curva da/dN x $\Delta K$ para cada liga.....	58
<b>Tabela 6.</b> Valores de “C”, “m” e $R^2$ obtidas da equação das diferentes zonas formadas na região II das curvas da/dN x $\Delta K$ para as ligas Ti420D.....	59

## 1. INTRODUÇÃO

As ligas de titânio possuem um conjunto de propriedades que as tornam bastantes atraentes para várias aplicações de responsabilidade, desde áreas de transporte (aeronáutica, automobilística), passando pela área de saúde (equipamentos e componentes biomédicos) até áreas como defesa e energia.

Normalmente, ligas de titânio são classificadas em ligas tipo  $\alpha$ ,  $\alpha + \beta$  ou  $\beta$ . Um exemplo de uma liga tipo  $\alpha + \beta$  é a liga Ti6Al4V. Esta liga é de longe a liga de titânio mais utilizada na indústria, tanto no setor aeroespacial como biomédico. Existem duas razões para o sucesso da liga Ti6Al4V. Em primeiro lugar, o bom equilíbrio de suas propriedades, e em segundo lugar, é a liga de titânio desenvolvida mais intensamente testada, o que é uma grande vantagem, especialmente na indústria aeroespacial [1]. No entanto, como esta liga  $\alpha + \beta$  possui módulo de elasticidade relativamente elevado e possui elementos tóxicos ao corpo humano, esta liga poderia ser substituída em algumas aplicações por outras ligas mais adequadas. Assim, as ligas de titânio tipo  $\beta$  com elementos não nocivos ao corpo humano possuem grande potencial para esta substituição em longa escala.

Ligas de titânio tipo  $\beta$  estão sendo desenvolvidas devido as suas excelentes propriedades, que as tornam objeto de intensos estudos para determinação de composição e processamento otimizados. Por se tratar de ligas tratáveis termicamente, as ligas de titânio tipo  $\beta$  metaestáveis podem apresentar uma ampla faixa de propriedades mecânicas fazendo uso de tratamentos térmicos como o envelhecimento. Além disso, há a possibilidade de fabricar estas ligas através de processos de deformação a frio, uma vez que estas ligas apresentam boa ductilidade. A literatura aponta ligas de titânio  $\beta$  deformadas à frio como materiais promissores tanto para aplicação estrutural; onde é necessário alta resistência, boa ductilidade e leveza; como para aplicação biomédica, onde além destas propriedades é exigido também baixo módulo de elasticidade e boa resistência à corrosão em ambiente corpóreo.

O nióbio e o estanho têm sido adicionados ao titânio para a realização de estudos devido a sua capacidade de estabilizarem a fase  $\beta$  a temperatura ambiente, sendo possível assim produzir ligas de titânio tipo  $\beta$ . Esses elementos são biocompatíveis e melhoram algumas propriedades das ligas de

titânio, como por exemplo, reduzindo o módulo de elasticidade [2,3]. Além disso, o Brasil é o maior produtor de nióbio. Então estudos que envolvam este metal específico são importantes para o desenvolvimento industrial em nível nacional.

Nesse contexto, no desenvolvimento de novas ligas de titânio tipo  $\beta$  para aplicações em componentes de alta responsabilidade, algumas ligas do sistema TiNbSn deformadas a frio e envelhecidas mostram um grande potencial devido ao seu conjunto de propriedades [2-11].

Para a introdução de novos materiais em aplicações mais nobres, onde altos níveis de segurança são necessários, ensaios de mecânica da fratura devem ser realizados a fim de conhecer propriedades como tenacidade à fratura e taxa de propagação de trincas de fadiga. O conhecimento de tais propriedades é inclusive mandatório para aplicações em setores como aeroespacial e energia, a fim de homologar produtos fabricados com novas ligas. No entanto, não existe na literatura estudos a respeito das propriedades de mecânica da fratura para o sistema de ligas TiNbSn. Portanto, são necessários estudos dessas propriedades para se ampliar o entendimento a respeito do desempenho dessas novas ligas.

Ensaio de propagação de trincas por fadiga  $da/dN \times \Delta K$  geram como resultado curvas que mostram todas as fases do comportamento de propagação de um defeito pré-existente, na forma de uma trinca por exemplo, desde a iniciação da trinca até o seu colapso. Para a maioria dos metais, dentro do regime de Paris (região II da curva) é apresentado um comportamento de taxa de propagação de trinca linear com o aumento do fator de intensidade de tensão. No entanto, devido à grande variedade de microestruturas que as ligas metálicas podem apresentar (dependendo da composição e processamento termomecânico) e a depender do meio de ensaio, os dados de propagação de trinca nem sempre são lineares nessa região da curva, podendo apresentar joelhos e mudanças na inclinação da curva [12-19]. Além do mais, efeitos de fechamento de trinca podem estar presentes em metais e influenciar nos resultados de taxa de propagação da trinca.

Neste estudo foram produzidas as ligas Ti35Nb2Sn, Ti42Nb2Sn e Ti42Nb nas condições de laminadas a frio com 80 % de deformação verdadeira e envelhecidas a 400 °C por 48 horas. Estes parâmetros de processamento foram escolhidos devido ao conjunto promissor de propriedades mecânicas obtidas em estudos anteriores [11]. Ensaios  $da/dN \times \Delta k$  foram realizados para avaliar o comportamento de propagação de trincas por fadiga das ligas e análises complementares foram realizadas a fim de explicar os diferentes comportamentos de propagação de trincas.

## 2. OBJETIVOS

### 2.1. Objetivo geral

O objetivo do presente estudo é avaliar o comportamento de propagação de trincas por fadiga das ligas Ti35Nb2Sn, Ti42Nb2Sn e Ti42Nb laminadas a frio com 80% de redução verdadeira e envelhecidas a 400 °C por 48 horas.

### 2.2. Objetivos específicos

- Avaliar as propriedades mecânicas nas direções paralela e perpendicular para verificar se as ligas laminadas a frio e envelhecidas possuem propriedades anisotrópicas devido a laminação;
- Observar a influência do envelhecimento e composição química nos valores de limiar para início de propagação das trincas (*threshold*) das ligas;
- Avaliar a resistência à propagação de trincas por fadiga no regime de Paris das ligas deformadas a frio e envelhecidas;
- Associar o comportamento das curvas  $da/dN \times \Delta K$  com o perfil de propagação de trincas por fadiga das ligas;
- Através da análise da superfície de fratura pretende-se associar os micromecanismos de fratura aos resultados de propagação de trinca para as diferentes condições testadas.

### 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1. Titânio e suas ligas

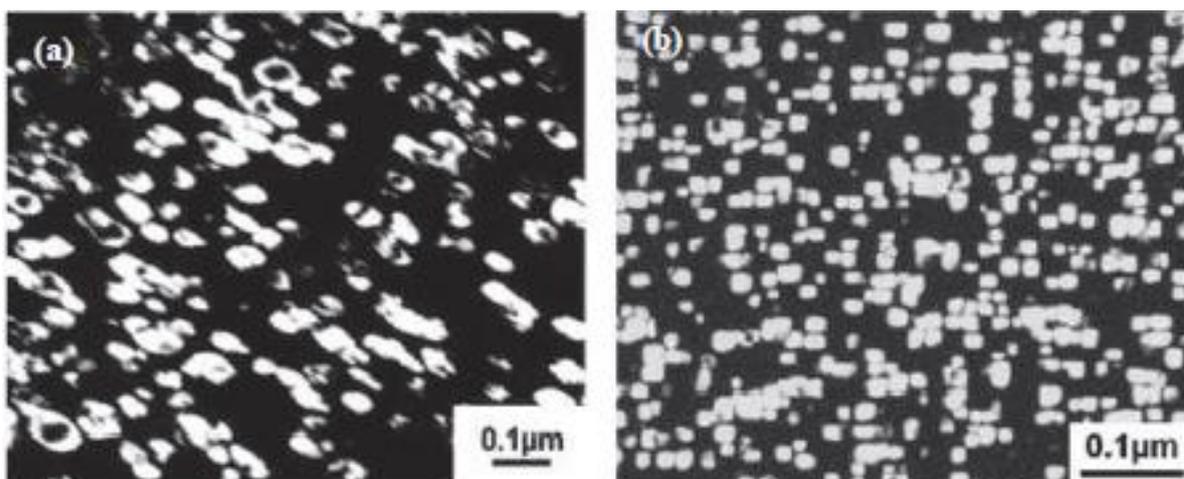
O titânio puro apresenta transformação alotrópica a temperatura de 882 °C (temperatura  $\beta$ -transus), mudando de estrutura hexagonal compacta (fase  $\alpha$ ) para estrutura cúbica de corpo centrado (fase  $\beta$ ). A temperatura  $\beta$ -transus do titânio pode ser mudada com a adição de elementos intersticiais ou substitucionais. Os elementos que diminuem a temperatura  $\beta$ -transus são chamados de elementos  $\beta$ -estabilizadores (V, Nb, Mo, Ta, etc.), já os elementos que aumentam essa temperatura são chamados de elementos  $\alpha$ -estabilizadores (Al, O, N, C) [1,20].

Fora do equilíbrio termodinâmico, podem se formar em ligas de titânio diferentes fases através do controle da taxa de resfriamento e da composição da liga, são elas:  $\alpha'$  (martensita hexagonal),  $\alpha''$  (martensita ortorrômbica) e  $\omega$  (hexagonal).

A transformação martensítica envolve movimento cooperativo de átomos por um tipo de processo de cisalhamento, resultando em uma transformação microscopicamente homogênea da rede cristalina cúbica de corpo centrada para outra estrutura como a hexagonal compacta ao longo de um determinado volume [20]. Assim, a fase  $\beta$  das ligas de titânio pode se transformar em martensita hexagonal ( $\alpha'$ ) ou ortorrômbica ( $\alpha''$ ), dependendo basicamente da composição e do processamento da liga. A fase  $\alpha''$  pode ser formada tanto por resfriamento rápido quanto por deformação plástica. Esta última é chamada de martensita induzida por deformação. A formação de martensita induzida por deformação leva a um aumento na resistência e ductilidade da liga, do mesmo modo que acontece com os aços [21].

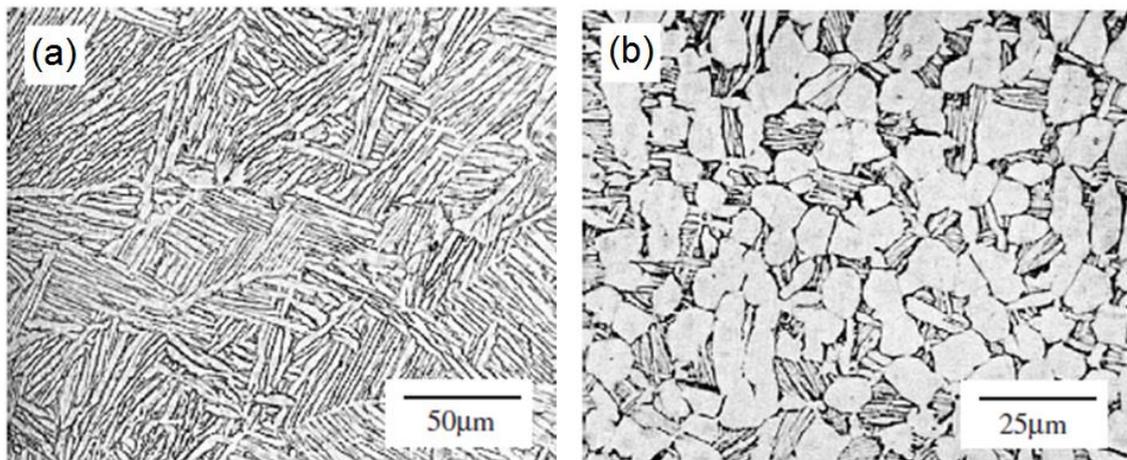
A fase  $\omega$  pode ser formada de forma atérmica ou isotérmica. Em tratamentos térmicos com resfriamentos bruscos a fase  $\omega$  atérmica forma-se devido ao cisalhamento dos planos  $(111)\beta$ , por causa da falta de difusão dos átomos. Assim, a fase  $\omega$  possui a mesma composição da fase anterior. A fase  $\omega$  isotérmica, por sua vez, forma-se quando há difusão atômica produzida por resfriamento lento ou durante tratamentos térmicos de envelhecimento. Assim, a fase  $\omega$  forma-se por nucleação e crescimento e possui composição diferente da fase anterior (fase  $\beta$ ).

A fase  $\omega$  das ligas de titânio pode estar presente com diferentes morfologias dependendo da coerência entre as fases  $\beta$  e  $\omega$ . Sistemas com baixa coerência entre essas fases (ligas TiNb e TiMo) apresentam morfologia elipsoidal com eixo paralelo a uma das quatro direções  $\langle 111 \rangle$  da rede CCC (Figura 1(a)). Entretanto, em sistemas com alta coerência, como em ligas TiFe, TiV e TiCr, os precipitados de  $\omega$  se formam com morfologia cuboidal com a superfície plana paralela aos planos  $\{100\}$  da rede CCC (Figura 7(b)) [20].



**Figura 1.** Microscopia eletrônica de transmissão de campo escuro mostrando os precipitados da fase  $\omega$  com morfologia (a) elipsoidal na liga Ti16Mo envelhecida a 450 °C por 48 horas e (b) cuboidal na liga Ti8Fe envelhecida a 400 °C por 4 horas [20].

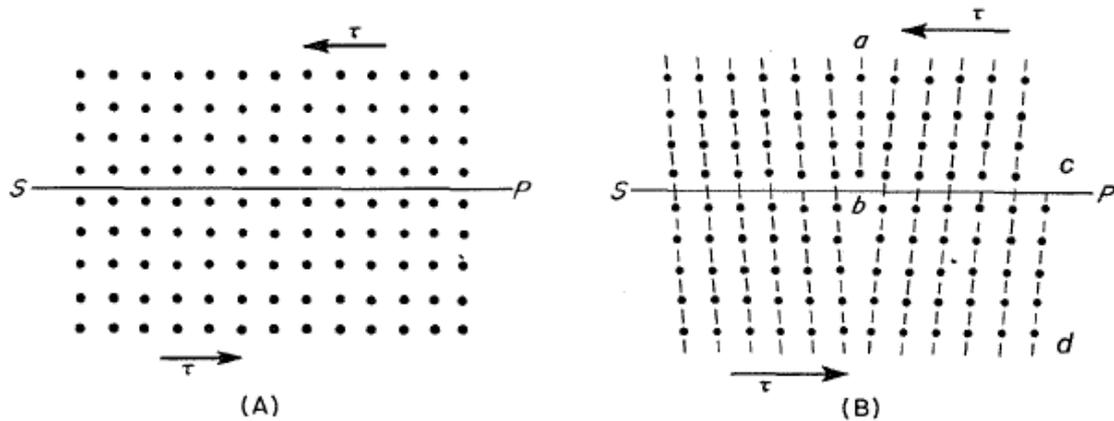
Através do controle de tratamentos térmicos e da adição de elementos de liga é possível produzir uma ampla variedade de microestruturas diferentes em ligas de titânio, que a depender da microestrutura e da fração volumétrica de cada fase podem ser divididas em três grupos: ligas  $\alpha$ , ligas  $\alpha + \beta$  e ligas  $\beta$ . A liga de titânio mais conhecida no mundo e mais amplamente aplicada (tanto em setores biomédicos como aeroespaciais, entre outros) é a liga Ti6Al4V, que é do tipo  $\alpha + \beta$ . Esta liga pode apresentar diferentes microestruturas e, conseqüentemente, uma ampla variedade de propriedades mecânicas através do uso de diferentes tratamentos térmicos. A Figura 2 apresenta as principais microestruturas encontradas para esta liga: (a) lamelar ou Widmanstätten e (b) bimodal.



**Figura 2.** Diferentes microestruturas que podem ser produzidas na liga Ti6Al4V: (a) lamelar ou Widmanstätten e (b) bimodal. A fase  $\beta$  está representada pela fase clara e a fase  $\alpha$  pela fase escura nas metalografias [22].

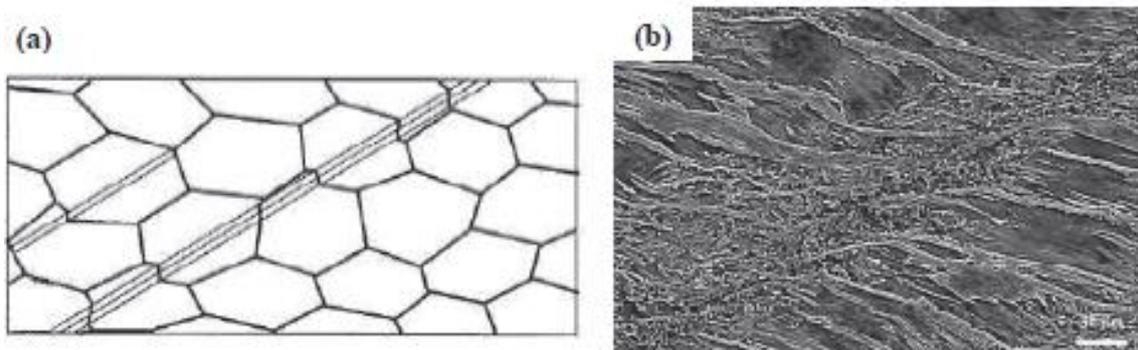
### 3.2. Deformação plástica

A deformação plástica, em escala atômica, corresponde à quebra de ligações com os átomos vizinhos seguida da formação de novas ligações com novos átomos vizinhos. Em escala macro e microscópica, a deformação plástica ocorre quando a tensão aplicada ao material é superior a tensão cisalhante de escoamento. Dessa forma, ao remover essa tensão parte do material deformado não retorna ao seu estado original, ou seja, a deformação plástica corresponde a deformação permanente do material. O mecanismo de deformação plástica é diferente para os materiais. Nos materiais cristalinos (metais), este processo ocorre principalmente por escorregamento dos cristais, através do movimento de descontinuidades na rede cristalina chamadas de discordâncias. A Figura 3 mostra um esquema da formação de uma discordância. Por outro lado, em materiais não cristalinos a deformação plástica ocorre mediante mecanismo de escoamento viscoso [23].



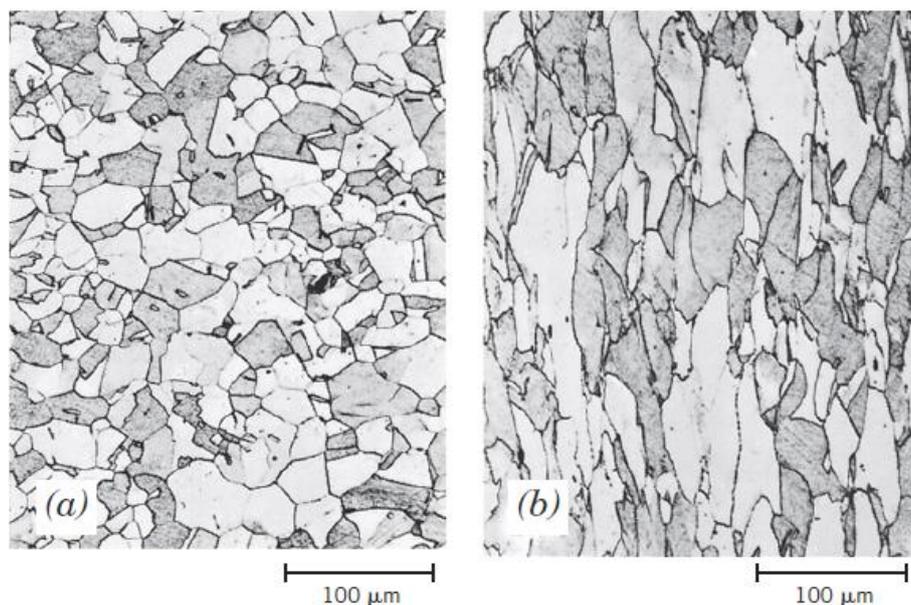
**Figura 3.** (a) cristal perfeito e (b) logo após a ocorrência de deformação plástica quando o metal é cisalhado, formando uma discordância [24].

Existem vários defeitos que podem ser gerados através da deformação plástica dos metais. Os principais são a maclação, discordâncias, bandas de cisalhamento e falhas de empilhamento. A formação desses defeitos dependem de vários fatores: estrutura cristalina do metal, temperatura, grau de deformação, taxa de deformação, elementos de liga e energia de falha de empilhamento. As discordâncias são os defeitos mais comuns nos metais e são responsáveis pelo processo de deformação plástica nestes materiais. No entanto, também pode ocorrer a formação de outros defeitos em conjunto com as discordâncias. Bandas de cisalhamento são formados no titânio e suas ligas, por exemplo. Esse defeito resulta da instabilidade plástica do material e corresponde a regiões de intenso cisalhamento as quais ocorrem independente da cristalografia e estrutura do grão e, portanto, não se limita a um único grão, atravessando-os. Em metais que sofreram processo de laminação, as bandas de cisalhamento ocorrem com o ângulo de 35° em relação à direção de laminação [25]. A Figura 4 mostra uma metalografia do Ti puro deformado e a representação das bandas de cisalhamento formadas ao longo dos grãos.



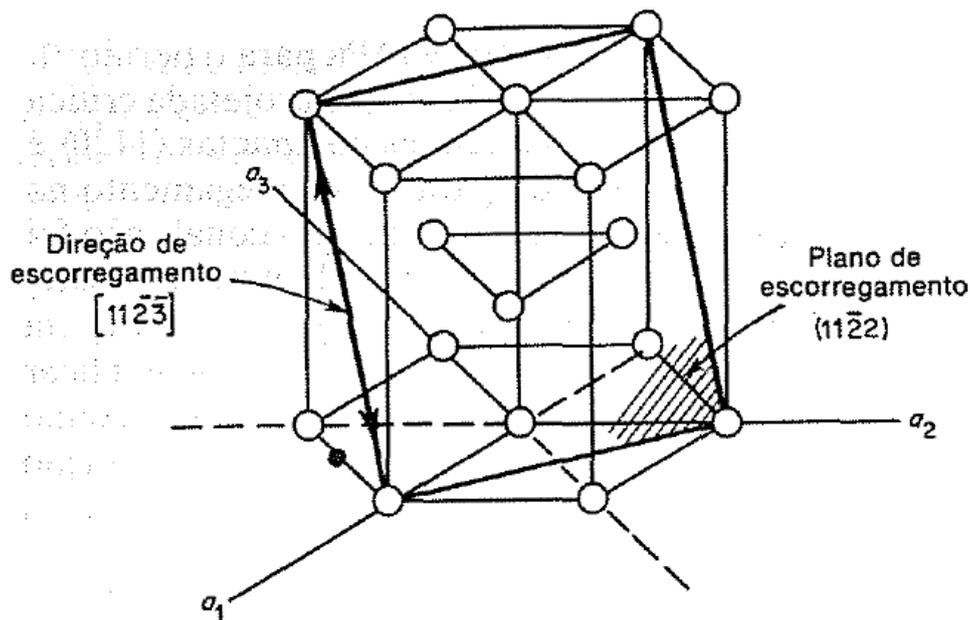
**Figura 4.** (a) Representação e (b) metalografia de Ti puro deformado mostrando a formação das bandas de cisalhamento [25].

Nos materiais policristalinos, devido a aleatoriedade das orientações cristalográficas do grande número de grãos, a direção de escorregamento varia de grão para grão. Em cada grão, o movimento das discordâncias ocorre ao longo do sistema de escorregamento mais compacto, que devido a maior proximidade dos átomos possui a orientação mais favorável para o movimento das discordâncias. Os sistemas preferenciais de escorregamento de uma determinada estrutura cristalina são o conjunto das direções de maior densidade atômica sobre os planos de maior densidade atômica. A Figura 5 mostra micrografias de uma amostra metálica antes e depois da deformação plástica, onde nota-se que a deformação plástica provoca um direcionamento dos grãos, mudando sua forma.



**Figura 5.** Microestrutura de um metal (a) antes e (b) depois da deformação plástica. Antes temos uma microestrutura com grãos equiaxiais e depois os grãos ficam alongados na direção do processo de deformação [23].

Para cada estrutura cristalina existe um ou mais sistemas de escorregamento onde pode ocorrer a deformação plástica. Metais com estruturas cúbica de corpo centrado (CCC) e cúbica de face centrada (CFC) possuem um número relativamente grande de sistemas de escorregamento (pelo menos 12). Desse modo, esses metais são bastante dúcteis, uma vez que uma extensa deformação plástica é normalmente possível ao longo dos vários sistemas. Por outro lado, metais com estrutura HC, possuem poucos sistemas de escorregamento ativos e, por isso, são menos dúcteis. A Figura 6 mostra um plano e direção de escorregamento para um metal com estrutura HC, por exemplo, o titânio alfa [23].



**Figura 6.** Sistema de escorregamento da estrutura HC [24].

Uma vez que o processo de deformação plástica dos metais se dá por meio do movimento das discordâncias, fatores que restringem esse movimento tornam os materiais mais resistentes à deformação plástica. A densidade de discordâncias aumenta com o aumento da deformação plástica em um metal devido a multiplicação das discordâncias ou à formação de novas discordâncias. Dessa forma, a distância média de uma discordância para outra diminui ao passo que aumenta a deformação plástica de um metal, com isso ocorre maior restrição do movimento das discordâncias, fenômeno conhecido como encruamento. Portanto, a dureza e a resistência mecânica de um metal pode ser aumentada através do encruamento. O parâmetro que representa a habilidade de um metal em ser submetido ao encruamento é chamado de coeficiente de encruamento. Quando maior for o coeficiente de encruamento de um metal, maior será o encruamento para uma dada intensidade de deformação plástica [23,26].

As propriedades dos materiais, em geral, dependem da direção na qual é medida. Materiais em que as propriedades medidas são iguais em todas as direções do corpo de prova são chamados de isotrópicos. Por outro lado, os materiais que possuem diferenças nas propriedades dependendo da direção de medição são chamados de anisotrópicos. Uma amostra policristalina poderá

ser considerada isotrópica se seus grãos estiverem orientados ao acaso, onde a anisotropia dos grãos se compensará mutuamente. No entanto, os materiais metálicos geralmente passam em alguma etapa do processo de fabricação por processos de deformação plástica, que tendem a alinhar os grãos em alguma direção, produzindo um material anisotrópico. Estes processos produzem o que se chama de textura ou orientação preferencial [26].

O módulo de elasticidade também depende da orientação cristalográfica. Portanto, o módulo de elasticidade das ligas metálicas pode ser diminuído controlando a textura do material através do processamento mecânico. A liga intensamente deformada a frio fica texturizada. As ligas texturizadas apresentam menores módulos de elasticidade nessa direção da texturização, devido a menor densidade atômica nessa direção do arranjo cristalino. A presença de certa orientação pode afetar os valores das propriedades mecânicas em torno de 20 a 50%. Desse modo, o efeito da textura sobre as propriedades é explorado na produção de materiais com características ou comportamento específicos para aplicações onde deseja-se diferentes propriedades em cada direção da peça final [27].

