

UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA

Faculdade de Tecnologia

Departamento de Engenharia Mecânica

Tese de Doutorado

**AVALIAÇÃO DO COMPORTAMENTO
MICROESTRUTURAL E EM FADIGA DA LIGA
Ti-35Nb-7Zr-5Ta
SINTERIZADA E TERMICAMENTE TRATADA**

Alexander Franco Hernández

Orientador: Prof. Cosme Roberto Moreira da Silva

Publicação: ENM.TD-15/2012

Brasília, Junho de 2012

UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA

Faculdade de Tecnologia

Departamento de Engenharia Mecânica

Tese de Doutorado

**AVALIAÇÃO DO COMPORTAMENTO
MICROESTRUTURAL E EM FADIGA DA LIGA Ti-35Nb-
7Zr-5Ta SINTERIZADA E TERMICAMENTE TRATADA**

Doutorando: Alexander Franco Hernández

Relatório submetido como requisito final para obtenção do grau de Doutor em
Ciências Mecânicas.

Banca Examinadora

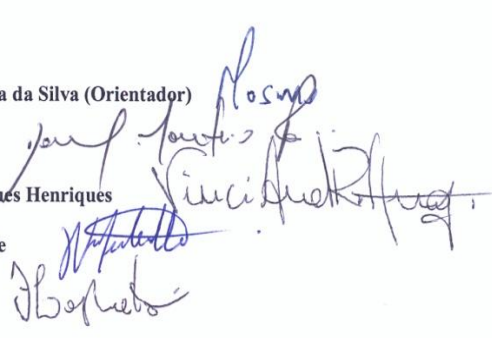
Prof. Cosme Roberto Moreira da Silva (Orientador)

Prof. Daniel Monteiro Rosa

Prof. Vinicius André Rodrigues Henriques

Prof. Palloma Vieira Muterle

Prof. Flaminio Levy Neto



Brasília, Junho de 2012

FICHA CATALOGRÁFICA

HERNANDEZ FRANCO ALEXANDER

Avaliação do Comportamento Microestrutural e em Fadiga da Liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta Sinterizada e Termicamente Tratada. Distrito Federal 2012. XX, 158p, 297 mm. ENM.TD-15/2012, Doutor, Ciências Mecânicas, 2012. Departamento de Engenharia Mecânica. Tese de Doutorado.

1. TZNT

3. Tensão Média

2. Metalurgia do Pó

4. Resistência à Fadiga

I. ENM.TD-15/2012

II. Título (série)

FRANCO H. A. (2012). Publicação ENM.TD-15/2012. Departamento de Engenharia Mecânica. Universidade de Brasília. Faculdade de Tecnologia. Brasília DF, 158p.

CESSÃO DE DIREITOS

NOME DO AUTOR: Alexander Franco Hernandez.

TÍTULO DA TESE DE DOUTORADO: Avaliação do Comportamento Microestrutural e em Fadiga da Liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta Sinterizada e Termicamente Tratada.

GRAU / ANO

Doutor / 2012

É concedida à Universidade de Brasília permissão para reproduzir cópias desta tese de doutorado e para emprestar ou vender tais cópias somente para propósitos acadêmicos e científicos. O autor reserva outros direitos de publicação e nenhuma parte desta tese de doutorado pode ser reproduzida sem a autorização por escrito do autor.

Alexander Franco Hernandez
SQS 315 Bloco J apto 402 Asa Sul.
CEP 70384-100. Brasília. DF-Brasil

RESUMO

O objetivo deste trabalho foi a comparação dos efeitos dos tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento, bem como da tensão normal média devida à flexão, na microestrutura e na resistência à fadiga da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta, obtida somente por metalurgia do pó a partir da utilização de pós elementares no estado hidrogenado. Os pós elementares hidrogenados foram misturados em moinho planetário, prensados uniaxial e isostaticamente a frio e sinterizados a 1500 °C em forno a 10^{-7} torr. Foram elaborados 35 corpos de prova. Destes, 23 foram submetidos aos ensaios de fadiga por flexão em quatro pontos após o processo de sinterização, os outros 12 foram ensaiados depois de solubilizados (1100 °C por 3h a 10^{-7} torr) e envelhecidas (400 °C por 72h a 10^{-4} mbar). Para caracterização do material, foram utilizadas técnicas de microscopia ótica e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), análise via EDS, Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET), determinação do teor de Oxigênio, da densidade e das propriedades mecânicas (microdureza Vickers, fadiga por flexão em quatro pontos). Foram utilizados os modelos de Goodman, Gerber, SWT, Soderberg, Morrow, Kwofie e Walker para a análise da influência da tensão normal média na resistência à fadiga. Analisaram-se também a densificação e a microestrutura da liga. Os resultados dos ensaios de flexão pulsante em quatro pontos foram $S_e (10^6) \approx 88$ MPa. A análise da microestrutura indicou que as amostras apresentaram tendência de formação de precipitados da fase alfa (α). Verificou-se que as tensões médias não influenciaram significativamente o valor da resistência à fadiga. O tratamento de envelhecimento realizado não influenciou a resistência à fadiga, mas o modo da fratura. Dentre os modelos aplicados, Kwofie foi o único capaz de capturar o efeito da influência das tensões médias na resistência à fadiga nos espécimes ensaiados.

SUMMARY

The main objective of this study was to compare the effects of aging and solubilization heat treatment as well as of the average normal stress due to bending on microstructure and fatigue resistance of Ti-35Nb-7Zr-5Ta alloy, obtained only by metallurgy powder from the elemental powders in the hydride state. The elemental powders were mixed in a planetary mill, pressed by uniaxial and cold isostatical pressing and then sintered for 3 hours at 1500 °C in vacuum (10^{-7} Torr). 35 specimens were manufactured. 23 of them were tested under four point bending fatigue conditions after the sintered process. The others 12 specimens were solubilized (at 1100 °C for 3h at 10^{-7} torr) and aged (at 400 °C for 72h at 10^{-4} mbar) and then the same tests were conducted. The material characterization was conducted by the following techniques: optical microscopy, scanning electron microscopy, EDS analysis, transmission electron microscopy, density and oxygen analysis. The mechanical tests applied were microhardness (Vickers) and bending fatigue at four points. It was applied several models (Goodman, Gerber, SWT, Soderberg, Morrow, Kwofie and Walker) to analyze the influence of mean stress on fatigue strength. The densification and the alloy microstructure were also analyzed. The bending fatigue resistance limit found during the fatigue tests for the studied material was $S_e (10^6) \approx 88$ MPa. The microstructural study showed a formation trend of α phase precipitates. Verificou-se que as tensões médias não influenciaram significativamente o valor da resistência à fadiga. It was observed that mean stress did not affect significantly the average value of the fatigue strength. The aging treatment produced no improvement on the fatigue strength, however, it influenced the fracture mode. Among the models studied, Kwofie's was the one that best explained the influence of mean stress on fatigue strength of this alloy.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	1
1.1 CONSIDERAÇÕES GERAIS.....	1
1.2 Resultados de diferentes estudos sobre ligas β de titânio.....	4
1.2.1 Resistência à fadiga das ligas β	4
1.2.2 Resistência à Fadiga em 4 pontos em ligas de Ti.....	5
1.2.3 Efeito do tântalo (Ta) nas propriedades mecânicas das ligas TNTZ.....	5
1.2.4 Compatibilidade biológica.....	6
1.2.5 Endurecimento das ligas TNZT.....	6
1.2.6 Influência do tratamento de envelhecimento no Ti-35Nb-7Zr-5Ta.....	7
1.3 Comparação entre o comportamento microestrutural e de fadiga da liga ti-35nb-7zr-5ta, somente sinterizada e termicamente tratada, obtida via metalurgia do pó.....	7
2. REVISÃO DA LITERATURA SOBRE O TITÂNIO.....	9
2.1 Resenha histórica.....	9
2.2 Distribuição e forma natural do titânio.....	11
2.3 O titânio e suas propriedades.....	13
2.4 Aplicações.....	15
2.5 Ligas de titânio.....	16
2.6 Influência dos Elementos intersticiais.....	18
2.7 Tipos de ligas de titânio.....	19
2.7.1 Titânio comercialmente puro.....	20
2.7.2 Titânio alfa.....	21
2.7.3 Titânio alfa + beta.....	21
2.7.4 Titânio beta.....	22
2.8 Tratamentos térmicos das ligas de titânio.....	26
2.9 Propriedades mecânicas da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta.....	28
3. METALURGIA DO PÓ.....	32
3.1 Obtenção de titânio por metalurgia do pó.....	32
3.2 Sinterização de pré-formas.....	34
3.2.1 Sinterização de pré-formas contendo um agente esparçante.....	36
3.3 Processo de hidrogenação – desidrogenação (HDH).....	37
3.4 Obtenção de amostras à verde.....	38

3.4.1 Prensagem uniaxial a frio	38
3.4.2 Prensagem isostática a frio	39
3.4.3 Prensagem uniaxial a quente	39
3.4.4 Prensagem isostática a quente	40
3.5 Caracterização dos pós	41
3.6 Sinterização	41
3.6.1 Força motriz para sinterização e outras forças motrizes	41
3.6.2 Sinterização em fase sólida	43
3.6.2.1 A teoria de sinterização por fase sólida para sistema monofásicos	44
3.6.2.2 Sinterização por fase sólida para sistemas com mais de um componente	49
3.6.3 Sinterização em fase líquida	51
4. FADIGA	53
4.1 O fenômeno	53
4.2 A natureza do fenômeno.....	55
4.2.1 Nucleação de trincas	55
4.2.2 Propagação	56
4.2.3 Fratura	57
4.3 Levantamento da curva <i>S-N</i>	58
4.3.1 Número de ensaios	60
4.3.2 Método da escada	61
4.3.3 Fatores que afetam o limite de resistência	64
4.4 Método da tensão média: formulação e histórico.....	66
4.5 Tensão de flexão em vigas	78
4.5.1 Algumas limitações importantes da teoria	78
4.5.1.1 Premissa cinemática básica	78
4.5.1.2 Fórmula da flexão elástica	79
5. MATERIAIS E MÉTODOS.....	81
5.1 Fluxograma de atividades	81
5.2 Obtenção dos pós.....	82
5.3 Processo de obtenção das amostras	82
5.3.1 Preparação da mistura de pós.	82
5.3.2 Prensagem uniaxial	82
5.3.3 Prensagem isostática a frio	83
5.3.4 Sinterização	83

5.4 Tratamentos térmicos	83
5.5 Corpos de prova para fadiga, dureza, microestrutura e MEV	84
5.6 Análise da microestrutura	85
5.7 Determinação da massa específica	87
5.8 Análise Química	88
5.9 Ensaio de Microdureza Vickers	88
5.10 Ensaio de Fadiga por flexão em quatro pontos	88
5.10.1 Determinação dos valores de tensão e força	88
5.10.2 Curva <i>S-N</i>	90
5.10.3 Aderência dos Modelos	92
5.10.4 Ajustes e ativação da máquina	93
6. RESULTADOS E DISCUSSÕES	96
6.1 Análise de gases e massa específica	96
6.2 Microscopia	96
6.3 Microdureza Vickers	108
6.4 Fadiga por flexão em quatro pontos	109
6.5 Curvas <i>s-n</i>	111
6.5.1 Curva de tendência linearização Log-log	111
6.5.2 Curva de tendência linearização Mono-log	113
6.6 Modelo de Goodman	114
6.6.1 Modelo de Goodman, linearização Log-log	114
6.6.2 Modelo de Goodman, linearização Mono-log	115
6.7 Modelo de Gerber	116
6.7.1 Modelo de Gerber, linearização Log-log	116
6.7.2 Modelo de Gerber, linearização Mono-log	118
6.8 Modelo de Soderberg	119
6.8.1 Modelo de Soderberg, linearização Log-log	119
6.8.2 Modelo de Soderberg, linearização, Mono-log	120
6.9 Modelo de SWT	121
6.9.1 Modelo de SWT, linearização Log-log	121
6.9.2 Modelo de SWT, linearização Mono-log	123
6.10 Modelo de Walker	124
6.10.1 Modelo de Walker, linearização Log-log	124
6.10.2 Modelo de Walker, linearização Mono-log	125

6.11 Modelo de Kwofie	126
6.11.1 Modelo de Kwofie, linearização Log-log	126
6.11.2 Modelo de Kwofie, linearização Mono-log	128
6.12 Modelo de Morrow	129
6.12.1 Modelo de Morrow, linearização Log-log	129
6.12.2 Modelo de Morrow, linearização Mono-log	130
6.13 Comparação dos modelos	131
6.14 Análise da fratura	134
7. CONCLUSÕES	142
8. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	145
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	146

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 Imagem de William J. Kroll. Autor do processo Kroll para obtenção do titânio (48).....	10
Figura 2.2 Estrutura cristalina tetragonal do anatásio (57).....	12
Figura 2.3 Imagem da brookita em estado natural (57).....	12
Figura 2.4 Estrutura cristalina do titânio antes e depois da transformação alotrópica (61). 14	
Figura 2.5 Avião SR-71 (Black Bird) a primeira aplicação das ligas Ti- β em estruturas aeroespaciais (50).	16
Figura 2.6 Diagramas de fase esquemáticos do titânio e seus elementos de liga: (a) α estabilizador, (b) β estabilizador tipo isomorfo, (c) β estabilizador tipo eutetóide e (d) neutro (63).	17
Figura 2.7 Efeito do teor de elementos intersticiais na resistência mecânica e na ductilidade do titânio puro (50).....	19
Figura 2.8 Grãos equidistantes recristalizados da fase α no titânio puro depois de 700 °C/1h. Reagente Kroll. 250X (64).	20
Figura 2.9 Ti-3Al-2,5V, recozido 760 °C/2h ao Vácuo. A microestrutura consiste em grãos de α (claros) e pequenos grãos β esferoidais (escuros). Reagente 10 ml HF, 5 ml HNO ₃ , 85 ml H ₂ O. 500X (64).....	20
Figura 2.10 Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo, solubilizado a 955 °C. Acima da temperatura β transus. A microestrutura está composta por grandes grãos α (claros) e fase β transformada por envelhecimento. Reagente Kroll. 500X (64).....	20
Figura 2.11 Ti-13V-11Cr-3Al laminado, solubilizado 10min a 790 °C, resfriado ao ar. Estrutura formada por fase β metaestável. Reagente 112,2 ml HF, 10 ml HNO ₃ , 88 ml H ₂ O. 250X (64).	20
Figura 2.12 Diagrama parcial de fases de sistemas constituídos pelo titânio e por elemento beta estabilizadores (71).	22
Figura 2.13 Variações microestruturais da liga Ti-6Al-4V resfriadas sob diferentes condições (63).....	25
Figura 2.14 Diagrama esquemático da liga TNZT contendo aproximadamente 7% em peso de zircônio. WQ: têmpera em água, OQ: têmpera em óleo, AC: resfriamento ao ar, FC: resfriamento ao forno e RT: temperatura ambiente (39).	30
Figura 2.15 Comparação entre os módulos de Young das ligas de titânio utilizadas em aplicações biomédicas (86), (87).	31

Figura 3.1 Imagem MEV do pó de titânio puro hidrogenado obtido pelo processo Kroll e fragilizado pela técnica HDH (90). 100X.....	33
Figura 3.2 Variação da porosidade de compactos de titânio puro em função do tamanho médio das partículas do pó utilizado na compactação (89).....	35
Figura 3.3 Compactados de Titânio puro poroso pós-sinterização: a) compactado pouco poroso (tamanho médio de partícula do pó: 88 μm ; b) compacto mais poroso (tamanho médio de partícula do pó: 590 μm). Imagens MEV (89). 500X.....	35
Figura 3.4 Morfologia do poro formado nos compactos de titânio. Imagem do MEV (89).	36
Figura 3.5 Representação esquemática da operação de compactação a frio (94).....	38
Figura 3.6 Representação esquemática da prensagem isostática a frio.	39
Figura 3.7 Esquema e máquina de prensagem uniaxial a quente (98).	40
Figura 3.8 Representação esquemática do processo de Prensagem isostático a quente (102).....	40
Figura 3.9 Estágios da formação dos pescoços na sinterização em fase sólida (113).....	441
Figura 3.10 Sinterização de um sistema de duas partículas esféricas (95).....	47
Figura 3.11 Diagrama de sinterização, segundo Ashby (117), para duas esferas de cobre. Linhas de isoterma para 10 horas, 1 hora e 1 minuto de sinterização são mostradas.	49
Figura 3.12 Representação esquemática da sinterização em fase líquida (112).....	51
Figura 4.1 Diagrama tensão x tempo no modo de carregamento alternado. (123) [modificado].	53
Figura 4.2 Falha por fadiga em uma pá de turbina. A seta indica o ponto de iniciação da trinca (126).....	54
Figura 4.3 (a) Representação do surgimento de microtrincas através da movimentação de planos de escorregamento; (b) Visualização dos planos de escorregamento em um fio metálico submetido à tração (123).	56
Figura 4.4 Representação da plastificação causada pelo efeito de ponta de trinca (130), (131).....	57
Figura 4.5 Representação dos estágios de falha por fadiga: (a) Em nível micro (grãos); (b) Em nível macro (corpo) (123).	58
Figura 4.6 Influência do oxigênio sobre o limite de resistência à fadiga da liga de titânio Ti-6Al-4V (133).....	59

Figura 4.7 Maneira comum de apresentação do gráfico S-N para materiais exibindo o limite de resistência à fadiga (123).....	60
Figura 4.8 Resultados de um ensaio de resistência à fadiga utilizando o método da escada (128) [Modificado].	62
Figura 4.9 Tipos mais comuns de carregamentos dinâmicos (149).	66
Figura 4.10 Efeito da tensão média sobre a vida em fadiga (149).	67
Figura 4.11 Aderência dos modelos de Gerber e Goodman para os dados obtidos por Wöhler (149).....	70
Figura 4.12 Representação das relações de Gerber e Goodman quando plotadas no diagrama de Haig (149).	71
Figura 4.13 Representação da relação de Goodman modificada quando plotada no diagrama de Haig (149) [adaptado].	71
Figura 4.14 Representação esquemática das relações de Goodman e de Morrow (149). ...	72
Figura 4.15 Comportamento da curva de falha em função do fator de sensibilidade à tensão média (149).....	73
Figura 4.16 Efeito da resistência à tração, S_u , sobre o fator de sensibilidade à tensão média, M (149) [adaptado].	73
Figura 4.17 Comportamento típico da Equação de Walker para diversos valores de γ (149).	75
Figura 4.18 Comportamento típico da Equação de Kwofie para diversos valores de α (149).	76
Figura 4.19 Diversas curvas de falha para tensões cíclicas (149).	77
Figura 4.20 Viga submetida à flexão pura (144).	78
Figura 4.21 Distribuição das tensões de flexão numa viga (144).....	79
Figura 5.1 Fluxograma de atividades desenvolvidas na pesquisa.	81
Figura 5.2 Bomba de alto vácuo e cápsula de quartzo com a amostra dentro.	83
Figura 5.3 Imagem de um corpo de prova.	84
Figura 5.4 Imagem do equipamento de eletroeroção.	86
Figura 5.5 Dispositivo para segurar as amostras durante o lixamento.	87
Figura 5.6 a) Equipamento utilizado no polimento eletrolítico b) representação esquemática dos elementos que compõem o equipamento c) porta amostra....	87
Figura 5.7 Esquema demonstrativo do estado final da amostra para microscopia de transmissão.	87

Figura 5.8 (a) Representação esquemática das condições de teste; (b) Diagrama de corpo livre; (c) Diagrama simplificado de esforços internos; (d) Diagrama de momentos fletores para as condições do teste, e) Diagrama de esforços cortantes (DEC).	89
Figura 5.9 a) Dispositivo de flexão em 4 pontos, b) Detalhe do dispositivo com um CP sendo ensaiado.	94
Figura 6.1 Microscopia ótica de amostras da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta somente sinterizado a 1500 °C/2h. 100X.	96
Figura 6.2 Microscopia ótica de amostras da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta somente sinterizado a 1500 °C/2h. 200X.	97
Figura 6.3 Microscopia ótica de amostra da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta somente sinterizado a 1500 °C/2h. 500X.	97
Figura 6.4 Microscopia ótica de amostra da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta solubilizado 1100 °C/3h e envelhecido 400 °C/72h. 100X.	98
Figura 6.5 Microscopia ótica de amostra da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta solubilizado 1100 °C/3h e envelhecido 400 °C/72h. 200X.	98
Figura 6.6 Microscopia ótica de amostra da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta solubilizado 1100 °C/3h e envelhecido 400 °C/72h. 500X.	99
Figura 6.7 MEV de amostras da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta somente sinterizado a 1500 °C/2h. a) 250X e b) 500X (matriz, contorno de grãos, poros e precipitados).....	100
Figura 6.8 MEV de amostras da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta somente sinterizado a 1500 °C/2h. a) 1000X e b) 4000X precipitados na matriz, contorno de grão e poros.	100
Figura 6.9 Microestrutura de amostra da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta somente sinterizado a 1500 °C/2h. Pontos da análise de EDS 1) precipitado e 2) matriz. 2500X.....	100
Figura 6.10 Espectro de EDS do precipitado da amostra da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta somente sinterizado a 1500 °C/2h.	101
Figura 6.11 Espectro de EDS da matriz da amostra da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta somente sinterizado a 1500 °C/2h.	101
Figura 6.12 MEV de amostras da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta solubilizado 1100 °C/3h e envelhecido 400 °C/72h. a) 250X e b) 500X (matriz, contorno de grãos, poros e precipitados).	102

Figura 6.13 MEV de amostras da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta solubilizado 1100 °C/3h e envelhecido 400 °C/72h. a) 1000X e b) 4000X. Precipitados no contorno de grão e poros.....	103
Figura 6.14 Pontos para análise de EDS da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta solubilizada a 1100 °C/3h e envelhecida 400 °C/72h. 1 e 2) precipitados, 3) matriz 2000X.....	103
Figura 6.15 Espectro EDS da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta solubilizada a 1100 °C/3h e envelhecida 400 °C/72h. Ponto 1, precipitado.....	104
Figura 6.16 Espectro EDS da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta solubilizada a 1100 °C/3h e envelhecida 400 °C/72h. Ponto 2, precipitado.....	104
Figura 6.17 Espectro EDS da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta solubilizada a 1100 °C/3h e envelhecida 400 °C/72h. Ponto 3, matriz.....	104
Figura 6.18 MET de campo brilhante da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta solubilizada 1100 °C/3h e envelhecida a 400 °C/72h no alto vácuo (10^{-7} Torr). 140KX.....	106
Figura 6.19 MET de campo brilhante da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta solubilizada 1100 °C/3h e envelhecida a 400 °C/72h no alto vácuo (10^{-7} Torr). 400kX.....	107
Figura 6.20 MET de campo brilhante da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta solubilizada 1100 °C/3h e envelhecida a 400 °C/72h no alto vácuo (10^{-7} Torr). a) 1,15MX e b) 650 KX	107
Figura 6.21 MET de campo brilhante da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta solubilizada 1100 °C/3h e envelhecido a 400 °C/72h no alto vácuo (10^{-7} Torr). 2,8MX.....	108
Figura 6.22 MET de campo brilhante da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta solubilizada 100 °C/3h e envelhecida a 400 °C/72h no alto vácuo (10^{-7} Torr). 5MX.	108
Figura 6.23 Curvas de tendência e de ajuste com bandas de confiança de 95% observada para a relação log-log (S-N) para o material (S) assim como do material (SE).	112
Figura 6.24 Curvas de tendência e de ajuste com bandas de confiança de 95% observada para a relação Mono-log (S-N) para o material (S) assim como do material (SE).....	113
Figura 6.25 Curvas de tendência e de ajuste com bandas de confiança de 95% observadas para a relação log-log, com a tensão alternada equivalente obtida pelo modelo de Goodman do material (S) assim como do material (SE).	115
Figura 6.26 Curvas de tendência e de ajuste com bandas de confiança de 95% observada para a relação Mono-log (S-N), para o material (S) e (SE), obtidas pelo modelo de Goodman.....	116

Figura 6.27 Curvas de tendência e de ajuste com bandas de confiança de 95% observadas para a relação log-log para S_{ar} obtida pelo modelo de Gerber, para o material (S) e (SE).	117
Figura 6.28 Curvas de tendência e de ajuste com bandas de confiança de 95% observadas para a relação Mono-log (S-N) para o material (S) e (SE), obtidas pelo modelo de Gerber.	118
Figura 6.29 Curvas de tendência e de ajuste com bandas de confiança de 95% observadas para a relação log-log para S_{ar} , obtida pelo modelo de Soderberg, para o material (S) e (SE).	120
Figura 6.30 Curvas de tendência e de ajuste com bandas de confiança de 95% observadas para a relação Mono-log (S-N) para o material (S) e (SE), obtidas pelo modelo de Soderberg.	121
Figura 6.31 Curvas de tendência e de ajuste com bandas de confiança de 95% observadas para a relação log-log para S_{ar} , obtidas pelo modelo SWT, para o material (S) e (SE).	122
Figura 6.32 Curvas de tendência e de ajuste com bandas de confiança de 95% observadas para a relação Mono-log (S-N) para o material (S) e (SE), obtidas pelo modelo de SWT.	123
Figura 6.33 Curvas de tendência e de ajuste com bandas de confiança de 95% observadas para a relação log-log para S_{ar} , obtida pelo modelo Walker, para o material (S) e (SE).	124
Figura 6.34 Curvas de tendência e de ajuste com bandas de confiança de 95% observadas para a relação Mono-log (S-N) para o material (S) e (SE), obtidas pelo modelo de Walker.	126
Figura 6.35 Curvas de tendência e de ajuste com bandas de confiança de 95% observadas para a relação log-log para S_{ar} obtida pelo modelo Kwofie, para o material (S) e (SE).	127
Figura 6.36 Curvas de tendência e de ajuste com bandas de confiança de 95%, observadas para a relação Mono-log (S-N) para o material (S) e (SE), obtidas pelo modelo de Kwofie.	128
Figura 6.37 Curvas de tendência e de ajuste com bandas de confiança de 95% observadas para a relação log-log para S_{ar} , obtidas pelo modelo Morrow, para o material (S) e (SE).	130

Figura 6.38 Curvas de tendência e de ajuste com bandas de confiança de 95%, observadas para a relação Mono-log (S-N) para o material (S) e (SE), obtidas pelo modelo de Morrow.	131
Figura 6.39 MEV de aspecto geral da fratura na liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta. a) sinterizada 1500 °C/2h no alto vácuo (10^{-7} Torr); b) solubilizada 1100 °C/3h e envelhecida 400 °C/72h. 250X.	135
Figura 6.40 MEV, detalhes das marcas de sargento na fratura da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta. a) sinterizada 1500 °C/2h no alto vácuo (10^{-7} Torr); b) solubilizada 1100 °C/3h e envelhecida 400 °C/72h. 500X.	136
Figura 6.41 Detalhes de MEV da microtrinca e início da fratura na liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta. a) sinterizada 1500 °C/2h no alto vácuo (10^{-7} Torr); b) solubilizada 1100 °C/3h e envelhecida 400 °C/72h. 1000X.	137
Figura 6.42 Detalhes de MEV da microtrinca de início da fratura da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta a) sinterizada 1500 °C/2h no alto vácuo (10^{-7} Torr), b) solubilizada 1100 °C/3h e envelhecida 400 °C/72h. 1500X.	138
Figura 6.43 Detalhe de MEV do modo de fratura da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta. a) sinterizada 1500 °C/2h no alto vácuo (10^{-7} Torr); b) solubilizada 1100 °C/3h e envelhecida 400 °C/72h. 500X.	139
Figura 6.44 Detalhe do MEV do modo de fratura da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta. a) sinterizada 1500 °C/2h no alto vácuo (10^{-7} Torr); b) solubilizada 1100 °C/3h e envelhecida 400 °C/72h. 500X.	140
Figura 6.45 Imagem da morfologia dos poros na liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta solubilizada e envelhecida. 1400X.	141

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 Propriedades Físicas e mecânicas do titânio puro.	14
Tabela 2.2 Teor e efeito de alguns elementos utilizados em ligas de titânio (50; 53).....	18
Tabela 2.3 Teor mínimo de elemento β estabilizador (% em peso) necessário para promover a estabilização da fase β à temperatura ambiente (63).	23
Tabela 2.4 Teor de elementos β estabilizadores (% em peso) associado à transição de martensita α' / α'' (71).	26
Tabela 2.5 Formação de fases nas ligas Ti – Nb (41).....	27
Tabela 4.1 Parâmetros utilizados na equação 4-7 (128).....	64
Tabela 4.2 Soluções particulares do modelo generalizado de Kwofie (149).	77
Tabela 5.1 Dimensões de largura e altura de cada corpo de prova do material Sinterizado	85
Tabela 5.2 Dimensões de largura e altura de cada corpo de prova do material solubilizado e envelhecido.....	85
Tabela 6.1 Análise de O ₂ e N, densidade e densificação obtidas na liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta	96
Tabela 6.2 Valores da microdureza das amostras sinterizadas.....	109
Tabela 6.3 Valores da microdureza das amostras solubilizadas e envelhecidas.	109
Tabela 6.4 Ciclos de vida em fadiga e tensões alternada e média relacionadas para o material somente sinterizado	110
Tabela 6.5 Ciclos de vida em fadiga e tensões alternada e média relacionadas para o material solubilizado e envelhecido.	111
Tabela 6.6 Coeficientes de determinação (R^2) dos modelos estudados para análise do efeito da tensão média sobre a vida em fadiga e resistência à fadiga da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta, somente sinterizada (S) e ssolubilizadae envelhecida (SE).132	

LISTA DE SÍMBOLOS

Símbolos Latinos

A	Razão de amplitude	
b	Expoente de resistência à fadiga; largura	[m]
$b_{R=-1}$	Expoente de resistência à fadiga para a condição $R = -1$	
ccc	Estrutura cristalina cúbica de corpo centrado	
F	Força aplicada	[N]
F_a	Força alternada	[N]
F_m	Força média	[N]
$F_{máx}$	Força máxima	[N]
$F_{mín}$	Força mínima	[N]
h	Altura	[m]
hc	Estrutura cristalina hexagonal compacta	
i	Número de níveis de tensão	
k_a	Fator de superfície	
k_b	Fator de tamanho	
k_c	Fator de carregamento	
k_d	Fator de temperatura	
k_e	Fator de confiabilidade	
k_f	Fator de efeitos diversos	
L	Comprimento	[m]
M	Fator de sensibilidade à tensão média; momento fletor	[N·m]
N	Vida	[ciclos]
N_f	Vida em fadiga	[ciclos]
n	Número de ensaios	
P_r	Percentual de replicagem	
R	Razão de tensões	
R^2	Coeficiente de determinação	
S	Tensão	[Pa]
S_a	Tensão alternada	[Pa]
S_{ar}	Limite de resistência à fadiga para a condição $R = -1$	[Pa]

S_e	Limite de resistência à fadiga, modificado	[Pa]
S_e'	Limite de resistência à fadiga	[Pa]
S_f'	Resistência à fadiga	[Pa]
$S'_{fR=-1}$	Resistência à fadiga para a condição $R = -1$	[Pa]
$S'_f _{R=-1}$	Resistência à fadiga dada a condição $R = -1$	[Pa]
$S'_f _{R=0}$	Resistência à fadiga dada a condição $R = 0$	[Pa]
S_m	Tensão média	[Pa]
$S_{máx}$	Tensão máxima	[Pa]
$S_{mín}$	Tensão mínima	[Pa]
S_{rt}	Limite de resistência à tração	[Pa]
S_u	Resistência última ou à tração	[Pa]
S_y	Resistência de escoamento	[Pa]

Símbolos Gregos

α	Parâmetro da sensibilidade do material à tensão média de Kwofie	
α	Fase microestrutural do titânio	
β	Fase microestrutural do titânio	
ω	Fase microestrutural do titânio	
γ	Fator de ajuste de Walker	
$\Delta\sigma$	Diferença de tensão	[Pa]
ε	Deformação	[m/m]
Σ	Operador somatório	
σ	Tensão	[Pa]
σ_0	$\sigma_{máx}$ para $R=0$	[Pa]
σ_{-1}	$\sigma_{máx}$ para $R = -1$	[Pa]
σ_a	Tensão alternada	[Pa]
σ_f'	Coeficiente de resistência à fadiga	
σ_m	Tensão média	[Pa]
$\sigma_{máx}$	Tensão máxima	[Pa]
$\sigma_{mín}$	Tensão mínima	[Pa]
σ_{med}	Tensão média	[Pa]

Siglas e Abreviaturas

<i>AFNOR</i>	<i>Association Française de Normalisation</i>
<i>ASM</i>	<i>American Society of Materials</i>
<i>ASTM</i>	American Society for Testing and Materials
<i>BSI</i>	<i>British Standard Institution</i>
<i>CP</i>	Corpo de prova
<i>HV</i>	Dureza Vickers
<i>JSME</i>	<i>Japan Society of Mechanical Engineering</i>
<i>M/P</i>	Metalurgia do pó
<i>MTS</i>	<i>Mechanical Testing Systems</i>
<i>PIB</i>	Produto Interno Bruto
<i>SWT</i>	Smith-Watson-Topper
<i>TNZZ</i>	A liga de titânio em estudo Ti-35Nb-7Zr-5Ta

1. INTRODUÇÃO

1.1 Considerações gerais

O crescimento populacional, bem como o alarmante aumento do número de automóveis e motos, vem provocando um aumento na quantidade de acidentes de trânsito. O aumento da expectativa de vida tem feito com que a população idosa cresça constantemente. Todos estes fatores concorrem para o aumento na utilização de diferentes tipos de implantes ósseos. Além disso, com o desenvolvimento de novas técnicas odontológicas, como os implantes dentários, a engenharia de materiais se depara com novos desafios. Em consequência, há uma demanda muito maior pelos materiais utilizados na elaboração destes implantes, levando à busca contínua de aperfeiçoamento na área (1).

A utilização de ligas tradicionais de titânio tais como a Ti-6Al-4V extra-low interstitial (ELI) deve-se à boa relação resistência mecânica/peso e alta resistência à fadiga. Estas ligas não foram desenvolvidas com fins ortopédicos e sim para usos aeroespaciais. Ademais, tais ligas apresentam módulo de elasticidade muito alto, quando comparado com o do osso, o que pode ocasionar o efeito denominado escudo de tensões, o que provoca incompatibilidade biológica (2).

O início do desenvolvimento de ligas específicas para aplicações em implantes teve como motivo principal as preocupações concernentes à elevada citotoxicidade potencial dos elementos vanádio e alumínio contidos na liga Ti-6Al-4V. O acúmulo de vanádio no organismo resulta, principalmente, na irritação do sistema respiratório, e a absorção de alumínio está associada a desordens neurológicas, incluindo mal de Alzheimer e deficiência fosfórica no sangue e osso, devido à combinação de íons de alumínio com fósforo inorgânico (3), (4).

Outra meta a ser atendida seria a obtenção de ligas com baixo módulo de elasticidade (mais flexível) que pudessem simular a ação de distribuição de tensão no tecido adjacente ao osso. Diferenças significativas entre os módulos de elasticidade podem levar à destruição do tecido ósseo na região do implante (4).

O tecido ósseo possui funções importantes no organismo, destacando-se a reserva de cálcio e de lipídios, medula amarela, produção de células sanguíneas, medula vermelha, e proteção dos órgãos internos. Atua também como alavanca para permitir os movimentos com a ação dos músculos (5).

Como em todos os materiais naturais, as propriedades mecânicas do osso são determinadas pela sua estrutura e composição que, por sua vez, decorre de sua função essencialmente mecânica (6).

O esqueleto humano é constituído de ossos com diferentes formas e tamanhos, de acordo com os locais e as funções que desempenham. Quanto à forma, eles são classificados em ossos longos, como por exemplo, o fêmur, nos quais o comprimento predomina; ossos curtos, por exemplo, os ossos do carpo, nos quais a largura e a espessura são comparáveis; ossos planos ou chatos, por exemplo, as costelas, que são finos; e os irregulares, por exemplo, as vértebras. Funcionalmente, os ossos longos são usados para movimento, os curtos para carga e os chatos para proteção (6).

O osso é um material que possui estrutura hierárquica composta de 20% de porção orgânica – das quais 90% é proteína colágena tipo I e 10%, substância amorfa -, 15% de água e nanopartículas de minerais – compostas, por sua vez, de hidroxiapatita carbonatada – e 65% de fase mineral, formando um material extremamente resistente, leve, adaptável e multifuncional. Quanto à conformação estrutural, apresenta uma porção cortical e uma porção trabecular. A matriz orgânica é constituída principalmente de fibras colágenas, conjunto de fibrilas, com características anisotrópicas. A fase mineral é constituída de cristais de apatita depositados nos espaços discretos das fibrilas (5), (6).

A junção de um implante com uma estrutura óssea natural pode ocasionar perda de tecido. Experiências recentes indicam que uma transferência de carga insuficiente do implante para as áreas adjacentes do osso pode resultar em reabsorção óssea e eventual afrouxamento da prótese (4). De fato, se a carga de tensão trativa, compressão ou momento de torção na qual o osso está exposto é reduzida, decresce a espessura do osso, ocorrendo perda de massa e eventualmente osteoporose. Este fenômeno, designado "escudo de tensão", está relacionado às variações de flexibilidade ou rigidez do implante e é fortemente dependente do módulo de elasticidade (5).

Qualquer redução na rigidez do implante, obtida pela substituição por novos materiais de menor módulo de elasticidade, melhora a redistribuição de tensão no tecido ósseo adjacente, minimizando o efeito de escudo e prolongando o tempo de vida da prótese. As pesquisas por novos materiais estabeleceram que as ligas de titânio ideais para aplicações em implantes ortopédicos deveriam ter baixo módulo de elasticidade, elevada resistência à corrosão e nenhum potencial tóxico, o que provocou um grande interesse na produção de biomateriais com essas características (5).

As características mais desejadas para os biomateriais ideais abrangem excelente resistência à corrosão, quando em fluido corporal, inexistência de reações adversas, alta resistência mecânica e à fadiga, módulo de elasticidade compatível com o osso, baixa densidade e alta resistência ao desgaste (1).

Na década de 1990, verificaram-se vários esforços visando desenvolver biomateriais baseados no titânio especificamente destinado para aplicações em implantes. As primeiras gerações destas ligas ortopédicas foram Ti-6Al-7Nb (7) e Ti-5Al-2,5Fe (8). Estas duas ligas apresentam propriedades similares às da liga Ti-6Al-4V e foram primeiramente desenvolvidas com o objetivo de resolver o problema da toxicidade do Vanádio. O desenvolvimento da ortopedia vem exigindo a utilização de materiais com menores módulos de elasticidade, mais próximos do valor do módulo de elasticidade do osso. Desta forma consegue-se simular uma distribuição mais natural dos esforços produzidos nas juntas de utilização do implante. As pesquisas por ligas com menores módulos de elasticidade têm concentrado esforços nas ligas Ti- β , que possuem microestrutura com predominância da fase β , após rápido resfriamento a partir de altas temperaturas (1).

As ligas metaestáveis de Ti- β , desenvolvidas com este objetivo, incluem Ti-12Mo-6Zr-2Fe, também conhecidas como TMZF (9), Ti-15Mo-5Zr-3Al (10), Ti-15Mo-3Nb-3O, também denominada TIMETAL 21SRx (11), e Ti-13Nb-13Zr (12). O menor módulo de elasticidade desenvolvido até agora pertence às ligas TNZT, compostas por sistemas de Ti-Nb-Zr-Ta, sendo que a melhor composição estudada até o momento é a Ti-35Nb-7Zr-5Ta (13). Os módulos de elasticidade para diferentes ligas de titânio são exibidos no item 2.9, **Figura 2.15**.

Quando utilizada em implantes ortopédicos, a liga é responsável pela absorção de parte dos esforços à que estaria submetido o osso. Com o uso destas ligas com menores valores de módulo de elasticidade se evitam problemas como o afrouxamento, a eventual perda de tecido ósseo e, por conseguinte, a falha prematura do implante (14), (15).

Neste trabalho é avaliada a resistência à fadiga da liga TNZT com a composição Ti-35Nb-7Zr-5Ta, obtida somente por metalurgia do pó, assim como a influência da microestrutura nesta propriedade do material sinterizado (S) e solubilizado e envelhecido (SE). Foram estudados os mecanismos de fratura, vida em fadiga, microestrutura e microdureza, visando avaliar um biomaterial sintético com propriedades mecânicas adequadas para a aplicação em implantes ortopédicos.

1.2 Resultados de diferentes estudos sobre ligas β de titânio.

1.2.1 Resistência à fadiga das ligas β .

Mitsuo Niinomi (16) estudou a resistência à fadiga da liga β Ti-29Nb-13Ta-4,6Zr. Dentre os resultados obtidos destaca-se a precipitação da fase ω na fase β , com tamanho médio de 20 μ m, quando envelhecidos a 573, 598 e 673 K por 259,2 Ks ($Ks = 10^3$ segundos). Logo depois de uma solubilização a 1063K, por 3,6 Ks, também apareceram a fase α , de forma circular e em forma de placas, e a fase ω (16).

O valor de resistência à fadiga apresentado $S_e(10^6) \approx 700\text{MPa}$ para a liga solubilizada a 400 °C por 72h. Este alto valor de resistência à fadiga é associado à formação de finos precipitados homogeneamente distribuídos na matriz. Conforme amplamente descrito em (17) - (25) citados em (26), por Niinomi et al., os *altos valores* de resistência à fadiga nas ligas de titânio são associadas à formação de trincas sob a superfície do material, numa fase beta mais estável, favorecida pelo refinamento dos precipitados. Niinomi afirma ser difícil identificar o ponto de início da trinca. Além disso, o mecanismo de avanço da mesma estaria fortemente vinculado à microestrutura obtida. Umezawa et al. (17) acreditam que o início da trinca ocorre em tensões concentradas nos grãos menores. Por outro lado, segundo Niinomi (26), todos estes fatos indicam que o início da trinca ocorre das fases secundárias.

Kim et al. (18), citados em (26), propõem que o início das microtrincas ocorre nas faces dos precipitados em forma de placas, não aderidas firmemente à matriz, entre as fases alfa e beta, favoravelmente orientadas nas proximidades dos contornos de grão. Por outro lado, em face de finos precipitados alfa com morfologia de agulhas, propõe-se que a ocorrência de fissuras múltiplas nos contornos de grão seja a responsável pela formação da microtrinca interna. Ruppen (25), citado em (26), associa a presença de precipitados grosseiros da fase alfa à fase beta metaestável, isso favorece a formação de clivagens no material, que facilita o avanço da trinca.

Niinomi (16) também compara valores da resistência à fadiga das ligas biomédicas convencionais Ti-6Al-4V ELI e Ti-6Al-7Nb, obtidos por outros pesquisadores (27) - (29); assim como o valor do módulo de Young na liga Ti-29Nb-13Ta-4,6Zr, que é muito menor que na liga Ti-6Al-4V ELI.

Num outro trabalho, Niinomi (30), na liga Ti-29Nb-13Ta-4,6Zr, envelhecida em diferentes temperaturas depois de solubilizada e laminada, encontrou uma redução da resistência a tração. Também reportou que a resistência à fadiga da liga não sofre alterações quando ensaiada em solução de Ringer (que simula os fluidos humanos).

1.2.2 Resistência à Fadiga em 4 pontos em ligas de Ti

Jiang et al. (31) reportaram a influência dos processos de *shot-peening* (tratamento superficial de jateamento para introdução de tensões compressivas superficiais) e *re-shot-peening* na melhora da resistência a fadiga da liga Ti-6Al-4V. Os corpos de prova foram preaquecidos a 940 °C durante 30 min, forjados em forma de lâmina, solubilizados a 925°C por uma hora, resfriados por fluxo de ar, e finalmente revenidos a 700 °C por duas horas para estabilizar. Os ensaios foram desenvolvidos a 150 °C e à temperatura ambiente. Observou-se melhorias na casa dos 65 a 71% de limite de escoamento (σ_y) à temperatura ambiente, não observando melhoras quando ensaiado a 150 °C. Para ambos os casos, quando comparado com o material sem o *shot-peening* ou *re-shot-peening*, os resultados foram melhores.

Telesman (32), citado em (31), determinou que o *shot-peening* incrementou a resistência à fadiga por flexão de 65% a 71%, quando à temperatura ambiente, e a 72%, quando ensaiado a 150 °C. As trincas iniciaram-se na superfície das amostras onde não foi aplicado o *shot-peening* e no interior das amostras quando tratadas ou quando há regiões concentradoras de tensão. Crê-se que este incremento na resistência à fadiga é provocado pelo endurecimento por deformação (encruamento) e, mais importante, devido ao aumento das tensões compressivas residuais abaixo da superfície. Geralmente, maiores níveis e profundidades destas tensões são mais efetivos para retardar o início da formação e propagação de trincas, o que permite uma maior vida em fadiga dos componentes tratados.

1.2.3 Efeito do tântalo (Ta) nas propriedades mecânicas das ligas TNTZ.

Em outro estudo, Niinomi et al. (33) investigaram o efeito do Ta nas ligas TNTZ fabricadas por metalurgia do pó para aplicações biomédicas. Para ligas com teor de Ta menor que 5% em peso foram identificadas as fases β e ω . Nas amostras com menos de 10% de Ta na composição ocorre transformação da martensita induzida pelas tensões. Naquelas com mais de 20% de Ta a martensita é formada por mecanismos de deslizamento. O menor módulo de elasticidade obtido, 66,9 GPa, ocorreu na liga Ti-30Nb-10Ta-5Zr, na qual predominou a fase β . O módulo de elasticidade tem tendência a diminuir com o aumento do teor de tântalo até 10% em massa, depois de atingir este valor se continua a ser incrementado seu teor na liga o módulo de elasticidade começa a diminuir assim, para 0%Ta E= 85,2 GPa; para 5%Ta E= 73,0 GPa; para 15%Ta E= 68,8 e para 20%Ta E= 74,8 GPa.

Na pesquisa de Sakaguchi et al. (33), as amostras foram primeiramente preparadas por metalurgia do pó, utilizando-se o método de mistura elementar e obtendo-se as amostras a verde por compressão isostática a frio (com dimensões de 100 mm de comprimento por 40 mm de diâmetro). Em seguida, foram sinterizadas a 1300 °C durante 16h ao vácuo, aproximadamente de $1,33 \times 10^{-3}$ torr. Após a sinterização, as amostras foram forjadas e submetidas à extrusão a quente até atingir 10 mm de diâmetro. Depois sofreram tratamento térmico a 850 °C, durante 30min, seguido de esfriamento ao ar, com o objetivo de eliminar as tensões surgidas durante a extrusão e forja a quente.

1.2.4 Compatibilidade biológica

Metikos et al. (34) têm reportado ser benéfico o uso do Nb nas ligas de Ti, para uso biomédico, já que promove um incremento da estabilidade à corrosão através da eliminação das lacunas aniônicas na rede cristalina do óxido de Ti. As vacâncias aniônicas são atraídas pelos cátodos de Nb, que são encontrados no reticulado do óxido de Ti, provocando uma diminuição de ditas lacunas, devido a uma menor presença do estado de oxidação do Ti, Ti (III) e Ti (II). O Nb faz com que o filme de óxido no Ti-6Al-Nb seja mais estequiométrico e resistente à corrosão.

1.2.5 Endurecimento das ligas TNZT

Banerjee et al. (35) estudaram a evolução e as tendências dos mecanismos de endurecimento das ligas TNZT. A liga estudada apresentou, para a condição de homogeneizado, uma microestrutura composta por uma matriz β com precipitados α nos contornos dos grãos e uma pequena fração de precipitados α intra-granulares. Quando envelhecida a 600 °C por 4h, a microestrutura exibiu um refinamento dos precipitados de α homogeneamente distribuídos na matriz β . Após o tratamento de envelhecimento, mesmo os precipitados α tendo sido refinados, contraditoriamente, ocorreu uma diminuição da dureza da liga. Esta diminuição foi explicada com ajuda do MET. Os estudos de Microscopia Eletrônica de Transmissão antes do envelhecimento mostraram um padrão de difração β_2 , denominado fase metaestável. Depois do envelhecimento, as imagens de MET mostraram o típico padrão CCC das ligas β . A fase β_2 tinha se transformado após o processo de envelhecimento, esta seria a causa da diminuição da dureza na liga.

A redução da microdureza e por consequência da resistência das ligas TNZT depois do envelhecimento é discutível, porque a aparição de finos e homogêneos precipitados da fase α devia ter incrementado a resistência da liga.