Alguns materiais (alguns aços inoxidáveis, ligas de níquel e de titânio, por exemplo) com microestruturas metaestáveis, quando deformados, são susceptíveis a formação da martensita induzida por deformação. A transformação da martensita induzida por deformação se dá através de um movimento cooperativo de átomos sem qualquer difusão de longo alcance. Desse modo, ligas que apresentam essa característica possuem uma grande capacidade de aumento de resistência empregando-se processos de deformação plástica. Nesse caso, o aumento de resistência se dá tanto por encruamento do material como pela formação da martensita induzida por deformação.

### **3.3. Envelhecimento**

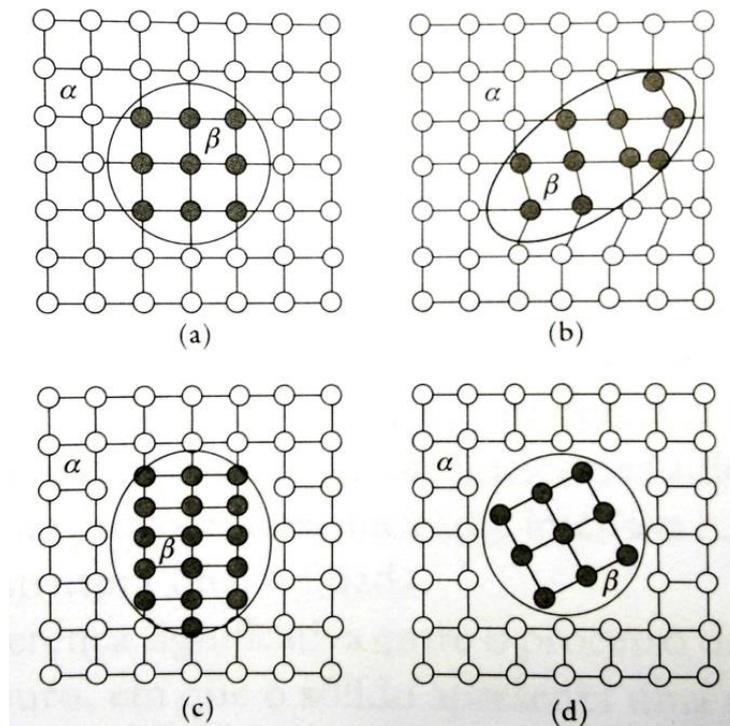
A resistência e dureza de algumas ligas metálicas podem ser melhoradas através do tratamento térmico de envelhecimento, ou endurecimento por precipitação, que é o tratamento térmico aplicado em certas ligas que provoca a formação de partículas de segunda fase extremamente

pequenas e uniformemente dispersas no interior de uma matriz mais dúctil. No entanto, nem todas as ligas metálicas podem ser endurecidas por precipitação. Algumas características devem ser exibidas pelos diagramas de fases da liga para que esse processo ocorra: deve haver uma apreciável solubilidade máxima de um componente da liga no outro e deve haver um limite de solubilidade que diminua com a concentração do componente majoritário ao se reduzir a temperatura. Além disso, a composição da liga deve ser inferior à solubilidade máxima. Para ocorrer o envelhecimento, deve-se escolher uma temperatura em que a velocidade de nucleação, ou seja, da formação dos precipitados, seja maior do que a velocidade de crescimento destes precipitados. Exemplos de ligas que podem ser envelhecidas são as ligas de cobre berílio, cobre alumínio, algumas ligas de alumínio (AlCu, AlBe e AlMg), algumas ligas ferrosas como no caso de aços inoxidáveis da classe PH (*precipitation hardness*) e algumas ligas de titânio (TiNb, por exemplo) [23].

O processo de endurecimento por precipitação é dividido em duas etapas. Primeiro, o material deve passar por uma etapa de solubilização, onde a liga é aquecida a elevadas temperaturas, no campo de estabilidade de apenas uma fase, ou seja, campo de dissolução das partículas de segunda fase, e em seguida, resfriada bruscamente para manter a estrutura formada apenas por uma fase metaestável. Então, a partir dessa fase supersaturada, o material pode ser aquecido a temperaturas menores para provocar a difusão e consequente precipitação de segunda fase na forma de partículas finas dispersas homoganeamente nos grãos da matriz. Este último tratamento é chamado de envelhecimento.

No mecanismo de endurecimento por precipitação, as partículas de segunda fase distribuídas no interior dos grãos criam obstáculos para os deslocamentos das discordâncias, aumentando a resistência do material. Os precipitados de segunda fase podem ser formados de forma coerente, semicoerente ou incoerente com a matriz, como mostrado na Figura 7. Assim, os precipitados coerentes podem causar deformação cristalina na estrutura. Geralmente, os precipitados coerentes causam deformação na rede cristalina, criando-se assim tensões internas no material. Com isso, para uma discordância mover-se na rede, ela deve também vencer essas tensões, o que

também aumenta a resistência mecânica do material. A medida que são formados precipitados semicoerentes ou incoerentes, as tensões internas são diminuídas, promovendo a queda na resistência mecânica [28].

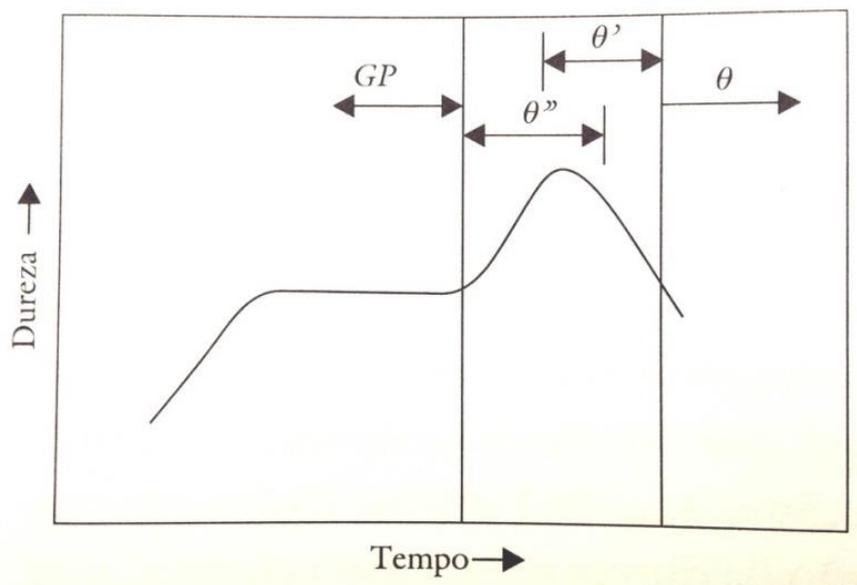


**Figura 7.** Representação da interface entre duas fases sólidas hipotéticas  $\alpha$  e  $\beta$ : (a) coerentes sem deformação da rede; (b) coerentes com deformação da rede; (c) semicoerentes; e (d) incoerentes [28].

A natureza, morfologia e fração volumétrica das partículas de segunda fase influenciam muito nas propriedades mecânicas finais da liga. A utilização de baixas temperaturas dificulta a precipitação da fase, por outro lado, se a temperatura for muito alta, ocorre a formação de precipitados grosseiros, os quais não causam efetivos aumentos de resistência mecânica na liga [29-32].

Quando uma liga é solubilizada ela apresenta uma estrutura que está supersaturada de átomos de soluto na rede cristalina. A partir dessa solução supersaturada, a temperaturas não muito elevadas, pode-se iniciar a formação de zonas enriquecidas de soluto. Essas zonas são denominadas de zonas de Guinier-Preston e possuem ordem de 20 a 40 angstroms. Sendo assim, não é possível visualizá-las por microscopia ótica. A formação dessas zonas deve ser

facilitada para o caso de ligas que previamente a solubilização já apresentavam partículas de segundas fases e ou precipitados grosseiros, que na solubilização posterior foram dissolvidos, mas cujos átomos solutos constituintes não se deslocaram em longo alcance, mantendo a concentração elevada de soluto nos futuros locais de precipitação. Se esta liga for continuamente aquecida formam-se sequencialmente fases metaestáveis intermediárias com diferentes estruturas cristalinas e composições, que podem ser coerentes, semicoerentes ou incoerentes com a matriz. Nas ligas de AlCu, por exemplo, que são ligas cujos processos de envelhecimento já foram extensivamente estudados, em certa temperatura formam-se as zonas de Guinier-Preston (GP). Com maior tempo de permanência nessa temperatura ocorre a difusão dos átomos de cobre, formando a fase metaestável  $\theta''$ , que por ser coerente, provoca grande aumento de dureza na liga. Sequencialmente, se esta liga permanecer mais tempo na temperatura ocorre maior ordenamento da estrutura cristalina, formando-se precipitados de nova fase metaestável, a fase  $\theta'$ , que é semicoerente com a matriz e, por isso, provoca leve diminuição de dureza na liga. Agora, se a liga permanecer por maiores períodos nessa temperatura são formados precipitados da fase de equilíbrio  $\theta$ , que é totalmente incoerente com a matriz e reduz muito a dureza da liga, como mostrado na Figura 8 [28].



**Figura 8.** Representação da seqüência de precipitados formados ao longo do tempo para uma liga AlCu e sua influência na dureza [28].

### 3.4. Ligas de titânio tipo $\beta$

As ligas de titânio  $\beta$  possuem altos teores de elementos  $\beta$ -estabilizadores, apresentando microestrutura com fração volumétrica da fase  $\beta$  superior a 50% [33]. Estas ligas estão ganhando cada vez mais espaço na indústria devido a algumas de suas características. A principal característica das ligas de titânio beta é que elas podem ser endurecidas em níveis mais elevados de resistência ao escoamento do que as ligas tipo  $\alpha + \beta$ . Isso através de tratamentos térmicos de envelhecimento, onde ocorre a precipitação de finas partículas da fase  $\alpha$  em uma alta fração de volume na matriz dos grãos  $\beta$ . Além do mais, a resistência à corrosão das ligas  $\beta$  é igual, ou até melhor, do que as ligas  $\alpha + \beta$ . Outra vantagem das ligas tipo  $\beta$  é que, devido a sua alta ductilidade, elas podem ser deformadas a frio em níveis mais elevados do que as ligas  $\alpha + \beta$  [20]. A maior ductilidade das ligas beta é favorecida pela estrutura cristalina CCC, que possui mais sistemas de escorregamento do que a estrutura HC do titânio alfa. Devido aos altos valores de coeficiente de encruamento, as ligas de titânio  $\beta$  deformam homogeneamente em toda sua extensão quando submetidas a esforços de compressão [2]. Por apresentar essas e outras vantagens, estudos sobre as ligas de titânio tipo  $\beta$  estão crescendo muito nos últimos anos.

Recentes estudos estão voltados à aplicação de tratamentos termomecânicos em ligas de titânio tipo  $\beta$  devido à possibilidade de manipular as suas propriedades mecânicas com a aplicação de laminação a frio e envelhecimento, por exemplo, que são processos bastante aplicados na indústria [5,8,9,34-37].

Biomateriais metálicos devem possuir valores de módulo de elasticidade semelhante ao do osso humano (20-40 GPa) para evitar falhas prematuras [38]. Desse modo, muitas ligas de Ti com baixo módulo de elasticidade estão sendo desenvolvidas. No entanto, estas novas ligas possuem menor resistência mecânica quando comparadas com a liga Ti6Al4V. Pensando nisso, Hanada *et. al.* [5] desenvolveu um novo método de fabricação de próteses de quadril através da manipulação das propriedades mecânicas locais. Na região proximal do fêmur (que é a região da haste que fica mais próxima da cabeça da pessoa) foi proposto um tratamento térmico de envelhecimento para aumentar

as propriedades mecânicas, já na região distal do fêmur (parte da haste que fica mais longe da cabeça da pessoa) apenas deformaram a frio a fim de texturizar a liga e assim adquiriram baixos valores de módulo de elasticidade [5,8].

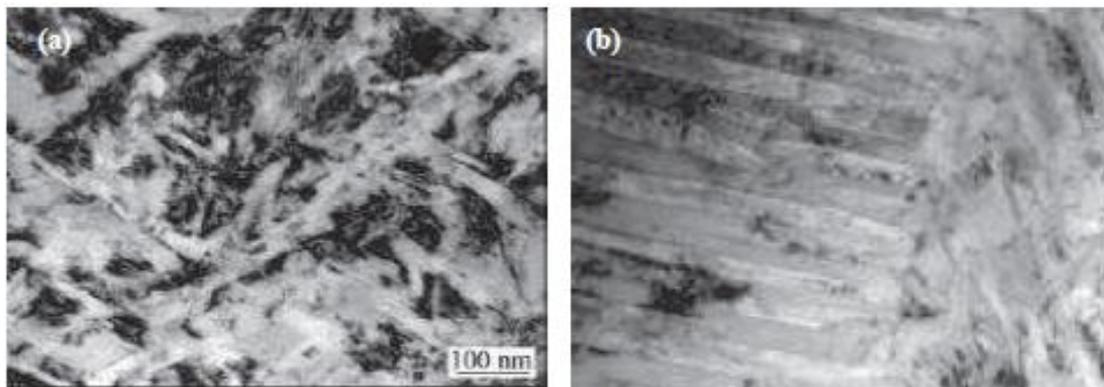
As ligas de titânio tipo beta já possuem um papel importante na indústria aeroespacial. Atualmente, algumas ligas  $\beta$  de titânio são produzidas para estes fins: Ti-3Al-8V-6Cr-4Zr-4Mo (Beta C), Ti-35V-15Cr (Liga C), Ti-10V-2Fe-3Al (Ti-10-2-3), Ti-15Mo-2.7Nb-3Al-0.2Si (Beta 21S), Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al e Ti5Al5V5Mo3Cr0.5Fe (Ti-5553). A maioria destas ligas sofrem tratamentos térmicos de envelhecimento, em que  $\alpha$  se precipita como fase endurecedora na matriz dos grãos  $\beta$ . A substituição de outros materiais por estas ligas resultou em grande redução de peso nas aeronaves. Destaque para a liga Ti-10-2-3 forjada. A aplicação desse material em quase todos os componentes do trem de pouso do Boeing 777, com exceção dos cilindros exterior e interior, reduziu 270 Kg por aeronave [34].

A literatura aponta que o processo de envelhecimento em ligas de titânio tipo  $\beta$  pode levar a precipitação de diferentes fases dependendo do pré-tratamento das ligas antes do processo de envelhecimento [5,35,37,38]. No estudo de Shun *et al.* [37] foram realizados envelhecimentos a 400 °C por 2 h nas ligas Ti25Nb2Mo4Sn sem deformação e com uma deformação de engenharia de 50%, 70% e 90%. Neste estudo, foi observado que o processo de envelhecimento nas ligas sem deformação resultou na precipitação da fase  $\omega$ , enquanto que o envelhecimento nas ligas deformadas causou a precipitação da fase  $\alpha$  na forma de ripas com alguns nanômetros de largura distribuídos na matriz  $\beta$ . Foi visto claramente que a intensidade dos picos da fase  $\alpha$  aumentaram com o aumento da deformação a frio, implicando que a fração volumétrica de precipitados da fase  $\alpha$  nucleadas no processo de envelhecimento é proporcional à prévia deformação realizada. Assim, os autores concluíram que as discordâncias criadas nas amostras deformadas a frio fornecem suficientes pontos de nucleação para precipitação de  $\alpha$  e suprimem a formação da fase  $\omega$  através do impedimento do movimento direcional dos defeitos lineares necessários para o colapso dos planos (111) $\beta$ . Portanto, o prévio processo de deformação a frio nestas ligas favorece a

precipitação da fase  $\alpha$  em detrimento da fase  $\omega$  durante o tratamento de envelhecimento.

Baixas temperaturas de envelhecimento provocam difusão lenta dos átomos de soluto na fase  $\beta$  de ligas de titânio, dificultando a precipitação da fase  $\alpha$  [32]. Por outro lado, em temperaturas de envelhecimento muito elevadas, ocorre a formação de precipitados grosseiros da fase  $\alpha$ . Desse modo, o aumento de resistência provocado pelo envelhecimento não será efetivo [39]. Lopes *et al.* [40] realizou um estudo das transformações de fases na liga Ti30Nb e foi observada a sequência de transformações  $\alpha'' \rightarrow \beta + \omega \rightarrow \beta + \omega + \alpha$ , indicando a decomposição da martensita e a precipitação da fase  $\omega$ , no envelhecimento a 260 °C por 2 h, seguido da nucleação da fase  $\alpha$  após envelhecimento a 400 °C por 1 h.

Zhou *et al.* [41] estudaram a liga Ti<sub>7,5</sub>Mo<sub>4,8</sub>Nb<sub>3,8</sub>Ta<sub>3,6</sub>Zr<sub>4</sub>Cr<sub>2</sub>Al e notaram que esta liga envelhecida a 480 °C por 8 horas apresenta a formação da fase  $\alpha$  com morfologia lamelar distribuída homogênea na matriz da fase  $\beta$  (Figura 9(a)), enquanto que esta liga envelhecida a 560 °C apresenta a fase  $\alpha$  nucleada na forma lamelar nos contornos de grãos em direção ao interior (Figura 9(b)).

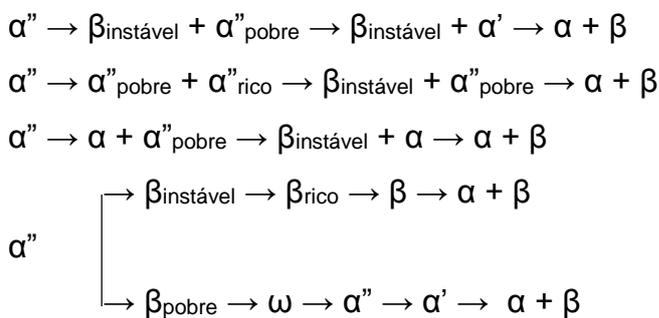


**Figura 9.** Imagem de microscopia eletrônica de transmissão das lamelas da fase  $\alpha$  (a) nucleada no interior dos grãos e (b) nucleadas a partir dos contornos de grãos [41].

No processo de envelhecimento de ligas de titânio tipo  $\beta$ , a amostra solubilizada é aquecida a temperaturas no campo de estabilidade  $\alpha + \beta$  e a precipitação da fase  $\alpha$  pode acontecer de forma heterogênea ou homogênea,

acompanhada por difusão atômica que resulta no enriquecimento de elementos  $\beta$ -estabilizadores na fase  $\beta$  e no empobrecimento desses elementos na fase  $\alpha$ .

Dependendo da composição da liga e da temperatura de envelhecimento, diversas transformações de fases podem acontecer. Essas transformações de fases no envelhecimento também dependem das fases precursoras, que em geral são as fases  $\omega$  e  $\alpha''$  para ligas de titânio com alto teores de elementos  $\beta$ -estabilizadores. Partindo da fase precursora  $\alpha''$  pode ocorrer as seguintes sequências de transformações de fases durante o envelhecimento [30]:



Ligas de titânio  $\beta$  metaestáveis sofrem transformação martensítica através de um resfriamento abaixo da temperatura ambiente. A anisotropia exerce um significativo efeito sobre a transformação martensítica e a anisotropia aumenta frequentemente com a diminuição da temperatura até a temperatura de transformação martensítica. Isto é, quanto maior for a anisotropia da fase  $\beta$ , mais facilmente ocorrerá a transformação martensítica [42].

Dependendo da estabilidade da fase  $\beta$  sua deformação pode envolver deslizamento, maclagem  $\{332\}\langle 113 \rangle$  ou transformação martensítica induzida por deformação. O deslizamento cristalográfico ocorre em ligas com alta estabilidade da fase  $\beta$ , enquanto a transformação martensítica induzida por deformação e a maclagem  $\{332\}\langle 113 \rangle$  são formadas em ligas de titânio com  $\beta$  instável. Inclusive, a maclagem ocorre mais facilmente para essas ligas que contêm partículas da fase  $\omega$  atérmica finamente distribuída na matriz  $\beta$  [43].

Em estudos realizados por Ozaki *et al.* [42], foi encontrado que ligas TiNbSn tipo  $\beta$  possuem forte textura  $\{110\}\langle 112 \rangle$ , enquanto que ligas TiNb tipo

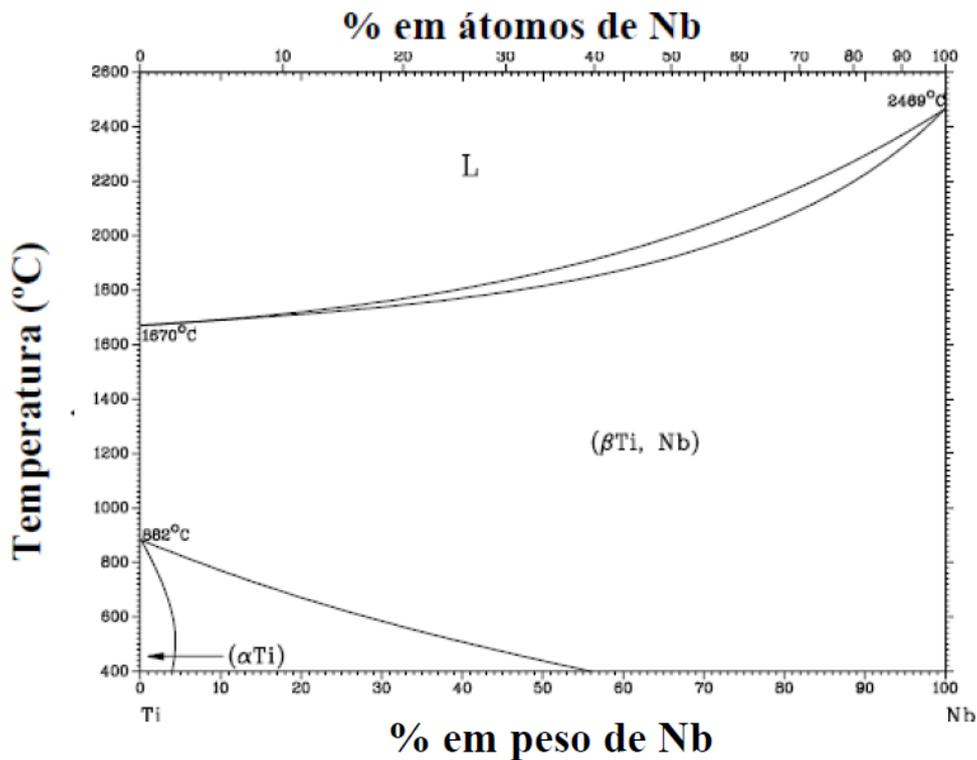
$\beta$  possuem textura muito fraca. Essa diferença de textura não é totalmente entendida ainda. Porém, a fase  $\omega$  presente nas amostras antes da laminação a frio seria a responsável pela diferença na textura, uma vez que a transformação de  $\omega$  é suprimida pela adição de Sn. Outra explicação plausível para a diferença na textura é que as diferenças microestruturais na solidificação levam às diferenças na textura, uma vez que a adição de estanho diminui significativamente a temperatura de fusão da liga.

### **3.5. Ligas Ti-Nb-Sn**

No desenvolvimento de novas ligas de titânio com boa relação de propriedades para aplicações estruturais e biomédicas, a adição de nióbio e estanho vem ganhando destaque na literatura devido a seu efeito nas propriedades mecânicas [2,5-7,35,36,42,44]. O objetivo dos pesquisadores que estudam estas ligas é desenvolver um novo material com alta relação de resistência mecânica por peso, baixo módulo de elasticidade, alta resistência à corrosão, boa ductilidade, alta resistência à fadiga e a propagação de trincas.

Como podemos ver no diagrama de fases Ti-Nb da Figura 10, a adição de nióbio ao titânio reduz a temperatura  $\beta$ -transus. Assim, a adição de, aproximadamente, 55% em peso de nióbio estabiliza a fase  $\beta$  na condição de equilíbrio. No entanto, com a utilização de resfriamentos rápidos, é possível a produção de ligas de Ti-Nb com uma microestrutura constituída pela fase  $\beta$  metaestável quando se utiliza menores teores de Nióbio.

A literatura afirma que a adição de Sn em ligas do sistema Ti-Nb ajuda a estabilizar a fase  $\beta$  e suprime ou retarda a formação da fase  $\omega$ , a qual é prejudicial para aplicações onde se requer baixo módulo de elasticidade [2,6,45-47].



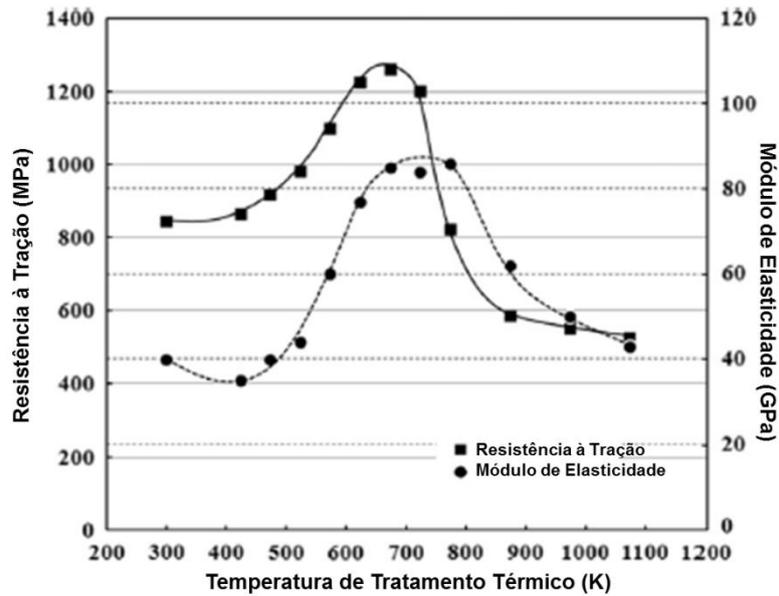
**Figura 10.** Diagrama de fases no equilíbrio do sistema Ti-Nb [48].

Hanada *et al.* [10] estudaram a liga Ti-33,6Nb-4Sn com 91% de deformação à frio. Esta liga apresentou módulo de elasticidade de 40 GPa e resistência à tração acima de 800 MPa. Jung *et al.* [49] investigaram as propriedades mecânicas da liga Ti-25Nb-11Sn forjada a quente (1100 a 900 °C) com 86% de redução de área. Esta liga é composta apenas pela fase  $\beta$  e possui módulo de elasticidade de 53 GPa e resistência à tração de 900 MPa. Não foi encontrado para essa liga nenhum indício da formação da martensita induzida por deformação. No entanto, a resistência à tração foi aumentada para 1330 MPa com a realização de envelhecimento a 400 °C por 2 h, devido a precipitação de finas agulhas da fase  $\alpha$ . No estudo de Hanada *et al.* [5] amostras da liga Ti-33,6Nb-4Sn foram produzidas com até 91% de deformação a frio de engenharia e depois envelhecidas. As amostras envelhecidas a 150 °C por 5 h apresentaram resistência à fadiga de aproximadamente 550 MPa, enquanto que o envelhecimento a 400 °C por 5 h aumentou drasticamente a resistência à fadiga para 850 MPa, que é até maior do que a da liga Ti-6Al-4V e outras ligas de titânio  $\beta$  desenvolvidas para aplicações biomédicas. Segundo os

autores, as diferenças de propriedades são explicadas pela formação de precipitados  $\alpha$  a partir de beta através do processo de envelhecimento. Estes precipitados finamente dispersos na matriz dos grãos da fase  $\beta$  fornecem pontos que funcionam como barreiras ao movimento das discordâncias, resultando em um aumento da resistência à tração e do módulo de elasticidade.