1.2.6 Influência do tratamento de envelhecimento no Ti-35Nb-7Zr-5Ta.

Ferrandini et al. (36) investigaram a influência do tratamento de envelhecimento na liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta. As amostras foram fundidas por arco elétrico, homogeneizadas, laminadas a quente, solubilizadas e finalmente envelhecidas a várias temperaturas, algumas por 4 horas, outras por 90h, a 300 e 400 °C. Os resultados dos ensaios de raios x não indicaram formação de precipitados no envelhecimento de 4h. A maior dureza foi encontrada para as amostras envelhecidas durante 4h a 400 °C. Para as ligas que foram estudadas por Tang et al., era esperada a formação das fases α'' ou β durante o esfriamento rápido (37) citado em (36). Os resultados obtidos por Ferrandini estão compatíveis com o obtido por Yang e Zhang (38) citado em (36) e são atribuídos ao baixo nível de precipitados na condição de envelhecimento.

As análises de raios X da pesquisa de Ferrandini et al. (36) mostraram um aumento nos picos da fase α na medida em que foram aumentadas as temperaturas de envelhecimento. Não se verificaram diferenças nas imagens das micrografias óticas das amostras solubilizadas e envelhecidas até 400 °C. As imagens do material tratado à 700 °C mostram a formação de precipitados nos contornos dos grãos, o que reafirma a teoria de que os contornos de grão passam a ser nucleadores da fase α (39), (40). Outro fator que justificaria a precipitação nos contornos dos grãos seria a presença de oxigênio, segundo Qazi et al. (41), que reportaram que os átomos de O₂ também podem atuar como nucleadores de α . Qazi et al. (41), (42), que trabalharam com amostras de Ti-35Nb-7Zr-5Ta contendo 0,06 e 0,46 % de O₂, reafirmaram que os átomos de oxigênio trabalham como nucleadores de precipitado. Por outro lado, Moffat e Larbalestier (43) sugeriram que os precipitados α nucleiam independentemente da precipitação de outras fases, as quais se podem dissolver durante o crescimento dos precipitados α . Finalmente, Ferrandini et al. (36) concluíram que os precipitados α são formados durante as primeiras 4 horas do tratamento de envelhecimento.

1.3 Comparação entre o comportamento microestrutural e de fadiga da liga ti-35nb-7zr-5ta, somente sinterizada e termicamente tratada, obtida via metalurgia do pó.

Na pesquisa apresentada na presente tese, à diferença das outras preteritamente apresentadas, as amostras, um total de 35, foram desenvolvidas somente por meio da metalurgia do pó. Vinte e três corpos de prova (CPs) foram analisados depois de sinterizados e os demais, depois de sinterizados, solubilizados e envelhecidos. Os ensaios a

que foram submetidos todos os CPs foram padronizados respeitando-se as condições dos mesmos, e são descritos no capítulo 5 “Materiais e Métodos”. Os resultados e análises desses ensaios são apresentados no capítulo 6 “Resultados e Discussões”.

2. REVISÃO DA LITERATURA SOBRE O TITÂNIO

2.1 Resenha histórica

O titânio foi descoberto, em 1791, pelo reverendo inglês William Gregor, que reconheceu sua presença no minério conhecido como *ilmenita*. Ele o denominou *menaquita* (44), (45).

Mais tarde, em 1795, ele foi redescoberto num minério conhecido como rutilo, pelo alemão Martin Heinrich Klaproth, que o batizou de titânio.

Em 1887, o titânio foi obtido, na forma impura, por Nilson e Pettersson. No entanto, o metal puro (99,99%) só foi obtido em 1910 por Matthew A. Hunter, químico neozelandês, que estabeleceu o primeiro processo para a extração do titânio metálico, utilizando sódio.

Hunter aqueceu o cloreto de titânio, $TiCl_4$, com sódio metálico, num recipiente de aço, sob pressão e a 700-800 °C de temperatura. Entretanto, esse processo não era economicamente viável (47).

O Ti é o único elemento que queima em nitrogênio. Quando está puro, ele é lustroso e de brilho metálico (46).

O metal era tido como uma curiosidade, até que William Justin Kroll, **Figura 2.1**, em 1946, mostrou que ele podia ser obtido comercialmente pela redução do $TiCl_4$ com magnésio metálico (processo Kroll). Esse método ainda é muito empregado hoje em dia. O metal pode ser purificado ainda mais pela decomposição térmica do seu iodeto. O Ti está presente em meteoritos, em espectros de estrelas e no Sol. Algumas rochas obtidas durante a missão lunar, com a Apollo 17, mostraram a presença de 12,1% de Ti como TiO_2 . É o nono elemento em abundância na crosta terrestre (0,63 cg/g). Está quase sempre presente em rochas ígneas. Não há indícios de que o titânio seja tóxico ao ser humano (48).



William J. Kroll (1889-1973)

Figura 2.1 Imagem de William J. Kroll. Autor do processo Kroll para obtenção do titânio (48).

Na década de 1950, o governo norte-americano, impressionado com as características do metal, incentivou sua produção por meio de contratos de pesquisa e subvenções. Desde então, a produção do titânio apresenta uma demanda crescente nos Estados Unidos (49).

O Titânio passa por várias etapas para seu processamento, desde o mineral até ser convertido no produto final, quais sejam:

1. Redução do mineral a um produto poroso denominado “esponja”;
2. Fusão da esponja ou uma liga principal mais a esponja para formar os lingotes;
3. Fabricação primária, onde os lingotes são transformados em produtos laminados de diferentes formatos; e
4. Fabricação secundária dos produtos finais partindo dos laminados obtidos na fabricação primária.

Cada uma destas etapas pode ser afetada por diferentes fatores que influem nas propriedades, tanto físicas quanto químicas, do titânio na sua forma final. Entre esses fatores os mais importantes são:

1. Quantidades de elementos de liga e impurezas;
2. O processo de fusão utilizado para a produção do lingote;

3. Metodologia do processo de conformação para transformar os lingotes em laminados; e
4. Processo de fabricação ou de tratamento térmico final utilizado na fabricação secundária.

Através de variações nos tratamentos térmicos e/ou termomecânicos, é possível obter uma ampla gama de diferentes propriedades tanto em titânio puro quanto nas suas diferentes ligas (50) - (52).

Introduzido em 1952, o processo *Vacuum arc re-melting* (VAR), ou fusão a arco elétrico sob vácuo, é o mais empregado na indústria aeroespacial para a obtenção de ligas de Ti e titânio comercialmente puro. Nesse processo, um bloco maciço de esponja pura de titânio é fragmentado em pedaços de aproximadamente 12 mm para a formação dos eletrodos consumíveis. Os eletrodos são obtidos a partir da compactação da esponja e posterior soldagem dos compactados por sinterização (52), (53).

O VAR é ainda utilizado por ser a forma mais econômica de produção do titânio e suas ligas. O eletrodo, elaborado com a mesma esponja de titânio, é fundido e depositado em forma de gotículas, formando um spray de fluxo constante, que vai se depositando na lingoteira de cobre refrigerada com água. Com o controle da intensidade da corrente se consegue obter a qualidade superficial desejada.

Sobre o primeiro fundido são depositados cavacos de titânio, repete-se todo o processo de evacuação e continua-se a fusão do eletrodo. Para a obtenção de um lingote de primeira fusão são necessários até três eletrodos.

A refusão é considerada necessária para todas as aplicações, pois assegura um grau aceitável de homogeneidade nos lingotes. Para que possa ser desenvolvido este processo, é preciso soldar os lingotes face a face, para se obter um lingote compatível com as dimensões do forno e do lingote desejado. Para alguns tipos específicos de aplicações é aplicado um terceiro processo de refusão. Quanto maiores os lingotes, menores os custos de produção, mas tamanhos muito grandes favorecem a solidificação de segregações o que afeta as propriedades mecânicas (50), (54).

2.2 Distribuição e forma natural do titânio

O titânio não aparece livre na natureza, devido a sua alta reatividade, e possui grande afinidade pela maioria dos elementos. Portanto, combinado com outros elementos é bastante abundante, aparecendo em pequenas quantidades na maioria das rochas eruptivas, sedimentares e metamórficas (51).

Encontra-se fundamentalmente em minerais como o anatásio (TiO_2), a ilmenita (FeTiO_3), a perovskita (CaTiO_3) e a titanita ($\text{CaTi}(\text{OSiO}_4)$). Encontram-se importantes depósitos de rutilo e ilmenita na Austrália, Argentina, EUA, África Central, Brasil, Canadá, Egito, Índia e Noruega. Os maiores depósitos de rutilo conhecidos situam-se na Austrália (55), (56). O óxido de titânio (TiO_2) pode ser encontrado na natureza de três formas diferentes: como anatásio, rutilo ou brookita (54).

O Brasil é detentor das maiores reservas de Titânio na forma de anatásio, também conhecido como octaedrita, concentradas nos Estados de Minas Gerais e Goiás. Até serem descobertas estas jazidas, o estudo deste mineral esteve limitado a ambiente acadêmicos. O mineral consiste numa transformação do rutilo e da brookita e cristaliza-se na forma tetragonal como mostrado na **Figura 2.2**.

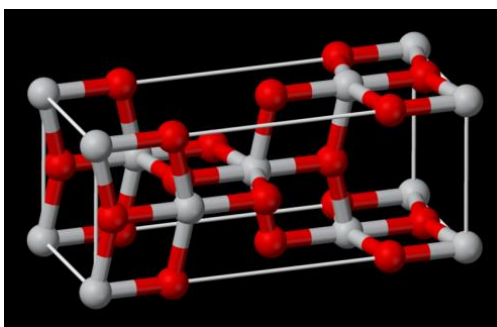


Figura 2.2 Estrutura cristalina tetragonal do anatásio (57).

Os depósitos mais importantes no Brasil de Ilmenita e Rutilo (cristais tetragonais), situam-se em Mataraca, no Estado da Paraíba.

A brookita, mostrada na **Figura 2.3**, com cristalização ortorrômbica é um dos três polimorfos de TiO_2 .



Figura 2.3 Imagem da brookita em estado natural (57).

2.3 O titânio e suas propriedades

O titânio é pouco reativo em temperatura ambiente. Quando aquecido sofre a ação dos não-metais, resultando em compostos estáveis, duros e refratários, como o nitreto (TiN), o carbeto (TiC) e os boretos (TiB e TiB₂). O titânio dissolve-se unicamente no ácido fluorídrico, com o qual forma complexos de flúor.

Este elemento possui baixa massa específica, com a possibilidade de melhorar as suas propriedades através da adição de elementos de liga e com a utilização de tratamentos termomecânicos. Também é portador de boas propriedades térmicas, além de ser não-magnético (54).

Outra importante característica do Ti puro é que não é tóxico, sendo de ampla utilização como material biologicamente compatível. Devido à magnífica resistência à corrosão e biocompatibilidade, em parceria com a boa resistência mecânica, este elemento é amplamente utilizado nas indústrias petroquímica e química, em ambientes marinhos, assim como na medicina, na elaboração de diferentes tipos de implantes (58).

O coeficiente de expansão térmica linear do titânio de $0,86 \times 10^{-5} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ é relativamente baixo e corresponde a 64% do coeficiente do aço, $11,7 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ e a 39% do coeficiente do alumínio, $23,6 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ (50), (58), (59).

O Ti puro, $\sigma_y=170 \text{ MPa}$, é resistente como o ferro, $\sigma_y=240 \text{ MPa}$, mas é 45% mais leve. Por outro lado, ele é 60% mais denso que o alumínio, mas cerca de duas vezes mais resistente à deformação mecânica.

A resistência à corrosão do titânio deve-se a uma fina camada apassivadora de óxido de titânio (TiO₂), formada na superfície do material. Graças a isso este material é utilizado em diversos meios e temperaturas, sem apresentar significativa dissolução. A camada apassivadora de óxido é estável e uniformemente distribuída na superfície, independentemente de diferenças microestruturais ou de composição. O titânio é especialmente conhecido pela sua resistência ao ser exposto a fluidos corpóreos (plasma e sangue). A resistência à corrosão do titânio pode ser comprometida se o filme de óxido perder a sua capacidade de proteção. Isso pode ocorrer em ambientes redutores, muito oxidantes e na presença de íons de fluoreto. Adicionando-se inibidores a esses ambientes, o filme pode recuperar sua integridade e estabilidade (58). O titânio apresenta resistência à erosão 20 vezes superior que a das ligas de cobre-zinco (60).

Uma das características mais importantes do Ti, sua estrutura cristalina, está associada a sua transformação alotrópica. A temperatura conhecida como β transus, em que ocorre a transformação alotrópica, é de $882,5 \text{ }^\circ\text{C}$. Quando atinge esta temperatura a estrutura passa

de hexagonal compacta (HC) para cúbica de corpo centrado (CCC) (54) como observado na **Figura 2.4** (61).

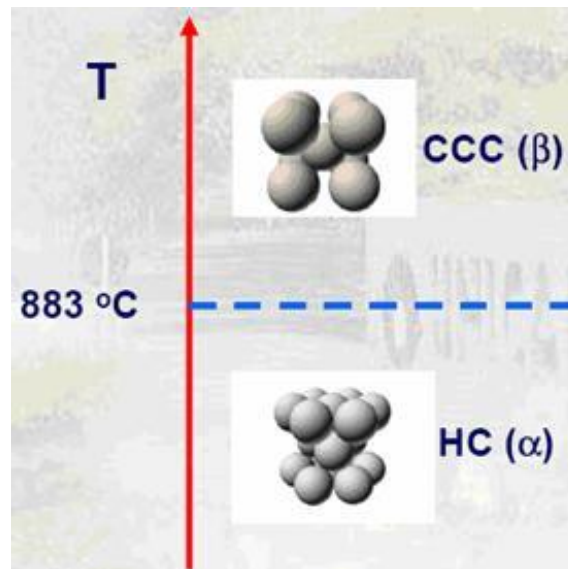


Figura 2.4 Estrutura cristalina do titânio antes e depois da transformação alotrópica (61).

Na **Tabela 2.1** são apresentadas as principais propriedades do titânio puro (50)-(59).

Tabela 2.1 Propriedades Físicas e mecânicas do titânio puro.

Grandeza	Valor	Unidade
Numero atômico	22	
Massa específica do sólido	4507	kg/m ³
Massa atômica	47,90	(uma)
Ponto de fusão	1668	°C ± 10 °C
Ponto de ebulição	3260	°C
Raio atômico	0,146	nm
Coefficiente de expansão térmica	8,64	10 ⁻⁶ / °C
Limite de escoamento	485	MPa
Alongamento	15	%
Módulo de elasticidade	100	GPa
Calor específico	523	J/ (kg °C)
Condutividade térmica	22	W/(m °C)
Resistividade elétrica	40	10 ⁻⁸ Ω m

A alotropia do titânio permite que, sob tratamento térmico, algumas ligas deste elemento exibam grande variedade de microestruturas, constituídas por fases estáveis ou metaestáveis. Em geral, para quantidades limitadas de elementos β -estabilizadores, as ligas de titânio exibem apenas duas fases sólidas estáveis (α e β). Porém, caso o equilíbrio termodinâmico não seja alcançado, podem ser formados dois tipos de fases metaestáveis: as fases martensíticas e a fase ω (62).

A transformação de fase das ligas de titânio temperadas com os elementos β -estabilizadores de transição pode ocorrer pelo mecanismo martensítico com a formação de estruturas martensíticas metaestáveis como α' e α'' . A estrutura martensítica α' , formada a partir de baixos teores de elemento de liga sob resfriamento rápido, possui a mesma estrutura HC e com parâmetros de rede semelhantes aos da fase α do titânio puro (Ti- α). À medida que o teor do elemento ligante é elevado, a fase α' será substituída por martensita de estrutura ortorrômbica, denominada de α'' , resultado da transição da estrutura HC da martensita α' para a estrutura CCC da fase β (62).

2.4 Aplicações

O composto de titânio mais importante, sob o ponto de vista industrial, é o dióxido de titânio que, pela sua extrema brancura e elevada refletância, encontra largo uso como pigmento na fabricação de tintas, lacas, esmaltes, papel, borracha, têxteis, plásticos, cerâmicos e cosméticos. Cristalizado, o rutilo é empregado também na fabricação de pedras preciosas artificiais que imitam o diamante. Entre os demais compostos merecem referência especial o sulfato de titânio (IV), intermediário no fabrico do dióxido, e o sulfato de titânio (III), de cor azul, poderoso redutor. Os halogenetos (IV) de titânio são utilizados na produção de cortinas de fumo; os sais de ácidos orgânicos são utilizados para corantes e também na indústria de curtumes (56).

Os titanatos, em especial os de ferro, são matérias-primas importantes para a obtenção do titânio; o titanato de bário possui propriedades piezoelétricas e encontra algumas aplicações derivadas deste fato. O titânio encontra a sua maior aplicação na fabricação de equipamento que exige condições de leveza e resistência mecânica e à corrosão, sobretudo na indústria aeronáutica militar (hélices, turbinas, motores a jato e mísseis). Na maior parte dos casos, é utilizado na forma de ligas com outros metais como o alumínio, ferro, manganês, cromo, molibdênio e vanádio. Estas aplicações consomem 90% da produção total de titânio; o restante destina-se à construção de equipamento para a indústria química (bombas, permutadores de calor) (56).

Na **Figura 2.5** apresentamos o Black Bird, primeira aplicação em estrutura aeroespacial das ligas titânio - β .



Figura 2.5 Avião SR-71 (*Black Bird*) a primeira aplicação das ligas Ti- β em estruturas aeroespaciais (50).

2.5 Ligas de titânio

Como o titânio é um elemento de transição, ele exibe uma camada incompleta em sua estrutura eletrônica no estado fundamental. Tal fato permite que esse metal forme solução sólida com a grande maioria de elementos que possuem raios atômicos com valores de até 15% de diferença. Na sua forma pura, ele exibe duas formas alotrópicas. Até 882,5 °C sua estrutura cristalina é do tipo hexagonal compacta, denominada de fase α . Acima dessa temperatura, a estrutura cristalina é do tipo cúbico de corpo centrado, definida como fase β . Tal arranjo cristalino é estável até a fusão, em 1670 °C. Essa transformação de fases pode ser eventualmente alterada a partir da adição de elementos de liga ao titânio (5).

A adição de elementos classificados como α estabilizadores resulta no aumento da temperatura de transformação de fase, por outro lado, se elementos definidos como β estabilizadores sejam adicionados, tal temperatura tende a diminuir. Nesse caso, existem dois tipos de elementos β estabilizadores, como resultados dos seus respectivos diagramas de fase: os definidos como β isomorfos e os β eutetóides. Os elementos classificados como α estabilizadores envolvem metais dos grupos 13 e 14, da tabela periódica, (Al, Ga e Sn) e elementos intersticiais H, C, N e O. Já os metais de transição V, Ta, Nb, Mo, Mg, Cu, Cr, Fe e os metais nobres são classificados como elementos β -estabilizadores. Existem ainda os elementos definidos como neutros, que não mudam a temperatura de transformação de

fase, como Zr. Os quatro tipos de estabilizadores de fase do titânio têm seus respectivos diagramas de fase esquematizados na **Figura 2.6** (63).

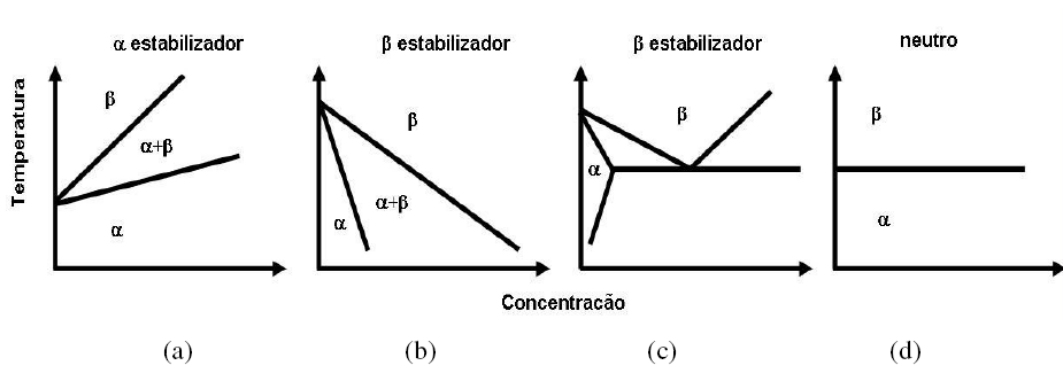


Figura 2.6 Diagramas de fase esquemáticos do titânio e seus elementos de liga: (a) α estabilizador, (b) β estabilizador tipo isomorfo, (c) β estabilizador tipo eutéide e (d) neutro (63).

A aplicação do titânio puro é bastante intensa na indústria. Entretanto, quando o comportamento mecânico desse metal não é apropriado para aplicações específicas, uma alternativa é o uso de ligas de titânio. A partir da adição controlada de elementos α - β estabilizadores ao titânio é possível controlar a estabilidade de fases, bem como as respectivas frações volumétricas de cada fase à temperatura ambiente e, conseqüentemente, suas propriedades mecânicas. Em função dessa estabilidade de fases é possível obter ligas de titânio bastante versáteis, principalmente em relação ao comportamento mecânico. Tal comportamento depende fundamentalmente da composição, da proporção entre as frações volumétricas das fases α e β e finalmente, dos tratamentos térmicos e termomecânicos utilizados (63).

As ligas de titânio com alumínio, molibdênio, manganês, ferro e outros metais como vanádio, têm grande interesse industrial. Elas são muito usadas principalmente em aeronaves e mísseis, quando se deseja leveza e resistência às temperaturas extremas (48).

Na **Tabela 2.2** se apresentam a faixa de teor de elementos de liga normalmente utilizados e seu conseqüente efeito (50), (53).

Tabela 2.2 Teor e efeito de alguns elementos utilizados em ligas de titânio (50), (53).

Elemento de Liga	Teor (% em peso)	Efeito
Alumínio	2 - 7	Estabilizadores da fase α
Estanho	2 - 6	Estabilizadores da fase α
Vanádio	2 - 20	Estabilizadores da fase β
Molibdênio	2 - 20	Estabilizadores da fase β
Cromo	2 - 12	Estabilizadores da fase β
Cobre	2 - 6	Estabilizadores da fase β
Zircônio	2 - 8	Neutro
Silício	0,2 - 1	Melhora a fluência

2.6 Influência dos Elementos intersticiais

A afinidade do titânio por elementos como hidrogênio, nitrogênio, oxigênio e carbono é muito elevada e todos eles são formadores de soluções sólidas intersticiais. A **Figura 2.7** traz dois gráficos sobre a influência dos elementos intersticiais.

Estes elementos permanecem no metal porque a purificação durante o processo de redução ocorre de forma incompleta; eles também podem ser absorvidos durante a fusão. O carbono e o oxigênio possuem um efeito combinado sobre a ductilidade e a resistência mecânica. Uma pequena quantidade de carbono garante a maior tolerância do oxigênio. O nitrogênio seguido do oxigênio e do carbono são os endurecedores mais efetivos, nessa ordem de importância. Sendo que o carbono em teores $> 0,1\%$ aparece em forma de carboneto e tem menor influência na resistência e na dureza (53).

As trincas localizadas entre outras fragilidades são um problema comum produzido pela presença de hidrogênio. Todas as ligas são afetadas pela presença deste elemento que pode ser eliminado por recozimento a vácuo, onerando o custo de produção de forma importante (51).

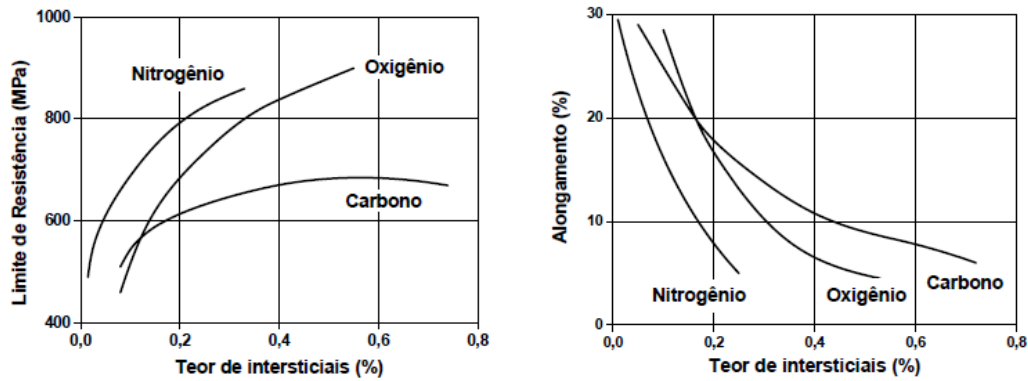


Figura 2.7 Efeito do teor de elementos intersticiais na resistência mecânica e na ductilidade do titânio puro (50).