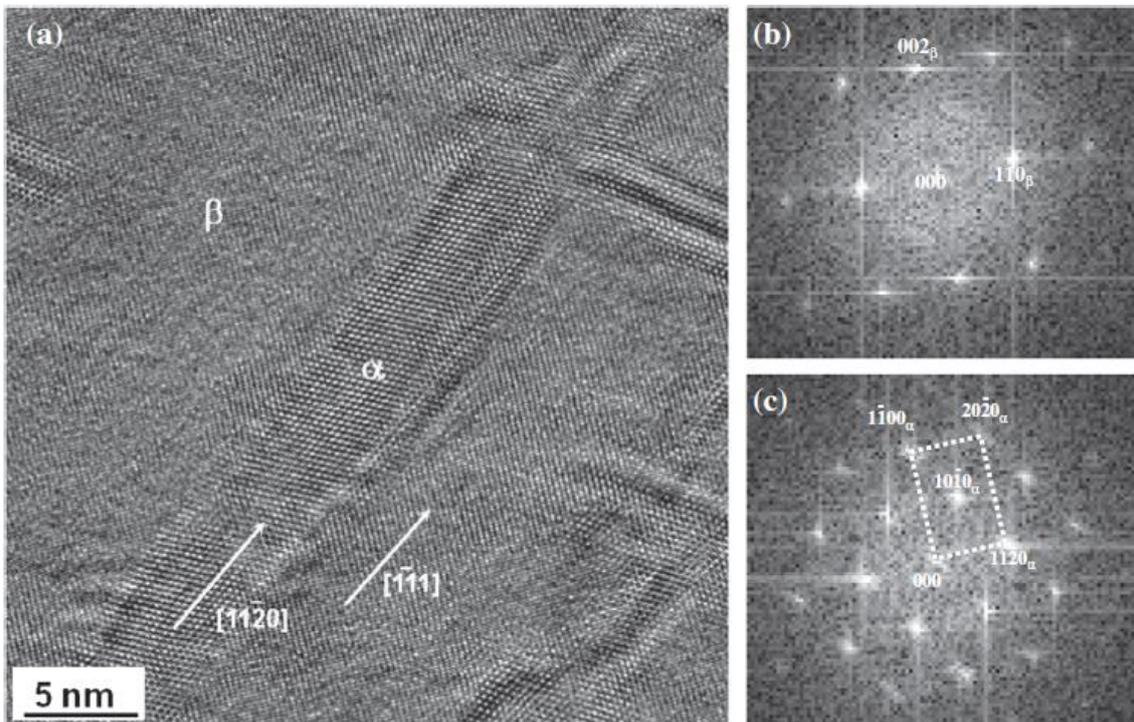
Um módulo de elasticidade de 40 GPa foi obtido através de uma severa deformação (aproximadamente 90%) na liga Ti-33,6Nb-4Sn, na qual foi produzida uma forte texturização da fase  $\beta$   $\langle 101 \rangle_\beta$  e da martensita induzida por deformação  $\alpha''$   $\langle 010 \rangle_{\alpha''}$ . Quando a liga é envelhecida o direcionamento é reduzido e podem ser formadas fases de maior módulo. Além disso, a resistência também aumenta pelo efeito de restrição às discordâncias devido aos finos precipitados produzidos no envelhecimento [5,10,50].

Diversos estudos foram realizados sobre o efeito do envelhecimento nas propriedades mecânicas de ligas do sistema TiNbSn. Em relação a liga Ti-33,6Nb-4Sn foi avaliado o efeito da temperatura de envelhecimento sobre as propriedades mecânicas desta liga deformada a frio e foi visto que o pico de resistência à tração é obtido em temperaturas próximas a 400 °C (Figura 11). Porém, nestas temperaturas também ocorre um pico do valor do módulo de elasticidade [5]. Em estudos ainda não publicados sobre o efeito do tempo de envelhecimento nas ligas Ti35Nb2Sn, Ti42Nb2Sn e Ti42Nb deformadas a frio com 80% de deformação verdadeira foi notado que para as ligas com 42%Nb o pico de dureza ocorre a 48 horas, enquanto que para a liga com 35%Nb o pico de dureza ocorre a 72 horas, ambos na temperatura de 400 °C. Além disso, foi verificado através de ensaios mecânicos que o envelhecimento provocou a redução da tenacidade, aumento da resistência mecânica, aumento da dureza, redução da ductilidade e aumento do módulo de elasticidade devido a precipitação de finas partículas da fase  $\alpha$  na matriz  $\beta$  [11,51].



**Figura 11.** Efeito da temperatura de envelhecimento na resistência à tração e no módulo de elasticidade de ligas Ti-33,6Nb-4Sn deformadas a frio (adaptado) [5].

Diversos autores de estudos sobre ligas TiNbSn envelhecidas após deformação a frio relataram que o envelhecimento provoca a precipitação da fase alfa finamente dispersa na matriz beta. Desse modo, as mudanças nas propriedades com o envelhecimento estão relacionadas com a precipitação desta fase [5,11,36,40,49]. Os picos das propriedades mecânicas para a liga Ti25Nb11Sn ocorrem com o tratamento térmico na temperatura de 400 °C. A Figura 12 mostra imagens através de um microscópio eletrônico de alta resolução dos finos precipitados da fase  $\alpha$  na matriz  $\beta$ . Estes precipitados estão presentes em forma de agulhas com 20-100 nm de comprimento, o que afeta bastante as propriedades mecânicas, aumentando os valores de módulo de elasticidade, resistência ao escoamento e resistência máxima da liga [49].



**Figura 12.** Imagem de microscópio eletrônico de alta resolução da liga Ti25Nb11Sn envelhecida a 400 °C por 2 horas (a) e transformada rápida de Fourier de regiões que consistem em  $\beta$  (b) e  $\alpha$  (c) [49].

### 3.6. Ensaios de propagação de trinca $da/dN \times \Delta K$

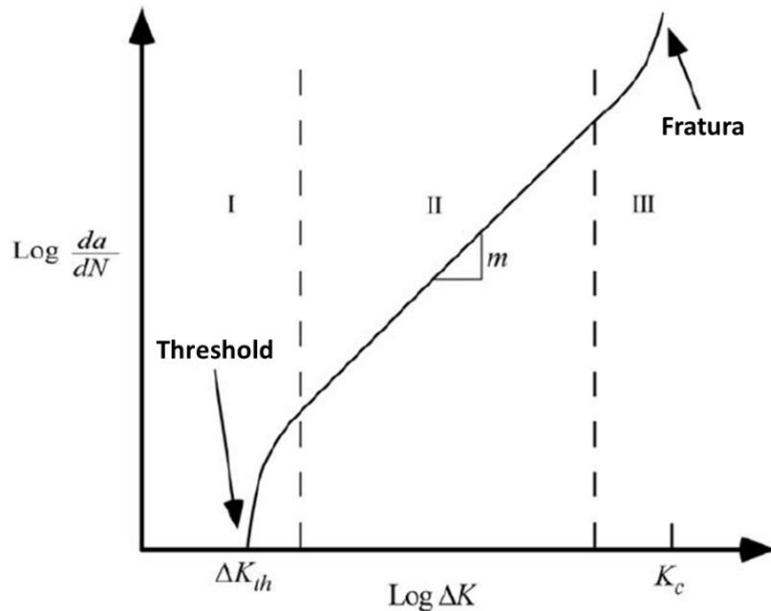
A importância da abordagem de mecânica da fratura em problemas relacionados à fadiga consiste na possibilidade de se prever a taxa de crescimento de trinca em um componente, e assim poder prever com segurança o momento em que ocorrerá a fratura instável.

No começo dos anos de 1960, Paris *et al.* [52,53] demonstrou que a mecânica da fratura é uma ferramenta muito útil para caracterizar crescimento de trinca por fadiga. Ele observou que uma trinca prévia cresce exponencialmente conforme é imposta a solicitação cíclica de fadiga. Um gráfico que correlacione o tamanho da trinca em função dos ciclos para a solicitação cíclica apresenta comportamento exponencial. A tangente de qualquer ponto dessa curva corresponde a variação do tamanho da trinca pelo número de ciclos ( $da/dN$ ), enquanto que a solicitação cíclica é proporcional a uma constante conhecida como fator de forma (dependente da forma do componente ou corpo de prova) e do nível de intensidade de tensões na ponta

da trinca ( $\Delta K$ ). O fator de forma é dado para indicar o modo de carregamento na ponta da trinca (abertura, KI; cisalhamento no plano, KII; e cisalhamento fora do plano, KIII).

Atualmente, empregam-se muitos conceitos de mecânica da fratura para estudar problemas de fadiga. Esta análise é fundamental para materiais que são utilizados em aplicações nobres, como por exemplo, na indústria aeroespacial ou de implantes.

A Figura 13 mostra uma curva de  $\log (da/dN) \times \log (\Delta K)$ , que ilustra uma típica curva do comportamento de crescimento de trinca por fadiga em metais, sendo que esta curva representa o comportamento do crescimento da trinca por ciclo ( $da/dN$ ) em função do fator de intensidade de tensões ( $\Delta K$  considera a geometria, o nível de flutuação de carregamento, o tamanho da trinca). A curva completa do crescimento de trinca por fadiga geralmente possui forma sigmoide e pode ser dividida em três regiões: Região I, onde a partir de um valor de  $\Delta K$ , chamado de limiar (Threshold), a trinca começa a se propagar; região II, que é caracterizada por um crescimento de trinca constante, e região III, onde o material atinge um valor crítico de  $\Delta K$  e a trinca se propaga de maneira catastrófica, levando o material à ruptura. Na região II a taxa de crescimento de trinca é relativamente insensível à microestrutura e propriedades de tração, enquanto que o  $da/dN$  em ambos os extremos da curva é altamente sensível a essas variáveis [54].



**Figura 13.** Gráfico do comportamento típico do crescimento de trincas por fadiga em metais (adaptado) [54].

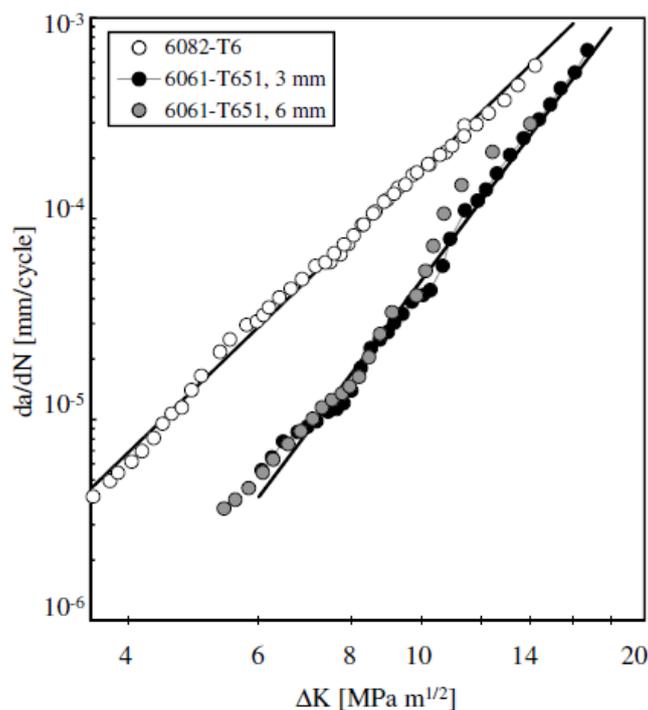
A região II pode ser descrita pela lei de potência da equação 1:

$$\frac{da}{dN} = C\Delta K^m \quad \text{Equação (1)}$$

Onde  $m$  e  $C$  são constantes do material determinadas experimentalmente. Essa lei foi determinada por Paris e Erdogan. A partir dessa lei é possível quantificar a resistência à propagação de uma trinca pré-existente em um componente submetido à fadiga. Assim, é possível prever a vida residual ou estabelecer os intervalos de inspeção para que um componente/estrutura opere dentro dos limites aceitáveis de segurança. Além do mais, é possível obter critérios para a seleção de materiais para uma determinada aplicação e comparar as características quanto à propagação de trincas por fadiga no desenvolvimento de novas ligas. Sendo assim, a região II é a região mais importante do gráfico, e por isso, é a região mais estudada.

O gráfico da Figura 14 mostra curvas de taxa de propagação de trincas por fadiga em relação ao  $\Delta K$  de dois materiais diferentes. Essas curvas mostram o comportamento de propagação de trinca por fadiga na região II, onde nota-se que a liga 6082-T6 apresenta taxa de propagação de trincas

maior do que a liga 6061-T651 para um determinado valor de  $\Delta K$ . Portanto, a liga de alumínio 6061-T651 apresenta maior resistência à propagação de trincas. Esta figura também mostra claramente que a espessura da amostra não tem influência significativa no comportamento de crescimento de trincas de liga de alumínio 6061-T651 [55].



**Figura 14.** Curvas  $da/dN \times \Delta K$  de ligas de alumínio com  $R = 0,05$  [55].

As características da mecânica da fratura tais como a tenacidade à fratura e taxas de propagação de trincas de fadiga são importantes em componentes e estruturas de responsabilidade, cuja falha catastrófica deve ser evitada. Implantes para artroplastia total de quadril são um exemplo. A falha desse componente por fadiga *in vivo* pode resultar em prejuízos irreparáveis ao paciente, uma vez que pode provocar fraturas importantes do fêmur e do quadril que serão de difícil recuperação. Mudanças de seção ou mesmo ranhuras provocadas durante a cirurgia na superfície polida de uma haste são fatores associados ao início de uma trinca de fadiga. Como ligas de titânio são materiais que são facilmente riscados, estas ligas devem possuir maior resistência à propagação de trinca e maior tenacidade à fratura, assim, demorará mais até atingir a fratura instável do implante [56]. Em uma

radiografia de acompanhamento periódico do paciente, esta trinca poderia ser detectada e medidas adequadas de revisão poderiam ser tomadas antes da fratura instável. Esse exemplo se aplica a qualquer outro componente de responsabilidade, como nos demais setores (energia, aeroespacial, etc).

Desde 1970, as abordagens de tolerância de danos incluindo tenacidade à fratura e taxa de propagação de trinca por fadiga têm sido propostas para projetos de componentes de responsabilidade como um novo conceito de projeto em adição aos critérios convencionais baseados na resistência mecânica e resistência à fadiga. Este novo conceito de projeto deve ser aplicado em componentes onde a falha causa danos materiais e/ou humanos e por isso deve ser evitada, como, por exemplo, em aeronaves [57].

Ao longo da faixa de crescimento de trinca a partir de, aproximadamente,  $2 \cdot 10^{-6}$  até  $2 \cdot 10^{-3}$  mm/ciclos, o comportamento da taxa de crescimento de trinca ( $da/dN$ ) em ambientes relativamente inertes não é fortemente dependente do nível de intensidade de tensão média. Quando os valores de  $K_{médio}$  são dobrados, os valores de taxa de crescimento de trinca dobram também, em uma aproximação. Por contraste, quando o nível de  $\Delta K$  é dobrado, a trinca propaga 16 vezes mais rápida (assumindo  $m = 4$ ). Consequentemente o efeito de tensão média nesta faixa de taxa de crescimento é considerado como sendo de importância secundária e o efeito do  $\Delta K$  é avaliado como sendo de grande significância [26].

Os fatores predominantes que influenciam no comportamento de propagação de trincas por fadiga podem ser divididos em parâmetros extrínsecos, tais como condições de carregamento (frequência, razão de carregamento, forma da onda de carregamento) e ambiente (temperatura e atmosfera), e parâmetros intrínsecos, tais como composição da liga (principalmente elementos intersticiais) e microestrutura. Alguns efeitos que podem ocorrer na ponta da trinca também afetam o comportamento final da resistência a propagação de trincas, tais como: bifurcação da trinca, fechamento de trinca, arredondamento da trinca, entre outros [12].

O efeito da microestrutura no comportamento de propagação de trinca por fadiga tem sido investigado por diversos pesquisadores para vários materiais. Tem sido geralmente relatado que existe uma pequena influência da

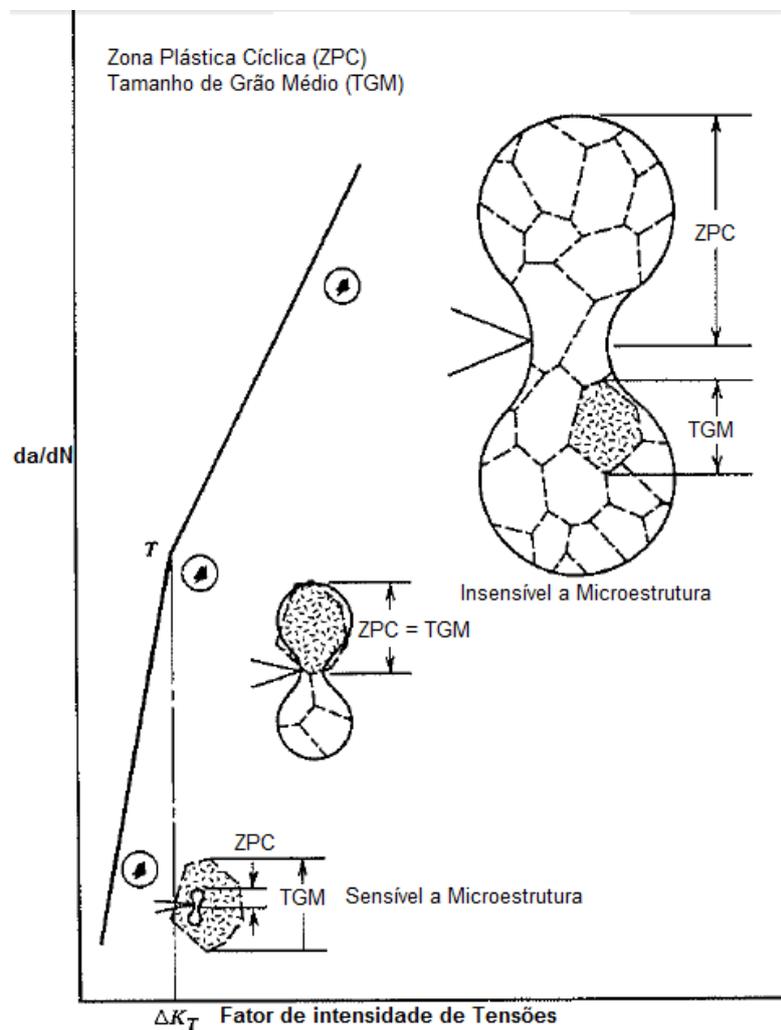
microestrutura e da razão de carregamento na região de Paris do gráfico da/dN x  $\Delta K$ , enquanto que há uma grande influência desses fatores no threshold e no regime de altas taxas de crescimento de trinca (região III do gráfico) [26]. Desse modo, pesquisas sobre o entendimento da influência das diversas microestruturas sobre os valores de limiar devem ser intensivadas. Muitos estudos foram conduzidos em ligas de alumínio [58-61], ligas a base de níquel [62], ligas de titânio [63-65] e aços Cr-Mo [66,67] no regime próximo ao limiar. Através dessas pesquisas foi observada uma tendência para todos os materiais, altos valores de limiar e baixas taxas de propagação de trinca na região logo após o limiar são observados em microestruturas grosseiras, que estão associadas com superfícies de fratura rugosas e altos níveis de fechamento de trincas.

O tamanho de grão possui uma grande influência nas curvas da/dN x  $\Delta K$ . Grãos menores permitem que as bandas de deslizamento alcancem os contornos de grãos em baixas intensidade de tensões, assim reduzindo o valor de limiar e aumentando a velocidade de propagação da trinca [68]. Além disso, aumentando o tamanho de grão da fase relevante, a transição de estrutura sensível à insensível ocorrerá a níveis de  $\Delta K$  elevados. Assim, espera-se que variáveis metalúrgicas tais como tamanho de grão terão grande influência na região I, variando o valor do limiar. O comportamento da trinca sensível a microestrutura é observado quando a zona plástica cíclica (que é a zona de pequena deformação plástica que ocorre na ponta da trinca quando a trinca sofre um nível de intensidade de tensões) é menor do que o tamanho do grão médio. Já o modo de comportamento insensível a microestrutura ocorre quando a zona plástica cíclica é maior do que o tamanho de grão médio. Por isso surge o comportamento de crescimento de trinca bilinear, como mostra a Figura 15 [26].

Embora seja provavelmente impraticável listar todos os parâmetros que afetam os valores de limiar de propagação de trincas, além da razão de carregamento (relação entre o  $K_{\text{máx}}$  e o  $K_{\text{mín}}$  que ocorre na ponta da trinca em decorrência da carga externa cíclica, R) os seguintes fatores são talvez os mais importantes [69]:

- Tensão de escoamento;
- Microestrutura;
- Histórico de carregamento;
- Ambiente;
- Módulo de elasticidade.

A literatura aponta que maiores valores de tensão de escoamento levam a menores valores de limiar de propagação de trincas para aços. No entanto, uma tendência inversa foi notada para ligas não-metálicas [70,71].



**Figura 15.** Comportamento de crescimento de trinca bilinear. O comportamento sensível a microestrutura é observado quando a zona plástica cíclica < tamanho de grão médio. O comportamento insensível a microestrutura ocorre quando a zona plástica cíclica > tamanho de grão médio (adaptado) [26].

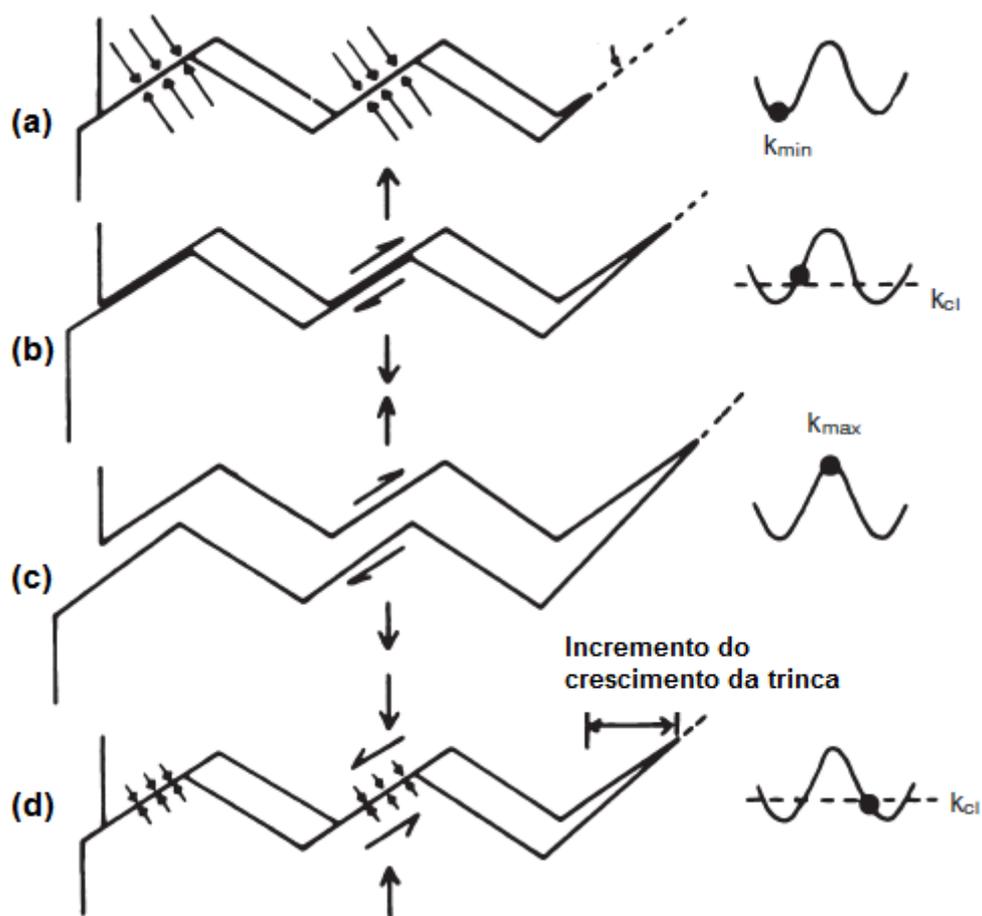
As curvas  $da/dN \times \Delta K$  são fortemente influenciadas por efeitos de fechamento de trinca. Mecanismos de fechamento de trinca têm sido relatados, incluindo o induzido por plasticidade, induzido por óxido e induzido por rugosidade. Elber [72] identificou primeiro o fenômeno de fechamento de trinca induzido por plasticidade, onde a zona plástica, como consequência de uma trinca, causa prematuro contato entre as superfícies da fratura durante a diminuição da tensão no ciclo de fadiga. O fechamento induzido por óxido é causado pela formação de depósitos de corrosão com espessura da ordem do deslocamento da abertura da ponta da trinca, enquanto o fechamento de trinca induzido por rugosidade é causado pela rugosidade da superfície da fratura devido a caminhos tortuosos da trinca [73]. Ao limitar a faixa de movimento relativo das duas superfícies de fratura de uma trinca, o fechamento de trinca reduz a faixa de intensidade de tensão aparente na ponta da trinca. Uma vez que a trinca não pode se propagar enquanto está fisicamente fechada, a faixa de intensidade de tensão encontrada na ponta da trinca é dada pela Equação 2:

$$\Delta K_{\text{eff}} = K_{\text{max}} - K_{\text{cl}} \quad (K_{\text{cl}} > K_{\text{min}}) \quad \text{Equação (2)}$$

onde  $\Delta K_{\text{eff}}$  é o valor de limiar efetivo, ou seja, sem a influência dos efeitos de fechamento de trinca, o  $K_{\text{cl}}$  é o nível de fechamento de trinca e  $K_{\text{max}}$  é a intensidade de tensão máxima durante o ciclo de carregamento [74].

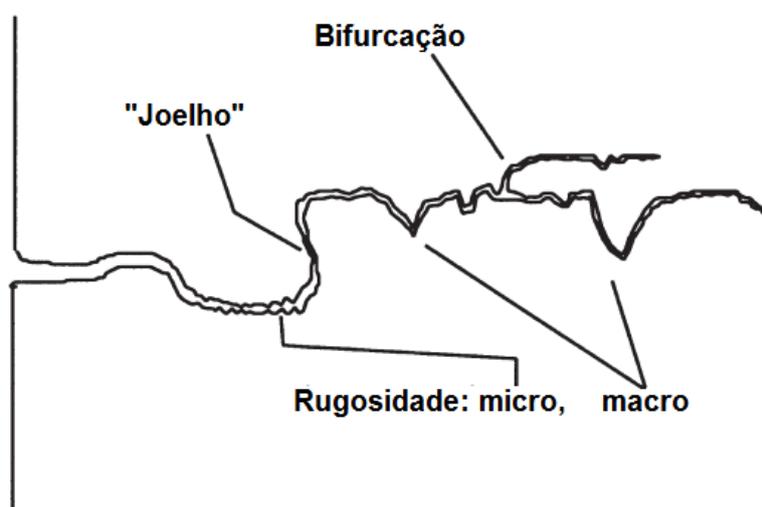
O fato de que o fechamento pode surgir a partir da interferência entre as asperezas das superfícies de fratura atrás da ponta da trinca foi indicada primeiro por Walker e Beevers [75] e por Purushothaman e Tien [76]. Esse mecanismo de fechamento de trinca, chamado de fechamento de trinca induzido pela rugosidade, origina-se a partir de uma abertura em modo misto I e II da trinca, provocando o fechamento em cunha da trinca em pontos discretos de contato ao longo da superfície da trinca (Figura 15). A ocorrência da abertura pelo modo misto I e II da ponta da trinca tem sido experimentalmente verificada por Lankford e Davidson [70] usando observações *in situ*.

A Figura 16 mostra passo a passo o processo de fechamento de trinca induzido pela rugosidade. Tomando um ciclo de carregamento, para valor mínimo de  $K$  durante o ciclo (Figura 16(a)), a trinca é entalhada pelas facetas da fratura não acoplada. Grandes tensões compressivas são geradas através da região de contato, levando a danos na superfície de fratura. A natureza tridimensional do problema real produz mais deslocamentos fora do plano do papel. Na Figura 16(b), logo acima da  $K_{cl}$ , as superfícies de fratura se separam e a trinca se propaga na banda de deslizamento pela abertura no modo misto I e II. Em  $K_{max}$  alguma deformação irreversível terá ocorrido na banda de deslizamento (Figura 16(c)). Na Figura 16(d), logo abaixo  $K_{cl}$  a trinca é novamente entalhada, com tensões compressivas atuando e impedindo que as superfícies deslizem uma sobre a outra [74].



**Figura 16.** Esquema ilustrativo do fenômeno de fechamento de trinca induzido pela rugosidade (adaptado) [77].

Mudanças na inclinação das curvas  $da/dN \times \Delta K$  também podem estar relacionadas a efeitos de tortuosidades da trinca. Tortuosidade, ilustrada na Figura 17, tem sido referida como tendo um efeito de “proteção”, reduzindo a faixa de intensidade de tensão efetiva na ponta da trinca. Ensaios foram conduzidos com materiais com deslizamento planar aplicando uma alta intensidade de tensão para manter a trinca aberta e depois reduzindo gradualmente o componente cíclico para encontrar uma faixa de limiar independente dos efeitos de fechamento de trinca. Estes testes sugerem que o fechamento de trinca pode não ser um fator importante para explicar as baixas taxas de propagação de trincas observadas [79,80].



**Figura 17.** Tortuosidade da trinca, tende reduzir a faixa de intensidade de tensão efetiva na ponta da trinca abaixo da faixa aplicada e envolve vários mecanismos (adaptado) [69].

### **3.7. Comportamento de crescimento de trincas por fadiga em ligas de titânio**

As regiões I e II da curva de propagação de trinca  $da/dN \times \Delta K$ , ou seja, a região do limiar e linear de Paris, respectivamente, em ligas de titânio são de grande significância em projetos mecânicos e têm sido extensivamente estudadas por diversos pesquisadores [17,81-86].

Grande parte das pesquisas sobre curvas  $da/dN \times \Delta K$  de ligas de titânio é em relação à liga Ti6Al4V. A maioria dos dados de taxa de propagação de

trincas disponíveis sobre ligas de titânio é a respeito de microestruturas de Widmanstätten ou completamente lamelar [14,87-89]. Dados limitados de curvas  $da/dN \times \Delta K$  em ligas de titânio tipo  $\beta$  laminadas a frio são encontrados na literatura [90].

A relação de  $da/dN \times \Delta K$  é sempre dada por uma lei de potência, uma característica bastante restritiva, uma vez que ignora o fato de que os dados de fadiga real em cada razão de carregamento diferente podem mostrar joelhos ou pequenas transições, que são mudanças na inclinação das curvas de propagação de trinca. Essas mudanças podem estar relacionadas a fatores microestruturais no caso de pequenas trincas e nas transições no modo de fratura que afetam o comportamento de grandes trincas [17]. No artigo de Qiu *et al.* [12] foi observado um joelho nas curvas  $da/dN \times \Delta K$  para as ligas  $Ti6Al2Sn4ZrxMo$  ( $x = 2$  e  $4$ ) recozidas e envelhecidas, testadas a uma razão de carregamento de 0,1. Essa transição foi causada porque, no começo da região linear de Paris nas curvas, a propagação por clivagens longas e retas sob baixa razão de carregamento causam fortemente o efeito de fechamento de trinca induzida por rugosidade e, obviamente, reduz as taxas de propagação de trincas por fadiga.

O titânio puro e suas ligas não mostram um elevado grau de linearidade dos dados de taxa de propagação de trinca, ou seja, a equação de Paris pode não representar com exatidão o comportamento da região II da curva  $da/dN \times \Delta K$  para estes materiais. Estes desvios da equação de Paris não são sistemáticos e dependem das condições dos materiais [17]. No estudo de Abid *et al.* [17] foi proposto um novo modelo, denominado modelo  $\alpha\beta$ , definido em termos de uma equação exponencial e foi mostrado que esse modelo descreve de maneira mais adequada o comportamento de propagação de trincas para o titânio. Este novo modelo também pode ser facilmente generalizado para uma faixa de razão de tensão e para permitir que defina um plano 3D de propagação de trinca sub-crítico. O modelo  $\alpha\beta$  proposto para taxa de propagação de trincas em ligas de titânio está descrito pela Equação 3:

$$\frac{da}{dN} = A e^{\frac{\beta}{\Delta K}} \quad \text{Eq. (3)}$$

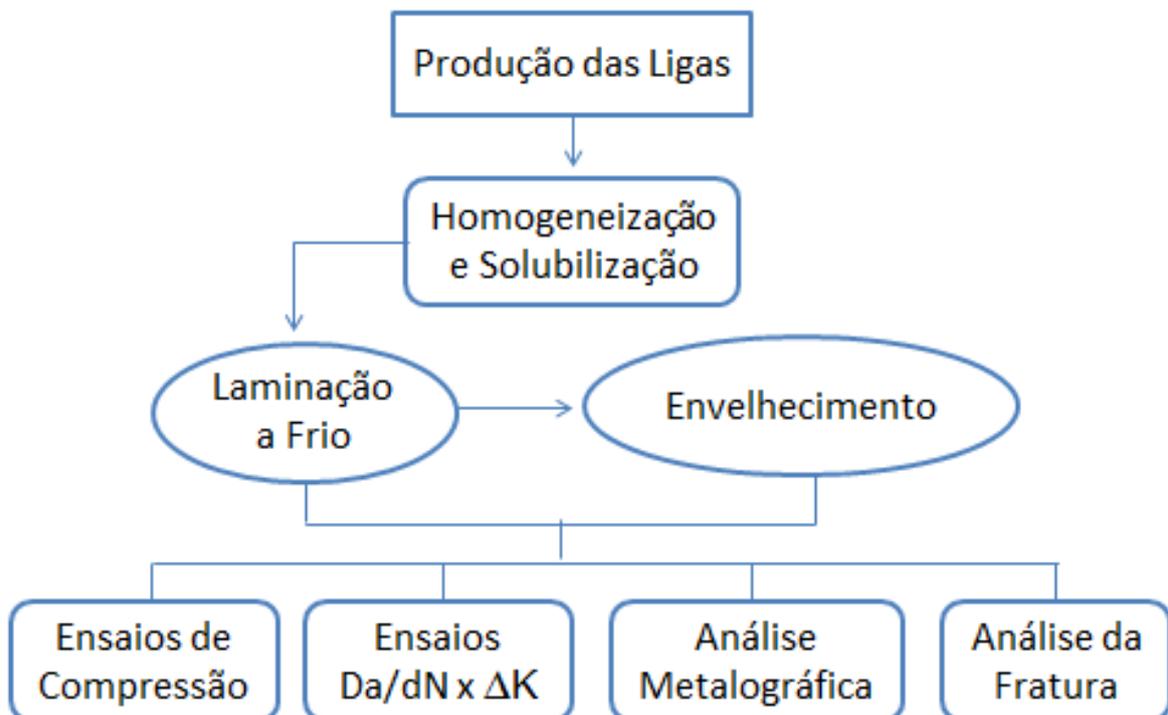
onde  $A = e^\alpha$  e  $\alpha$  e  $\beta$  são, respectivamente, a inclinação e intersecção da linha no gráfico  $da/dN \times \Delta K$ .

Na literatura, encontra-se algumas equações que correlacionam o  $\Delta K_{th,eff}$  com os valores de módulo de elasticidade (E). No entanto, essas teorias desconsideram alguns efeitos que sempre estão presentes em ligas de titânio, tais como: fechamento de trinca induzido pela rugosidade, plasticidade ou óxido [60]. Desse modo, não é possível correlacionar o efeito do E com os valores de limiar encontrados em curvas de propagação de trincas para essas ligas.

## 4. MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1. Produção das ligas

A Figura 18 mostra, através de um fluxograma, o passo a passo da metodologia utilizada nesse estudo.



**Figura 18.** Fluxograma mostrando todas as atividades realizadas nesse estudo.

Neste estudo, foram produzidas as ligas de composição Ti35Nb2Sn, Ti42Nb2Sn e Ti42Nb (% em peso). Para a fusão das ligas, inicialmente foram

selecionadas as matérias-primas: Titânio, Nióbio e o Estanho, nas formas de chapas, cavacos e grânulos, respectivamente. As matérias-primas foram obtidas de acordo com a Tabela 1, com o seu respectivo grau de pureza.

**Tabela 1.** Distribuição das matérias-primas em relação ao grau de pureza e origem.

<b>Elemento</b>	<b>Grau de pureza (%)</b>	<b>Origem</b>	<b>Forma de fornecimento</b>
<b>Titânio</b>	99,99	MDT Indústria de Implantes Ortopédicos LDTA	Chapas de 2 mm de espessura
<b>Estanho</b>	99,98	Sigma-Aldrich	Granulado
<b>Nióbio</b>	99,50	Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração (CBMM)	Resíduos (cavacos) de usinagem

Foi realizada prévia limpeza superficial (através de água e detergente) do titânio e do nióbio e estes foram cortados em pequenos pedaços para que fosse possível a acomodação dos materiais a serem fundidos no cadinho do forno. O forno utilizado para fusão das ligas foi o Analógica Instrumental e Controle modelo AN9270, composto de um cadinho de cobre refrigerado com água e eletrodo não consumível de tungstênio submetido a uma atmosfera de argônio (99,99%). Em relação ao estanho não foi necessário cortar nem limpar, uma vez que o estanho já foi comprado no formato de pequenos grânulos. Porém, foi necessário acomodar o estanho no cadinho embaixo dos pedaços de nióbio e titânio para que o arco não entrasse em contato direto com o estanho, já que seu ponto de fusão e ebulição são baixos (232 e 2603 °C, respectivamente) se comparado aos demais elementos constituintes das ligas. Esse procedimento reduz a possibilidade da perda do estanho por evaporação. A pesagem da matéria prima foi realizada em uma balança analítica (Radwag, modelo AS 220/C/2), com exatidão de 0,001 g, seguindo o critério em massa das composições dos elementos de cada tipo de liga como mostra a Tabela 2.

**Tabela 2.** Pesagem das composições das ligas TiNbSn para um lingote de 70 g.

Liga	Peso do Ti (g)	Peso do Nb (g)	Peso do Sn (g)
Ti35Nb2Sn	44,1	24,5	1,4
Ti42Nb2Sn	39,2	29,4	1,4
Ti42Nb	40,6	29,4	0

A primeira fusão originou lingotes de 70 g. Os lingotes foram refundidos 6 vezes para uma boa homogeneização dos elementos químicos na microestrutura. Em seguida, dois lingotes de 70 g foram unidos formando um lingote de 140 g que foi refundido mais duas vezes. Por fim, uniu-se dois lingotes de 140 g para formar um único lingote de 280 g para cada liga. A Figura 19 mostra dois dos lingotes de 280 g.



**Figura 19.** Dois dos lingotes de 280 g produzidos no forno de fusão.

Tratamento térmico de homogeneização dos lingotes foi realizado para eliminar as tensões residuais e reduzir as heterogeneidades microestruturais e zoneamentos resultantes do processo de fabricação por fusão e resfriamento brusco. A homogeneização foi feita em forno modelo FL-1300 Maitec a 1000 °C durante 4 horas e resfriamento lento no interior do forno. A solubilização das ligas homogeneizadas foi realizada com o intuito de dissolver as partículas de segundas fases formadas no resfriamento lento – preponderantemente a fase  $\alpha$  – e produzir microestrutura constituída de grãos  $\beta$  [7]. Na solubilização, os

lingotes foram aquecidos até 900 °C e mantidos durante 15 minutos. As partículas de segunda fase são dissolvidas na matriz  $\beta$  neste período. O resfriamento brusco em gelo (0 °C) sucedeu o período de manutenção a alta temperatura. O resfriamento brusco por têmpera foi realizado para garantir a manutenção da fase  $\beta$  supersaturada. Todos estes tratamentos térmicos são realizados com o intuito de produzir liga de boa ductilidade para ser mais adequada a posterior laminação a frio, visto que a fase beta de titânio apresenta ductilidade maior do que as demais fases.

#### 4.2. Tratamentos termomecânicos

A sequência de deformação em duas etapas dos lingotes está ilustrado na Figura 20. Antes de realizar a deformação a frio nos lingotes foi necessário uniformizar a sua espessura. Assim, previamente ao processo de laminação a frio foram aplicados passes de laminação a quente nos lingotes a 850 °C até produzir chapas com espessura de 10 mm. Em seguida, essas chapas foram solubilizadas novamente de acordo com os mesmos parâmetros de solubilização anteriores. O processo de laminação a frio foi realizado usando a equação 4 para produzir a deformação verdadeira de 80%. A deformação convencional correspondente pela redução de espessura é dada pela razão entre a variação de espessura e a espessura inicial de 10 mm, e apresenta valor de 0,55. A Figura 21 mostra uma das chapas produzidas através do processo de deformação utilizado.

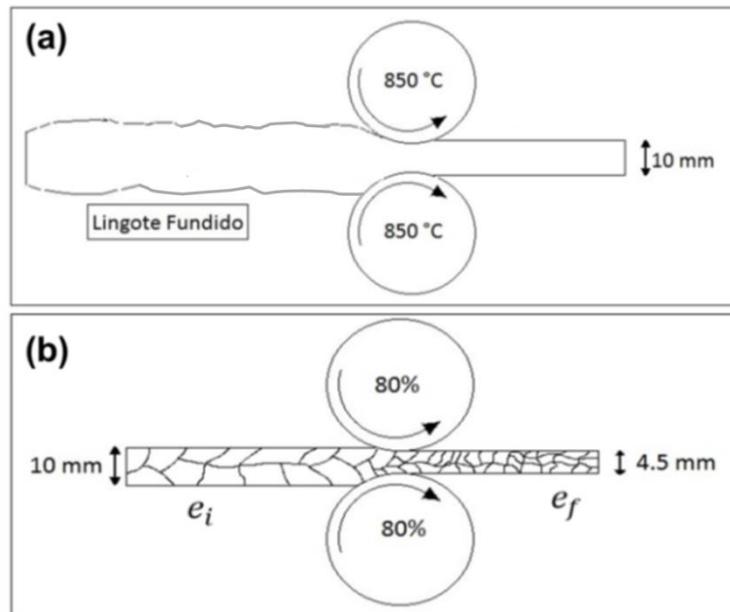
$$L_f = e^{\ln(L_i) - \varepsilon} \quad \text{Equação (4)}$$

onde:

$\varepsilon$  = Deformação verdadeira;

$L_f$  = Espessura final do lingote (mm);

$L_i$  = Espessura Inicial do lingote (mm).



**Figura 20.** Imagem das etapas do processo de deformação empregado nas ligas: (a) laminação a quente a 850 °C, (b) laminação a frio até 80% de deformação verdadeira.



**Figura 21.** Imagem de uma chapa após o processo de laminação a frio.

Após o término da laminação a frio, as chapas foram cortadas ao meio para submeter a metade do conteúdo de ligas ao tratamento de envelhecimento. O envelhecimento foi realizado a temperatura de 400 °C por 48 horas com o propósito de causar a precipitação de finas partículas de segunda fase alfa, aumentando a dureza e resistência das ligas. O forno modelo FL-1300 Maitec foi utilizado para a realização do envelhecimento.

Dessa forma, neste estudo foram produzidas as ligas nas condições laminadas a frio (D) e laminadas a frio e envelhecidas (DE), conforme o fluxo

de produção apresentado na Figura 22, e estas ligas foram identificadas da seguinte forma:

Ti352D – Ti35Nb2Sn laminada a frio;

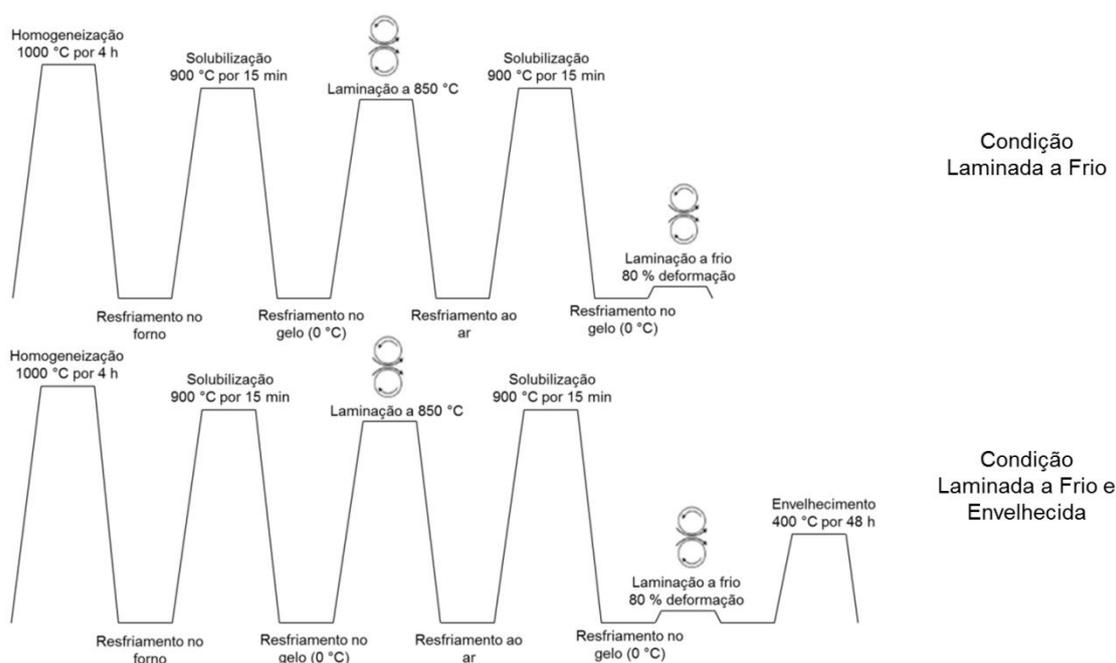
Ti352DE – Ti35Nb2Sn laminadas a frio e envelhecida;

Ti422D – Ti42Nb2Sn laminada a frio;

Ti422DE – Ti42Nb2Sn laminadas a frio e envelhecida;

Ti420D – Ti42Nb laminada a frio;

Ti420DE – Ti42Nb laminadas a frio e envelhecida.



**Figura 22.** Representação das rotas de processamento termomecânico utilizadas neste trabalho, onde foram produzidas as ligas na condição laminada a frio (D) e laminada a frio e envelhecida (DE).

### 4.3. Ensaios de compressão

Ensaios de compressão foram realizados em três amostras para cada composição tanto na direção perpendicular (Pe) à direção de laminação como na direção paralela (Pa) à direção de laminação. Esses ensaios foram divididos em duas etapas: primeiro foi realizado medições do módulo de elasticidade em cada corpo de prova, utilizando extensômetro de resistência elétrica; depois esses corpos de prova foram ensaiados até sua ruptura (no caso das amostras de baixa ductilidade) ou até atingir valores próximos a carga máxima da

máquina de ensaio (para as amostras com alta ductilidade). Os ensaios foram realizados utilizando uma taxa de 1 mm/min.

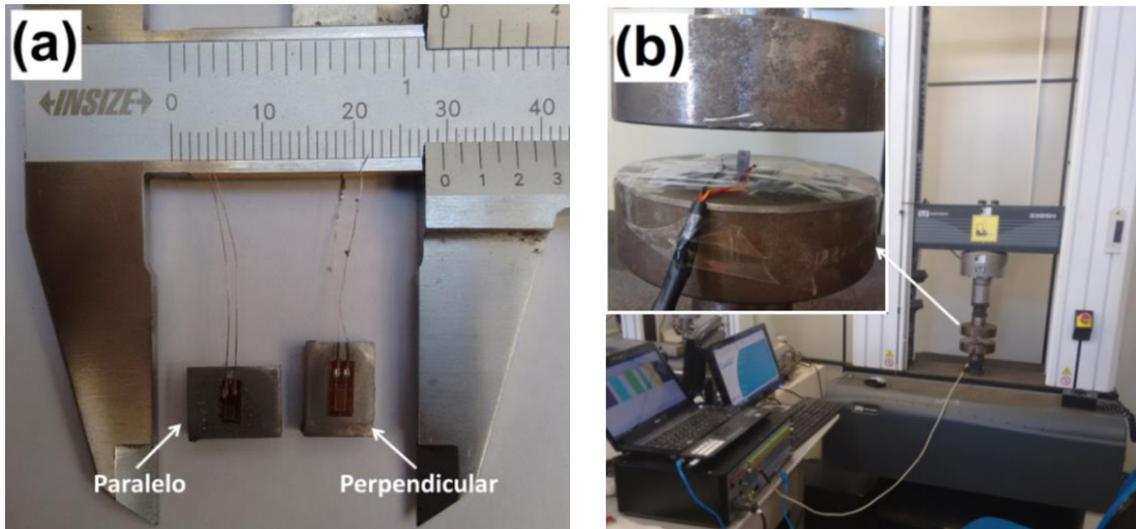
Foram utilizados corpos de prova retangulares com as seguintes dimensões: 10 mm de comprimento, 8 mm de largura e 4,5 de espessura. Para obter os valores de tensão de escoamento das ligas foi utilizado o método offset (0,5%). Este método consiste basicamente em plotar uma reta paralela a 0,5% da curva  $\sigma \times \epsilon$  e o valor onde a reta plotada coincide com a curva é o valor de  $\sigma_e$ .

Na medição do módulo de elasticidade foram instalados extensômetro de resistência elétrica (*strain gages*) axiais da marca KYOWA tipo KFG-1-120-C1-11 na direção paralela (1 mm de grade) e tipo KFG-2-120-C1-11 na direção perpendicular (2 mm de grade) à direção de laminação, como mostra a Figura 23(a). As seções úteis dos corpos-de-prova foram lixadas até 600 Mesh antes da etapa de colagem dos extensômetros.

O procedimento de ensaio consistiu em aplicar nos corpos de prova uma carga equivalente a 200 MPa em máquina universal INSTRON 3385H, com célula de carga de 250 kN, e adquirir a deformação resultante em aquisitor de dados LINX - modelo ADS 2000 (Figura 23(b)). O valor de 200 MPa foi selecionado porque encontra-se abaixo da tensão de escoamento das ligas, ou seja, no regime elástico. Os parâmetros para aquisição dos dados foram ¼ de ponte, 120 $\Omega$  com 3 fios. O objetivo de usar ponte de três fios foi de evitar a influência da temperatura nos fios. O módulo de elasticidade foi determinado através da média da relação entre a tensão de 200 MPa aplicada e a deformação medida para cada corpo de prova.

Para ajustar a sensibilidade do método de extensometria foi utilizada a equação de *shunt eng* (Equação 5), que leva em consideração o *Gage Factor* (k) para cada sensor usado, que é o valor informado pelo fabricante do extensômetro, bem como, o valor atribuído da placa encontrado no certificado de calibração (igual a 191588). Após tal ajuste, o instrumento passa a ter escala e resolução definida, apresentando valores diretamente na unidade de deformação, ou seja, transforma a leitura de milivolts em microns/milímetro. Portanto, a equação utilizada para o cálculo do shunt eng ( $S_e$ ) com os valores fornecidos, em que se varia apenas o valor de k, foi a seguinte (Equação 5):

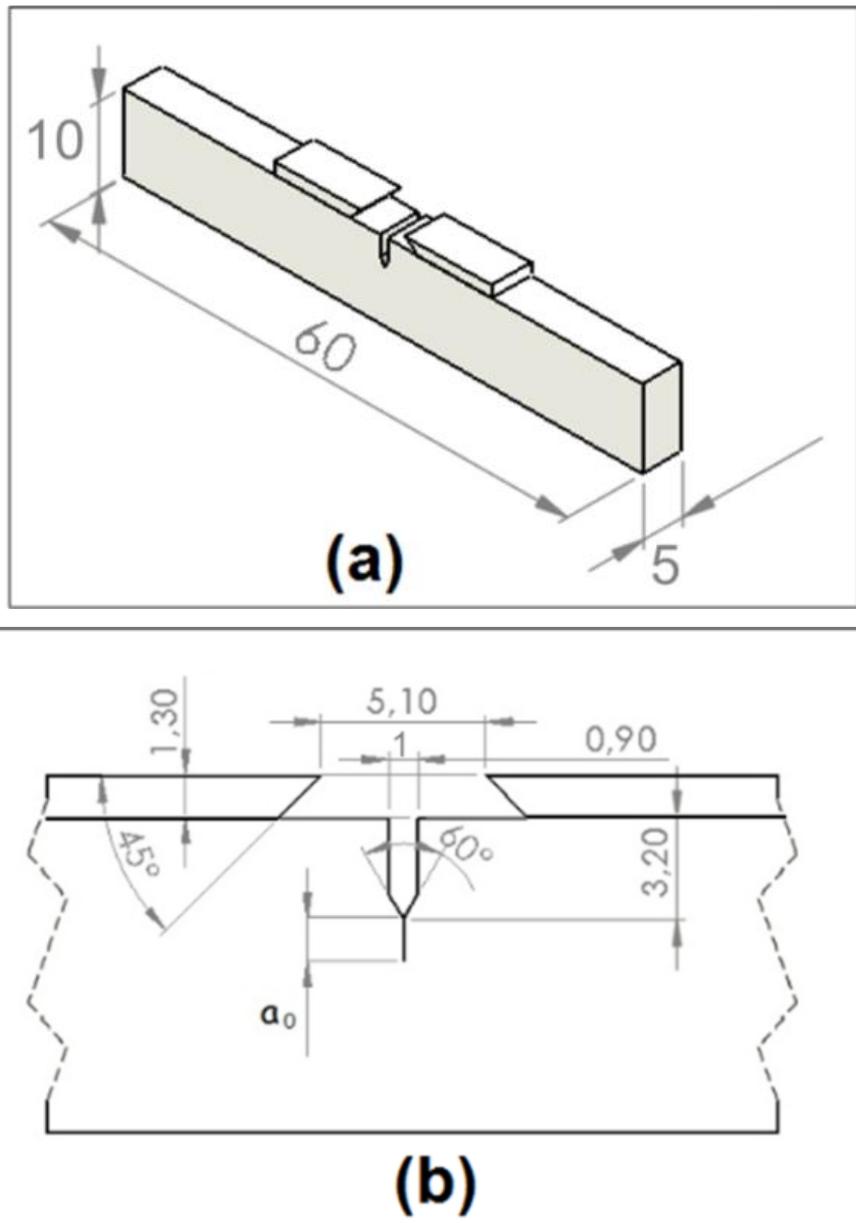
$$S_e = (-1) \times (10^6) \times \left(\frac{1}{k}\right) \times \left(\frac{120}{120+191588}\right) \quad \text{Equação (5)}$$



**Figura 23.** Detalhes dos ensaios realizados para medir o módulo de elasticidade em diferentes direções das ligas laminadas. Em (a) temos os corpos de prova com os extensômetros colados nas direções paralela e perpendicular a direção de laminação. Em (b) é mostrado fotos do sistema de extensometria utilizado e do posicionamento do corpo de prova na máquina de ensaios.