Quando a aplicação do material requer elevados níveis de sollicitação mecânica, é necessário utilizar ligas ELI (Extra Low Interstitial), devido à influência negativa dos elementos intersticiais na tenacidade do titânio (51).

2.7 Tipos de ligas de titânio

Em se tratando de metalurgia do titânio, é praxe a subdivisão das ligas em três grandes grupos, a depender a fase predominante na matriz. As classificações mais comuns das ligas são (50):

α , alfa

$\alpha + \beta$, alfa + beta

β , beta metaestável

Estas categorias descrevem a origem da microestrutura em função dos cristais básicos, cuja formação é favorecida pelos elementos que compõem a liga. Um fato muito importante a ter em conta é que a transformação da estrutura cristalina de α para β e seu retorno para α é a maior responsável pelas propriedades das ligas de titânio (50).

Nas **Figuras 2.8, 2.9, 2.10 e 2.11**, podem-se observar as microestruturas típicas do titânio e de algumas de suas ligas.

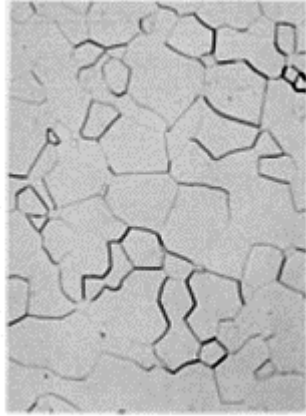


Figura 2.8 Grãos equidistantes recrystalizados da fase α no titânio puro depois de 700 °C/1h. Reagente Kroll. 250X (64).



Figura 2.10 Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo, solubilizado a 955 °C. Acima da temperatura β transus. A microestrutura está composta por grandes grãos α (claros) e fase β transformada por envelhecimento. Reagente Kroll. 500X (64).

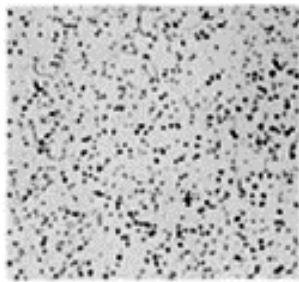


Figura 2.9 Ti-3Al-2,5V, recozido 760 °C/2h ao Vácuo. A microestrutura consiste em grãos de α (claros) e pequenos grãos β esferoidais (escuros). Reagente 10 ml HF, 5 ml HNO₃, 85 ml H₂O. 500X (64).

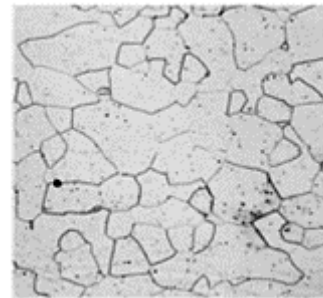


Figura 2.11 Ti-13V-11Cr-3Al laminado, solubilizado 10min a 790 °C, resfriado ao ar. Estrutura formada por fase β metaestável. Reagente 112,2 ml HF, 10 ml HNO₃, 88 ml H₂O. 250X (64).

2.7.1 Titânio comercialmente puro

Existe toda uma classificação para o titânio puro. O mais importante fator nessa classificação é a quantidade de oxigênio e ferro na composição química. O titânio será mais puro quanto menor a quantidade de elementos de liga intersticiais. Os elementos intersticiais tais como o oxigênio e o nitrogênio provocam aumento na dureza e na resistência (50).

2.7.2 Titânio alfa

O titânio comercialmente puro e as ligas contendo elementos estabilizadores da fase α apresentam, à temperatura ambiente, uma estrutura cristalina do tipo hexagonal compacta (HC) e são classificados como ligas α . Essas ligas, em virtude de sua composição, não exibem retenção da fase β , à temperatura ambiente, mesmo na forma metaestável. As ligas α não são tratáveis termicamente. Assim, só é possível alterar suas propriedades mecânicas pela mudança na quantidade de estabilizadores α , que, deste modo, podem promover o endurecimento por solução sólida. Nestas ligas são utilizados os tratamentos de recozimento ou recristalização para a eliminação de tensões residuais provocadas pela conformação a frio (50), (65).

As ligas α possuem boa soldabilidade devido a sua insensibilidade a tratamento térmico. Geralmente manifestam uma baixa forjabilidade assim como uma estreita faixa de temperatura de forjamento quando comparado com as ligas $\alpha + \beta$ e β . Esta baixa forjabilidade da liga é verificada pela grande tendência a formação de trincas tanto internas quanto superficiais se no processo de forjamento ocorrem frequentes aquecimentos e pequenas reduções das dimensões (50), (66).

2.7.3 Titânio alfa + beta

As ligas $\alpha + \beta$ contêm um ou mais estabilizadores da fase β e um ou mais estabilizadores da fase α . Elas retêm maior quantidade da fase β depois do tratamento de solubilização dependendo da quantidade de elementos estabilizadores e do tratamento térmico realizado (50).

As propriedades das ligas $\alpha + \beta$ podem ser melhoradas através da utilização de tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento. O tratamento de solubilização é realizado a temperaturas superiores à da faixa $\alpha + \beta$ seguindo uma têmpera em água, óleo, ou outro meio líquido de têmpera.

Como resultado da têmpera, a fase β presente na temperatura de solubilização, durante o processo de resfriamento, fica retida ou parcialmente transformada em estruturas martensíticas α^m (α' e/ou α'') ou então se transformam alotropicamente na fase α . A estrutura final depende da temperatura de solubilização (composição $\alpha + \beta$ à temperatura de solubilização), da velocidade de resfriamento e do tamanho da secção da peça. Quando resfriada rapidamente, a fase β pode ser transformada completamente em martensita ou ficar retida na forma metaestável (67), (68).

O tratamento de solubilização é seguido pelo de envelhecimento normalmente efetuado entre 480 °C e 650 °C com o objetivo de precipitar a fase α e produzir uma fina mistura de $\alpha + \beta$ na fase β retida ou transformada (50).

As ligas $\alpha + \beta$ são utilizadas nos mais diversos setores da engenharia, desde estruturas aeronáuticas até implantes, área para a qual foi desenvolvida a liga Ti-6Al-7Nb (69).

2.7.4 Titânio beta

Ligas de titânio tipo β , que são classificadas como metaestáveis ou estáveis, apresentam elevada resistência mecânica, boa conformabilidade e são endurecíveis através de tratamentos térmicos. Tal classe de ligas possibilita combinar baixo módulo de elasticidade, resultante da estabilização da fase cúbica de corpo centrado, com elevada resistência mecânica. As ligas tipo β são produzidas pela adição de elementos β estabilizadores em volume suficiente que permite que a linha β transus posicione-se bem abaixo da temperatura de transformação alotrópica do titânio puro (70). No caso de ligas tipo β metaestáveis tem-se ligas com composição dentro da faixa de $\beta 1$ e $\beta 2$ mostrada na **Figura 2.12** e que são obtidas através do resfriamento rápido das mesmas. Nesse caso, o teor de elementos β estabilizadores é suficiente para evitar a formação de martensita.

No caso de formação de estruturas contendo a fase β metaestável, é possível a precipitação de uma segunda fase como resultado de tratamentos térmicos de envelhecimento.

Ligas com teor de elementos β estabilizadores superior a $\beta 2$ são classificadas como estáveis independentemente das condições de obtenção. Nesse caso, a ação de tratamentos térmicos de envelhecimento não produz a precipitação de outras fases.

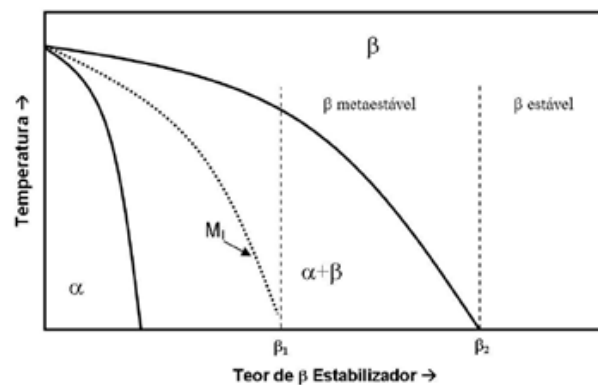


Figura 2.12 Diagrama parcial de fases de sistemas constituídos pelo titânio e por elemento beta estabilizadores (71).

A **Tabela 2.3** mostra a composição mínima necessária de alguns metais de transição para promover a estabilização da fase β à temperatura ambiente.

Tabela 2.3 Teor mínimo de elemento β estabilizador (% em peso) necessário para promover a estabilização da fase β à temperatura ambiente (63).

Elemento	V	Nb	Ta	Cr	Mo	W	Mn	Fe	Co	Ni
Teor (%)	15,0	36,0	50,0	8,0	10,0	25,0	6,0	4,0	6,0	8,0

Ligas do tipo β têm uma superioridade, em relação ao dobramento e trabalho a frio, inerente à estrutura cúbica de corpo centrado (CCC) sobre a hexagonal compacta (HC). Os elementos de liga devem ser definidos conforme a necessidade. Além disso, a liga deve ser tratada termicamente para obter-se níveis altos de resistência. As ligas β são particularmente apropriadas para vasos de pressão e, no caso de se desejar máxima relação resistência/peso específico, por exemplo, em envoltórios de projéteis (72).

Estas ligas constituem um dos grupos mais promissores de ligas de titânio em termos de processamento, propriedades e aplicações potenciais, apresentando os mais altos níveis de resistência mecânica, à fadiga e aos ambientes agressivos (73), (74).

Apesar de apresentarem mais vantagens que desvantagens, as ligas Ti- β ainda têm uma participação inexpressiva no mercado de ligas de titânio, do qual a liga Ti-6Al-4V ($\alpha+\beta$) responde por 60%. As razões para isso são variadas e incluem o custo relativamente mais elevado e a insuficiência de dados para o projeto (75). Elas tendem a apresentar menores valores de módulo de Young, o que é desejável no caso de aplicações biomédicas.

A liga Ti-3Al-13V-11Cr foi a primeira liga β de importância comercial desenvolvida e utilizada no avião supersônico de reconhecimento Blackbird (SR-71), onde representava 95% do peso estrutural. Apresenta excepcional estampabilidade e, se tratada termicamente, atinge elevados índices de resistência mecânica (76).

As ligas Ti-3Al-8V-6Cr-4Mo-4Zr (β -C) e Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn são muito utilizadas na fabricação de molas para a indústria aeronáutica, que apresentam uma combinação de baixa massa específica e baixo módulo de elasticidade e que proporcionam elevado desempenho e redução de volume (77).

A liga Ti-10V-2Fe-3Al é atualmente uma das ligas da classe β mais utilizadas em aplicações aeronáuticas. Apresenta uma boa relação de ductilidade e tenacidade à fadiga

com excelentes propriedades de fadiga. É muito utilizada no Boeing 777, especialmente em seções do trem de pouso (77).

Em termos de aplicações na área de implantes, as ligas da classe β estão se destacando atualmente, principalmente em virtude de apresentarem baixo módulo de elasticidade (mais próximo ao do osso) e pela possibilidade de utilização de elementos de liga como Nb e Ta, que são considerados biocompatíveis. A liga de maior destaque nessa área é a de composição Ti-35Nb-7Zr-5Ta (78).

Em alguns casos é usual produzir ligas tipo β com baixas quantidades de elementos β estabilizadores. Entretanto, nesse caso, a cinética de nucleação e crescimento da fase β é muito baixa, o que limita sua precipitação.

Em aplicações médicas, em particular junto à ortopedia, as ligas de titânio tipo β são vistas como aquelas com maior potencial, principalmente devido ao seu baixo módulo de elasticidade e, também, pela possibilidade de empregar em sua preparação, elementos β estabilizadores altamente biocompatíveis, como o Nb, o Ta e o Zr.

A **Figura 2.13** exibe variações microestruturais da liga Ti-6Al-4V, obtidas através de duas condições de resfriamento, rápido e lento a partir de diferentes temperaturas. Na **Figura 2.13 a)** 1050 °C, o campo é monofásico e formado pelas fases $\alpha + \beta$. O resfriamento lento até a temperatura ambiente produz microestrutura formada essencialmente pela fase α na forma de grãos lamelares e pela fase β em pequena quantidade, localizada nos contornos de grão da fase α (50), (63).

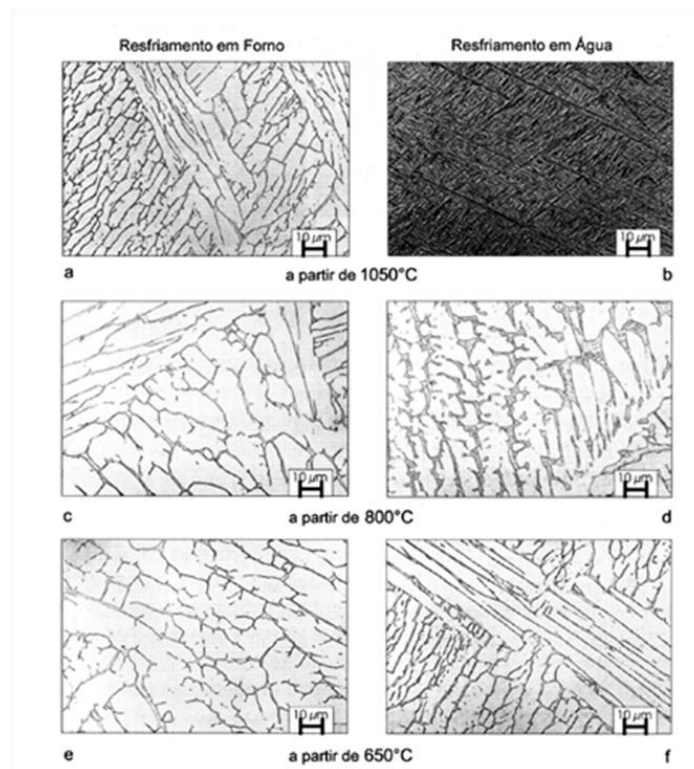


Figura 2.13 Variações microestruturais da liga Ti-6Al-4V resfriadas sob diferentes condições (63).

Se a temperatura inicial é rebaixada para 800 °C e 650 °C, respectivamente e ainda sob resfriamento lento, ocorre outra vez a formação de grãos da fase α , com precipitados da fase β nos contornos de grão como se mostra nas **Figuras 2.13 c) e 2.13 e)**.

Por outro lado, ao se resfriar as mesmas amostras em água, a partir de 1050 °C, os grãos inicialmente da fase β transformam-se em martensita como é possível observar na **Figura 2.13 b)**. À temperatura de 800 °C, a amostra exhibe combinação das fases α e β . Quando tal amostra é resfriada a partir dessa temperatura até a temperatura ambiente em água, a microestrutura final será formada pela fase α envolvida por martensita, conforme **Figura 2.13 d)**. Finalmente, se o mesmo processo inicia-se em 650 °C, é possível obter as fases α e β como está representado na **Figura 2.13 f)**, pois abaixo de M_s , essa última fase permanece estável, sem se transformar em martensita (63).

Para teores limitados de elementos β estabilizadores e sob resfriamento rápido, a martensita tipo α' é formada. Quando o teor de elementos β estabilizadores é elevado, a martensita de estrutura hexagonal é substituída pela martensita de estrutura ortorrômbica, denominada de α'' (79), (80).

Na **Tabela 2.4** são exibidos os teores de elementos β estabilizadores necessários à transição da martensita α' para a martensita α'' (63).

Tabela 2.4 Teor de elementos β estabilizadores (% em peso) associado à transição de martensita α'/α'' (71).

Elemento	V	Nb	Ta	Mo	W
Teor %	9,4	10,5	26,5	4,0	8,0

O conhecimento sobre a precipitação da fase ω é bastante limitado. Em altas temperaturas, ligas de titânio contendo elementos β estabilizadores exibem a fase β estável. Quando tal tipo de liga é resfriado, além das estruturas martensíticas, pode-se também promover a formação da fase ω . Essa fase apresenta estrutura cristalina hexagonal ou trigonal, o que está associado ao teor de elementos β estabilizadores presentes na amostra (43). O processo de formação da fase ω envolve a perda de estabilidade da fase β com o decréscimo de temperatura. Essa mudança do nível de estabilidade resulta na transformação da fase CCC em outra de simetria hexagonal, sem que ocorra processo de difusão atômica. Segundo Ohmori, (81), a transformação $\beta \rightarrow \omega$ pode ser considerada como uma etapa necessária à decomposição da fase β na formação da fase α' , que é estável em baixas temperaturas. A precipitação da fase ω ocorre de duas formas, associadas à maneira com que a amostra sofre o resfriamento a partir de temperaturas elevadas. Sob resfriamento rápido, essa precipitação é definida como fase ω atérmica e ocorre dentro de uma faixa muito estreita de elementos β estabilizadores. Caso a fase β seja resfriada rapidamente até temperaturas imediatamente superiores à temperatura de início da transformação martensítica (M_i) e mantida nessa condição por tempo suficiente, a fase ω precipitará de maneira isotérmica. A precipitação da fase ω não é considerada desejável por todos os pesquisadores. Ela fundamentalmente provoca um aumento da dureza e uma diminuição de ϵ_{\max} .

2.8 Tratamentos térmicos das ligas de titânio

As ligas com suficientes quantidades de elementos β -estabilizadores para controlar a formação de martensita e reter a estrutura cristalina cúbica de corpo centrado (CCC) em têmpera a temperatura ambiente são conhecidas como ligas Ti- β metaestáveis. As ligas Ti- β metaestáveis são submetidas a tratamentos termomecânicos para precipitarem fases adicionais. Tratamentos de solubilização e a precipitação durante o envelhecimento das

fases α , ω e/ou precipitados inter-metálicos incrementam o limite de escoamento e a resistência à fratura. A morfologia, tamanho e distribuição desses precipitados determinam em grande medida as propriedades mecânicas da liga (82).

As ligas β -Ti apresentam, dependendo do tratamento (térmico ou termomecânico), e da composição uma gama bastante ampla de fases e microestruturas.

Uma análise detalhada das ligas Ti-Nb, **Tabela 2.5**, tem mostrado que estes materiais solubilizados na faixa de transformação β podem, dependendo da composição e da velocidade de resfriamento, ter presente a fase β e/ou diferentes quantidades de martensita ortorrômbica (da fase α''), a fase ω ou a fase α primária. O resfriamento rápido da liga ternária Ti-(13-26) Nb-(22-38) Ta resulta na formação de uma complexa microestrutura $\beta + \alpha'' + \omega$, sendo que a quantidade de α'' formada vai diminuindo com o aumento dos teores de Nb + Ta. Velocidades de resfriamento menores resultam na formação de uma microestrutura com as fases $\alpha + \beta + \omega$. Além disso, tem-se verificado que a adição de 4,1-4,6 Zr (% em peso) complementa a formação de α'' . A formação das fases $\beta + \omega$ tem sido observada quando a liga é resfriada rapidamente. Finalmente, o incremento de elementos intersticiais faz diminuir o efeito da adição de Zircônio na formação da fase α'' (39), (41).

Tabela 2.5 Formação de fases nas ligas Ti – Nb (41).

Liga (valores em %)	Método do Resfriamento	Fases Presentes
Ti - (16 - 23) Nb	TA	$\beta + \alpha'' + \omega$
Ti - (23,4 - 26) Nb	TA	$\beta + \omega$
Ti - (16 - 23) Nb	EA	$\alpha + \beta + \omega$
Ti - (29 - 36) Nb – (5-12) Ta- (6,9–7,3) Zr	TA	$\beta + \omega$
Ti – 29 Nb – 13 Ta – 4,6Zr	TA	$\beta + \alpha''$
Ti – 35 Nb – 7 Zr – 5 Ta	TA	$\beta + \omega$

TA: Têmpera em água; EA: Esfriamento ao ar.

A precipitação homogênea de uma fina fase alfa nas ligas metaestáveis Ti- β permite o incremento do limite de escoamento e da ductilidade. Estudos têm sido realizados sobre a influência do duplo envelhecimento com ou sem deformação ao frio. Este tratamento termomecânico tem demonstrado ser eficiente no controle da microestrutura final das ligas Ti- β , com melhora das propriedades mecânicas da mesma (82).

Poulose e Imam, citados em (82), determinaram, para a liga Ti- β , Ti-15-3, que é possível achar uma boa combinação de propriedades de resistência e tenacidade à fratura, que pode ser obtida através do envelhecimento duplo tanto como triplo. Como resultado obtêm-se finos precipitados da fase alfa homogeneamente distribuídos.

Peters et al., (83), têm mostrado resultados nas ligas β -CEZ desenvolvidas por Cenzus, na França, contendo Ti-5Al-1,9Sn-4,5Zr-3,9Mo-2,2Cr-1,1Fe-0,1O e β -Transus na casa dos 900 °C, resultando numa magnífica combinação de ductilidade e resistência à fratura. Os elementos de liga são solubilizados no campo de temperaturas $\alpha + \beta$, seguidos de laminação, solubilização e envelhecimento. O incremento das propriedades mecânicas é atribuído a um refinamento da microestrutura, definido por uma redução da área de superfície dos grãos β , incremento na densidade dos grãos β e incremento da fração volumétrica da fase α . Em geral um primeiro envelhecimento a baixa temperatura seguido de outro a mais alta temperatura favorece a precipitação de uma fina e homogeneamente distribuída fase α . No entanto, tem sido reportado que um duplo envelhecimento, primeiro a alta temperatura e logo a baixa, provoca uma distribuição bimodal de α e uma estrutura dupla (84).

A fase ω pode precipitar durante o resfriamento partindo da temperatura de solubilização da fase β metaestável. A fase ω apresenta microestrutura hexagonal quando as ligas possuem poucos elementos β estabilizadores na composição. A precipitação desta fase conduz a um aumento da resistência, mas a uma queda na ductilidade da liga. A fase ω funciona como nucleadora da fase α durante o envelhecimento. Quando precipitada desta forma, a fase alfa apresenta uma microestrutura fina e homogeneamente distribuída (82).

2.9 Propriedades mecânicas da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta

Na **Tabela 2.6** encontram-se relacionadas as propriedades mecânicas da liga β metaestável Ti-35Nb-7Zr-5Ta fornecidas pela literatura. Os valores de resistência à ruptura (S_{rt}), limite de escoamento (S_y) e módulo de elasticidade (E), são valores teóricos tomados da literatura (85).

Tabela 2.6 Propriedades mecânicas da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta (85).

Liga	Tipo	S_{rt} (MPa)	S_y (MPa)	E (GPa)
Ti-35Nb-7Zr-5Ta	β	596,5	547,1	55

A liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta apresenta massa específica de 5,72 g/cm³ e é classificada como β metaestável. Sua microestrutura após solubilização consiste de grãos de β recristalizados e apresenta módulo elástico de 55 GPa, limite de escoamento de 530 MPa e alongamento de 20 % (42).

As propriedades mecânicas dessa liga podem ser melhoradas pela alteração do teor de elementos intersticiais (O, C, N, H). O aumento do teor de oxigênio na liga TNZT resulta na elevação da resistência mecânica e do limite de fadiga, com um pequeno acréscimo no módulo de elasticidade. Portanto, uma variação desta liga, com a composição Ti-35Nb-7Zr-5Ta-0,4O (TNZTO), é utilizada quando a aplicação exige maior resistência mecânica em detrimento da ductilidade (6), (85).

Estudos sobre o sistema Ti-Nb-Ta-(Zr) evidenciam que a transformação de fases é sensível à taxa de resfriamento e a composição química. A **Figura 2.14** ilustra um diagrama esquemático de transformação em resfriamento contínuo (CCT) para as ligas TNZT com aproximadamente 7 % em peso de zircônio (39).

Um aspecto importante da liga é que ela é composta apenas por elementos considerados biocompatíveis. Análises eletroquímicas confirmam o potencial dos elementos titânio, nióbio, tântalo e zircônio para o desenvolvimento de camadas passivas altamente protetoras, resultando em um potencial muito menor de interação eletroquímica que o observado na liga Ti-6Al-4V. Nióbio e zircônio exibem passividade ideal e não estão propensos à destruição da camada passiva, exibindo mínima taxa de dissolução. De fato, esses dois elementos contribuem para a formação espontânea de um filme passivo altamente protetor em ligas de titânio e não são como o alumínio e o vanádio, liberados no ambiente como íons metálicos dissolvidos, mas sim preferencialmente incorporados na camada passiva (27).