#### 4.4. Ensaios da/dN x ΔK

Os corpos de prova (CPs) para os ensaios de propagação de trinca foram do tipo flexão a 3 pontos com entalhe simples (SENB3). As dimensões dos CPs foram selecionadas em função da espessura das chapas produzidas e das normas regentes do ensaio. As normas selecionadas para a fabricação dos corpos de prova e realização dos ensaios foram ASTM E647-13a [91], BS 6835-1 [92] e BS ISO 12108 [93]. Segundo as normas, a relação da altura (W) pela espessura (B) da seção retangular deve permanecer entre  $1,0 < W/B \leq 5,0$ . A espessura do entalhe (h) não deve exceder 1 mm para corpos de prova com  $W \leq 25$  mm. A geometria do CP retangular está apresentada na Figura 24. Os corpos de prova foram obtidos pelo processo de usinagem convencional a partir das chapas.



**Figura 24.** Representação da geometria do corpo de prova em milímetros.

As dimensões dos corpos de prova são as seguintes:

$W = 10$  mm (altura);

$B = 5$  mm (espessura);

$L = 60$  mm (largura,  $L \geq 4W + 10$ );

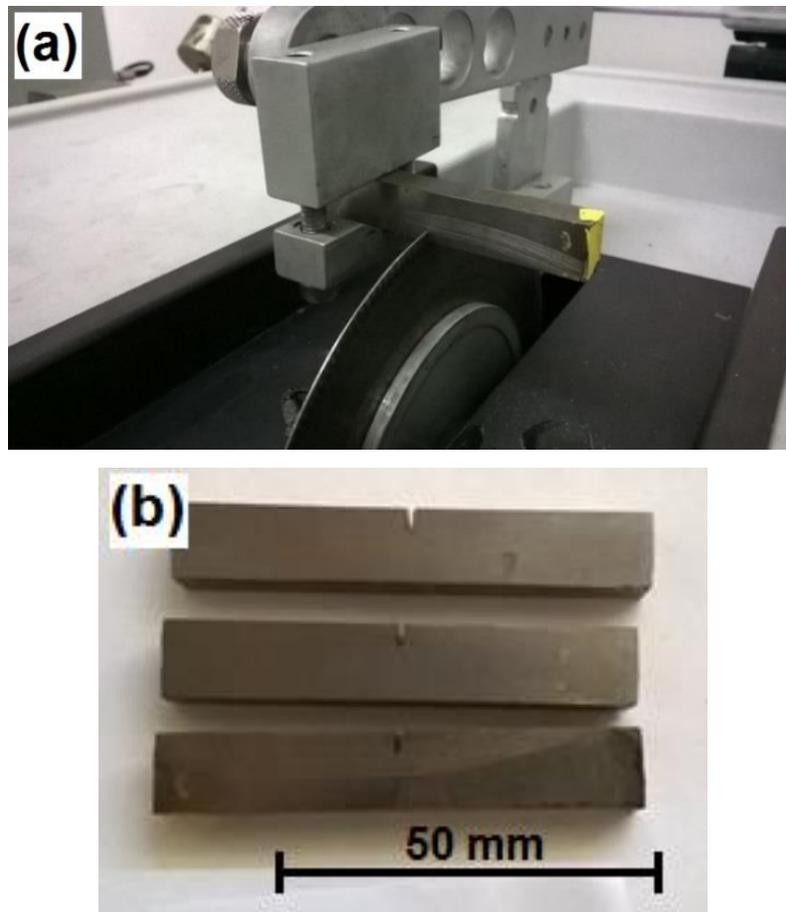
$S = 40$  mm (distância entre os apoios);

$a_n = 3,2$  mm (entalhe);

$a_0 = 1$  mm (pré-trinca de fadiga);

$h = 1$  mm (espessura do entalhe).

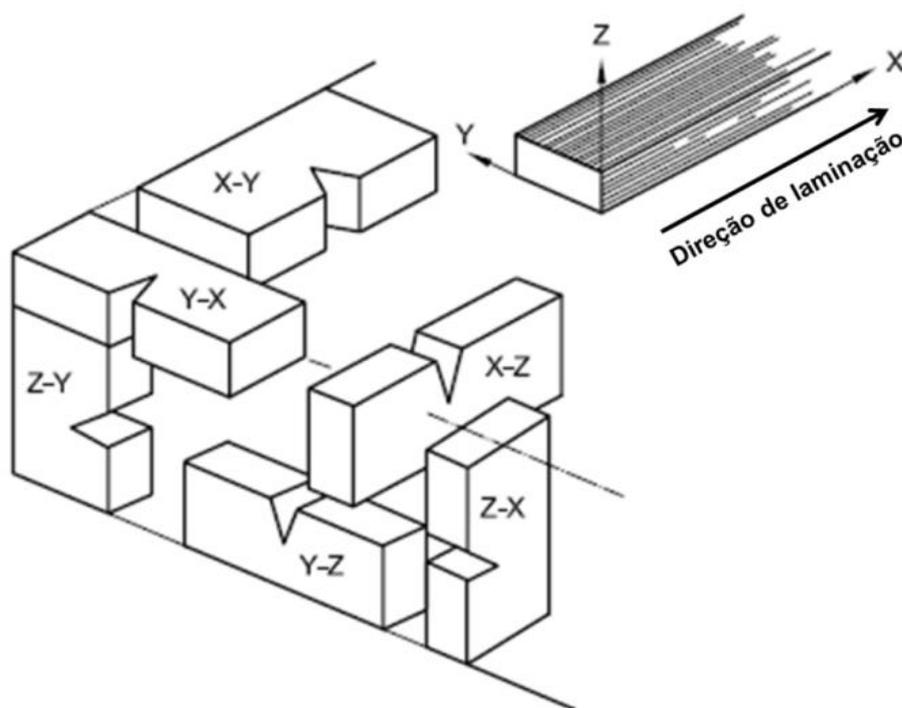
Os valores de  $W$  e  $B$  variaram para as diferentes ligas devido à variação nas dimensões finais das chapas produzidas pelo processo de laminação a frio. No entanto, estas dimensões permaneceram respeitando os critérios especificados na norma ( $0,2W \leq B \leq W$ ). Dois corpos de prova foram selecionados para cada composição. O entalhe foi aberto utilizando serra de corte (Buehler modelo Isomet 1000) e disco contendo espessura igual a 1 mm, já que o “ $h$ ” deve ser igual a 1 mm (Figura 25(a)). Na etapa de preparação da superfície das amostras, os corpos de prova foram lixados com lixas de SiC de 1200 mesh nas duas faces. A Figura 25(b) mostra três dos CP prontos para a realização dos ensaios de mecânica da fratura (MF).



**Figura 25.** Imagens da (a) fabricação do entalhe e (b) dos corpos de prova de MF.

Os corpos de prova foram fabricados com o entalhe orientado na direção perpendicular à direção da laminação a frio (configuração XY, mostrada na

Figura 26). Os CPs foram ensaiados na MTS “*Servo*hydraulic Test System” modelo 3010 com célula de carga de 100kN.



**Figura 26.** Diferentes configurações para a fabricação de corpos de prova tipo SENB3 para ensaio de mecânica da fratura.

De acordo com a norma BS ISO 12108 [93], no cálculo dos valores de  $\Delta K$  para amostras de todas as configurações deve-se utilizar a equação 6.

$$\Delta K = K_{\text{máx}} - K_{\text{mín}} \quad \text{Equação (6)}$$

Onde para calcular os valores de  $K_{\text{máx}}$  e  $K_{\text{mín}}$  a equação 7 é empregada, utilizando valores de  $F_{\text{máx}}$  e  $F_{\text{mín}}$ , respectivamente.

$$K = \frac{F}{BW^{1/2}} g \left( \frac{a}{W} \right) 10^{1,5} \quad \text{Equação (7)}$$

O fator função de intensidade de tensões,  $g(a/W)$ , é calculado de forma diferente para cada configuração de corpo de prova. Para amostras em

configurações SENB3, com distância entre apoios de  $4W$ , o  $g(a/W)$  é dado pela equação 8.

$$g\left(\frac{a}{W}\right) = \frac{6\alpha^{1/2}}{[(1+2\alpha)(1-\alpha)^{3/2}]} [1,99 - \alpha(1-\alpha)(2,15 - 3,93\alpha + 2,7\alpha^2)] \quad \text{Equação (8)}$$

onde:

$\alpha = a/W$ , esta expressão é válida para  $0 \leq \alpha \leq 1,0$ ;

$a$  = tamanho da trinca;

$F_{\text{máx}}$  = Força máxima atingida no determinado ciclo;

$F_{\text{mín}}$  = Força mínima atingida no determinado ciclo.

Os ensaios foram realizados nas seguintes condições: frequência = 10 Hz; razão de carregamento ( $R$ ) = 0,1; ondas cíclicas em forma senoidal; temperatura ambiente; ambiente ao ar e utilizando o procedimento de ensaio a carga constante. Este último foi escolhido para garantir que o  $\Delta K$  aumente e, com isso, foi possível obter a taxa de crescimento de trinca na região II da curva (região linear). Foi utilizado extensômetro “clip gage” marca MTS modelo 632.02F-20 para medir instantaneamente o tamanho da trinca no decorrer do ensaio (valor de “a”). Este dispositivo foi fixado através de suporte com forma de cunha que foi colado no corpo de prova em uma distância fixa do entalhe, como está mostrado na Figura 24(b).

Antes de realizar o ensaio para obtenção da curva  $da/dN \times \Delta K$  é necessário criar a pré-trinca de fadiga na ponta do entalhe. O propósito desta pré-trinca é fornecer uma trinca por fadiga reta e aguda de comprimento suficiente para que os valores de  $K$  não sejam influenciados pela forma da ponta do entalhe usinado, e a subsequente taxa de propagação de trinca não seja influenciada pela mudança na forma da ponta da trinca ou pelo histórico das forças. O comprimento da pré-trinca ( $a_0$ ) para a configuração SENB3 não deve exceder o valor da altura do entalhe ( $h = 1 \text{ mm}$ ) ou  $0,1B$ . Assim, foi fixado um valor de 1 mm de pré-trinca para todos os corpos de prova.

#### **4.5. Análise metalográfica do perfil de propagação da trinca**

Após a fratura dos corpos de prova, as seções transversais das superfícies de fratura foram embutidas de forma que se pudesse ver por metalografia o caminho de propagação da trinca ao longo da microestrutura. Imagens de maior aumento foram obtidas também para observar todos os detalhes das microestruturas para cada composição. Na etapa de preparação da superfície de análise, as amostras foram lixadas seguindo a ordem de Mesh: 110, 220, 400, 600, 800, 1200 e 1500. Após o lixamento, as amostras foram polidas em panos aplicando-lhe solução de alumina de tamanho de partículas de 0,3  $\mu\text{m}$ . O ataque químico foi realizado através da solução Kroll (12 ml  $\text{HNO}_3$ , 6 ml HF and 82 ml  $\text{H}_2\text{O}$ ) para revelar a microestrutura.

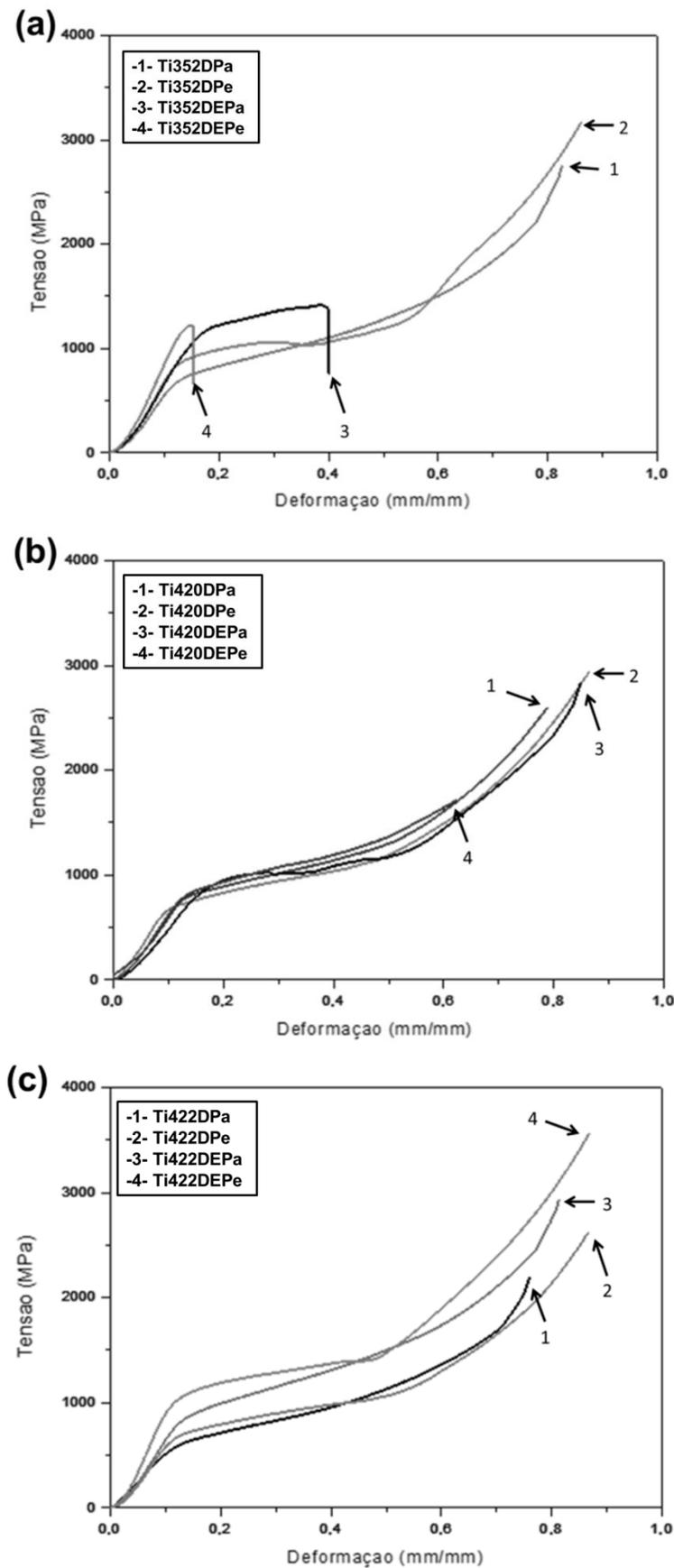
#### **4.6. Análise da superfície de fratura**

As análises das superfícies de fratura das amostras foram feitas através de microscópio estereoscópico marca Zeiss modelo Stemi 2000-Ca e microscópio eletrônico de varredura (MEV) JEOL Carry Scope JCM-5700. O microscópio estereoscópico foi utilizado para observar a rugosidade das superfícies de fratura e o MEV para observar os micromecanismos de fratura, obtendo-se imagens por elétrons secundários. As fotos foram tiradas na região de propagação das trincas e na região de fratura instável das amostras.

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

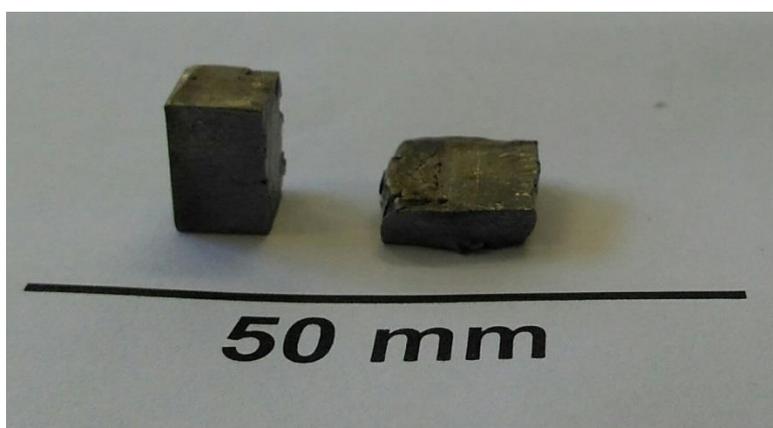
### 5.1. Ensaio de compressão

A Figura 27 mostra as curvas tensão por deformação de todas as ligas ensaiadas tanto na direção perpendicular (Pe) como paralela (Pa) à direção de laminação. Através do perfil das curvas nota-se que apenas as ligas envelhecidas com baixo teor de nióbio (Ti352DE-Pa (3) e Ti352DE-Pe (4)) foram as únicas ligas que apresentaram comportamento de fratura após deformação plástica na compressão (Figura 27(a)). Além disso, foi observado que a aplicação de tensões compressivas na direção paralela à direção de laminação da liga Ti352DE (3) gerou uma grande deformação plástica antes da ruptura, o mesmo comportamento não ocorre na direção perpendicular à direção de laminação para esta liga, fraturando com pouca deformação plástica. As outras ligas apresentaram alta ductilidade, deformando plasticamente até atingir níveis de carga próximos ao limite de capacidade máxima da célula de carga da máquina de ensaio, ou seja, para esses corpos de provas não foi possível obter o valor de tensão na ruptura.



**Figura 27.** Curvas tensão x deformação para as ligas (a) Ti352, (b) Ti420 e (c) Ti422.

Um resultado importante obtido foi a boa ductilidade das ligas Ti422DE (3 e 4 da Figura 27(c)) e Ti420DE (3 e 4 da Figura 27(b)) quando submetidas à tensões compressivas. O envelhecimento aumenta a resistência e dureza das ligas, mas diminui a ductilidade, podendo até fragilizar a liga. A redução de ductilidade foi vista apenas para a liga Ti352 (Figura 27(a)). Portanto, observa-se que a adição de nióbio de 35% para 42% ajudou na manutenção da ductilidade das ligas Ti420DE (3 e 4 da Figura 27(b)) e Ti422DE (3 e 4 da Figura 27(c)) mesmo após a realização do processo de envelhecimento, uma vez que estas ligas não fraturaram nos ensaios de compressão, deformando até atingir o limite da máquina de ensaios. A Figura 28 mostra, antes e depois de realizado os ensaios, os cps das ligas que apresentaram alta ductilidade sob compressão.



**Figura 28.** Corpo de prova antes e depois do ensaio de compressão.

A Tabela 3 mostra os valores das propriedades mecânicas obtidas dos ensaios de compressão para todas as ligas nas direções perpendicular e paralela à direção de laminação dos corpos de prova. Podemos observar se há diferença dos valores das propriedades nas diferentes direções das ligas e concluir se as ligas apresentam anisotropia devido a laminação.

Altos valores de tensão de escoamento foram obtidos nos ensaios de compressão. No entanto, esses valores estão na mesma faixa dos valores obtidos para outros sistemas de ligas de titânio, por exemplo, as ligas Ti15MoxNb ( $x = 0; 5; 10$  e  $15$ ) apresentaram valores de tensão de escoamento entre, aproximadamente, 618 e 860 MPa [94,95].

Observa-se que todas as ligas possuem propriedades anisotrópicas, ou seja, os valores das propriedades mecânicas na direção perpendicular à direção de laminação são maiores do que os valores obtidos na direção paralela à direção de laminação. A anisotropia se deve ao fluxo de laminação e texturização das ligas para níveis elevados de deformação a frio. Além disso, observa-se que o envelhecimento provocou aumento dos valores de módulo de elasticidade e tensão de escoamento para ambas as direções dos corpos de prova. Esse resultado é esperado pois o envelhecimento provoca a precipitação da fase  $\alpha$ , que restringe o movimento de discordâncias [11]. As mudanças de propriedades são geradas no envelhecimento devido às pequenas transformações microestruturais das ligas (precipitados finos). Estas mudanças são de dimensões tão pequenas que não foi possível observá-las através de microscopia ótica [11].

**Tabela 3.** Resultados das propriedades de módulo de elasticidade (E), tensão de escoamento ( $\sigma_e$ ) e tensão na ruptura ( $\sigma_{m\acute{a}x}$ ) para as diferentes ligas do sistema TiNbSn nas diferentes direções em relação a direção de laminação. Os valores de desvio padrão estão entre parênteses.

Liga	Ti352D		Ti352DE		Ti420D		Ti420DE		Ti422D		Ti422DE	
	PE	PA	PE	PA	PE	PA	PE	PA	PE	PA	PE	PA
<b>E (GPa)</b>	80(2)	60(1)	97(2)	101(1)	75(1)	54(2)	82(2)	75(1)	96(1)	73(1)	92(2)	88(1)
<b><math>\sigma_e</math> (MPa)</b>	802(32)	695(24)	1287(77)	988(12)	707(64)	750(45)	1089(53)	866(19)	682(66)	538(4)	890(57)	760(34)
<b><math>\sigma_{m\acute{a}x}</math> (MPa)</b>	-	-	1303(79)	1373(74)	-	-	-	-	-	-	-	-

PA = Paralelo à direção de laminação; PE = Perpendicular à direção de laminação;

Os valores de módulo de elasticidade na direção paralela à direção de laminação são menores do que na direção perpendicular para todas as ligas na condição deformada. Isso porque a laminação provoca mudança dos parâmetros de rede na direção de laminação. A liga deformada a frio fica texturizada, o que é responsável pelas propriedades anisotrópicas encontradas. Esta texturização também afetou os valores de tensão de escoamento das ligas. Do mesmo modo que para o módulo de elasticidade, a tensão de escoamento na direção perpendicular à direção de laminação é maior do que na direção paralela à direção de laminação.

## 5.2. Ensaios de propagação de trincas da/dN x ΔK

Neste estudo, foram realizados dois ensaios de propagação de trincas para cada liga. A Figura 29 mostra os resultados das duas curvas da/dN x ΔK para a liga Ti352DE e suas respectivas equações da linha de tendência da região de Paris do gráfico. Os baixos valores de R<sup>2</sup> encontrados nestas curvas é porque para essas amostras foram registrados poucos pontos nos ensaios, uma vez que a liga Ti352DE possui um baixo valor de ΔK de ruptura. Foi observado que os valores de da/dN para cada faixa de ΔK analisada, praticamente, se sobrepõem, resultando em um desvio padrão muito baixo. Para as outras ligas as curvas da/dN x ΔK também se sobrepõem. Esse comportamento é uma característica desse ensaio, uma vez que estamos medindo propriedades intrínsecas das ligas e por isso não são esperadas variações significativas de um corpo de prova para outro. Por isso foram usados apenas dois cps para cada condição.

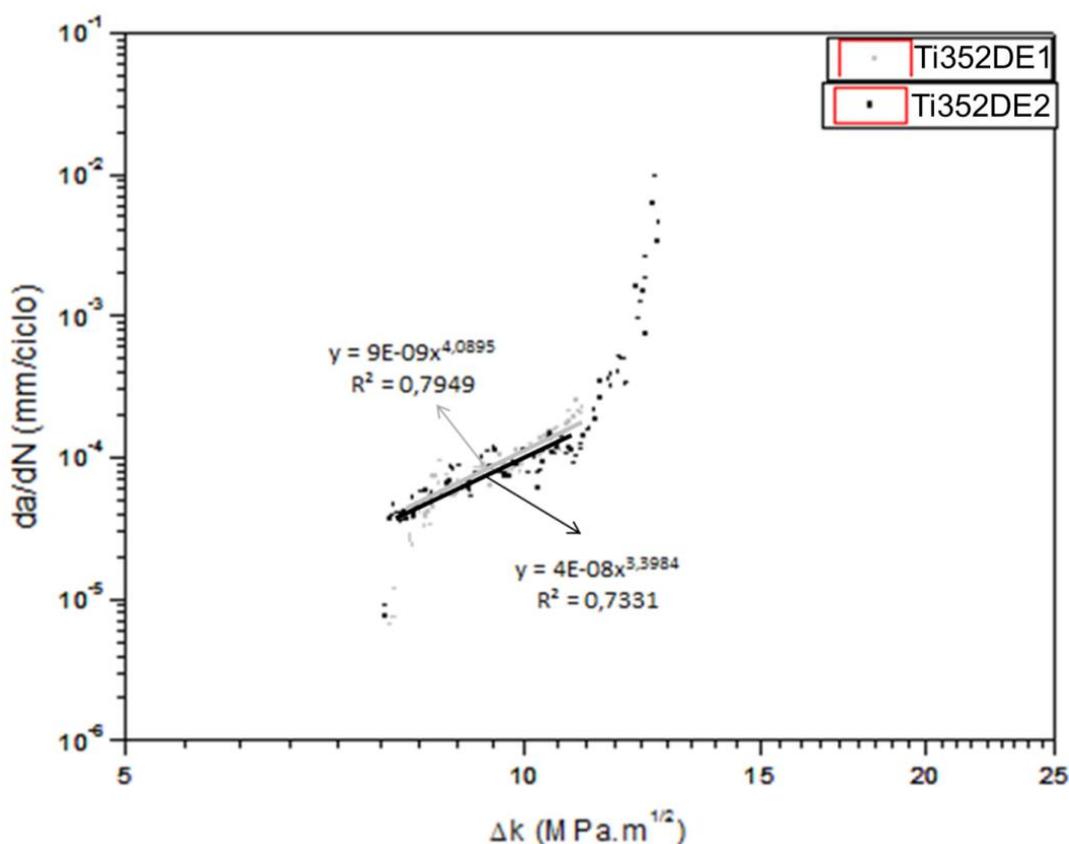
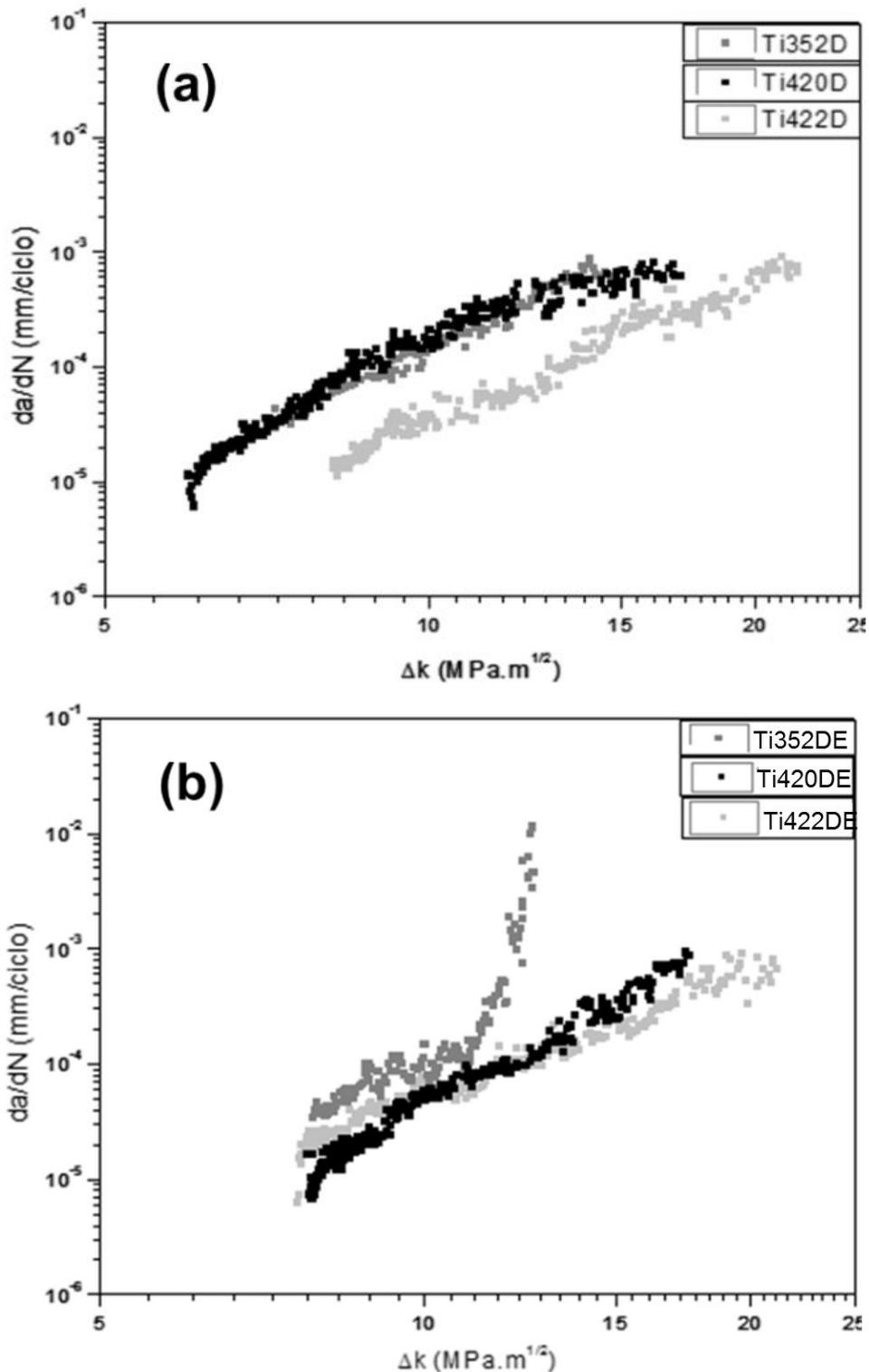


Figura 29. Curvas da/dN x ΔK para dois corpos de prova da liga Ti352DE.

Os resultados das curvas  $da/dN \times \Delta K$  para todas as ligas deformadas a frio e envelhecidas estão mostrados nas Figuras 30(a) e 30(b), respectivamente. Através dessas curvas nota-se que as ligas Ti422D e Ti422DE apresentaram os melhores resultados de resistência à propagação de trincas entre as ligas apenas laminadas e entre as ligas envelhecidas, respectivamente. É interessante salientar que estas mesmas ligas também apresentaram bons resultados de ductilidade sob tensões compressivas. Observa-se também que as ligas Ti352D e Ti420D apresentaram resultados de taxa de propagação de trincas bem maiores que os da liga Ti422D.

Nota-se que a inclinação da curva da liga Ti420DE é maior do que a da liga Ti422DE, ou seja, para valores elevados de  $\Delta K$  a liga Ti420DE apresenta menor resistência à propagação de trinca. Ou seja, o estanho aumentou a resistência à propagação de trincas em altos valores de  $\Delta K$  para as ligas envelhecidas.

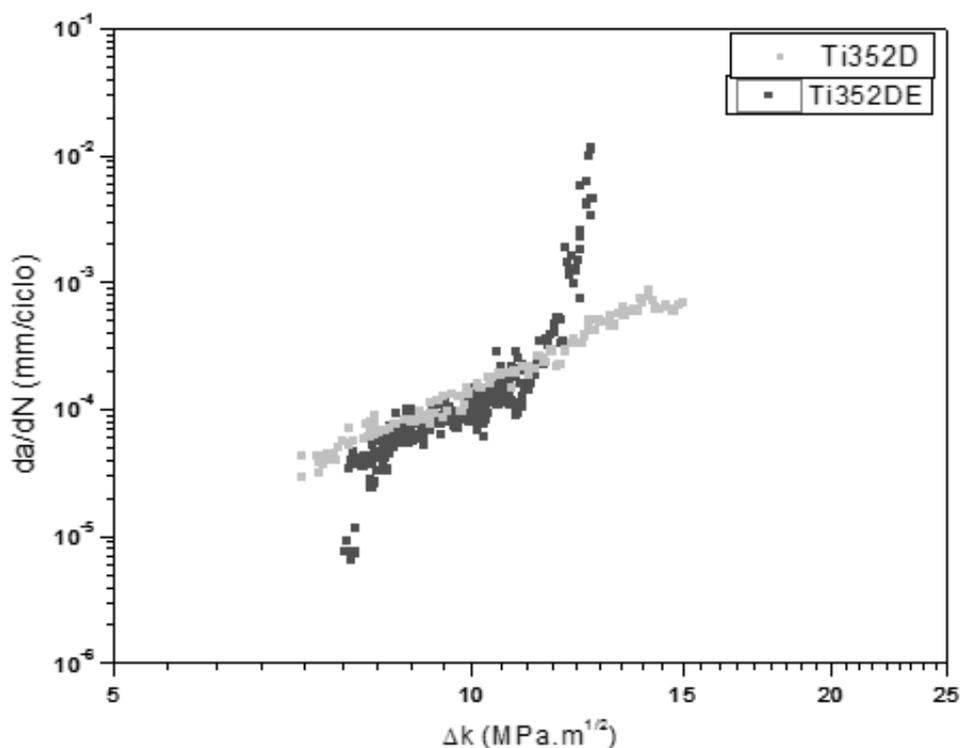
No presente estudo, não foi possível a obtenção dos valores de limiar para as ligas Ti352D e Ti422D. Isto é atribuído aos baixos valores de limiar que só poderiam ter sido obtidos aplicando-se valores de carga máxima menores durante a abertura de trinca, ou seja, espera-se que os valores de limiar sejam pequenos em comparação aos demais. Porém, através das curvas  $da/dN \times \Delta K$  obtidas percebe-se uma tendência, onde o envelhecimento provoca aumento dos valores de limiar para as ligas analisadas. Este aumento deve estar relacionado com a precipitação de finas partículas da fase  $\alpha$  que o processo de envelhecimento provoca [5,11,36,40,49]. As finas partículas de precipitados tensionam a rede da matriz  $\beta$  e provocam o retardo da propagação da trinca. Assim, é necessário um aumento da intensidade de tensões para fazer progredir a trinca, visto que é necessária energia adicional para superar as tensões da rede e então fazer progredir a trinca. Além disso, a dispersão dos precipitados também barra a trinca, que precisa de energia superior tanto para eventualmente contornar o obstáculo ou então quebrá-lo.



**Figura 30.** Curvas  $da/dN$  x  $\Delta K$  para as ligas (a) deformadas a frio e (b) envelhecidas.

Foi notado que a liga Ti352DE, comparado com a liga Ti352D, possui o maior valor de limiar, menor taxa de propagação de trinca na região II da curva e menor valor de  $\Delta K$  de ruptura (aproximadamente, 13 MPa $\sqrt{m}$ ), ou seja, o

processo de envelhecimento causou grande mudança na curva para esta liga, como pode-se ver mais claramente através da Figura 31. O efeito do envelhecimento na liga Ti422 não foi muito significativo na região II. Já o processo de envelhecimento para a liga Ti420 apresentou resultados significativos, aumentando o valor de limiar (de ~ 6 para ~ 8 MPa√m) e diminuindo a taxa de propagação de trinca na região II do gráfico.



**Figura 31.** Comparação das curvas  $da/dN \times \Delta K$  para as ligas Ti352D e Ti352DE.

A Tabela 4 compara os valores de limiar obtidos no presente estudo com os valores obtidos na literatura para várias classes diferentes de materiais. Todos esses valores foram obtidos através de ensaios de propagação de trinca  $da/dN \times \Delta K$  sob  $R = 0,1$ . Em relação as outras classes de materiais, percebe-se que, ao lado dos aços, os valores de  $\Delta K_{th}$  obtidos são bem superiores aos outros materiais. Por exemplo, os valores de limiar para a liga Ti6Al4V com diferentes microestruturas são baixos comparados com as ligas TiNbSn. Isto porque a liga Ti6Al4V apresenta microestrutura com grãos e colônias de fases pequenas, desse modo, produzindo baixos valores de limiar para propagação de trincas [96].

**Tabela 4.** Relação dos valores de limiar para várias classes de materiais testadas a uma razão de carregamento igual a 0,1.

Material	$\Delta K_{th}$	Referência
<b>A508</b>	6,7	[26]
<b>Aço A535B</b>	8	[26]
<b>Alumínio 2219-T851</b>	3,0	[26]
<b>Alumínio Fundido A356</b>	6,1	[26]
<b>Ti6Al4V</b>	~4	[96]
<b>Aço 25Cr2NiMo1V HP</b>	8,4	[98];
<b>Aço 25Cr2NiMo1V LP</b>	7,56	[98]
<b>Alumínio 7150 W51 Underaged</b>	~3,15	[99]
<b>Alumínio 7150 W51 Peak Aged (T6)</b>	~2,65	[99]
<b>Alumínio 7150 W51 Overaged (T7)</b>	~2,3	[99]
<b>Ti62222S Bimodal</b>	~4,5	[97]
<b>Ti62222S Lamelar</b>	~6,9	[97]
<b>Ti420D</b>	~6,00	Presente estudo
<b>Ti422DE</b>	~7,67	Presente estudo
<b>Ti352DE</b>	~7,90	Presente estudo
<b>Ti420DE</b>	~7,90	Presente estudo

No estudo de Liaw *et al.* [62] o comportamento de crescimento de trinca na região próxima ao limiar de seis sistemas de ligas (aço, alumínio, cobre, magnésio, níquel e titânio) foram analisadas. Foi visto a dependência linear (com coeficiente de correlação igual a 0,987) existente entre o módulo de elasticidade e o  $\Delta K_{th,eff}$  onde com um aumento do valor de E,  $\Delta K_{th,eff}$  também aumenta. O mesmo comportamento foi visto para as ligas deste estudo. Porém, neste caso foi comparado o módulo de elasticidade com o valor de limiar obtido da curva, ou seja, sob influência dos efeitos dos processos de fechamento de trinca.

No presente estudo a taxa de propagação de trinca foi medida na direção perpendicular a laminação, visto que em aplicações de engenharia, os componentes e estruturas são projetados preferencialmente de maneira que a carga externa aplicada seja na direção da laminação, provocando eventual trincamento justamente na direção perpendicular. Resultados de taxa de

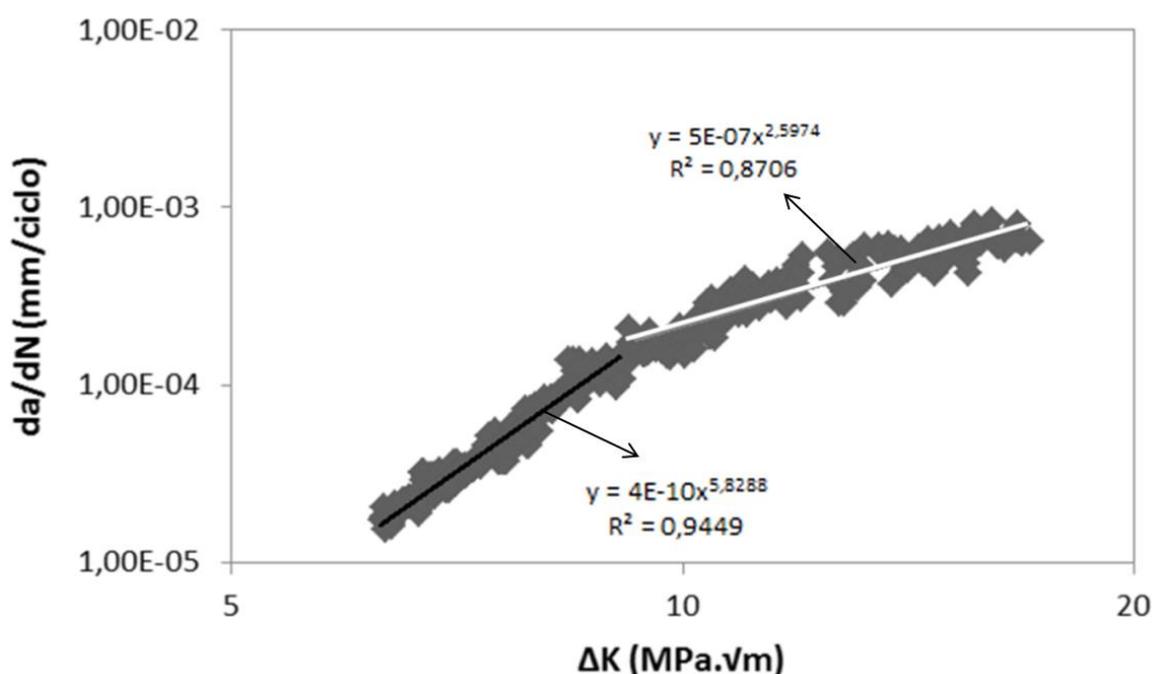
propagação de trincas na direção paralela e perpendicular a direção da deformação plástica foram obtidos através de estudos na liga VT-20 (Ti6Al2Zr1,5Mo1,5V). Através da comparação dos valores de taxas de propagação de trincas para diferentes direções do corpo de prova da liga VT-20 laminada foi observado que amostras com trincas paralelas a direção de laminação possuem menores taxas de propagação de trincas, enquanto que amostras com trincas perpendiculares a direção de laminação possuem maiores valores de taxa de propagação de trinca [100,101]. Seguindo a lógica de que o módulo de elasticidade possui grande influência nos resultados de taxa de propagação de trinca, espera-se que para as presentes ligas os valores de taxa de propagação de trinca na direção de laminação sejam maiores do que na direção perpendicular a laminação.

A Tabela 5 mostra os resultados das constantes “C” e “m” obtidas da equação de Paris para cada material analisado. As ligas Ti422D e Ti422DE possuem os maiores valores de “C” e menores valores de “m”, assim, apresentam maior resistência à propagação de trinca em comparação com as outras ligas. Esses resultados confirmam a análise visual feita das curvas apresentadas na Figura 30. Foi visto também uma tendência de que as ligas que apresentam menores valores de “C” possuem maiores valores de “m” (em destaque a liga Ti420DE), ou seja, quando os valores de  $\Delta K$  estão próximos do limiar, os valores de  $da/dN$  são bem menores em comparação com as outras ligas. No entanto, para altos valores de  $\Delta K$  os resultados de  $da/dN$  ficam próximos das outras ligas. Assim, para essas ligas, em projetos de componentes mecânicos devem-se levar em consideração em qual faixa de  $\Delta K$  o componente estará sujeito, se estiver submetido a valores de  $\Delta K$  próximos do limiar o aconselhável é usar um material com menor valor de “C” (Ti420DE ou Ti422D, por exemplo). Porém, se a peça estiver submetida a altos valores de  $\Delta K$  o recomendado é que se use um material com menor valor de “m” (Ti422DE, por exemplo).

**Tabela 5.** Valores de “C”, “m” e R<sup>2</sup> obtidas da equação da região II da curva da/dN x ΔK para cada liga.

Material	C [m/(ciclo.MPa√m)]	m (-)	R <sup>2</sup>
<b>Ti352D</b>	8x10 <sup>-12</sup>	4,29	0,97
<b>Ti352DE</b>	9x10 <sup>-12</sup>	4,09	0,79
<b>Ti422D</b>	4x10 <sup>-12</sup>	3,95	0,95
<b>Ti422DE</b>	2x10 <sup>-11</sup>	3,54	0,97
<b>Ti420D</b>	1x10 <sup>-11</sup>	4,00	0,94
<b>Ti420DE</b>	4x10 <sup>-13</sup>	5,02	0,98

Elevado grau de não linearidade dos dados de taxa de propagação de trinca na região II do gráfico da/dn x ΔK foi encontrado para a liga Ti420D. Essa liga apresentou transição dos dados de taxa de propagação de trinca. A transição foi observada através da mudança de inclinação da curva de taxa de propagação de trinca na região II do gráfico. Desse modo, foi necessário fazer duas regressões lineares com base em cada tendência observada para essa liga (Figura 32).



**Figura 32.** Curva da/dN x ΔK no regime de Paris para a liga Ti420D mostrando as diferentes zonas formadas: reta preta (Zona A) e reta branca (Zona B).

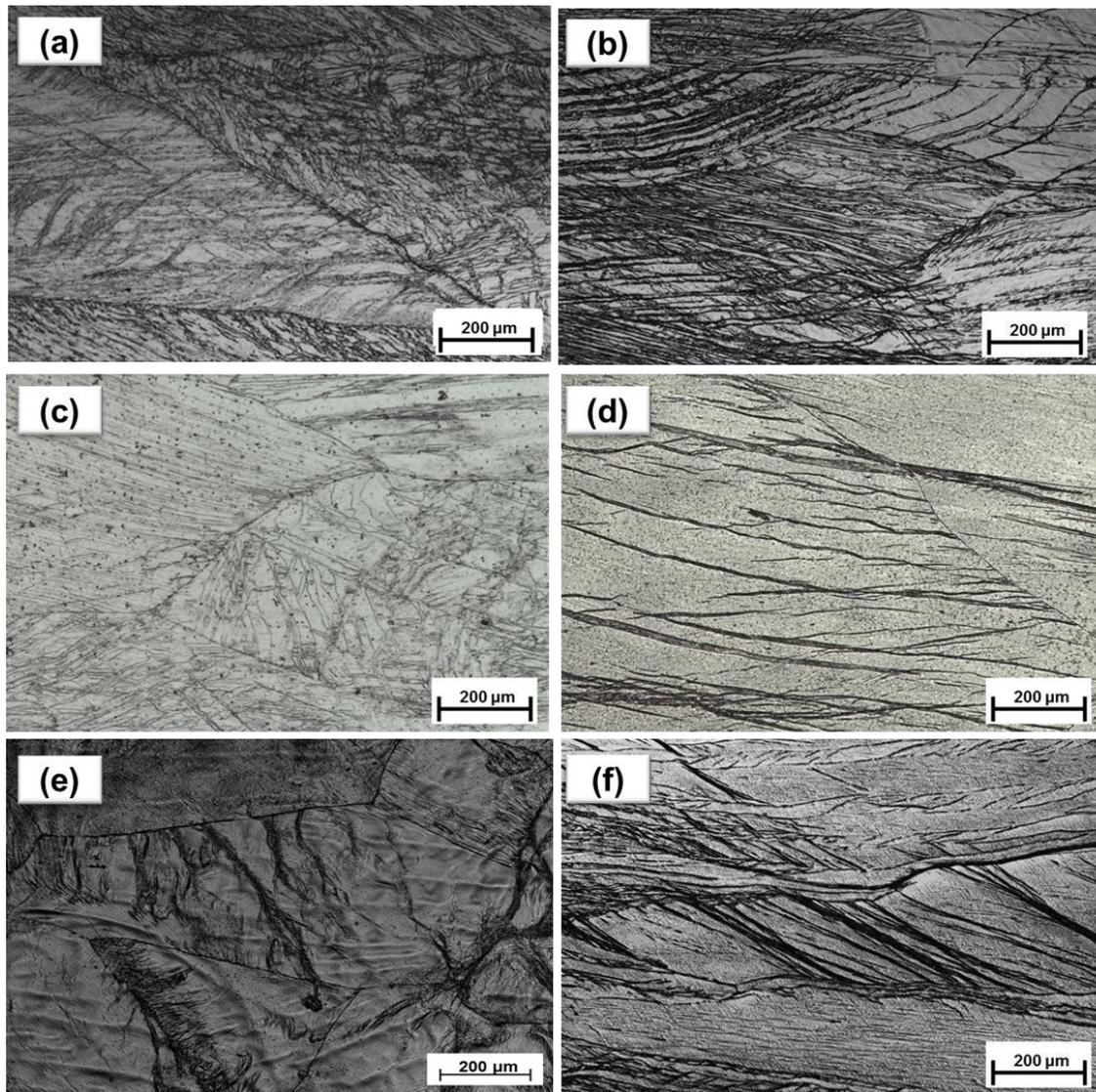
Através das regressões lineares feitas em cada zona foram obtidos novos valores de “C” e “m” para essa liga. A Tabela 6 traz esses valores para cada zona encontrada dentro do gráfico. O comportamento de crescimento de trinca para a liga Ti420D experimentou uma suave, mas significativa, transição na tendência dos valores de taxa de propagação de trinca em valores de  $\Delta K$  próximos de  $9 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . A zona A dessa curva possui menor valor de “C” e maior valor de “m” em comparação com a zona B.

**Tabela 6.** Valores de “C”, “m” e  $R^2$  obtidas da equação das diferentes zonas formadas na região II das curvas  $da/dN \times \Delta K$  para as ligas Ti420D.

Material	Zona	C [m/(ciclo.MPa $\sqrt{\text{m}}$ )]	m (-)	$R^2$
Ti420D	A	$4 \times 10^{-13}$	5,83	0,94
	B	$5 \times 10^{-10}$	2,60	0,87

### 5.3. Análise metalográfica do perfil de propagação da trinca

A Figura 33 mostra imagens das microestruturas de todas as ligas em estudo. Nota-se que o envelhecimento não produz grandes mudanças microestruturais nas três composições. Porém, a mudança na composição resultou em mudanças microestruturais significativas. As ligas Ti352 deformada a frio e envelhecida apresentaram microestruturas de grãos  $\beta$  com grande quantidade de fases e bandas de cisalhamento ao longo dos grãos. No entanto, devido a maior quantidade de elementos  $\beta$ -estabilizadores (Nb e Sn), as ligas Ti422 e Ti420 deformadas a frio e envelhecidas apresentaram microestruturas predominantemente de grãos beta com menor formação de outras fases, corroborando com os resultados de LIMA *et al.* [11]. Segundo LIMA *et al.* [11], as ligas Ti352, Ti420 e Ti422 apenas laminadas a frio apresentam as fases  $\beta$ ,  $\alpha'$  e  $\omega$ . Porém, após o envelhecimento, estas ligas apresentam, além dessas mesmas fases, a precipitação da fase  $\alpha$  em suas microestruturas.

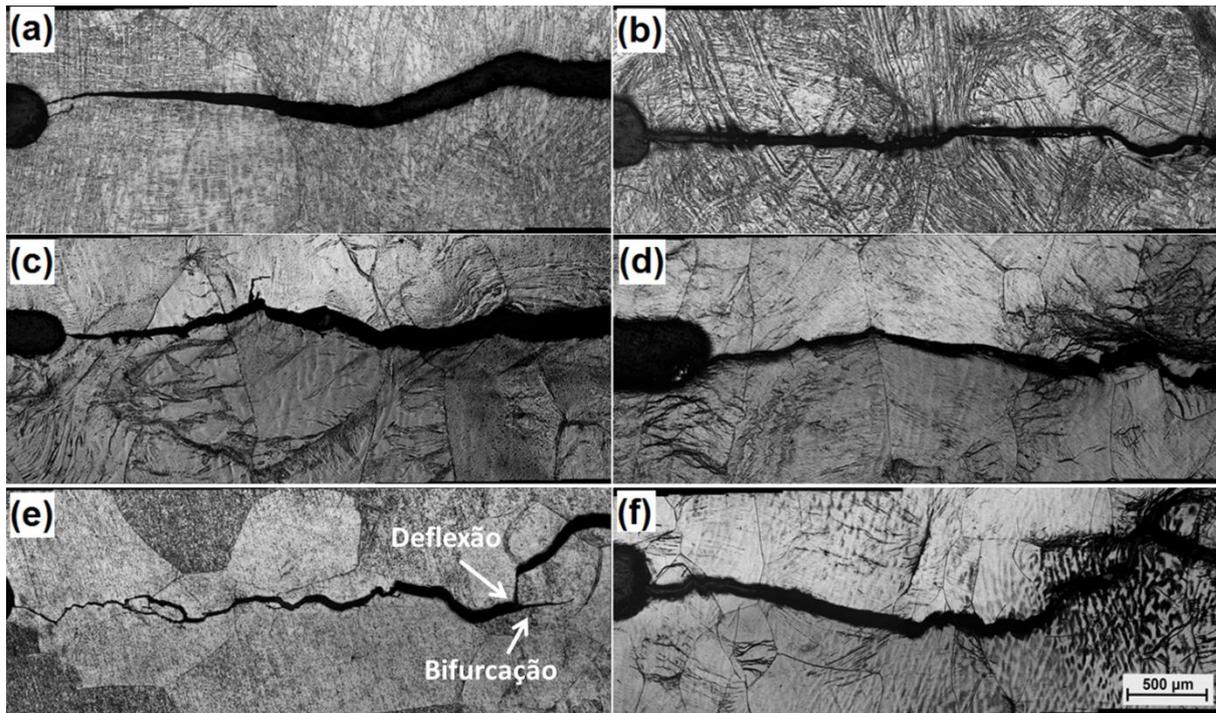


**Figura 33.** Microestruturas das ligas (a) Ti352D, (b) Ti352DE, (c) Ti420D, (d) Ti420DE, (e) Ti422D e (f) Ti422DE.

Após terem sido realizadas as análises visuais e matemáticas das curvas  $da/dN \times \Delta K$  de todas as ligas foi feita análise metalográfica do caminho de propagação da trinca antes da ruptura final (Figura 34). Essa análise metalográfica tem como objetivo explicar o motivo dos diferentes comportamentos de crescimento de trinca de todas as ligas. Em estudos realizados com a liga Ti6Al4V foi relatado que ocorre mudança na inclinação da curva na região II do gráfico  $da/dN \times \Delta K$  quando a zona plástica cíclica na ponta da trinca se torna igual ao tamanho das colônias de Widmanstätten [15,16,102]. No entanto, para o presente estudo, não é possível associar as mudanças na

inclinação da curva dessa forma, uma vez que as ligas estudadas possuem microestruturas grosseiras em relação aos frequentes tamanhos da zona plástica cíclica na ponta da trinca. Assim, a zona plástica na ponta da trinca é bem menor do que os grãos da fase  $\beta$ .