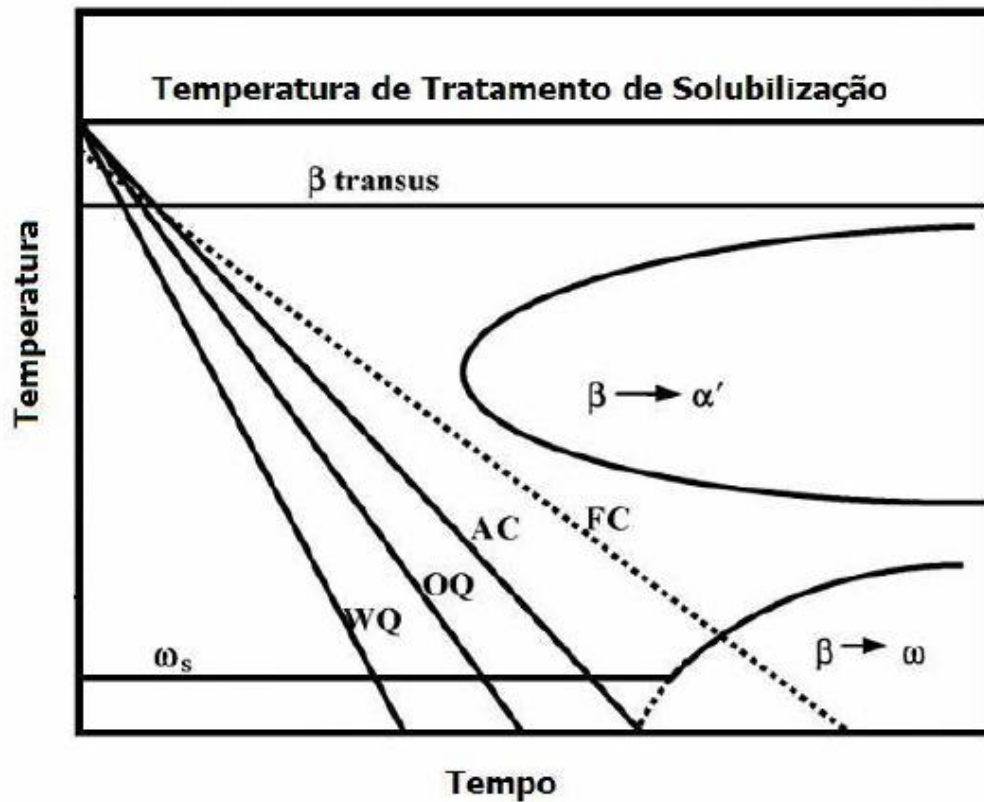


Figura 2.14 Diagrama esquemático da liga TNZT contendo aproximadamente 7% em peso de zircônio. WQ: têmpera em água, OQ: têmpera em óleo, AC: resfriamento ao ar, FC: resfriamento ao forno e RT: temperatura ambiente (39).

Os módulos de elasticidade dos biomateriais mais usados, como o aço inoxidável e as ligas de cobalto, são de 206 e 240 GPa, respectivamente. As ligas de titânio possuem módulos de elasticidade muito menores se comparadas com outros biomateriais metálicos. Destacam-se as ligas Ti- β e, em especial, a liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta, que apresenta o menor módulo de elasticidade entre os materiais metálicos desenvolvidos para implantes, **Figura 2.15** (86), (87).

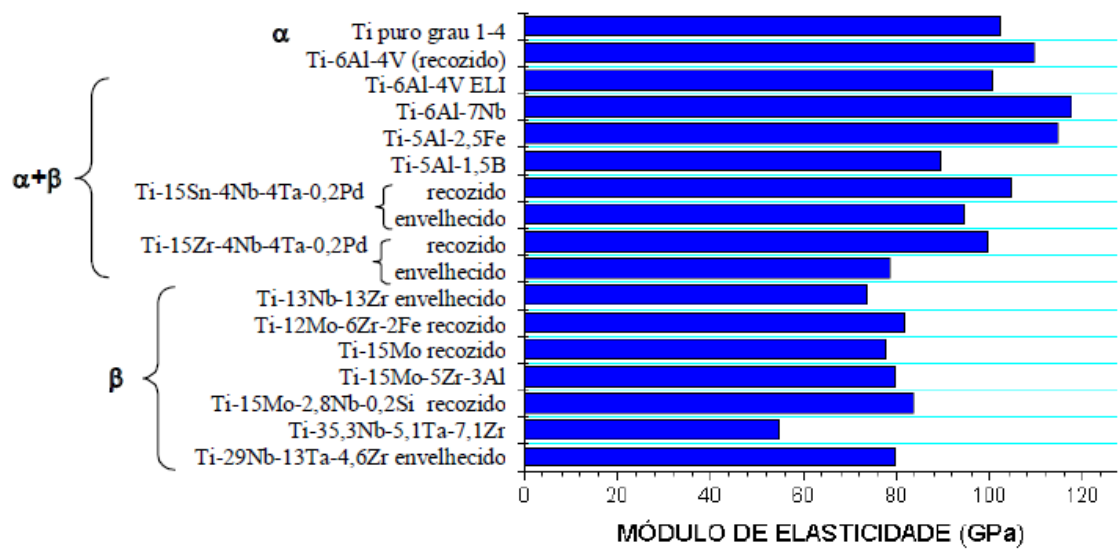


Figura 2.15 Comparação entre os módulos de Young das ligas de titânio utilizadas em aplicações biomédicas (86), (87).

Esses fatores, associados com a necessidade crescente de redução de custos de fabricação de componentes, principalmente, no que se refere ao titânio, levaram à produção de ligas de titânio por técnicas alternativas como a metalurgia do pó. Essa técnica utiliza pós de titânio de relativo baixo custo e processos de compactação de alta produtividade, obtendo-se materiais com elevada densificação.

Não foram encontrados relatos na literatura a respeito da obtenção da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta por metalurgia do pó. Portanto, o desenvolvimento de uma técnica de obtenção por M/P, além do seu ineditismo, apresenta o desafio da total dissolução de elementos com elevado ponto de fusão, da ordem de 3000 °C (caso do tântalo).

3. METALURGIA DO PÓ

3.1 Obtenção de titânio por metalurgia do pó

Com a finalização das pesquisas envolvendo titânio no Centro Técnico Aeroespacial, em 1995, a metalurgia do pó foi adotada como uma alternativa viável para a obtenção de titânio e suas ligas, em virtude das maiores facilidades operacionais que permeiam a técnica. A pesquisa que originou o presente trabalho utilizou esta técnica com o objetivo de obter compactos de titânio puro com porosidade controlada e de estudar o efeito da morfologia e do tamanho médio de partículas na sua obtenção (88).

Como o titânio puro e suas ligas são geralmente dúcteis, não podendo ser transformados em pó por cominuição (moagem), é necessária uma alternativa para reduzir o tamanho das partículas do pó. Pode-se hidrogenar o metal em um processo conhecido como Hidrogenação – desidrogenação (HDH) (89), uma vez que o titânio reage com o hidrogênio para formar hidretos, os quais são frágeis, tornando a cominuição fácil. A hidrogenação requer equipamentos especiais, já que a reação é extremamente exotérmica. A **Figura 3.1** mostra a imagem obtida por microscopia eletrônica de varredura (MEV) das partículas do pó obtido por este processo (90). As superfícies das partículas apresentam porosidade e rugosidade decorrentes do processo de desidrogenação. O formato angular apresentado por estas partículas constitui-se em uma desvantagem para a fluidez no momento de deposição do pó nas cavidades do molde utilizado para a compactação, uma vez que o fluxo é restringido devido às pontes formadas entre as partículas angulares; como consequência, a densidade de empacotamento é baixa e menos consistente quando comparada ao empacotamento de partículas esféricas. Entretanto, para a obtenção de substratos porosos, o pó, com estas características, mostra-se ideal, já que a baixa densidade de empacotamento deve contribuir para a formação de maior porosidade residual.

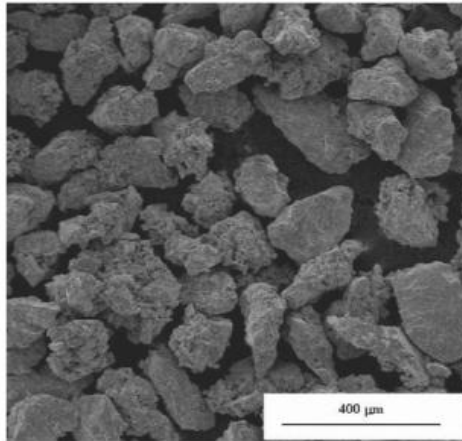


Figura 3.1 Imagem MEV do pó de titânio puro hydrogenado obtido pelo processo Kroll e fragilizado pela técnica HDH (90). 100X.

Os pós podem ser obtidos por meio de uma atomização de metais em estado líquido, tais como superligas, titânio, alumínio, aço, cobre e ferro, entre outros, por fluidos como gases ou por água. Este processo pode ser desenvolvido também por centrifugação, também conhecido como eletrodo rotativo, neste processo o metal fundido é expelido em um jato de finas partículas sofrendo um rápido resfriamento que garante a sua solidificação em este mesmo formato (90).

Outro método de obtenção de pós é a redução direta de óxidos metálicos em fase sólida por meio do hidrogênio ou do carbono. Também é possível a utilização de uma combinação dos dois processos.

O pó fragilizado pode ser moído, a fim de se selecionar por peneiração as faixas granulométricas com as quais se deseja trabalhar. No caso do titânio, foi utilizado para este fim um moinho com estrutura do mesmo metal e meios de moagem esféricos em titânio evitando, assim, a contaminação do titânio com elementos provenientes das partes do moinho. O tamanho de partículas a obter é função dos parâmetros de moagem. Dentre os principais parâmetros de moagem, destacam-se o tamanho inicial das partículas do pó, a relação carga (pó) / meios de moagem, a densidade e o tamanho dos meios de moagem, a velocidade de rotação do moinho, as características mecânicas do pó inicial e o tempo de moagem (90). Uma vez obtido o pó e fragilizado, os métodos de obtenção da esponja de titânio por metalurgia do pó diferem entre si em detalhes de processamento. Para os processos baseados na sinterização do pó, destacam-se os descritos a seguir.

3.2 Sinterização de pré-formas

Para se obter compactos de titânio, geralmente são empregadas sinterizações de pré-formas compactadas a pressões superiores a 415 MPa. Nestes casos, são obtidas densidades a verde (densidades antes da sinterização) entre 85 a 90%. Posterior sinterização combinada com aplicação de pressão isostática pode elevar a densificação para valores entre 95 e 99,5%. A sinterização de pré-formas é importante, pois provê uma melhoria nas propriedades mecânicas dos compactos em relação à sinterização do pó livre, mas para obter-se a porosidade desejada no metal faz-se, então, necessário trabalhar com as menores pressões de compactação possíveis. Utilizando compactação isostática, se destaca a variação da porosidade como função das pressões de compactação. Assim, quanto menor for a pressão, maior será a porosidade (89).

Outro aspecto importante é ter o domínio da forma e faixa granulométrica do pó. A compactação de pós com formatos irregulares, leva à obtenção de material mais poroso, devido a aspectos relacionados com a baixa fluidez e conseqüente baixo grau de preenchimento das cavidades do molde. Em outros estudos, segundo reportado em (89), o titânio puro foi compactado e sinterizado a partir de pó esférico com e sem aplicação de pressão, encontrando-se porosidades na faixa de 5 a 37%. Estes valores podem ser aumentados para 35 a 50% pelo uso de pó com partículas irregulares, como aqueles produzidos por HDH. Neste caso, é importante fazer a escolha da faixa granulométrica a ser trabalhada, uma vez que a compactação de um pó com uma faixa granulométrica muito extensa fará com que partículas menores se acomodem entre os espaços vazios deixados pelas partículas maiores, densificando o material além do desejado.

Braga, com o intuito de evitar tal problema, peneirou o pó obtido por HDH na faixa granulométrica determinada. Com a finalidade de se obterem compactos com porosidade controlada, amostras do pó com tamanho médio de partículas de 88, 177, 250, 350 e 590 μm são prensadas uniaxialmente a 110 MPa e sinterizadas a 1200 °C em vácuo de 10^{-7} Torr. As densidades relativas são determinadas geometricamente, conforme gráfico da **Figura 3.2**, no qual se observa a porosidade como função do tamanho médio das partículas do pó para a obtenção dos compactos. As porosidades variam entre 35 e 40%, ficando evidente a tendência de crescimento da porosidade com o aumento do tamanho médio das partículas do pó (89).

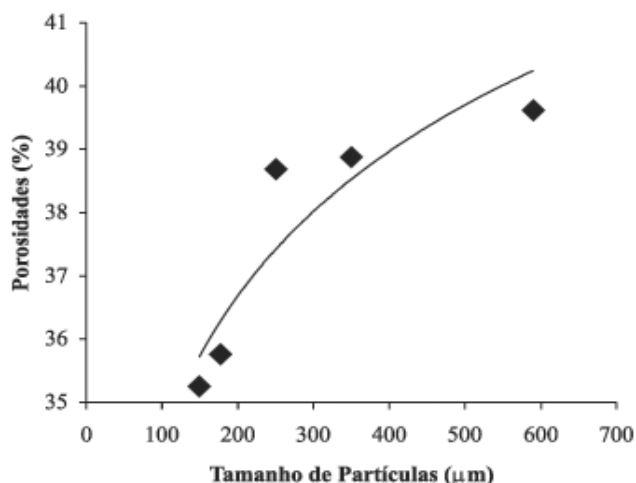


Figura 3.2 Variação da porosidade de compactos de titânio puro em função do tamanho médio das partículas do pó utilizado na compactação (89).

A **Figura 3.3** mostra as imagens MEV da superfície de dois destes compactos após sinterização, com aumento de 500X, para os compactos obtidos a partir de partículas com tamanhos médios de 88 e 590 μm. Verifica-se nitidamente a diferença na quantidade de poros em função da faixa granulométrica adotada.

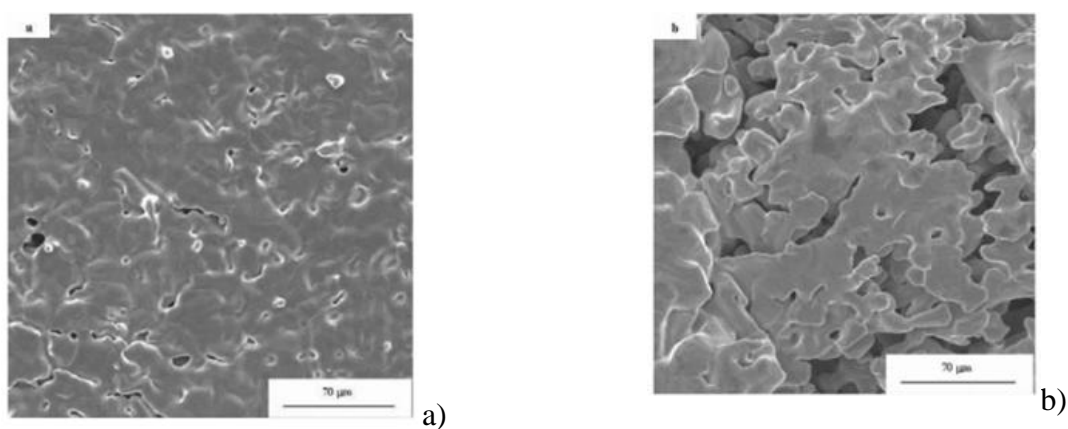


Figura 3.3 Compactados de Titânio puro pós-sinterização: a) compactado pouco poroso (tamanho médio de partícula do pó: 88 μm; b) compacto mais poroso (tamanho médio de partícula do pó: 590 μm). Imagens MEV (89). 500X.

A **Figura 3.4** mostra o mesmo compacto apresentado na **Figura 3.3 b)** em uma ampliação maior, 3500X. Tal ampliação permite verificar maiores detalhes na morfologia do poro e na superfície da amostra. Os poros formados são não-esféricos, apresentando cantos pontiagudos, o que é função da forma e do tamanho das partículas do pó. A formação deste tipo de poro é inerente à técnica da sinterização do pó. Os poros em

segundo plano evidenciados nas **Figuras 3.3 b)** e **3.4**. Também se observa que a porosidade não se concentra apenas na superfície do compacto, mas se propaga para o interior do mesmo. Em relação à superfície, verifica-se que apresenta rugosidade superficial provavelmente decorrente da contração de volume durante a sinterização.

Dois outros aspectos são destacados nos trabalhos publicados na literatura, (89), a respeito de obtenção da esponja de titânio por este método. O primeiro refere-se à constatação de que a porosidade diminui com o aumento da pressão de sinterização para uma mesma temperatura, o que é atribuído à deformação plástica. O segundo refere-se à verificação de que as temperaturas de sinterização também afetam a densificação dos compactos de titânio.

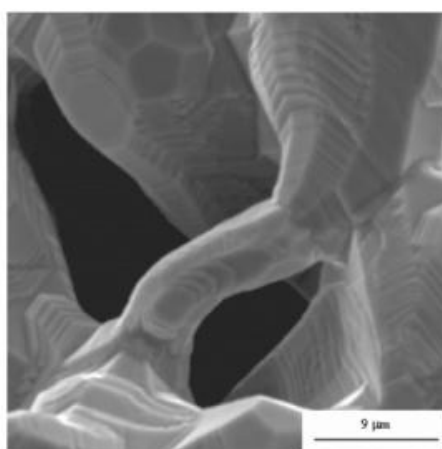


Figura 3.4 Morfologia do poro formado nos compactos de titânio. Imagem do MEV (89).

3.2.1 Sinterização de pré-formas contendo um agente esparçante

A técnica consiste basicamente em misturar o agente esparçante ao pó metálico, compactar a mistura e fazer um tratamento térmico. O tratamento térmico divide-se em duas etapas: na primeira, a pirólise, a amostra é aquecida até uma determinada temperatura necessária para a decomposição e retirada do esparçante; na segunda, a sinterização, o pó é consolidado. A decomposição do agente esparçante produz, entre outras, substâncias gasosas, as quais são responsáveis pela formação dos poros, sendo estes formados durante a saída dos gases (90), (91).

A mistura de titânio em pó com o gás oriundo da decomposição do agente esparçante sólido produz poros pequenos, que surgem entre as partículas do pó, também chamados de poros primários, e poros grandes pela presença do gás, chamados poros secundários. Durante a sinterização, os poros primários são absorvidos, devido aos processos de transporte de massa, restando apenas os poros secundários. Como estes últimos mantêm o formato das bolhas do gás, a forma e a fração volumétrica dos poros neste processo são

bem controladas, obtendo-se maior esfericidade. As porosidades atingem valores que variam entre 60 a 80%. As desvantagens estão relacionadas com o excessivo tamanho dos poros secundários em comparação aos primários residuais, além das impurezas oriundas de ligantes e surfactantes que devem ser adicionados à mistura.

Alguns exemplos de agentes esparçantes sólidos são a carbamida $(\text{NH})_2\text{CO}$ e o bicarbonato de amônio $(\text{NH}_4)\text{HCO}_3$, os quais se decompõem, a temperaturas abaixo de 200°C , em componentes gasosos sem reagirem com o titânio. A ureia apresenta a desvantagem de decompor-se ao ar formando biureto sólido, contaminando o titânio. Por este motivo, as reações com ureia devem ser processadas sob vácuo. Por outro lado, a decomposição do bicarbonato de amônio ao ar é limpa, produzindo amônia, dióxido de carbono e água, os quais são facilmente eliminados durante o processo.

Wen et al. utilizaram partículas do dispersante bicarbonato de amônio misturadas ao pó de titânio para produzir compactos por prensagem uniaxial a 100 MPa. Os compactos verdes obtidos por esta técnica foram, então, tratados termicamente, atingindo porosidades de até 78%. A estrutura obtida apresentou microporos isolados distribuídos nas paredes de macroporos interconectados. Os autores atribuíram a formação destes microporos à contração de volume que ocorre durante o processo de sinterização. As esponjas apresentaram ainda boas propriedades mecânicas expressas nos valores de tensão de compressão de 35 MPa e módulo de Young de 5,3 GPa. Utilizando carbamida como esparçante, em um processo muito próximo ao anteriormente descrito, Bram et al. sinterizaram esponjas com porosidades entre 60 e 77%, obtendo valores de tensão de compressão de até 100 MPa. Outros agentes esparçantes têm sido utilizados como formadores de poros em processos similares aos descritos anteriormente (92), (93).

3.3 Processo de hidrogenação – desidrogenação (HDH)

O processo de hidrogenação - desidrogenação constitui-se de 3 etapas a) hidrogenação, b) cominuição e c) desidrogenação:

a) Hidrogenação

Esta etapa consiste na fragilização com a introdução de hidrogênio. O processo é realizado ao vácuo. A válvula do gás hidrogênio é aberta até atingir-se a pressão desejada, para desta forma obter-se a saturação do H_2 sobre a rede cristalina dos diferentes metais a serem tratados, proporcionando a fragilização dos mesmos por meio da formação dos hidretos (94), (95).

A hidrogenação ocorre partindo da superfície em direção ao interior do material. Desta forma são desenvolvidas inúmeras trincas e fissuras aumentando a taxa de área superficial / volume; eventualmente todo o material é convertido em hidretos.

Os parâmetros para este processo foram escolhidos teórica e experimentalmente baseados nos diagramas de fase (Ti, Nb, Ta, Zr) – H (94).

b) Cominuição

Após a fragilização, o material de partida, agora sobre forma de hidretos, é levado a um moinho de bolas com esferas de aço inoxidável 304L, numa proporção de 28% em peso de material a ser moído. A velocidade de rotação e o tempo de moagem são fixados dependendo do tamanho de partícula desejado (95).

c) Desidrogenação:

Ao final da moagem os hidretos sob forma de pó são desgaseificados, nas mesmas condições de vácuo usadas na etapa de hidrogenação, porém em temperaturas diferentes (94), (95).

3.4 Obtenção de amostras à verde

3.4.1 Prensagem uniaxial a frio

Dentre as técnicas de conformação utilizadas nos processos de compactação, encontra-se a prensagem a frio. O processo é desenvolvido num molde que possui uma cavidade rígida denominada matriz, que pode ser composta por paredes rígidas ou móveis. A base móvel também é conhecida como punção inferior e punção superior. Os punções assim como a matriz também são rígidas. A prensagem uniaxial a frio é um processo de compressão da mistura de pós contidos no molde, mediante aplicação da força numa única direção (96) citado em (54).

Na **Figura 3.5** observa-se o desenho de um molde com os componentes principais descritos anteriormente (94).

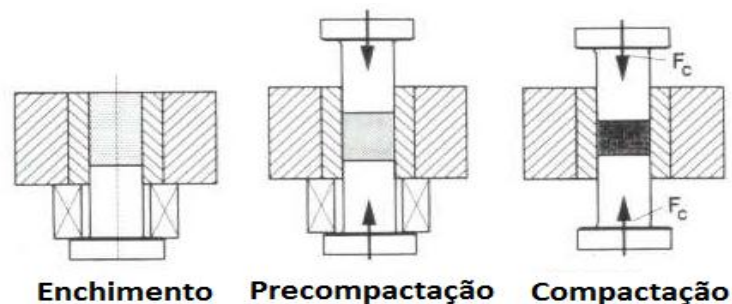


Figura 3.5 Representação esquemática da operação de compactação a frio (94).

3.4.2 Prensagem isostática a frio

Após a prensagem isostática a frio, o compactado proveniente da prensagem uniaxial a frio mantém a forma da geometria do molde original, mas com dimensões geométricas menores. Este novo processo é realizado num vaso de pressão aplicando-se, de forma hidrostática, a mesma pressão em todas as direções sobre a amostra que antes foi colocada num molde flexível (94) citado em (54).

O molde utilizado pode ser de qualquer material a base de elastômeros. Deve garantir, sem comprometer a sua integridade, a grande variação de volume que sofreram as amostras devido às altas pressões. Deve também garantir suficiente vedação que mantenha o vácuo e não permita contato entre a amostra e o meio líquido onde será mergulhado para transmitir isostaticamente às pressões do processo. Tudo isto é representado na **Figura 3.6**.

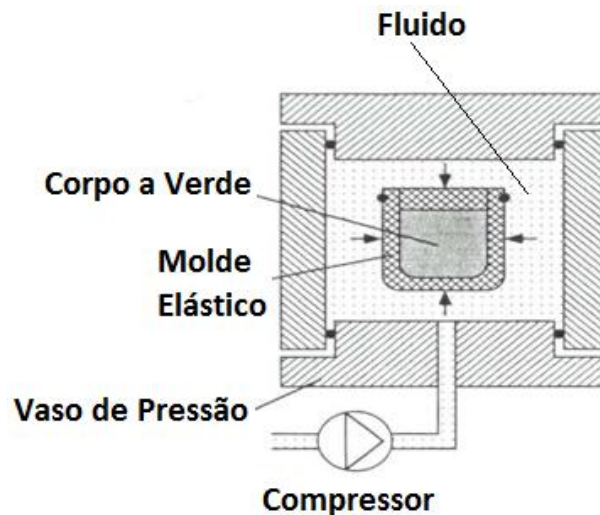


Figura 3.6 Representação esquemática da prensagem isostática a frio.

3.4.3 Prensagem uniaxial a quente

Neste processo são combinadas as etapas de compactação uniaxial e o aquecimento, aumentando desta forma a massa específica do produto final. O processo de compactação é similar ao descrito para a prensagem uniaxial a frio. Esta prensagem é feita no interior de um forno operado em alto vácuo evitando desta forma que o Ti reaja com outros elementos presentes. Utilizam-se temperaturas inferiores às da M/P convencional, pois as pressões aplicadas têm grande efeito na compactação (97), (98). Na **Figura 3.7** são apresentados o esquema dos elementos que compõem a máquina de prensagem uniaxial a quente e uma imagem de um modelo desta.

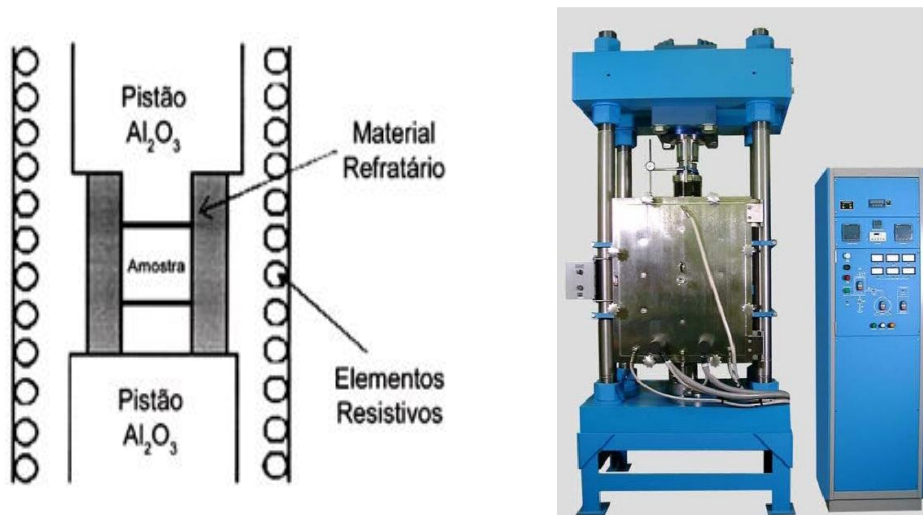


Figura 3.7 Esquema e máquina de prensagem uniaxial a quente (98).

3.4.4 Prensagem isostática a quente

De forma similar ao processo uniaxial a quente aqui são aplicados ao mesmo tempo pressão e calor. Este método garante uma maior densidade no material final. Primeiramente obtém-se o corpo a verde por meio de prensagem uniaxial a frio. Coloca-se então em molde flexível (resistente a altas temperaturas) ao vácuo. O processo é realizado em atmosfera controlada de gás inerte utilizando-se pressões de compactação na casa dos 20 – 300 MPa dependendo da densidade necessária ao uso do material pretendido (99)-(101). O processo de forma esquemática é representado na **Figura 3.8**.

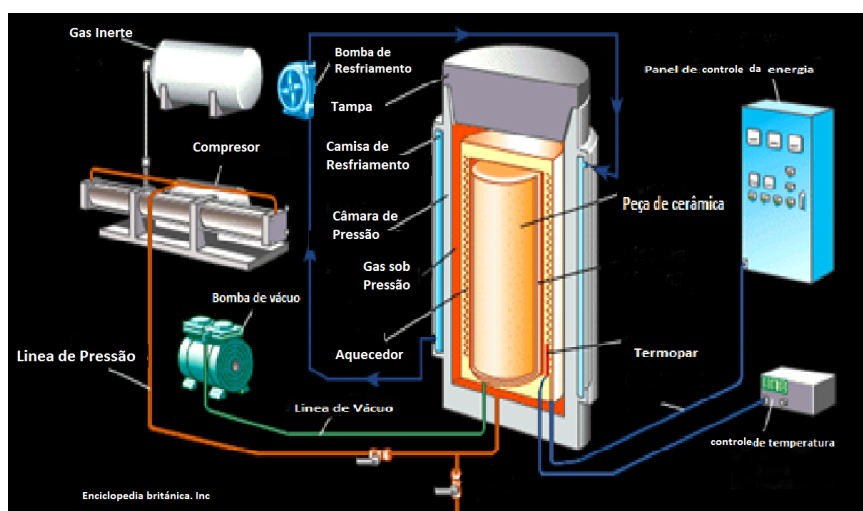


Figura 3.8 Representação esquemática do processo de Prensagem isostática a quente (102).

3.5 Caracterização dos pós

No processo de produção de metais utilizando M/P é muito importante o controle dos pós a serem utilizados. As etapas de compactação e sinterização são fortemente influenciadas pela estrutura cristalina dos pós, que é responsável em grande parte pelas propriedades finais a serem obtidas. As estruturas policristalinas, as mais comuns, apresentam inúmeros grãos numa mesma partícula. É prática comum a produção destas estruturas com grãos muito pequenos. O outro tipo de estrutura é a monocristalina onde os grãos e as partículas possuem o mesmo tamanho (54).

Existem outros aspectos a ter-se em conta quando estão sendo produzidos os pós. A forma irregular das partículas afeta a compressibilidade; também é controlada a porosidade para evitar o excesso de ar, pois ele também influencia negativamente a obtenção de corpos a verde compactos o necessário para as etapas posteriores (95) citado em (54).

Também visando uma boa compressibilidade procura-se ter a distribuição granulométrica mais adequada. Para obter-se um empacotamento das partículas, onde ocorre o preenchimento dos espaços deixados pelas partículas maiores pelas de menor granulometria, e recomendável uma distribuição larga das partículas. Quanto maior é o preenchimento dos espaços, maior é a fração de empacotamento. Assim é de grande importância o controle granulométrico para garantir a proporção certa de partículas que permitam alcançar elevadas frações de empacotamento, que, por sua vez, determinaram uma elevada massa específica, o que é desejado para a obtenção de boas propriedades mecânicas (103) citado em (54).

Não só o tamanho das partículas é importante, também a sua forma influencia a compactação do corpo a verde. Isso porque as partículas de forma irregular apresentam mais dificuldades para se acomodarem uniformemente do que as de forma esférica provocando uma menor densificação e em consequência menor massa específica. Por isso, na hora da produção dos pós deseja-se a produção de partículas o mais perto do formato esférico. Partículas irregulares não são indesejadas, pois elas permitem um melhor ancoramento das partículas, proporcionando, num processo de compactação a frio, melhor consolidação dos produtos finais (103) citado em (54).

3.6 Sinterização

3.6.1 Força motriz para sinterização e outras forças motrizes

Quando uma massa de partículas de um ou mais componentes é aquecida sob determinada atmosfera, diversos processos podem ocorrer, tais como, dissolução e reação

entre os constituintes e entre eles e a atmosfera, formação de novas fases, etc. A sinterização é apenas um dos processos possíveis. Neste momento, é necessário salientar que se considera aqui a sinterização como o processo responsável pela densificação (eliminação da porosidade) de uma massa de partículas em contato físico (104).

Para cada um destes processos ocorrerem, é necessário que a energia livre total do sistema seja diminuída. O decréscimo da energia é considerado como a força motriz do processo. Há concordância entre todos os autores em que a força motriz para a sinterização é o decréscimo da energia livre interfacial, via diminuição da superfície total do sistema de partículas, através da eliminação da porosidade. Ao se analisar o que acontece com aquela massa de partículas, deve-se considerar, entretanto, todos os outros possíveis processos e suas forças motrizes correspondentes. Se o sistema caminha para o estado de mínima energia, a determinadas condições, então é válido que:

$$DG = DG_s + S DG_i < 0 \quad \text{Equação 3-1}$$

Onde DG é a variação de energia livre total experimentada pelo sistema, DG_s , a variação da energia interfacial e DG_i , a variação de energia devido a algum outro processo. Savitskii (105) citado em (106) dá exemplos de sistemas com composições Ti, Al-20%, Zn e Al-50%. Vê-se que as energias de mistura são bastante superiores às energias superficiais, portanto, a formação da liga é o processo dominante durante o aquecimento, com a ocorrência de sinterização tornando-se apenas um detalhe. De fato, para estes sistemas ocorre dilatação da estrutura, com aumento da porosidade. É possível, no entanto, que, mesmo com domínio de outros processos, a sinterização ocorra. Basta que a cinética destes processos não se oponha à de sinterização. Pode acontecer ainda que a ocorrência de uma reação ajude à sinterização. Este é o caso da sinterização reativa (104), (107) citados em (106).

À diferença de outros metais, nas temperaturas de sinterização o Ti pode se dissolver permitindo a formação de óxidos superficiais. No entanto, estes óxidos não são redutíveis em atmosferas reativas. Assim, devido à reatividade do titânio, são utilizadas atmosferas controladas para todos os processos de tratamento térmico em que o Ti esteja envolvido. As ligas de Ti são normalmente sinterizadas na faixa entre 1000 e 1500 °C com tempos dentre 1 a 4 horas. Com esses parâmetros é possível atingir níveis de homogeneização no material suficiente para alcançar a completa interdifusão dos elementos de ligação, com a

consequente melhora da resistência. Amostras sinterizadas abaixo de 1000 °C ainda exibem valores razoáveis de resistência (95), (107), (108) citados em (109).

3.6.2 Sinterização em fase sólida

O modelo de sinterização em fase sólida descreve o processo, acompanhando o crescimento do raio do pescoço entre duas partículas e daí deriva, por exemplo, a contração da estrutura. Em sistemas reais, tal medida é inviável. Por esta razão, segue-se procedimento contrário, ou seja, mede-se a contração da estrutura e tenta-se inferir o crescimento do pescoço. O objetivo final é determinar o mecanismo de transporte de matéria responsável pela sinterização. Para isto segue-se os seguintes passos: (a) mede-se a contração em função do tempo. Apenas o período de isoterma é considerado. Toda a contração ocorrida durante o aquecimento é desprezada; (b) procura-se ajustar a curva teórica, ver **Equação 3-6**, à curva experimental de $DL(t)$, determinando valores adequados da constante C e dos expoentes n e m . Os expoentes que melhor ajustarem a curva teórica estão relacionados ao mecanismo responsável pela sinterização (106).

As partículas são sinterizadas por meio de movimento atômico, que elimina a alta energia superficial associada ao pó. Quanto menores as partículas, maior a área superficial específica e, portanto, maior é a energia associada ao sistema e mais rápido o processo de sinterização. O mecanismo de sinterização descreve o caminho de movimentação atômico que produz o fluxo de massa. Esses mecanismos são, normalmente, processos de difusão termicamente ativados sobre a superfície, ao longo da fronteira do grão, ou pela rede cristalina (110) citado em (111).

As mudanças estruturais associadas com o crescimento de pescoços dependem, sobretudo, destes mecanismos de transporte. Como a difusão é termicamente ativada, se faz necessária uma energia mínima para a ocorrência do movimento atômico. O movimento ocorre quando os átomos atingem energia igual ou superior à energia de ativação, fazendo com que se movam para dentro das vacâncias. A sinterização forma ligações sólidas entre as partículas quando aquecidas. Estas ligações reduzem a energia de superfície por meio da remoção de superfícies livres, com uma eliminação secundária da área de contorno de grão via crescimento do grão (112) citado em (111).

Para facilitar o desenvolvimento de modelos matemáticos para sistemas ideais, o processo de sinterização no estado sólido é normalmente dividido em três estágios (95):

a) Formação dos pescoços: geralmente corresponde a uma microestrutura com alto gradiente de curvatura; o raio do pescoço (pescoço/partícula) e o encolhimento são

pequenos; o tamanho do grão não é maior que o tamanho da partícula inicial; e a área de superfície é ainda no mínimo 50% do valor inicial. A estrutura do poro é aberta e totalmente interconectada.

- b) **Densificação:** corresponde à densificação do compactado e ao decréscimo dos diâmetros dos poros interligados, que apresentam uma estrutura cilíndrica. Os poros estão mais suavizados e a massa específica do compactado está entre 70 e 92% da massa específica teórica.
- c) **Eliminação de poros:** caracterizado pelo isolamento e eliminação gradual dos poros residuais. A força motriz é estritamente a eliminação da área interfacial poro-sólido. A presença de gás no poro limitará a percentagem de densificação final. O crescimento do grão é evidente e os poros estão esféricos e fechados.

Na **Figura 3.9** mostram-se quatro estágios pelos que passa a formação do pescoço no processo de sinterização em fase sólida (113) citado em (111).

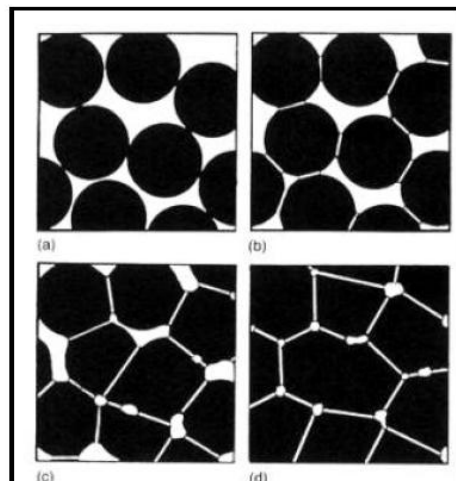


Figura 3.9 Estágios da formação dos pescoços na sinterização em fase sólida (113).

Os caminhos de transportes de massa responsáveis pela sinterização podem incluir: difusão volumétrica, difusão por contorno de grão, difusão superficial, evaporação/condensação ou qualquer combinação deles; mas, em todos os casos, a responsável pela redução da energia superficial é a força termodinâmica (111).

3.6.2.1 A teoria de sinterização por fase sólida para sistema monofásicos

Sistemas monofásicos são aqueles de um só constituinte. Este tipo de sistema logicamente sinteriza mais simplesmente, uma vez que reações entre constituintes, principais elementos complicadores, estão descartadas. Supõe-se, além disso, que não

existe qualquer reação entre o sinterizante e a atmosfera, ou que esta reação é desprezível em termos de variação de energia livre (114) citado em (106).

Os modelos de sinterização são ambiciosos. Eles tentam descrever o processo através de relações matemáticas entre a contração (ou variação de volume ou densidade) que ocorre no corpo sinterizante e as propriedades do material, o tempo e a temperatura. A estrutura da teoria de sinterização por fase sólida é composta por duas premissas básicas, que são: (a) a força motriz do processo é a diminuição da energia superficial livre via diminuição da superfície; e (b) para que isto ocorra é necessário o deslocamento de matéria, que sairá das partículas em direção à porosidade, preenchendo-a. Existem ainda considerações simplificadoras do modelo como, por exemplo: as partículas são perfeitamente esféricas, têm o mesmo tamanho e estão arranjadas regularmente no espaço (114).

Observações experimentais demonstram que pescoços são formados e crescem nos locais onde inicialmente existia contato. Este processo de formação e crescimento de pescoço leva à redução da energia superficial. Estão postas então as diretrizes básicas para formulação do modelo matemático. Basta relacionar a taxa de crescimento de pescoço à taxa de material transportado (114).

A variação de energia sofrida por um sistema de dois componentes separados por uma interface (no caso, partícula e poro) que altera essa interface é dada por:

$$\Delta E = W = W_v + W_s \quad \text{Equação 3-2}$$

Onde W_s é o trabalho envolvido na mudança da área interfacial, dado por gD_s , e W_v o trabalho associado à correspondente mudança de volume, dado por $\Delta P/\Delta V$; sendo que g é a energia interfacial e ΔP , a diferença de pressão dos dois lados da interface. O desenvolvimento desta expressão culmina na conhecida equação de Laplace (114):

$$\Delta P = \gamma \left(\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right) \quad \text{Equação 3-3}$$

Onde R_1 e R_2 são os raios principais de curvatura da interface. Esta é a equação básica que descreve o transporte de material através dos diversos mecanismos possíveis (114). Para os metais, considera-se que o transporte de matéria ocorre por difusão de vacâncias, predominantemente. A concentração de vacâncias está associada ao seu potencial químico

e este com a diferença de pressão através da interface. A equação de Gibbs-Thomson-Freundlich, **Equação 3-4**, relaciona a diferença de concentração de vacâncias entre uma superfície curva e uma superfície plana (representada, por exemplo, pelo contorno de grão ou a superfície externa da partícula, de menor curvatura que o pescoço) à tensão superficial e aos raios principais de curvatura da superfície:

$$C_0 - C = \frac{C_0 M \gamma}{RT} \left(\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right) \quad \text{Equação 3-4}$$

Onde C e C₀ são as concentrações de vacâncias nas superfícies curva e plana, respectivamente; M, o volume molar das vacâncias; e R, a constante universal dos gases. A concentração de vacâncias em superfícies curvas é maior que em planas. Devido a este gradiente de concentração, as vacâncias migram da região do pescoço para outras regiões com menor concentração, ou, equivalentemente, átomos difundem-se de várias regiões da partícula (a superfície e o contorno de grão) para o pescoço, fazendo-o crescer (114).

Adotando-se certa geometria para o pescoço, é possível determinar o gradiente de concentração de vacâncias. Conhecendo-se a difusividade das vacâncias através dos diversos caminhos de difusão (volume, superfície e contorno de grão) e aplicando-se a equação de difusão, pode-se, então, determinar a taxa de transferência de matéria para a região do pescoço. A **Figura 3.10 a)** esquematiza a difusão atômica de diversas fontes, através de vários caminhos; enquanto a **Figura 3.10 b)** ilustra a configuração de partículas com um pescoço crescido e seus parâmetros característicos (115) citado em (106).

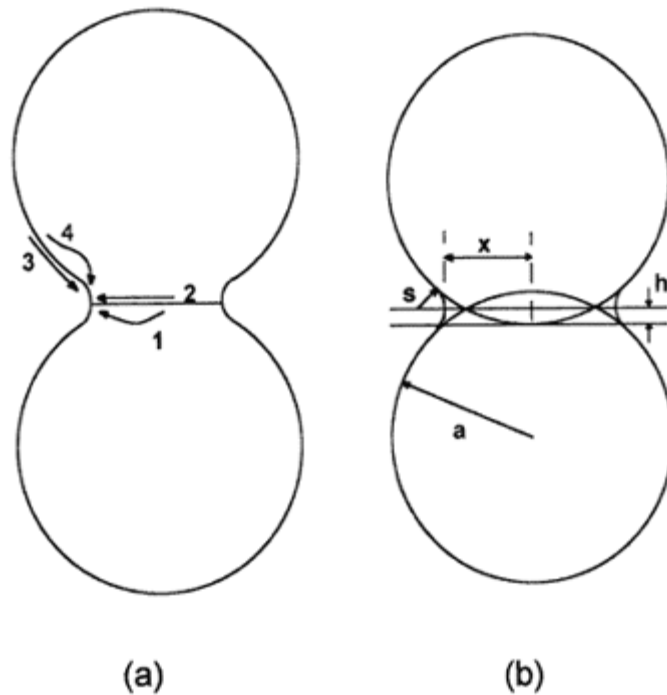


Figura 3.10 Sinterização de um sistema de duas partículas esféricas (95).

Na **Figura 3.10 a**) observa-se o crescimento de pescoço e o mecanismos de difusão: (1) do contorno de grão, por volume; (2) do contorno de grão, pelo contorno de grão; (3) da superfície, pela superfície e (4) da superfície, pelo volume. Na **Figura 3.10 b**) observa-se o crescimento de pescoço com aproximação de centro e parâmetros representativos: “a” é o raio da partícula; “h”, o parâmetro de aproximação; “x” e “s”, os raios principais de curvatura do pescoço (95).

Os átomos que saem da superfície não provocam aproximação dos centros das duas partículas, apenas modifica o perfil destas. Já, se os átomos saem da região do contorno de grão, pode ocorrer aproximação de centros. Isto só ocorre se houver eliminação de vacâncias, ou seja, o contorno de grão atua como sumidouro de vacâncias.

Assumindo que as partículas são esferas de mesmo tamanho, arranjadas regularmente (um arranjo cúbico simples, por exemplo), e que não se movem relativamente, ou seja, não saem de suas posições originais, então a contração do conjunto de partículas pode ser determinada através da aproximação de centros, definido como h na **Figura 3.10 b**). O problema agora resume-se a determinar como cresce o pescoço, qual a contribuição para o crescimento de pescoço dos mecanismos de difusão que produzem aproximação de centro e o quanto deste material difundido é retirado de seus locais de origem (95), (115), (116) citado em (106).

Da **Figura 3.10 b)**, pode-se ver, por construção, que a contração sofrida por um conjunto de n ($n \gg 1$) partículas dispostas uma ao lado da outra, seguindo uma linha reta é dada por:

$$\frac{\Delta L}{L_0} = \frac{(n-1)2h}{n2a} \cong \frac{h}{a} \quad \text{Equação 3-5}$$

O volume do pescoço é o volume da região de interseção entre as partículas (que é igual ao volume de material difundido de seu contorno de grão) mais o volume de material difundido desde a superfície das partículas. Existem diversas geometrias adotadas para o pescoço, cada qual envolvendo um erro (115), (116). Uma delas dá que $h/a = x^2/4a^2$. Isto significa que medindo a evolução do raio do pescoço consegue-se determinar a contração do conjunto de partículas. Considerando agora as particularidades de cada caminho de difusão, chega-se a uma relação geral que descreve a contração, do tipo:

$$\left(\frac{h}{a}\right)^{\frac{n}{2}} = \frac{C}{2^n a^m} t \quad \text{Equação 3-6}$$

Onde n e m são expoentes relacionados ao caminho de difusão; C envolve as propriedades do material; a , temperatura e t , o tempo.

Como os átomos difundem-se através de todos os mecanismos simultaneamente, o pescoço sofre influência de todos eles. A taxa de variação do raio do pescoço é, portanto, melhor escrita como:

$$\frac{dx}{dt} = C_s f(x) s + C_v f(x) v + C_G f(x) G \quad \text{Equação 3-7}$$

Onde os coeficientes guardam as propriedades do material e as difusividades. As funções $f(x)$ representam as relações dos caminhos de difusão com os aspectos dimensionais. A contabilidade da contribuição de cada tipo de caminho de difusão para a taxa de crescimento do pescoço levou à criação dos chamados diagramas de sinterização (117) citado em (106). Diagramas de sinterização são planos, tendo como eixos a temperatura e o raio relativo do pescoço. Este plano é dividido em áreas onde determinado mecanismo de difusão domina os demais, no sentido de que contribui no transporte de mais material. Estas áreas de domínio estão limitadas por fronteiras onde os mecanismos adjacentes contribuem igualmente na quantidade de material transportado. A **Figura 3.11** exhibe um diagrama de sinterização para duas esferas de cobre, segundo Ashby (117).

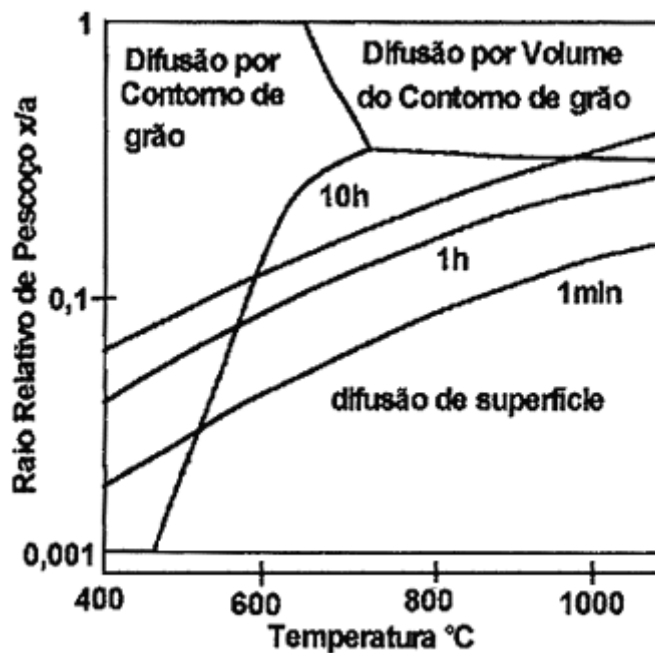


Figura 3.11 Diagrama de sinterização, segundo Ashby (117), para duas esferas de cobre. Linhas de isoterma para 10 horas, 1 hora e 1 minuto de sinterização são mostradas.