A análise do caminho da trinca é a principal ferramenta utilizada para explicar transições que ocorrem na região de Paris em ligas de titânio. No presente estudo, essa análise revelou que a transição que ocorreu na liga Ti420D é devido à formação de uma bifurcação e uma grande deflexão na região final da trinca. Esses aspectos da trinca reduzem os valores de taxa de propagação de trinca. Desse modo, o valor de “m” na zona B diminuiu bastante e gerou essa transição da linha de tendência na curva  $da/dN \times \Delta K$  no regime de Paris por causa da maior dificuldade que a trinca possui em se propagar ao ser defletida e bifurcada. A formação da bifurcação e deflexão da trinca para a liga Ti420D está associada com a grande deformação plástica acumulada na ponta da trinca, que prejudica o caminho da trinca e provoca a formação de trincas secundários e caminhos tortuosos. No artigo de Qiu *et al.* [12], esse mesmo fenômeno de transição nas curvas  $da/dN \times \Delta K$  foi relatado para as ligas Ti6Al2Sn4Zr(2 e 4)Mo com microestruturas grosseiras testadas sob  $R = 0,1$ , onde os baixos valores de taxa de propagação de trinca no estágio inicial do regime de Paris foram associados a esses efeitos.



**Figura 34.** Perfil do caminho de propagação da trinca para as ligas (a) Ti352D, (b) Ti352DE, (c) Ti422D, (d) Ti422DE, (e) Ti420D e (f) Ti420DE.

As maiores resistências à propagação de trincas por fadiga das ligas Ti422D, Ti422DE e Ti420DE foram atribuídas à tortuosidade das trincas. Essa tortuosidade leva a maior fechamento de trinca induzido pela rugosidade, que é o efeito de fechamento mais encontrado em ligas de titânio devido à presença de microestruturas intrinsecamente grosseiras [16]. Este efeito causa maior deflexão das trincas, reduzindo os valores de taxa de propagação de trinca, e é relatado também em outros materiais que possuem microestruturas grosseiras [98,99]. Por outro lado, as ligas Ti352DE e Ti352D que possuem os menores valores de resistência à propagação de trinca foram as que apresentaram caminhos de trinca retos, sem muita deflexão. Este comportamento pode estar relacionado com a grande quantidade da fase martensita induzida por deformação ( $\alpha''$ ) presente nestas ligas devido ao menor teor de Nb.

Do mesmo modo, no estudo de Verdhan *et al.* [13] os menores valores de taxa de propagação de trinca para a liga VT-20 com microestruturas aciculares e lamelar foram atribuídas a maior tortuosidade das trincas em comparação com a microestrutura bimodal. No estudo de Krüger *et al.* [97], ensaios  $da/dN \times \Delta K$  foram realizados para a liga Ti62222S (liga  $\alpha + \beta$ ) em diferentes microestruturas

e resultados semelhantes foram encontrados. A microestrutura lamelar com grãos grosseiros levou a maiores valores de limiar e de resistência à propagação de trinca do que para a liga com microestrutura bimodal. Já no estudo de Muzvidziwa *et al.* [103] foi utilizado um processo de soldagem em estado sólido para estudar as propriedades de propagação de trinca em diferentes zonas da solda na liga Ti6Al4V. Eles notaram que trincas lineares na zona de mistura e zona interfacial promoveram maiores taxas de propagação das trincas de fadiga em comparação com as trincas tortuosas no metal base e na zona afetada pelo calor, que possuem microestrutura de grãos mais grosseiros.

Um fato interessante notado na análise do caminho de propagação das trincas foi a elevada linearidade de propagação da trinca para a liga Ti352DE (Figura 34(b)). A propagação de trincas de maneira retilínea diminui os efeitos de fechamento de trinca para ligas metálicas. Isso levou a liga a obter altas taxas de propagação de trincas no regime de Paris e baixo valor de  $\Delta K$  de ruptura (região III da curva  $da/dN \times \Delta K$ ). Esse comportamento de propagação gera uma superfície de fratura lisa, como podemos ver na Figura 35(b).

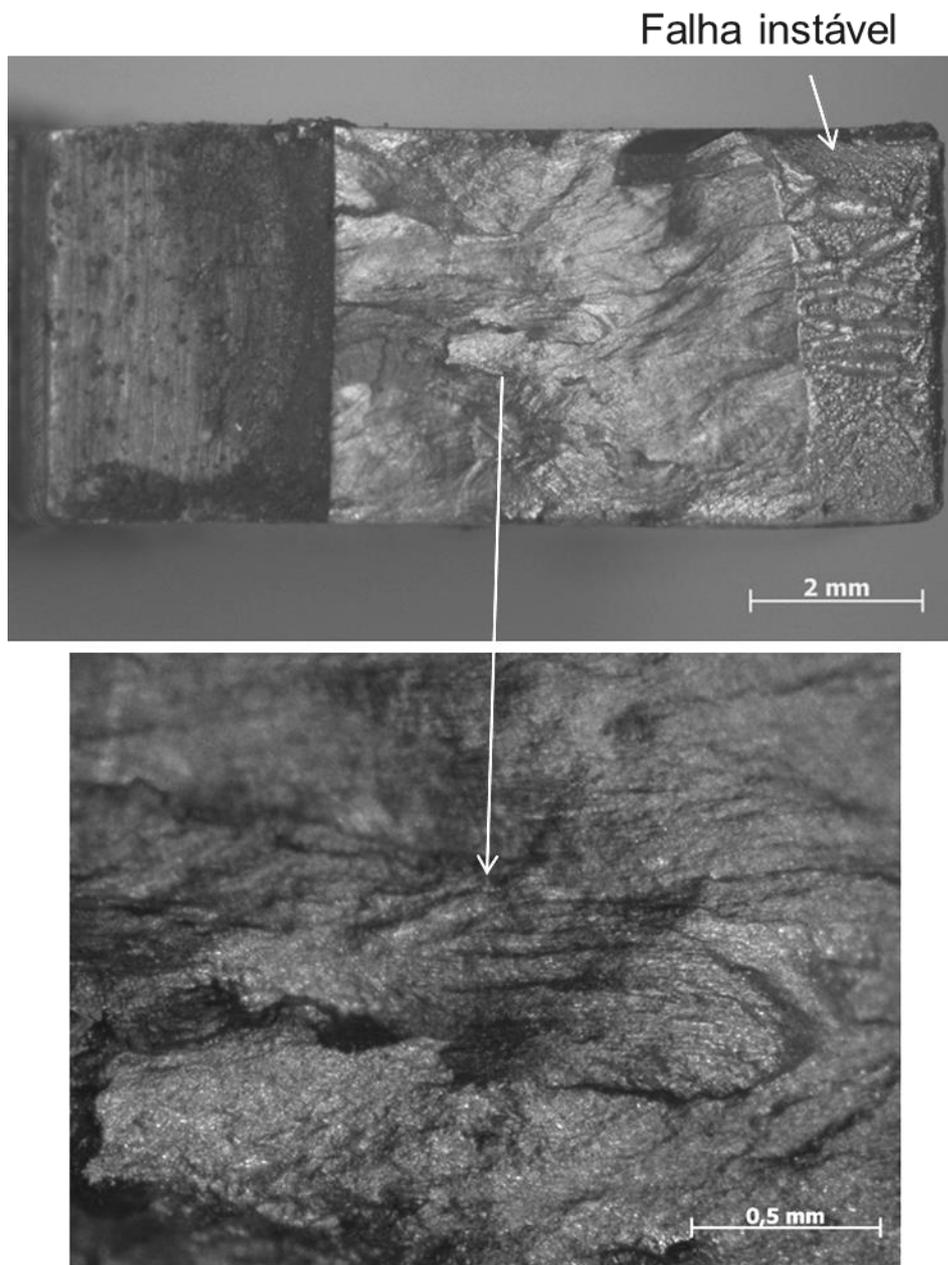
Alguns pesquisadores estudaram a influência do módulo de elasticidade e da rugosidade da superfície de fratura ( $H$ ) sobre os níveis de fechamento de trinca ( $k_{cl}$ ). Através destes estudos foi concluído que os valores de  $k_{cl}$  podem ser relacionados através da fórmula  $k_{cl} = EH^{1/3}$ , ou seja, com o aumento do módulo de elasticidade e das medidas de rugosidade da superfície os valores de fechamento de trinca aumentam, reduzindo os valores de taxa de propagação de trincas [74]. Não foi possível medir os níveis de fechamento de trinca neste estudo. No entanto, foi visto essa mesma influência dos níveis de rugosidade (observados através de microscópio) nos resultados de taxa de propagação de trincas.

#### **5.4. Análise da superfície de fratura**

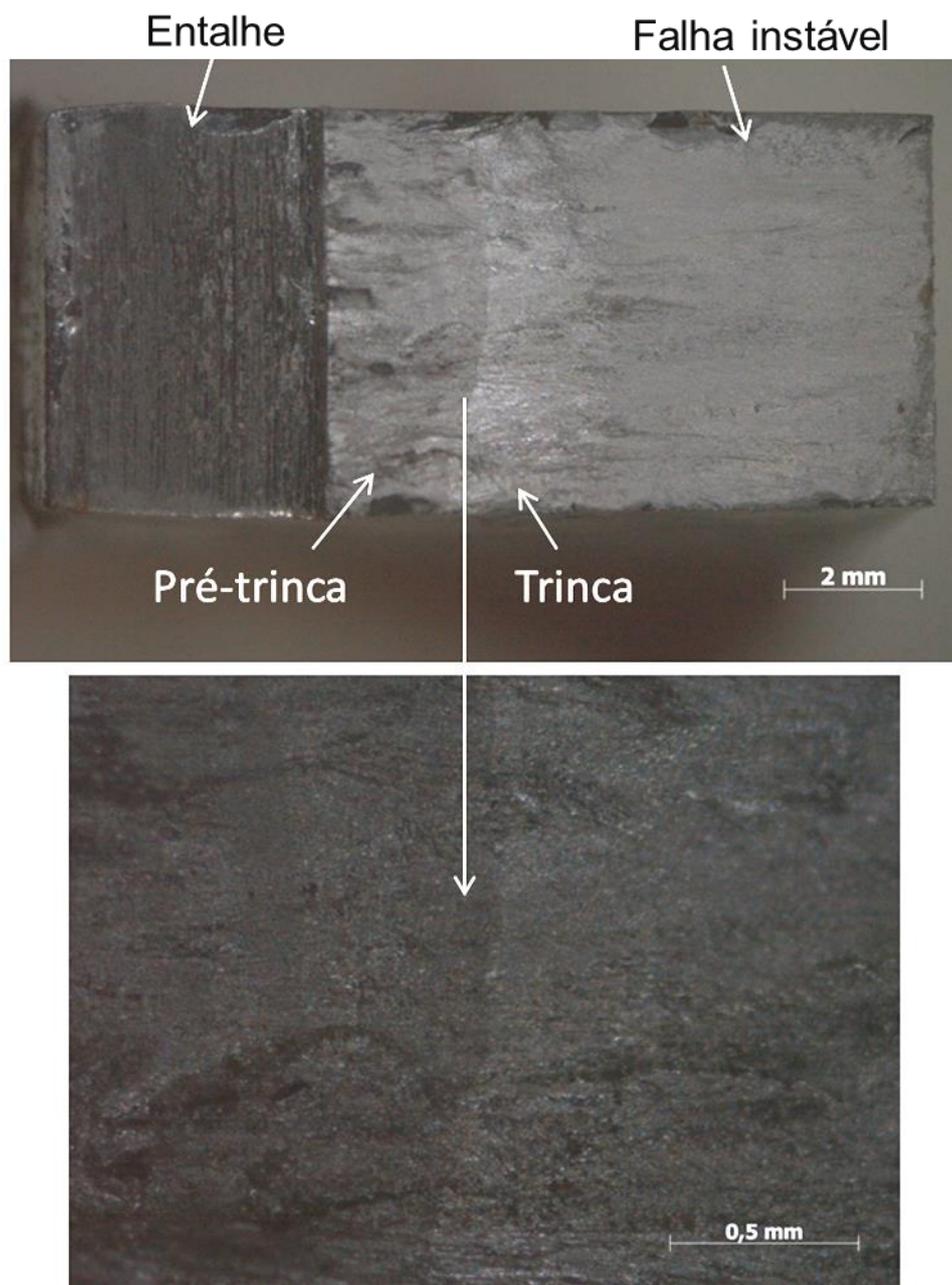
As Figuras 35 a 38 mostram as superfícies de fratura para as ligas Ti352 e Ti422 (imagem representativa também para as ligas Ti420 por apresentarem os mesmos aspectos de fratura) deformadas a frio e envelhecidas. O envelhecimento mudou o comportamento de fratura para as três ligas, passando de fratura rugosa para fratura mais lisa. Essa mudança foi vista com maior

clareza na zona de fratura instável. A liga Ti352DE foi a que apresentou a superfície de fratura mais lisa devido a maior quantidade de núcleos de coalescimentos de microcavidades que o tratamento de envelhecimento provocou nessa liga em comparação com as outras ligas. A superfície de fratura lisa dessa liga permitiu que se pudessem diferenciar visualmente as zonas da pré-trinca, trinca e ruptura final (Figura 36).

O tamanho da zona de propagação da trinca estável também foi observado pela superfície de fratura das amostras analisadas. Para a liga Ti352 o tamanho dessa zona foi bem maior para a liga deformada do que para a liga envelhecida, devido à menor tenacidade à fratura da liga Ti352DE a trinca se propagou muito pouco antes da ruptura. A Figura 38 mostra também que a região da fratura instável para a liga Ti422DE é bem maior do que para a liga Ti422D.

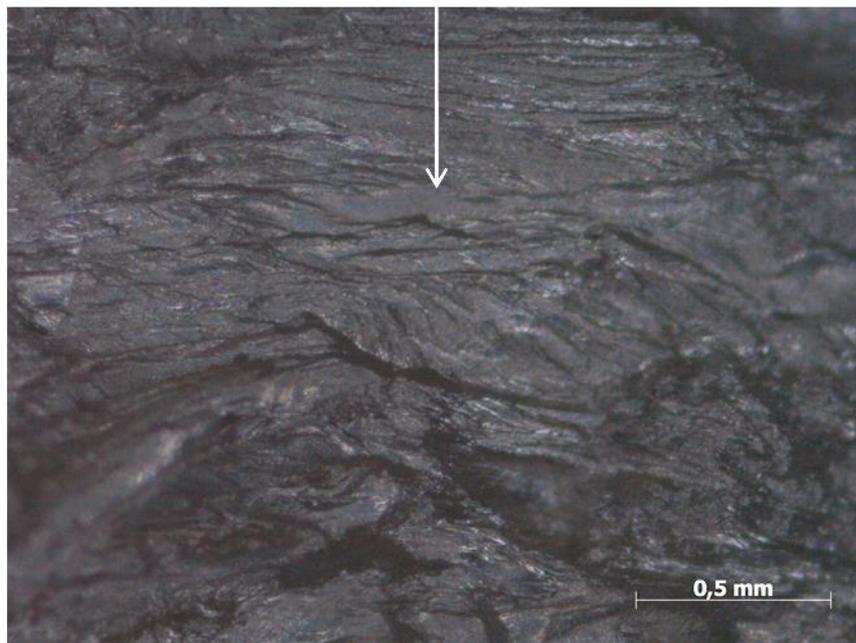
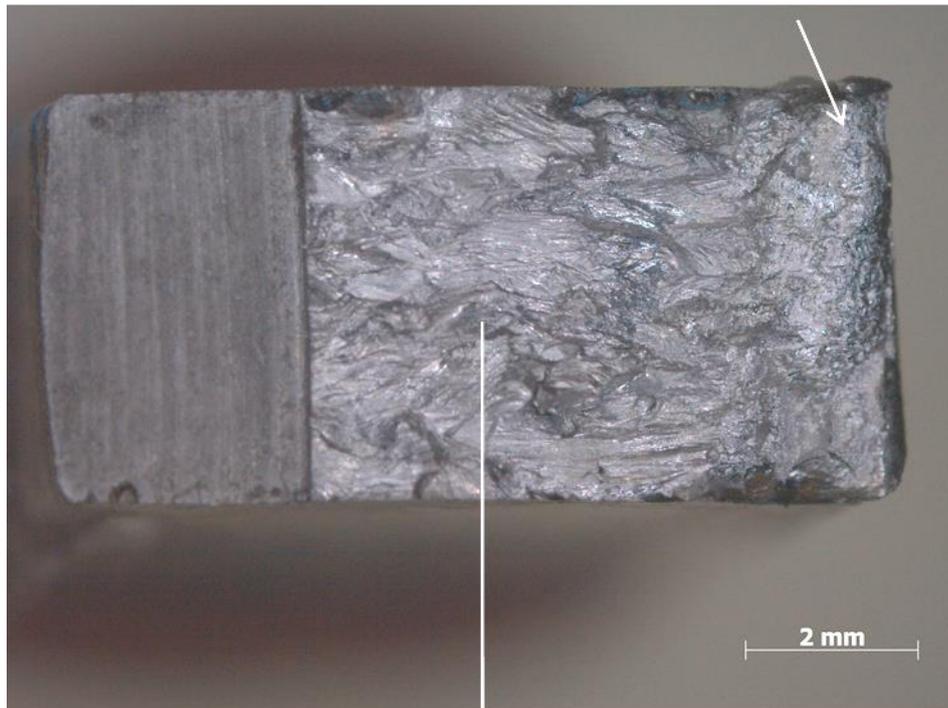


**Figura 35.** Fotos tiradas através de lupa das superfícies de fraturas da liga Ti352D.

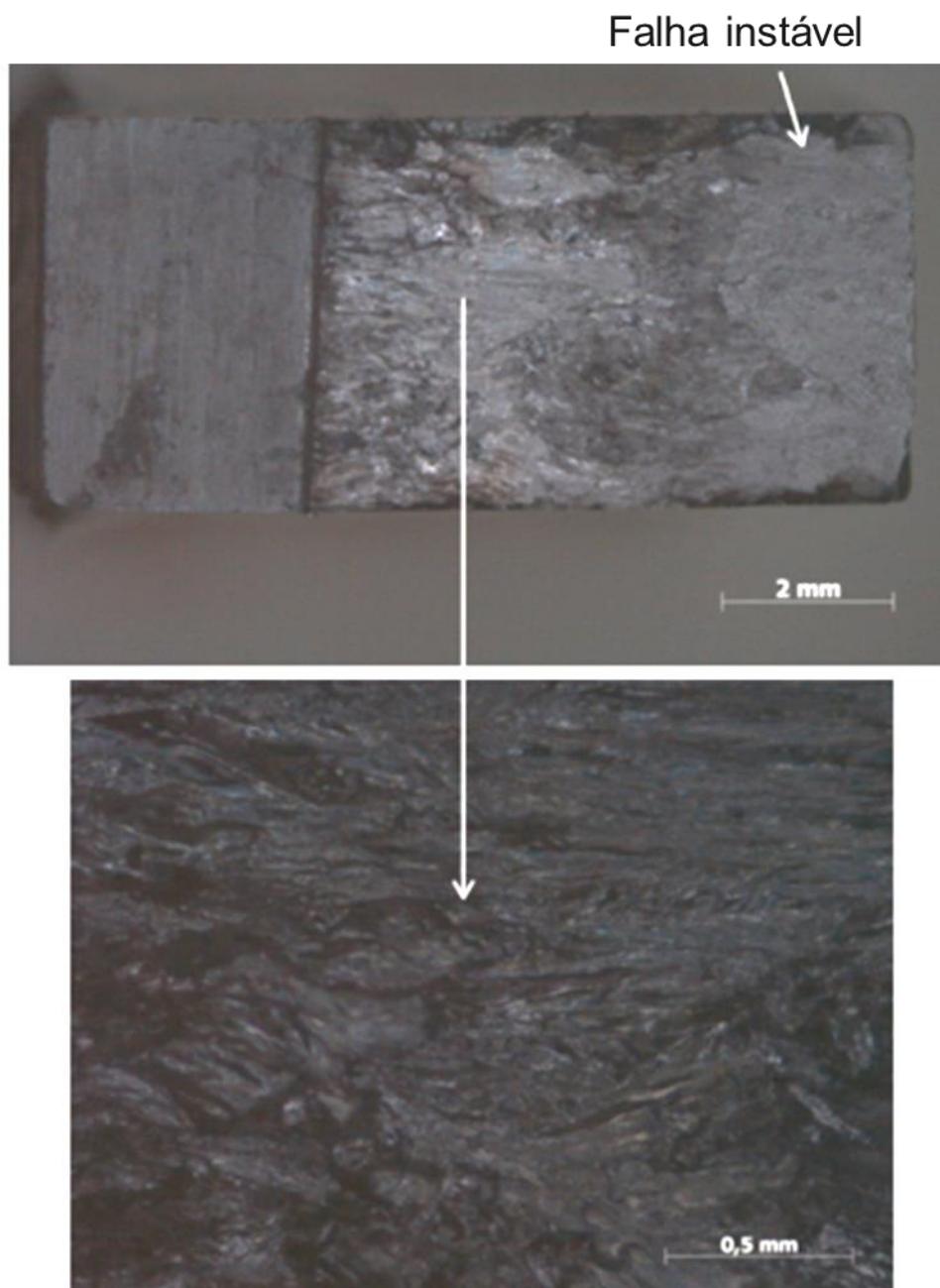


**Figura 36.** Fotos tiradas através de lupa das superfícies de fraturas da liga Ti352DE.

Falha instável



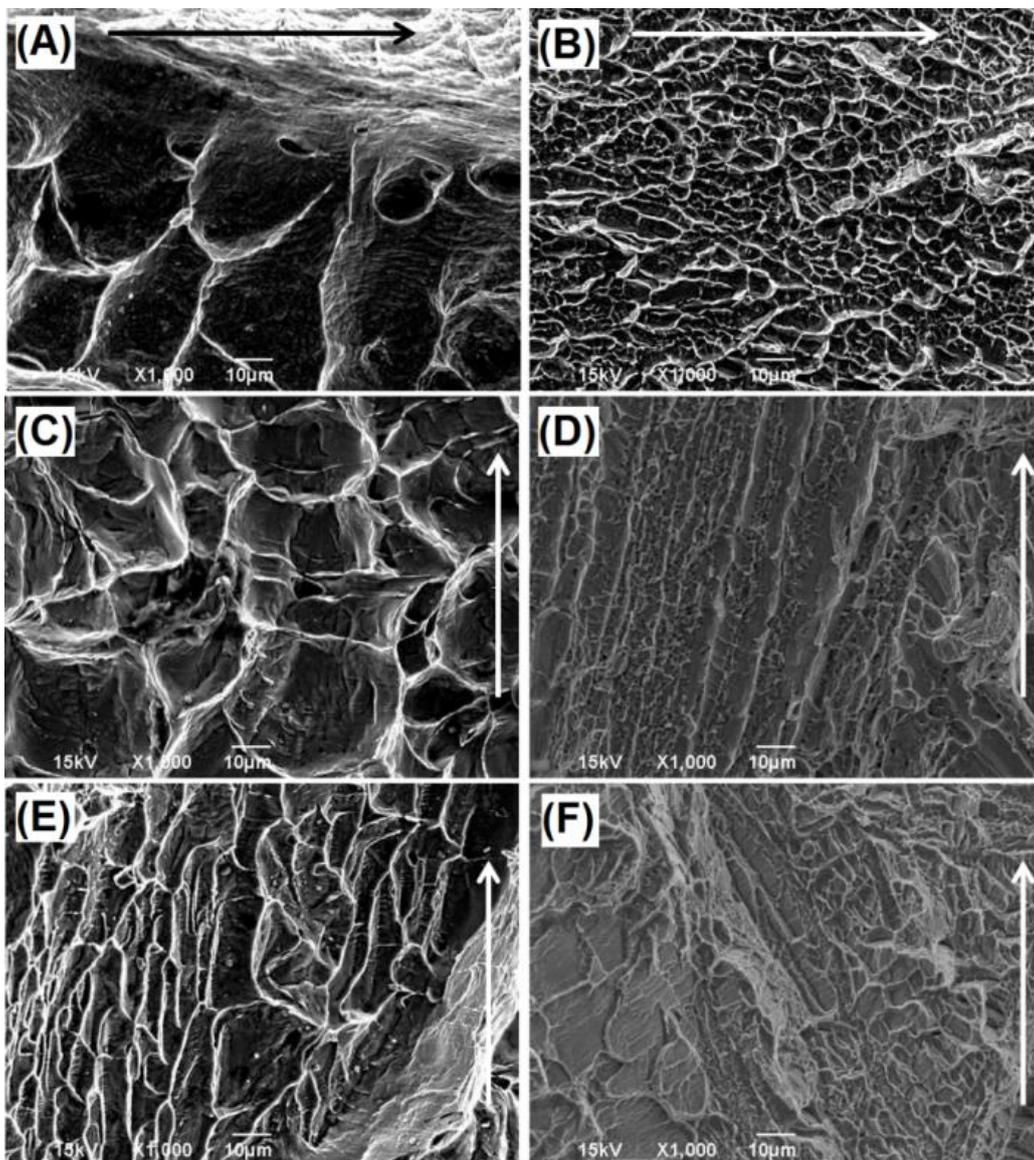
**Figura 37.** Fotos tiradas através de lupa das superfícies de fraturas da liga Ti422D.



**Figura 38.** Fotos tiradas através de lupa das superfícies de fraturas da liga Ti422DE.

A análise por MEV da superfície de fratura revela os micromecanismos de fratura das ligas. Através da Figura 39 observa-se que na região III da fratura das ligas está presente coalescimentos de microcavidades (dimples) orientados na direção de abertura da trinca. A mudança de comportamento de fratura foi visto pela análise de MEV através dessas imagens. Analisando a região III, onde ocorreu a fratura instável, foi visto nitidamente uma grande mudança da morfologia de fratura. Enquanto as ligas deformadas apresentaram dimples

grandes e profundos, as ligas após o envelhecimento revelaram dimples pequenos e mais rasos. Desse modo, podemos concluir que os precipitados da fase  $\alpha$  estão atuando como núcleos de formação dos dimples para as ligas envelhecidas, uma vez que estes precipitados finamente dispersos na microestrutura provocam tensionamento da rede cristalina ao seu redor. Por isso, nas ligas envelhecidas, que possuem mais núcleos, é possível observar dimples mais finos e mais rasos e, portanto, aspecto macroscópico de fratura mais lisa (Figura 36 e 38).



**Figura 39.** Análise de MEV da região em que ocorreu a fratura instável das ligas (a) Ti352D, (b) Ti352DE, (c) Ti422D, (d) Ti422DE, (e) Ti420D e (f) Ti420DE. As setas indicam a direção da propagação da fratura.