A sinterização é geralmente dividida em etapas que caracterizam seu desenvolvimento. São três as etapas: a etapa inicial, representada pela formação e crescimento de pescoço, até o momento em que estes começam a sofrer interferência um dos outros; a etapa intermediária, que vai daí até quando os poros começam a tornar-se isolados; e a terceira etapa, representada pelo fechamento da porosidade já isolada. As equações apresentadas, entretanto, são válidas apenas para a primeira etapa de sinterização. As demais etapas necessitam de outro modelo. Coble (118) e Kuczynski (119), (120) desenvolveram modelos para estas duas etapas. Ambos aproximaram a estrutura sinterizante como compostas por poros cilíndricos e esféricos para as etapas intermediária e final, respectivamente.

3.6.2.2 Sinterização por fase sólida para sistemas com mais de um componente

Como já mencionado anteriormente, para se descrever a sinterização de sistemas com mais de um elemento, deve-se considerar as energias envolvidas na interação entre estes componentes. Isto faz o modelo de sinterização para este tipo de sistema bem mais complicado. Supor que a reação existente não seja fortemente endotérmica ou exotérmica,

para provocar grandes variações de temperatura, nem impeça o desenrolar da sinterização, já simplifica bastante o problema, mas outros fatores devem ser ainda observados (121).

O transporte de material agora tem duas forças motoras: o gradiente de concentração de vacâncias - devido à força de capilaridade, como no sistema monofásico - e o gradiente de composição devido aos componentes. Fatores tais como as autodifusividades e as interdifusividades, a solubilidade mútua e a molhabilidade devem ser tomados em consideração. As difusividades estão relacionadas à velocidade com a qual o material é deslocado. A solubilidade mútua entre os componentes determina a formação ou não de ligas, o sentido e a quantidade de material transportado devido ao gradiente de concentração. A molhabilidade, em estado sólido, entre os componentes determina a existência e a extensão dos contatos entre os diferentes componentes do sistema e, também, de certa forma, como os componentes se espalham pela estrutura. Adicionalmente, quando se está interessado na formação de uma liga entre os elementos do sistema sinterizante, a homogeneidade do material após a sinterização é outro aspecto a ser observado (121).

Os parâmetros citados influenciam de tal forma a sinterização, e os sistemas são tão diversos, que o mais razoável é elaborar um modelo de sinterização para cada sistema ao invés de investir em um único modelo de sinterização. Para ilustrar a complexidade da cinética de sinterização para este tipo de sistema, dois casos-exemplos são apresentados, os sistemas binários W-Cu e WC-Co.

O sistema W-Cu é caracterizado por nenhuma solubilidade por parte dos componentes e pela pobre molhabilidade no Cu sobre o W. Este tipo de material é usado na confecção de contatos elétricos. Sua estrutura é constituída por grãos de W rodeados por uma matriz de Cu. Sinterização por fase líquida ou, mais comumente, infiltração de Cu líquido são as técnicas usadas para produzir a liga. Em fase sólida, quase nenhuma sinterização ocorre, somente os contatos Cu-Cu se desenvolvem, isto é, qualquer contração ocorrida é devido à sinterização entre as partículas de Cu - o que significa que a contração é dependente da quantidade de Cu presente na liga -, pois a sinterização do tungstênio é difícil a baixa temperatura, e a formação de pescoços W-Cu é dificultada pela baixa molhabilidade do W pelo Cu. A insolubilidade impede transporte de material, e crescimento de grão somente ocorre por coalescência dos grãos de W (121).

O sistema WC-Co, com o qual se faz o metal duro, por sua vez, possui grande solubilidade de WC no Co, enquanto que a solubilidade inversa é insignificante, e excelente molhabilidade do WC pelo Co sólido e líquido. Este tipo de material apresenta

grande sinterização em fase sólida. Durante o aquecimento, o Co molha e se espalha por sobre as partículas de WC, formando aglomerados quase densos WC/Co. Ao mesmo tempo, W e C dissolvem no Co, possibilitando crescimento dos grãos de WC. Mesmo pequenas porções de Co podem provocar considerável contração. A chamada sinterização ativada, onde a adição de pequenas quantidades de um elemento dopante pode provocar grande sinterização em um sistema que de outra forma é dificilmente sinterizado, aproveita-se de características como a exibida pelo sistema WC-Co, ou seja, solubilidade unipolar e boa molhabilidade do elemento principal pelo dopante (121).

3.6.3 Sinterização em fase líquida

Na sinterização em fase líquida, perto dos 25% do volume total da mistura se liquefaz ao atingir a temperatura de sinterização (95). A ação do líquido provoca uma rápida densificação. Quando a mistura ultrapassa a formação da fase líquida, o material se funde, na proporção antes mencionada, envolvendo as partículas sólidas, molhando-as até a saturação. O aumento da densidade é devido ao rearranjo entre as partículas. Processos de solução e reprecipitação, onde as partículas menores são dissolvidas e reprecipitadas sobre as maiores, são estabelecidos quando a temperatura é mantida acima da temperatura de formação do líquido (95), (110), (112).

Na **Figura 3.12** é representado de forma esquemática o processo de crescimento dos grãos na sinterização em fase líquida.

Entre outras, podem ser mencionadas dentro deste grupo de técnicas a sinterização com fase líquida persistente. Nela permanece presente a fase líquida durante todo o processo de sinterização e a sinterização com fase líquida transiente. Aqui o líquido formado é temporário, devido à alta solubilidade na fase sólida (112).

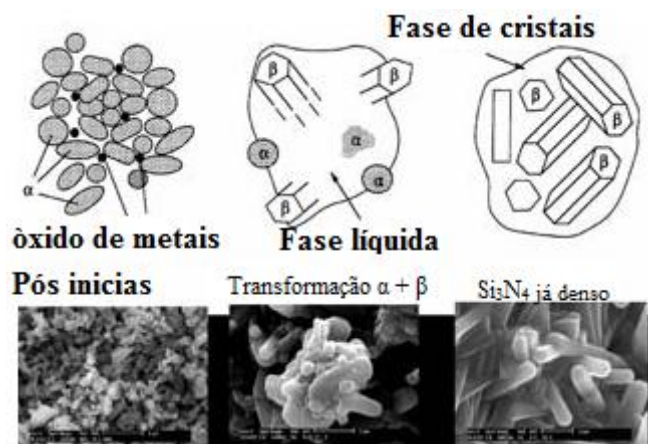


Figura 3.12 Representação esquemática da sinterização em fase líquida (112).

3.6.3.1 Mecanismos de sinterização em fase líquida

A força motriz que comanda a sinterização é o excesso de energia livre superficial que decresce, com o decorrer do processo, pela eliminação das interfaces sólido-vapor e surgimento da interface sólido-sólido, ocorrendo a substituição dos poros por contornos de grãos; bem como pelo aumento do tamanho dos grãos (95). O transporte de massa dá-se por meio dos seguintes caminhos:

- difusão no estado sólido via reticulado e contornos de grão;
- formação de fase líquida, com fração volumétrica de fase líquida geralmente menor que 5%, tendo como requisito a solubilidade do sólido no líquido e molhamento do sólido pelo líquido; e
- pela formação de líquido viscoso, mecanismo predominante nos vidros e nas cerâmicas com alto percentual de fase vítrea.

O mecanismo de sinterização, via fase líquida, de uma mistura de pós metálicos ou cerâmicos inicia-se logo após a fusão de um ou mais componentes da mistura e envolve os seguintes estágios (95):

- rearranjo das partículas;
- solução - reprecipitação; e
- coalescência.

Para que ocorra uma boa densificação na temperatura de sinterização devem ser atendidos três requisitos básicos (95):

- formação apreciável de fase líquida;
- solubilidade do sólido no líquido; e
- molhabilidade entre as fases.

4. FADIGA

4.1 O fenômeno

A maioria dos componentes mecânicos e estruturais, em situações práticas de projeto de engenharia, se encontram sujeitos a cargas dinâmicas, que podem provocar falha por fadiga, sendo ela a responsável pela maior parte das falhas estruturais que ocorrem no mundo. Estudos levaram à conclusão de que os efeitos econômicos da fratura, em um país medianamente industrializado, correspondiam a 4% do PIB anual, sendo 70 a 90% destes custos relacionados à falha por fadiga (122). A causa básica desse fenômeno de falha está na natureza da tensão aplicada: aplicação de esforços cíclicos por um período proporcionalmente longo de tempo, tendo um valor de tensão média nula ou não, que acabam resultando na iniciação e propagação de trincas, finalmente causando a ruptura do material. Um exemplo clássico de carregamento dinâmico está ilustrado na **Figura 4.1**.

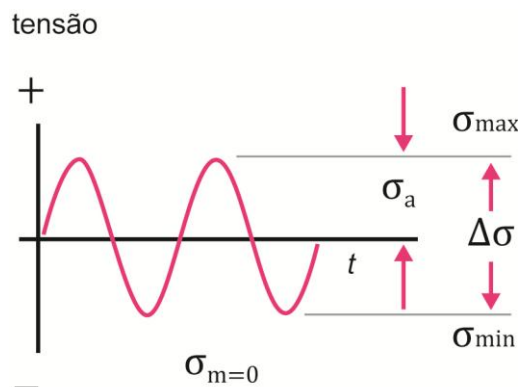


Figura 4.1 Diagrama tensão x tempo no modo de carregamento alternado. (123) [modificado].

A palavra fadiga, originada do latim *fatigare*, que está comumente associada ao cansaço humano, também ganhou aceitação na engenharia para o dano e falha de materiais sob o efeito de carregamentos cíclicos (124), tendo o termo sido aplicado pela primeira vez por Poncelet em 1839 (125).

Define-se fadiga como uma "degradação localizada, progressiva e permanente. É um dos tipos mais comuns de carregamentos que induzem à falha de componentes mecânicos e estruturais utilizados nas mais diversas aplicações". Essa degradação é caracterizada quando, sob esforços cíclicos, microfraturas aparecem geralmente na superfície do material, propagando-se para o seu núcleo, gerando trincas que acabam por permitir a ruptura final (123). Embora mais raro, é possível que a microtrinca se origine no interior do volume da peça. Isto, porém, costuma exigir condições de carregamento específicas e

que aconteçam falhas de fabricação no interior da peça. A **Figura 4.2** apresenta uma falha estrutural por fadiga.

A fadiga constitui-se num fenômeno extremamente aleatório do ponto de vista de previsibilidade, devido aos vários fatores ainda não suficientemente conhecidos que estão envolvidos. Isso já é uma verdade em situações de estudos em laboratório. Em aplicações práticas, a previsibilidade é ainda mais complicada por conta da falta de controle nas aplicações e pelas complexas condições de carregamento que se verificam.

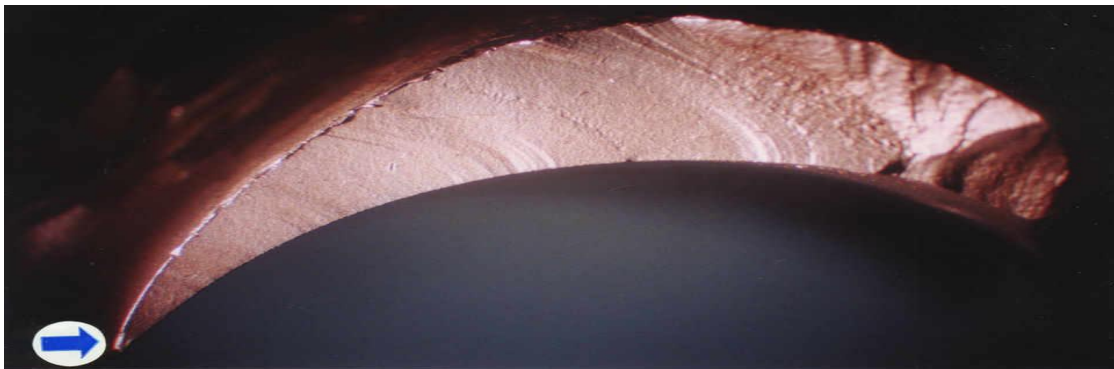


Figura 4.2 Falha por fadiga em uma pá de turbina. A seta indica o ponto de iniciação da trinca (126).

Materiais metálicos submetidos a tensões flutuantes ou repetitivas rompem mesmo que o nível de tensões seja muito inferior às tensões de ruptura determinadas pelos ensaios estáticos, sendo, nesses casos, uma ruptura por fadiga. Materiais poliméricos e cerâmicos, à exceção de vidros, também estão suscetíveis à fadiga (127).

A resistência à fadiga de um material é definida como o nível de tensão no qual ocorrerá a falha do material após determinado número de ciclos de vida, e depende principalmente de suas propriedades mecânicas e químicas, como dureza e microestrutura, dentre muitas outras. Alguns fatores que ajudam a atenuar o fenômeno são: condições de acabamento superficial da peça, temperatura de trabalho e condições de solitação (123).

Existem três métodos fundamentais para análise da vida sob fadiga do material, sendo eles: o método da vida sob tensão ($S-N$), o método da vida sob deformação ($\epsilon-N$) e o método da mecânica linear elástica de fraturas. Destes, o mais comum é o $S-N$, que será abordado neste estudo.

O valor de resistência do material é determinado, principalmente, de forma experimental por meio do levantamento da curva $S-N$ do material, com condições de teste controladas em CPs. O teste realizado para essas curvas normalmente consiste na aplicação

de uma tensão cíclica senoidal de valor conhecido, conferindo-se à vida do material no momento da ruptura. Obtendo-se uma série de pares tensões - vidas; é então possível levantar a curva *S-N*, cuja interpretação leva a noção de que, quanto menor a tensão aplicada, maior será a vida do material. Dependendo do critério adotado, se a vida do material é superior a 10^6 ou 10^7 ciclos, denomina-se a tensão correspondente como Limite de Resistência à Fadiga (123).

A fadiga já foi reconhecida como uma das causas de falhas *in vivo*. É válido ressaltar que biomateriais não são apenas metálicos, e nem são apenas aqueles usados internamente. Uma falha por fadiga em uma prótese de joelho, por exemplo, já causa inconveniente demais, mas uma falha em válvulas cardíacas ou marca-passos pode ser fatal. Daí ser de fundamental importância o estudo da fadiga (que por natureza já é um fenômeno imprevisível e súbito).

Testes de fadiga para materiais *in vivo* costumam associar também o nível de corrosão do material quando exposto aos fluidos corporais, uma vez que a corrosão pode afetar bastante a vida em fadiga.

4.2 A natureza do fenômeno

Em níveis microscópicos, todos os materiais são anisotrópicos e não homogêneos. Metais de engenharia são compostos por agregados de grãos cristalinos. Nos grãos, a microestrutura apresenta anisotropia devido à variação de orientação dos planos cristalinos. Estas heterogeneidades podem ser oriundas de diversos fatores, tais como: características microestruturais, a própria composição química do material, inclusões de outros materiais ou introduzidas nos processos de fabricação (128).

4.2.1 Nucleação de trincas

O entendimento da fase de nucleação, por sua complexidade, é ainda objeto de diversos estudos tanto no âmbito acadêmico quanto industrial. Envolve o estudo de ligações atômicas, contornos e formas dos grãos, estrutura cristalina, bandas de deslizamento (conjunto de planos de deslizamento), e a interação entre a matriz metálica e partículas não metálicas (128).

As microtrincas começam a surgir na superfície do material devido a singularidades ou descontinuidades na microestrutura. Inclusões, contornos de grão, porosidade acentuada, defeitos de solidificação e pontos de corrosão representam elementos de potencial nucleação de microtrincas (129), pois já funcionam como concentradores de tensão.

Mesmo em regiões livres de defeitos, a nucleação pode ocorrer devido à deformação plástica localizada. Quando tensões cíclicas são aplicadas sobre o material, microrregiões deste (grãos) podem sofrer deformação plástica, escoando. Uma vez que esse fenômeno se repita por um vasto período de tempo, cada vez mais grãos vão sofrendo deformações plásticas, gerando intrusão ou extrusão em planos de deslizamento. Estes grãos sofrem escoamento mesmo quando a tensão aplicada é inferior à resistência à tração nominal do material, pois analisando microscopicamente, eventualmente pode haver uma resistência localizada, inferior. Ainda, a orientação local pode ser desfavorável, tornando aquela região mais sensível a determinados esforços (123).

Planos de deslizamento aparecem em qualquer momento de solitação sobre o material, e novos vão surgindo à medida que o tempo sob carregamento vai aumentando, como consequência da maior densidade de descontinuidades. As intrusões aparecem preferencialmente na superfície do material, pois é lá, na maioria dos casos, onde ocorrem as maiores tensões. Além disso, na superfície se encontra maior densidade de defeitos de fabricação e marcas, que podem se juntar aos defeitos e continuidades do material, formando uma região mais propensa a propagação de microtrincas. É válido ressaltar que amplitudes de carregamento maiores tornam o estágio de nucleação de microtrincas mais breve (123). Materiais frágeis podem pular a fase de nucleação e proceder diretamente à propagação, em locais onde existam vazios ou inclusões (130).

A **Figura 4.3** ilustra o aparecimento de extrusões e intrusões no material.

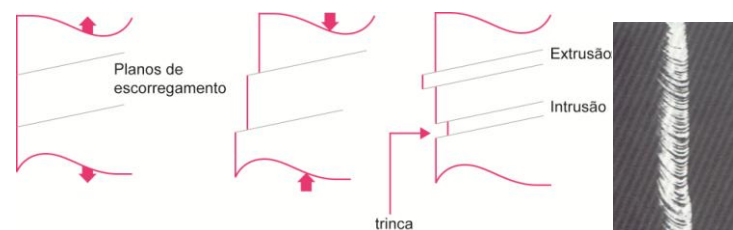


Figura 4.3 (a) Representação do surgimento de microtrincas através da movimentação de planos de escorregamento; (b) Visualização dos planos de escorregamento em um fio metálico submetido à tração (123).

4.2.2 Propagação

Uma vez estabelecidas microtrincas, as pontas de trinca funcionam como intensos concentradores de tensão. Toda vez que uma tensão de tração é aplicada, as trincas se alongam e zonas plásticas se desenvolvem nas vizinhanças da trinca (pelas pontas), como ilustrado na **Figura 4.4**, abrandando o efeito de concentração de tensão momentaneamente.

Quando, no ciclo de tensões, é aplicada uma tensão compressiva, ou nula, a trinca fecha, o escoamento cessa e o efeito de concentração de tensões se restabelece, com a trinca agora um pouco maior (130).

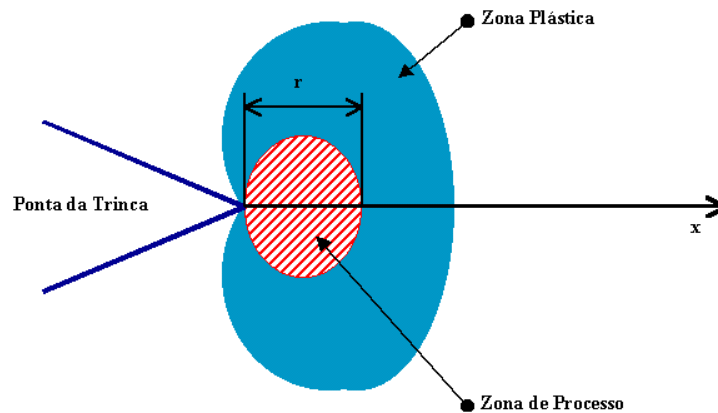


Figura 4.4 Representação da plastificação causada pelo efeito de ponta de trinca (130), (131).

O conjunto de planos de deslizamento cresce de tal maneira a transformar a microtrinca numa trinca. Antes crescendo num plano de máxima amplitude de tensão, a propagação agora se caracteriza pelo crescimento da trinca em uma direção perpendicular ao carregamento principal. Nesta fase, características de cada grão não têm muita importância, devido aos concentradores de tensão formados pelo aumento da região escoada. Quando a tensão aplicada é contínua, o crescimento da trinca a cada ciclo reduz também a resistência do material, que antes inteiro, agora apresenta um vazio, ou seja, possui uma área menor para resistir às tensões de carregamento. O resultado disso é que o material acaba sofrendo tensões cada vez maiores (123).

4.2.3 Fratura

Ocorre quando o volume de material já não é mais suficiente para resistir às tensões de carregamento, ou seja, o fator de concentração de tensões já é grande o suficiente para que se atinja o nível de tenacidade à fratura do material, ocasionando uma fratura rápida e repentina (128).

Elementos que apresentam falha por fadiga geralmente exibem duas fases distintas: uma de aspecto polido, equivalente à propagação da trinca, e uma segunda de aparência áspera, devido à ruptura súbita. A primeira região apresenta as chamadas "marcas de praia", que indicam o local de origem da microtrinca e seu crescimento por ciclo (avanço e

parada da trinca). As marcas costumam circundar algum intensificador de tensão interno no material (128). Na **Figura 4.5** podem ser observadas as fases de propagação de uma trinca no material.

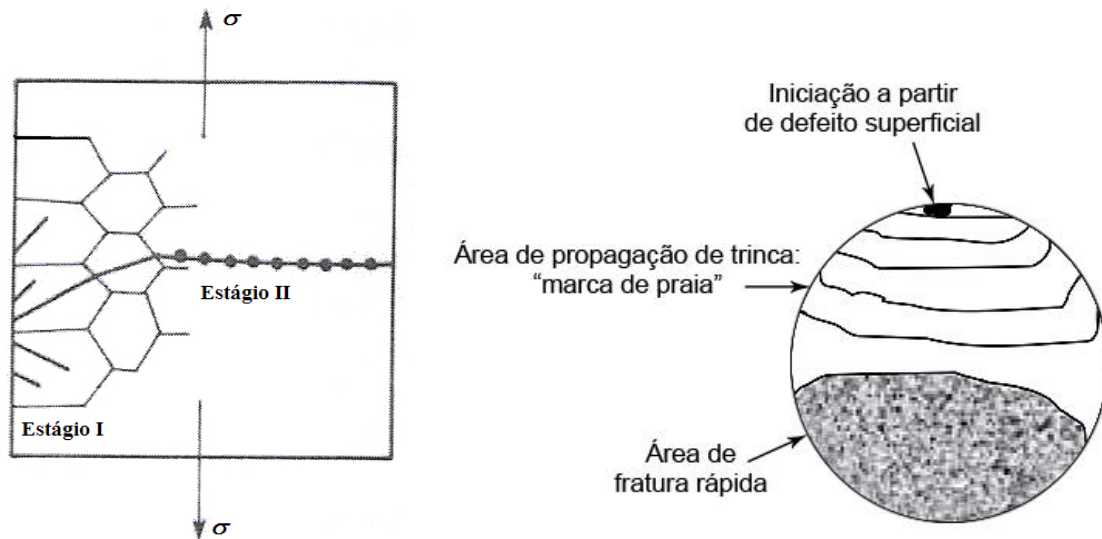


Figura 4.5 Representação dos estágios de falha por fadiga: (a) Em nível micro (grãos); (b) Em nível macro (corpo) (123).

4.3 Levantamento da curva *S-N*

O método mais comumente utilizado e geralmente mais simples de obtenção das resistências à fadiga de um material é o de levantamento da curva *S-N* deste material, ou seja, a curva que associa o número de ciclos de vida para uma dada tensão aplicada. De acordo com Shigley (132), os elementos que trabalham em fadiga de baixo ciclo ($N \leq 10^3$ ciclos) não costumam oferecer resultados muito adequados para tal metodologia de análise. Já a fadiga de alto ciclo ($N > 10^3$ ciclos) costuma oferecer uma boa adequação com o método. Este método, por ser o mais utilizado, oferece uma grande quantidade de dados de suporte, sendo indicado para situações em que se espera grande período de vida à fadiga, e válido enquanto o material sob teste se mantiver no regime elástico.

Uma vez que o fenômeno de fadiga possui natureza consideravelmente aleatória, é necessário um grande número de testes para uma boa conformidade estatística desta curva. O primeiro teste geralmente se realiza a uma tensão um pouco abaixo do limite de resistência a tração do material. O segundo teste ainda um pouco abaixo da primeira, e assim por diante (132). Os testes são realizados até a ruptura do material. O número de ciclos de vida geralmente apresenta uma variação proporcionalmente bem maior do que as

variações equivalentes de tensão (comportamento exponencial), logo, é comum traçar os resultados em um diagrama monolog ou log-log.