## 6. CONCLUSÕES

Este estudo foi desenvolvido para verificar o comportamento de propagação de trincas por fadiga de ligas do sistema TiNbSn. Esta verificação foi realizada através de ensaio de propagação de trincas e de análises complementares que ajudaram a explicar os resultados do ensaio principal. Diante dos resultados apresentados, tem-se como principais conclusões:

- ✓ Devido ao processo de texturização, as ligas possuem menores valores de módulo de elasticidade e tensão de escoamento na direção paralela do que na direção perpendicular à direção de laminação, revelando assim, propriedades anisotrópicas. Além disso, após o envelhecimento houve aumento desses valores devido à precipitação de partículas da fase  $\alpha$ .
- ✓ A composição química parece não possuir grande influência nos valores de limiar para as presentes ligas. No entanto, o processo de envelhecimento causou aumento considerável nestes valores. Destaque para a liga Ti420, a qual o envelhecimento aumentou o valor de limiar de  $\sim 6$  para  $\sim 8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ .
- ✓ As ligas Ti422D, Ti422DE e Ti420DE apresentaram os melhores resultados de resistência à propagação de trincas no regime de Paris. Ou seja, a adição de nióbio e estanho aumenta a resistência à propagação de trincas na região II do gráfico  $da/dN \times \Delta K$ . Foi observado que o processo de envelhecimento também melhorou essa propriedade, exceto para a liga Ti352. Esses resultados foram atribuídos à grande tortuosidade das trincas. Essa tortuosidade leva a um maior efeito de fechamento de trinca induzido pela rugosidade.
- ✓ Foi encontrada uma transição da curva de taxa de propagação de trincas na região II do gráfico  $da/dn \times \Delta K$  para a liga Ti420D. Essa transição foi logo associada com a formação de uma bifurcação e deflexão da trinca, esses efeitos causam uma diminuição dos valores de taxa de propagação de trincas.
- ✓ Através da análise por MEV das superfícies de fratura na região III, foi visto que as ligas deformadas apresentaram dimples grandes e profundos e nas ligas envelhecidas foram observados dimples pequenos e mais rasos devido à presença de finos precipitados da fase  $\alpha$ .

## 7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Obter as curvas  $da/dN \times \Delta K$  para os corpos de prova das ligas com o entalhe usinado paralelo a direção de laminação, ou seja, obter as taxas de propagação de trincas paralela a direção de laminação;
- Realizar ensaios nessas ligas para medir os índices de fechamento de trinca;
- Observar a diferença de textura que possa acontecer através do processo de envelhecimento nas ligas estudadas;
- Fazer imagens de Microscopia eletrônica de transmissão (MET) nas amostras envelhecidas para detectar a forma dos precipitados da fase  $\alpha$ ;
- Obter um mapeamento das fases das amostras laminadas a frio e envelhecidas através da técnica de EBDS.

## 8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] LEYENS, C., PETERS, M. *Titanium and Titanium Alloys: Fundamentals and Applications*; Wiley-VCH: Weinheim, Germany, 2003.
- [2] GRIZA, S., SÁ, D.H.G.S., BATISTA, W.W., BLAS, J.C.G., PEREIRA, L.C. “Microstructure and mechanical properties of hot rolled TiNbSn alloys”. *Materials and Design*, vol. 56 pp. 200–208; 2014.
- [3] ALEIXO, G.T., 2009. *Obtenção, Caracterização Microestrutural e Mecânica de Ligas Ti-Nb-Sn Aplicadas em Implantes Ortopédicos*. Tese de D.Sc., FEM/Unicamp, Campinas, SP, Brasil.
- [4] HELTH, A., PILZ, S., KIRSTEN, T., GIEBELER, L., FREUDENBERGER, J., CALIN, M., ECKERT, J., GEBERT, “Effect of thermomechanical processing on the mechanical biofunctionality of a low modulus Ti-40Nb alloy”. *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*. V. 65, pp: 137-150; 2017.
- [5] HANADA, S., MASAHASHI, N., JUNG, T-K., YAMADA, N., YAMAKO, Go., ITOI, E. “Fabrication of a high-performance hip prosthetic stem using  $\beta$  Ti–33.6Nb–4Sn”. *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*, V. 30, pp.140-149; 2014.
- [6] MORAES, P.E.L., CONTIERI, R.J., LOPES, E.S.N. ROBIN, A., CARAM, R. “Effects of Sn addition on the microstructure, mechanical properties and corrosion behavior of Ti–Nb–Sn alloys”. *Materials Characterization*, vol. 96 pp. 273–281; 2014.
- [7] AZEVEDO, T.F., SANTOS, C.E.C., SILVA, S.V., SILVA, A.S., GRIZA, S. “Fatigue and corrosion-fatigue strength of hot rolled Ti35Nb2,5Sn alloy”. *Materials and Design* V. 85 pp. 607–612; 2015.
- [8] JUNG, T-K., LEE, H-S., SEMBOSHI, S., MASAHASHI, N., ABUMIYA, T., HANADA, S.. “A new concept of hip joint stem and its fabrication using metastable TiNbSn alloy”. *Journal of Alloys and Compounds*, 536S, pp. S582–S585. 2012.
- [9] HANADA, S., MASAHASHI, N., JUNG, T-K., MIYAKE, M., SATO, Y.S., KOKAWA, H. “Effect of swaging on Young's modulus of  $\beta$  Ti–33.6Nb–4Sn alloy”. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, vol.32, pp. 310-320; 2014.

- [10] HANADA, S., MASAHASHI, N., JUNG, T.K. "Effect of stress-induced  $\alpha$ " martensite on Young's modulus of  $\beta$  Ti-33.6Nb-4Sn alloy". *Materials Science and Engineering: A*, 588, pp. 403-410; 2013.
- [11] LIMA, T. N., AZEVEDO, T. F., FONTES, L. F., MONTEIRO, E. A., GRIZA, S. "Influência da microestrutura nas propriedades mecânicas e de mecânica da fratura das ligas do sistema TiNbSn deformadas a frio". In: 22º Congresso Brasileiro de Ciência e Engenharia de Materiais (CBECIMAT). pp: Natal-RN. Novembro, 2016.
- [12] QIU, J., FENG, X., MA, Y., LEI, J., LIU, Y., HUANG, A., HUGG, D., YANG, R. "Fatigue crack growth behavior of beta-annealed Ti-6Al-2Sn-4Zr-xMo (x = 2, 4 and 6) alloys: Influence of microstructure and stress ratio". *International Journal of Fatigue*. 83, pp. 150-160; 2016.
- [13] VERDHAN, N., BHENDE, D. D., KAPOOR, R., CHAKRAVARTTY, J. K. "Effect of microstructure on the fatigue crack growth behaviour of a near- $\alpha$  Ti alloy". *International Journal of Fatigue*. 74, pp: 46-54; 2015.
- [14] SHI, X-H., ZENG, W-D., SHI, C-L., WANG, H-J., JIA, Z-Q. "The effects of colony microstructure on the fatigue crack growth behavior for Ti-6Al-2Zr-2Sn-3Mo-1Cr-2Nb titanium alloy". *Materials Science & Engineering A*, 621, pp: 252-258; 2015.
- [15] RAVICHANDRAN, K.S., DWARAKADASA, E. S. "Fatigue crack growth transitions in Ti-6Al-4V alloy". *Scripta METALLURGICA*, vol:23, pp. 1685-1690; 1989.
- [16] RAVICHANDRAN, K.S. "Fatigue crack closure as influenced by microstructure in Ti-6Al-4V". *Scripta METALLURGICA et MATERIALIA*, vol:24, pp. 1559-1563; 1990.
- [17] ADIB, A.M.L., BAPTISTA, C.A.R.P. "An exponential equation of fatigue crack growth in titanium". *Materials Science and Engineering A*; 452-453: 321-5; 2007.
- [18] IOST, A., LESAGE, J. "On the existence of a pivot for stage II fatigue crack growth". *Engineering Fracture Mechanics*. 36, pp: 585-596; 1990.
- [19] CHAND, S., GARG, S.B.L. "Crack propagation under constant amplitude loading" *Engineering Fracture Mechanics*. 21, pp: 1-30; 1985.

- [20] LÜTJERING, G.; WILLIAMS, J. C. *Titanium*. 2<sup>a</sup>. ed. Berlin: Springer, (2007).
- [21] CHANG, L.L., WANG, Y.D., REN, Y. “In-situ investigation of stress-induced martensitic transformation in Ti-Nb binary alloys with low Young’s modulus”. *Materials Science & Engineering: A*, 651 pp. 442–448; 2016.
- [22] RACK, H.J., QAZI, J. I., “Titanium alloys for biomedical applications”. *Materials Science and Engineering C*; 26, pp: 1269-1277. 2006.[23] CALLISTER Jr, W. D., RETHWISCH, D. G. *Materials Science and Engineering an Introduction*. John Wiley & Sons, Inc. 2012.
- [24] REED-HILL, R. E. “Princípios de Metalurgia Física”. Ed. Guanabara Dois, 2a. edição, 1982.
- [25] CREMASCO, A., 2012. *Deformação Plástica a frio, Transformações de Fases e Propriedades Mecânicas de Ligas Ti-Nb-Sn para Uso Biomédico*. Tese de D.Sc., FEM/Unicamp, Campinas, SP, Brasil.
- [26] HERTZBERG, R.W. *Deformation and fracture mechanics of engineering materials*. 4 ed. John Wiley & Sons, Inc. 1996.
- [27] ENGLER, O., RANDLE, V. “Introduction to texture analysis – Macrotecture, Microtexture and Orientation Mapping”. CRC Press, Taylor & Francis Group. 2009.
- [28] REZENDE, G. S. *Transformações de fases em materiais metálicos*. Campinas, SP: Editora da UNICAMP. 2006.
- [29] CUI, W.F., GUO, A.H., “Microstructures and properties of biomedical TiNbZrFe  $\beta$ -titanium alloy under aging conditions”. *Materials Science and Engineering A*, v.527, p. 258-262, 2009.
- [30] GUO, Q., ZHAN, Y., MO, H., ZHANG, G. “Aging response of Ti-Nb system biomaterials with  $\beta$  stabilizers elements”. *Materials and Design*, v.31, pp. 4842-4846; 2010.
- [31] IKEDA, M., KOMATSU, S., SUGIMOTO, T., HASEGAWA, M. “Effect of two phase warm rolling on aging behavior and mechanical properties of Ti-15Mo-5Zr-3Al alloy”. *Materials Science and Engineering A*, v.243, p. 140-145, 1998.
- [32] WANG, L., LU, W., QIN, J., ZHANG, F., ZHANG, D.I. “Effect of precipitation phase on microstructure and superelasticity of cold-rolled beta titanium alloy during heat treatment”. *Materials and Design*, v.30, p.3873-3878; 2009.

- [33] TITANIUM. In: Military Handbook, Metallic Materials and Elements for Aerospace Vehicle Structures, USA: MIL-HDBK-5H, 1998.
- [34] COTTON, J.D., BRIGGS, R.D., BOYER, R.R., TAMIRISAKANDALA, S., RUSSO, P., SHCHETNIKOV, N., FANNING, J.C. “State of the Art in Beta Titanium Alloys for Airframe Applications”. The Minerals, Metals & Materials Society, JOM, Vol. 67, No. 6, 2015.
- [35] CREMASCO, A., ANDRADE, P.N., CONTIERI, R.J., LOPES, E.S.N., AFONSO, C.R.M., CARAM, R. “Correlations between aging heat treatment,  $\omega$  phase precipitation and mechanical properties of a cast Ti–Nb alloy”. *Materials & Design* V.32 pp. 2387–2390; 2011.
- [36] MATSUMOTO, H., WATANABE, S., HANADA, S. “Microstructures and mechanical properties of metastable  $\beta$  TiNbSn alloys cold rolled and heat treated”. *Journal of alloys and compounds*, V. 439, pp. 145-155; 2007;
- [37] SHUN, G., CHEN, B., MENG, Q., ZHAO, R., ZHAO, X. “Peculiar aging response of near  $\beta$  Ti–25Nb–2Mo–4Sn alloy for biomedical applications”. *Journal of Materials International* V.23 pp. 1–6; 2013;
- [38] NAG, S., BANERJEE, R., SRINIVASAN, R., HWANG, J.Y., HARPER, M., FRASER, H.L. “ $\omega$ -Assisted nucleation and growth of a precipitates in the Ti–5Al–5Mo–5V–3Cr–0.5Fe  $\beta$  titanium alloy”. *Acta Materialia* vol.57 (7), pp. 2136–2147; 2009.
- [39] CUI, W.F., GUO, A.H. “Microstructures and properties of biomedical TiNbZrFe  $\beta$ -titanium alloy under aging conditions”. *Materials Science and Engineering A*, v.527, p: 258-262. 2009.
- [40] LOPES, E. S. N., CREMASCO, A., AFONSO, C. R. M., CARAM, R. “Effects of double aging heat treatment on the microstructure, Vickers hardness and elastic modulus of Ti-Nb alloys”. *Materials Characterization*. 62; pp: 673-680. 2011.
- [41] ZHOU, Z.; LAI, M.; TANG, B.; KOU, H.; CHANG, H.; ZHU, Z.; LI, J.; ZHOU, L. “Non-isothermal phase transformation kinetics of  $\omega$  phase in TB-13 titanium alloys”. *Materials Science and Engineering A*, v.527, p: 5100-5104, 2010.
- [42] OZAKI, T., MATSUMOTO, H., WATANABE, S., HANADA, S. “Beta Ti alloys with low Young’s modulus”. *Materials Transactions*, vol.45, No. 8 pp: 2776-2779; 2004.

- [43] MATSUMOTO, H., WATANABE, S., HANADA, S. "Beta TiNbSn alloys with low Young's modulus and high strength". *Materials Transactions*, vol.46, No. 5 pp: 1070-1078; 2005.
- [44] MORINAGA, M., KATO, M., KAMIMURA, T., FUKUMOTO, M., HARADA, I., KUBO, K. Titanium 1992, Science and Technology, Proc. 7th Int. Conf. On Titanium, San Diego, CA, USA, pp. 276 – 283, 1992.
- [45] HANADA, S., MATSUMOTO, H., WATANABE, S. "Mechanical compatibility of titanium implants in hard tissues", *International Congress Series*. v.1284, pp. 239-247; 2005.
- [46] HAO, Y.L., LI, S.J., SUN, S.Y., YANG, R. "Effect of Zr and Sn on Young's modulus and superelasticity of Ti-Nb-based alloys", *Materials Science Engineering A*, v.441, pp. 112-118; 2006.
- [47] ZHANG, D.C., YANG, S., WEI, M., MAO, Y.F., TAN, C.G., LIN, J.G. "Effect of Sn addition on the Microstructure and Superelasticity in Ti-Nb-Mo-Sn Alloys". *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, v.13, pp. 156-165, 2012.
- [48] ASM International's Binary alloy phase diagrams, Second Edition, Plus Updates on CD-ROM, 1996.
- [49] JUNG, T-K., SEMBOSHI, S., MASAHASHI, N., HANADA, S. "Mechanical properties and microstructures of  $\beta$  Ti-25Nb-11Sn ternary alloy for biomedical applications". *Materials Science and Engineering: C*; 33, pp. 1629-1635; 2013.
- [50] NIINOMI, M., NAKAI, M., HIEDA, J. "Development of new metallic alloys for biomedical applications". *Acta Biomaterialia*, 8, pp. 3888-3903; 2012.
- [51] AZEVEDO, T. F., LIMA, T. N., MONTEIRO, E. A., VALENÇA, S. L., FONTES, L. F., GRIZA, S. "Estudo de ligas do sistema TiNbSn deformadas a frio e envelhecidas". In: 70<sup>o</sup> Congresso Anual ABM WEEK.. pp: Rio de Janeiro-RJ. Agosto, 2015.
- [52] PARIS, P.C., GOMEZ, M.P., ANDERSON, W.P., "A Rational Analytic Theory of Fatigue." *The Trend in Engineering*, Vol. 13, pp. 9-14; 1961.
- [53] PARIS, P.C., ERDOGAN, F., "A Critical Analysis of Crack Propagation Laws." *Journal of Basic Engineering*, Vol. 85, pp. 528-534; 1960.
- [54] ANDERSON, T. L. *Fracture Mechanics Fundamentals and Applications*. 3 ed., Florida. CRC Press. Taylor & Francis Group. 2005.

- [55] BORREGO, L.P., COSTA, J.D., FERREIRA, J.A.M. Crack growth behavior of AA6082 and AA6061 aluminum alloys. *Procedia Engineering*, 74, pp. 175 – 178, 2014.
- [56] MIRZA, S.B., DUNLOP, D.G., PANESAR, S.S., NAQVI, S.G., GANGOO, S., SALIH, S. “Basic Science Considerations in Primary Total Hip Replacement Arthroplasty”. *The Open Orthopaedics Journal*, 4, pp. 169-180; 2010.
- [57] EASA CM-PIFS-007 Issue: 01. Engine critical parts-damage tolerance assessment manufacturing and surface induced anomalies. European Aviation Safety Agency; 2013.
- [58] STANZL-TSCHEGG, S.E., PLASSER, O., TSCHEGG, E.K., VASUDEVAN, A.K. “Influence of microstructure and load ratio on fatigue threshold behavior in 7075 aluminum alloy”. *International Journal of Fatigue*. 21, pp: S255-S262, 1999.
- [59] LADOS, D.A., APELIAN, D., DONALD, J.K. “Fatigue crack growth mechanisms at the microstructure scale in Al-Si-Mg cast alloys: Mechanisms in the near-threshold regime”. *Acta Materialia*. 54, pp: 1475-1486; 2006.
- [60] DA FONTE, M., ROMEIRO, F., DE FREITAS, M., STANZL-TSCHEGG, S.E., TSCHEGG, E.K., VASUDEVAN, A.K. “The effect of microstructure and environment on fatigue crack growth in 7049 aluminium alloy at negative stress ratio”. *International Journal of Fatigue*. 25, pp: 1209-1216; 2003.
- [61] LADOS, D.A., APELIAN, D. “Relationships between microstructure and fatigue crack propagation paths in Al-Si-Mg cast alloys”. *Engineering Fracture Mechanics*. 75, pp: 821-832; 2008.
- [62] LIAW, P.K., LEAX, T.R., LOGSDON, W.A. “Near-threshold fatigue crack growth behavior in metals”. *Acta Metall*. 31, pp: 1581-1587; 1983.
- [63] BALSONE, S.J., LARSEN, J.M., MAXWELL, D.C., JONES, J.W. “Effects of microstructure on fatigue crack growth in the TiAl alloy Ti-46.5Al-3Nb-2Cr-0.2W” *Materials Science and Engineering A*, pp: 457-464; 1995.
- [64] SADANANDA, K., VASUDEVAN, A.K. “Fatigue crack growth behavior of titanium alloys”. *International Journal of Fatigue*. 27, pp: 1255-1266; 2005.
- [65] ZHAI, Y., GALARRAGA, H., LADOS, D. A. “Microstructure, static properties, and fatigue crack growth mechanisms in Ti-6Al-4V fabricated by

additive manufacturing: LENS and EBM”. *Engineering Failure Analysis*. 69, pp: 3-14; 2016.

[66] CHASWAL, V., SASIKALA, G., RAY, S.K., MANNAN, S.L., RAJ, B. Raj. “Fatigue crack growth mechanism in aged 9Cr-1Mo steel: threshold and Paris regime”. *Materials Science and Engineering A*. 395, pp: 251-264, 2005.

[67] POON, C., VITALE, D., SINGH, M., HOEPPNER, D. “Fatigue crack propagation of rotor and wheel materials used in steam turbines”. *International Journal of Fatigue*. 5, pp: 87-93; 1983.

[68] SURESH, S. “Fatigue of materials”. *Cambridge: Cambridge University Press*, FIRST EDITION, 1991.

[69] LAWSON, L., CHEN, E. Y., MESHII, M. “Near-threshold fatigue: a review”. *International Journal of Fatigue*. 21, pp: S15-S34. 1999.

[70] VOSIKOVSKY, O. “The effect of stress ratio on fatigue crack growth rates”. *Eng Fract Mech*;11; pp: 595–602. 1979.

[71] KNOTT, J., PICKARD, A. “Effects of overloads on fatigue crack propagation: aluminum alloys”. *Metals Sci*. 11; pp: 399–404. 1977.

[72] ELBER, W. *The significance of fatigue crack closure. Damage tolerance in aircraft structures. ASTM STP 486*; p: 230–42; 1971.

[73] DING, J., HALL, R., BYRNE, J. “Effects of stress ratio and temperature on fatigue crack growth in a Ti-6Al-4V alloy”. *International Journal of Fatigue*. 27, pp: 1551-1558; 2005.

[74] WASÉN, J., HEIER, E. “Fatigue crack growth thresholds - the influence of Young’s modulus and fracture surface roughness”. *International Journal of Fatigue*. 20(10), pp: 737–42; 1998.

[75] WALKER, N., BEEVERS, C. J. “A fatigue crack closure mechanism in titanium”. *Fatigue Eng. Mater. Struct.* 1, pp: 135–148. 1979.

[76] PURUSHOTHAMAN, S., TIEN, J. K. “A model for fatigue crack closure in ductile materials”. In *Proceedings of the 5th International Conference on the Strength of Metals and Alloys (ICSMA 5)*, Vol. 2. Pergamon Press, Oxford, pp: 1267–71. 1979.

- [77] LANKFORD, J., DAVIDSON, D. L. "Wear debris due to mode II opening of mode I cracks in an aluminium alloy". *Metall. Trans. A*, 14A, pp: 1227–1230. 1983.
- [78] VENABLES, R.A., HICKS, M.A., KING, J.E. "Influence of stress ratio on fatigue thresholds and structure sensitive crack growth in Ni-base superalloys". In *Fatigue crack growth threshold concepts*, ed. D. Davidson and S. Suresh. AIME, New York, pp: 341–57. 1984.
- [79] WU, X.J., WALLACE, W., KOUHL, A.K., RAIZENNE, M.D. "Near-threshold fatigue crack growth in 8090 Al–Li alloy". *Metall Mater Trans A*. 26A; pp: 2973–82. 1995.
- [80] DUDGEON, H.D., MARTIN, J.W. "Near threshold fatigue crack growth at room temperature and elevated temperature in Al–Li alloy 8090". *Mater Sci Eng A*. A150, pp: 195–207. 1992.
- [81] SAXENA, V.K, RADHAKRISHNAN, V.M. "Effect of phase morphology on fatigue crack growth behavior of alpha-beta titanium alloy – a crack closure rationale". *Metall Mater Trans A*. 29A: pp. 245–61; 1998.
- [82] JHA, S.K, RAVICHANDRAN, K.S. "Effect of mean stress (stress ratio) and aging on fatigue-crack growth in a metastable beta titanium alloy, Ti–10V–2Fe–3Al". *Metall Mater Trans A*, 31A: pp. 703–14; 2000.
- [83] OBERWINKLER, B., RIEDLER, M., EICHLSEDER, W. "Importance of local microstructure for damage tolerant light weight design of Ti-6Al-4V forgings". *International Journal of Fatigue*, 32, pp: 808-814; 2010.
- [84] OBERWINKLER, B., LETTNER, A., EICHLSEDER, W. "Multiscale fatigue crack observations on Ti-6Al-4V". *International Journal of Fatigue*, 33, pp: 710-718; 2011.
- [85] OBERWINKLER, B. "Modeling the fatigue crack growth behavior of Ti-6Al-4V by considering grain size and stress ratio". *Materials Science and Engineering A*, 528, pp: 5983-5992; 2011.
- [86] GHONEM, H. "Microstructure and fatigue crack growth mechanisms in high temperature titanium alloys". *International Journal of Fatigue*, 32: pp.1448–60; 2010.

- [87] YODER, G.R., COOLEY, L.A., CROOKER, T.W. "Observations on microstructurally sensitive fatigue crack growth in a Widmanstätten Ti-6Al-4V alloy". *Metall Trans A*; 8A: 1737-43; 1977.
- [88] PERALTA, P., VILLARREAL, T., ARODARIA, I., CHATTOPADGYAY, A. "Mechanical length scales and their link to fatigue crack growth kinetics in beta-annealed Ti-6Al-4V". *Scr Mater*; 66: 13-6; 2012.
- [89] SHI, X-H., ZENG, W-D., SHI, C-L., WANG, H-J., JIA, Z-Q. "Study on the fatigue crack growth rates of Ti-5Al-5Mo-5V-1Cr-1Fe titanium alloy with basket-weave microstructure". *Materials Science & Engineering A*, 621, pp: 143-148; 2015.
- [90] BOYER, R.R. "An overview on the use of titanium in the aerospace industry". *Materials Science Engineering A*; 213: 103-14; 1996.
- [91] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM). E647-13a<sup>e1</sup>. *Standard test method for measurement of fatigue crack growth rates*. 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959. United States; 2014.
- [92] BRITISH STANDARD. BS 6835-1:1998. *Method for the determination of the rate of fatigue crack growth in metallic materials - Part 1: Fatigue crack growth rates of above 10<sup>-8</sup> m per crack*. 1998.
- [93] BRITISH STANDARD. BS ISSO 12108:2002. *Metallic material – Fatigue testing – Fatigue crack growth method*. 5 ed. 2002.
- [94] ZHANG, L-B., WANG, K-Z., XU, L-J., XIAO, S-L., CHEN, Y-J. „Effect of Nb addition on microstructure, mechanical properties and castability of  $\beta$ -type Ti-Mo alloys". *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*. 25; pp: 2214-2220. 2015.
- [95] LAI, M., GAO, Y., YUAN, B., ZHU, M. "Indirect determination of martensitic transformation temperature of sintered nickel-free Ti-22Nb-6Zr alloy by low temperature compression test". *Materials and design*. 60; pp: 193-197. 2014.
- [96] BOYCE, B. L., RITCHIE, R. O. "Effect of load ratio and maximum stress intensity on the fatigue threshold in Ti-6Al-4V". *Engineering Fracture Mechanics*. 68; pp: 129-147. 2001.
- [97] KRÜGER, L., GRUNDMANN, N., TRUBITZ, P. "Influence of microstructure and stress ratio on fatigue crack growth in a Ti-6-22-22-S alloy". *Materials Today: Proceedings*. 2S, pp: S205-S211; 2015.

- [98] ZHU, M-L., XUAN, F-Z., WANG, G-Z. "Effect of microstructure on fatigue crack propagation behavior in a steam turbine rotor steel". *Materials Science and Engineering A*, 515, pp: 85-92; 2009.
- [99] ZAIKEN, E., RITCHIE, R. O. "Effects of microstructure on fatigue crack propagation and crack closure behavior in aluminum alloy 7150". *Materials Science and Engineering*, 70, pp: 151-160; 1985.
- [100] YAREMA, S.Y., GRECHKO, V.V., OSTASH, O.P. "Cyclic crack resistance to VT20 titanium alloy sheets and its anisotropy". *Soviet Mater Sci: A Transl fiziko-khimicheskaya mekhanika materialov/Acad Sci Ukrainian SSR*, pp:16:147; 1980.
- [101] KISHKINA, S.I., STAROVA, E.N. "The question of safe length of fatigue cracks". *Strength Reliab Constr Mater*. pp: 3:88, 1977.
- [102] RAVICHANDRAN, K.S. "Fracture mode transitions during fatigue crack growth in Ti-6Al-4V alloy". *Scripta METALLURGICA et MATERIALIA*, vol:24, pp. 1275–1280; 1990.
- [103] MUZVIDZIWA, M., OKAZAKI, M., SUZUKI, K., HIRANO, S. "Role of microstructure on the fatigue crack propagation behavior of a friction stir welded Ti-6Al-4V". *Materials Science and Engineering A*, 652, pp:59-68; 2016.