Ligas ferrosas e algumas outras de titânio (como se pretende verificar neste trabalho) possuem o chamado limite de resistência à fadiga. Este limite é atingido uma vez que se chegue numa tensão de teste baixa o suficiente para permitir uma vida do material da ordem de 10^6 ou 10^7 ciclos (convencionalmente, mesmo para materiais que não possuem tal valor), e neste ponto o gráfico gerado costuma assumir uma linha horizontal. O uso em escala log enfatiza a horizontalidade ou não desta seção, uma vez que traçado em coordenadas cartesianas poderia mascarar o comportamento, como acontece com ligas de alumínio, por exemplo, que não possuem tal limite. A **Figura 4.6** ilustra o comportamento da mesma liga de titânio Ti-6Al-4V com dois comportamentos distintos (com e sem limite de fadiga) devido à apenas uma variação no nível de oxigênio intersticial.

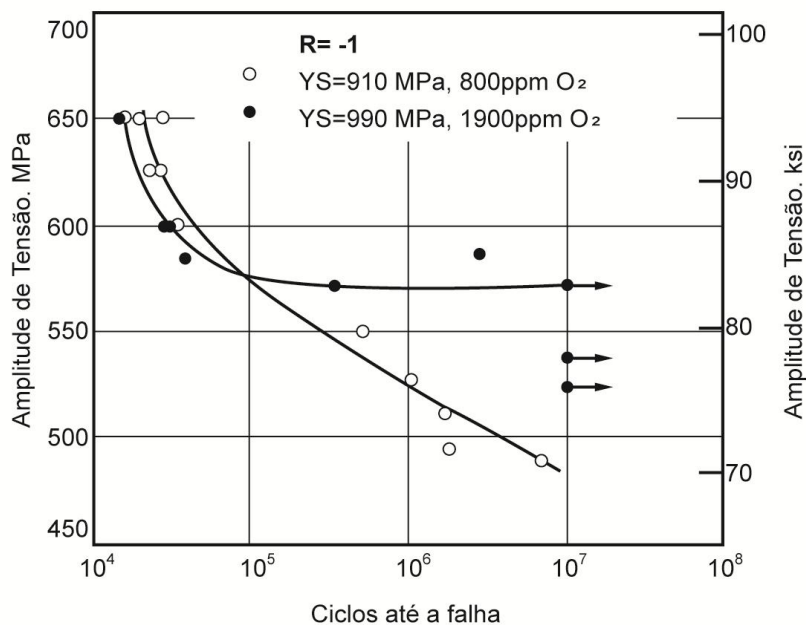


Figura 4.6 Influência do oxigênio sobre o limite de resistência à fadiga da liga de titânio Ti-6Al-4V (133).

Um fator importante de avaliação para a curva *S-N* é a razão de tensões, *R*. O levantamento geralmente considera vários valores de *R* para observar a reação do material de acordo com as tensões média e alternada aplicadas. O diagrama *S-N* padrão para aços e algumas ligas de titânio que apresentam limite de resistência à fadiga geralmente têm a aparência apresentada na **Figura 4.7**.

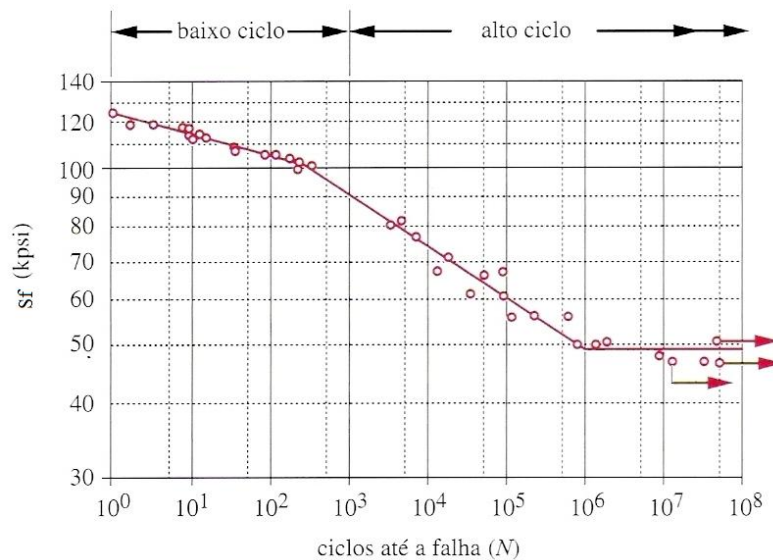


Figura 4.7 Maneira comum de apresentação do gráfico S-N para materiais exibindo o limite de resistência à fadiga (123).

Pode-se observar que a curva apresenta pelo menos 3 comportamentos característicos diferentes. A primeira parte diz respeito à vida de baixo ciclo. A segunda parte, que têm mais importância para este estudo, representa a vida em fadiga de alto ciclo antes de se atingir o limite de resistência. Os pontos nesse trecho apresentam pares de coordenadas (N, S_f') , onde S_f' é a resistência à fadiga e N , a vida. Na terceira seção da reta temos o limite de resistência à fadiga, e os pares ordenados nessa região são compostos de (N, S_e') , onde S_e' é o limite de resistência do material (123).

O segundo trecho da curva pode ser representado pela **Equação 4-1**:

$$\sigma_a = \sigma_f' \cdot (2N_f)^b \quad \text{Equação 4-1}$$

Que uma vez linearizada pode ser expressa como na **Equação 4-2**:

$$\log(\sigma_a) = \log(\sigma_f') + b \cdot \log(2N_f) \text{ ou } Y = A + b \cdot X \quad \text{Equação 4-2}$$

Onde b é o expoente de resistência à fadiga, σ_f' é o coeficiente de resistência à fadiga e N_f , o número de ciclos de vida.

4.3.1 Número de ensaios

Graças à dispersão encontrada nos ensaios de vida em fadiga, apenas a curva S-N não é suficiente para a análise de fadiga e projeto. Portanto, a natureza estatística do fenômeno deve ser considerada. Metodologias de ensaio bastante utilizadas foram apresentadas por

Wirshing (134), Nakazawa e Kodama (135), Shen (136), Kececioglu (137), Japan Society of Mechanical Engineering (JSME) (138), ASTM (139) e Silva *et al.* (128).

O método de ensaio *S-N*, descrito pela JSME e Nakazawa e Kodama (135), pode ser usado para determinar uma curva com confiança de 50% para um tamanho mínimo de amostra. O método requer 14 CPs, dos quais 8 são usados para determinar a região de vida finita, e os 6 restantes para encontrar o limite de fadiga. A região de vida finita é determinada ensaiando-se dois corpos de prova para cada nível de amplitude de tensão. O limite de fadiga é determinado através do método da escada. Os dados são analisados pelo método dos mínimos quadrados. O limite de fadiga é determinado como a média dos níveis de tensão no método da escada (128).

A norma E 739 da ASTM (139), também documentada por Wirshing (134) e Shen (136), recomenda que mais de um corpo de prova seja ensaiado para cada nível de tensão, para replicagem de dados. Testes replicados são exigidos para estimar a variabilidade e a distribuição da vida à fadiga. O número mínimo de corpos de prova requeridos depende dos objetivos do ensaio que se deseja conduzir, sendo de 6 a 12 para gerar a curva *S-N* para testes preliminares, pesquisas exploratórias e ensaios de componentes. Para um projeto seguro e dados confiáveis, recomenda-se usar de 12 a 24 (128).

O percentual de replicação, P_r , indica a porção do número de CPs ensaiados que devem ser usados para determinar uma estimativa da variabilidade dos testes replicados. Baseia-se no número de níveis de tensão i , e no tamanho da amostra, n , e é dado por:

$$P_r = 100 \cdot \left(1 - \frac{i}{n}\right) \quad \text{Equação 4-3}$$

A ASTM E 739 (139) recomenda um percentual entre: 17% e 33% para ensaios preliminares e pesquisas exploratórias; 33% e 50% para o desenvolvimento de ensaios e espécimes; 50% e 75% para projetos; 75% e 88%, no mínimo, para dados mais confiáveis e seguros (128).

4.3.2 Método da escada

Ensaio de resistência à fadiga objetivam estimar a sua distribuição estatística para uma vida específica de alto ciclo. O método da escada é o método mais popular para tal determinação, tendo sido adotado por diversas normas pelo mundo, como a inglesa *British Standard Institution* (BSI) (140), a japonesa JSME (138) e a francesa *L'association*

Française de Normalisation (AFNOR). O método inicialmente estima o limite de fadiga por extrapolação, via Método da Projeção Paralela (128).

O método de Dixon-Mood (141) e o de Zhang-Kececioglu (142), duas técnicas típicas de redução de dados, também chamados de métodos da escada, são usados para determinar parâmetros estatísticos dos resultados. O método de Dixon-Mood deriva do método da estimativa da máxima verossimilhança e assume uma distribuição normal para o melhor ajuste do limite de fadiga. O método de Zhang-Kececioglu é baseado no mesmo método, mas tendo flexibilidade de ajuste de dados para uma distribuição estatística diferente da normal, e pode ser usado para vários níveis de tensão (128).

O método da escada segundo Dixon-Mood (141) consiste em perseguir, por tentativas, o valor do número de ciclos em que provavelmente vai ocorrer a fratura. Ele consiste basicamente no seguinte: determina-se um número de ciclos de vida, por exemplo, 10^7 ; o espécime é ensaiado a determinado nível de tensão; caso ele fracture até esse nível de vida, reduz-se o nível de tensão em um valor d fixo (o degrau da escada) e se ensaia outro corpo; caso ele não quebre, a tensão do próximo ensaio deve ser acrescida em d . Esse procedimento é válido para todo corpo testado (podendo ocorrer de maneira alternada a cada teste). O método exige uma estimativa inicial que pode gerar excelentes resultados, ou não. No caso de uma estimativa muito baixa, gastar-se-á muitos corpos de prova apenas aumentando d aos níveis de tensão, caso seja muito alto, os níveis de tensão foram sequencialmente reduzidos de d . Collins (143) recomenda um mínimo de 15 corpos de prova para esse tipo de ensaio. O valor de d é geralmente por volta de 5% da estimativa inicial do limite de fadiga (128). A **Figura 4.8** ilustra graficamente o método da escada.

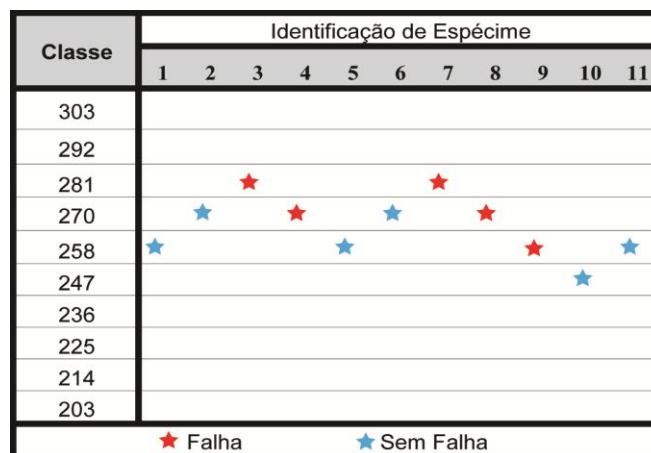


Figura 4.8 Resultados de um ensaio de resistência à fadiga utilizando o método da escada (128) [Modificado].

O método prevê, ainda, formulações que aproximam o cálculo da média e desvio padrão, μ_s e σ_s , do limite de fadiga, S_e , admitindo que este segue uma distribuição normal. Ele requer que ambas as propriedades estatísticas sejam determinadas pelo uso de dados com menor frequência, ou seja, ou somente falhas, ou somente sem falhas. Os níveis de tensão, S_i , devem ser igualmente espaçados em d , sendo numerados a partir do 0 para o menor nível. O incremento de tensão deve estar numa faixa que vai da metade até o dobro do desvio padrão do limite de fadiga (128).

Em relação à determinação do valor médio de resistência à fadiga, a principal vantagem é que este método concentra automaticamente todos os testes próximos da média. Ao invés de necessitar de replicação, o método da escada pode economizar em 30 a 40% o número de corpos de prova. Outra vantagem é que sua análise estatística é bastante simples (144).

A estimativa da média, pelo método de Dixon-Mood é dada pela **Equação 4-4**:

$$\mu_s = S_0 + d \cdot \left(\frac{\sum i n_i}{\sum n_i} \pm \frac{1}{2} \right) \quad \text{Equação 4-4}$$

Onde S_0 é o nível de tensão mais baixo, e o sinal negativo é usado no caso de falha, em contrário, se usa o sinal positivo.

O desvio-padrão é estimado pela **Equação 4-5**:

$$\sigma_s = 1,62d \cdot \left(\frac{(\sum i^2 \cdot n_i) \cdot \sum n_i - (\sum i n_i)^2}{(\sum n_i)^2} + 0,029 \right) \text{ se } \frac{(\sum i^2 \cdot n_i) \cdot \sum n_i - (\sum i n_i)^2}{(\sum n_i)^2} \geq 0,3 \quad \text{Equação 4-5}$$

Ou pela **Equação 4-6**:

$$\sigma_s = 0,53d \text{ caso } \frac{(\sum i^2 \cdot n_i) \cdot \sum n_i - (\sum i n_i)^2}{(\sum n_i)^2} < 0,3 \quad \text{Equação 4-6}$$

Recentemente, diversos pesquisadores têm trabalhado no sentido de aumentar a confiabilidade das estimativas de desvio-padrão através do método da escada, se destacando os trabalhos de Braam (145), Svensson (146), Lin (147) e Rabb (148). O fator de correção de Svensson *et al.* (146) será utilizado neste trabalho, e é apresentado a seguir na **Equação 4-7** (128):

$$\sigma_{ME,SL} = A \cdot \sigma_{ME} \left(\frac{N}{N-3} \right) \left(B \cdot \frac{\sigma_{ME}}{d} \right)^m \quad \text{Equação 4-7}$$

Onde A , B e m podem ser obtidos da **Tabela 4.1** a seguir:

Tabela 4.1 Parâmetros utilizados na **Equação 4-7** (128).

Tamanho da amostra (N)	A	B	m
8	1,30	1,2	1,72
10	1,08	1,2	1,10
12	1,04	1,2	0,78
15	0,97	1,2	0,55
20	1,00	1,2	0,45

4.3.3 Fatores que afetam o limite de resistência

Como mencionado, vários fatores podem afetar a vida em fadiga do material através de sua resistência. Alguns fatores foram estudados e isolados a partir de estudos em laboratórios com espécimes padronizados e bem planejados. São eles, conforme nomenclatura proposta por Shigley (132):

- Efeitos ambientais: geralmente, materiais que na prática são sujeitos a ambientes agressivos - como implantes no corpo humano - respondem de maneira bem diferente quando são testados em laboratório, em condições ideais. Atualmente existem alguns métodos de testes que tentam incluir fatores ambientais aos ensaios, principalmente corrosão. Na determinação de vida em fadiga (S_e), costuma ser introduzido na forma de um fator k_f (fator de efeitos diversos);
- Tensões residuais: trabalhos a frio nos metais (por exemplo, um processo de laminação ou forjamento) costumam introduzir tensões residuais compressivas que influem positivamente sobre a vida em fadiga, visto que trincas de fadiga costumam se propagar na parte trativa do ciclo de tensões atuante. Logo, uma tensão compressiva residual irá reduzir parte do efeito da tensão de tração. Também faz parte do fator de efeitos diversos, k_f . Um estudo sobre o efeito do *shot-peening* na liga de Ti-6Al-4V relatou aumento de resistência à fadiga em flexão de 6% do valor limite de escoamento do material, em relação ao material sem tratamento, e as trincas que levaram à fratura do material tiveram origem numa camada sob a superfície (31);

- Confiabilidade: uma vez que as resistências obtidas pela literatura estão em termos de valores médios, para ser utilizada em projetos a confiança nesses resultados é de extrema importância. É introduzido como o fator k_e ;
- Superfície: as equações e análises originais de fadiga se baseavam em testes de vigas rotativas, altamente polidas. Quaisquer tratamentos superficiais mais grosseiros aumentam a quantidade de defeitos superficiais, e a consequente probabilidade de nucleação de trincas. Por outro lado, acabamentos de melhor qualidade tendem a melhorar a vida em fadiga. O fator de superfície é chamado k_a ;
- Carregamento: mais uma vez, devido à maneira que foram executados inicialmente os testes (vigas rotativas em flexão), deve-se considerar o efeito que outros tipos de carregamentos podem causar. Carregamentos axiais ou torcionais têm valores diferentes sobre a vida em fadiga. Não se sabe ainda ao certo o que resulta em tais diferenças, possivelmente relações de área efetiva sob sollicitação. O carregamento vem com o fator k_c ;
- Tamanho: por trás deste estão as escalas relativas entre o material e defeitos, inclusões, porosidades, etc. Pode também envolver relações de área efetiva sob carregamento. É introduzido como o fator de tamanho k_b ;
- Temperatura: é suficiente dizer que a variação na temperatura afeta algumas (senão, eventualmente, todas) propriedades dos materiais, sejam elas químicas, mecânicas ou de outra natureza. Da fragilidade de metais expostos ao frio criogênico, à supercondutividade elétrica obtida às altas temperaturas por alguns materiais, a temperatura causa os mais diversos efeitos, que podem ser analisados caso a caso (ou às vezes generalizados). Chama-se o fator de temperatura, k_d ;
- Concentradores de tensão: de maneira semelhante ao fator de tamanho, envolve alguma relação de escala e geometria, e funciona no sentido de amplificar as tensões localmente. O estudo de fatores de concentração de tensão e sensibilidade ao entalhe abrange uma gama de conhecimentos consideráveis e muitos estudos são direcionados exclusivamente a este fator;
- Efeito da tensão média: é considerado na Seção 4.4 seguinte.

Valores efetivos para esses fatores podem ser encontrados na literatura.

4.4 Método da tensão média: formulação e histórico

Geralmente, em termos de projeto, temos que o valor médio das tensões cíclicas aplicadas sobre os componentes é não nulo, ou pelo menos, mesmo que os valores externos de carregamento resultem numa média nula, devido a tensões residuais, por exemplo, a tensão pode ser não nula sobre pontos críticos. Admitindo-se a simplificação de que o fenômeno de fadiga ocorra a amplitudes constantes, é possível fazer algumas modelagens sobre o comportamento de fadiga do material (149).

No caso da tensão média S_m ser zero, temos o que se chama de tensão alternada. Carregamentos onde a tensão média é diferente de zero são denominados carregamentos flutuantes. Há, ainda, um tipo de carregamento flutuante especial denominado carregamento repetido, e consiste na tensão média ser igual à amplitude de tensão, $S_m = S_a$, ou seja, o valor de tensão mínimo é zero, $S_{min} = 0$ (149). A **Figura 4.9** ilustra esses tipos de carregamento.

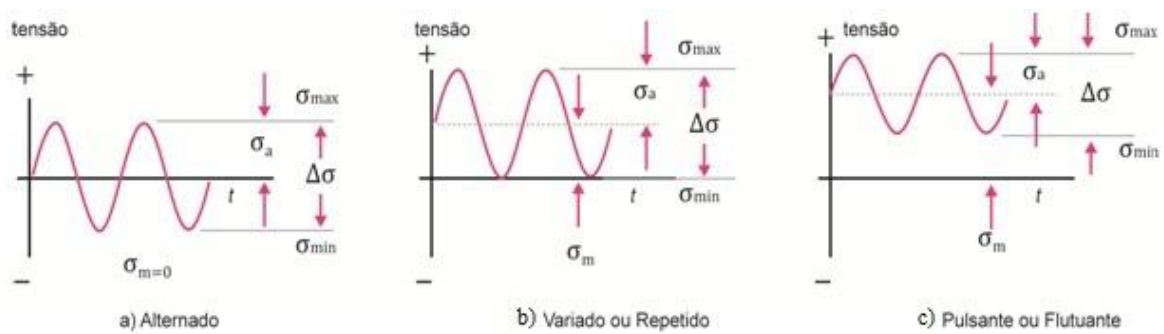


Figura 4.9 Tipos mais comuns de carregamentos dinâmicos (149).

As relações básicas utilizadas para caracterizar um ciclo de carregamento estão definidas pelas **Equações 4-8, 4-9 e 4-10** abaixo:

$$\Delta S = S_{m\acute{a}x} - S_{m\acute{i}n} \quad \text{Equação 4-8}$$

$$S_a = \frac{S_{m\acute{a}x} + S_{m\acute{i}n}}{2} \quad \text{Equação 4-9}$$

$$S_m = \frac{S_{m\acute{a}x} - S_{m\acute{i}n}}{2} \quad \text{Equação 4-10}$$

O nível de tensão média também é comumente descrito através da razão de carregamento (ou fator de simetria do ciclo), R , **Equação 4-11**, e a razão de amplitudes, A , **Equação 4-12**:

$$R = \frac{S_{\min}}{S_{\max}} \quad \text{Equação 4-11}$$

$$A = \frac{S_a}{S_m} \quad \text{Equação 4-12}$$

Com um pouco de manipulação algébrica, temos ainda a **Equações 4-13 e 4-14**:

$$S_a = \frac{1-R}{1+R} \cdot S_m \quad \text{Equação 4-13}$$

$$R = \frac{1-A}{1+A} \quad \text{Equação 4-14}$$

Quando temos uma tensão média não nula aplicada no material, teremos que na maior parte do tempo, senão em todo, este estará ou em tração ou em compressão. Isto tende a causar o efeito de reduzir ou prolongar a vida em fadiga do material, respectivamente, como ilustra a **Figura 4.10**.

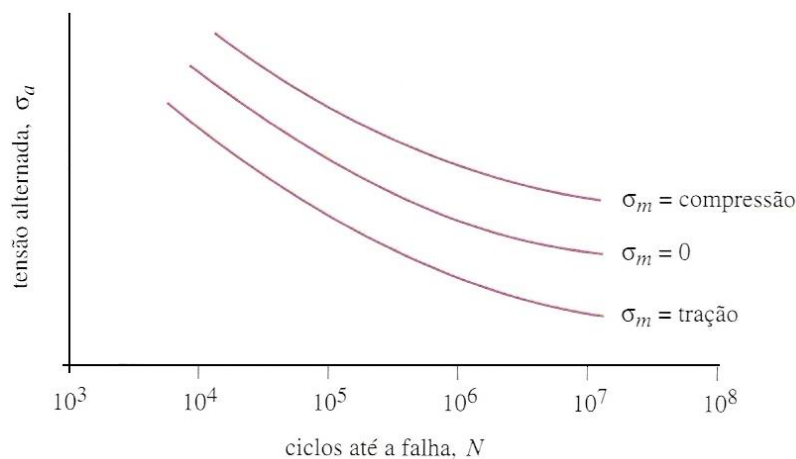


Figura 4.10 Efeito da tensão média sobre a vida em fadiga (149).

Este efeito da tensão média sobre a vida do material se dá devido à maneira de propagação das trincas em fadiga (como as deformações plásticas nas pontas de trinca).

Como determinado por Wöhler (150), citado em (149), quando temos um carregamento repetido, a carga máxima que pode ser aplicada depende da amplitude de carga, pela relação da **Equação 4-15**:

$$\sigma_{m\acute{a}x} = f(\Delta\sigma) \quad \text{Equa\c{c}\~{a}o 4-15}$$

Depois, Launhardt (151), citado em (149), apresentou a seguinte rela\c{c}\~{a}o de depend\ec{e}ncia entre $\sigma_{m\acute{a}x}$ e $\Delta\sigma$ **Equa\c{c}\~{a}o 4-16**:

$$\sigma_{m\acute{a}x} = \left(\frac{S_{rt} - \sigma_0}{S_{rt} - \sigma_{m\acute{a}x}} \right) \cdot \Delta\sigma \quad \text{Equa\c{c}\~{a}o 4-16}$$

Onde S_{rt} \c{e} o limite de resist\ec{e}ncia \c{a} tra\c{c}\~{a}o do material, e σ_0 \c{e} o valor de $\sigma_{m\acute{a}x}$ que causa falha no material em ensaios com $R = 0$.

Usando $\Delta\sigma = \sigma_{m\acute{a}x} - \sigma_{m\acute{i}n}$ e com alguma manipula\c{c}\~{a}o, podemos chegar \c{a} rela\c{c}\~{a}o:

$$\sigma_{m\acute{a}x} = S_{rt} + (S_{rt} - \sigma_0) \cdot R \quad \text{Equa\c{c}\~{a}o 4-17}$$

Conhecida como f\~{o}rmula de Launhardt, limitada para o intervalo $0 \leq R \leq 1$. Mais tarde, (149) prop\~{o}s nova formula\c{c}\~{a}o **Equa\c{c}\~{a}o 4-1**, em fun\c{c}\~{a}o de σ_{-1} (tens\~{a}o m\c{a}xima para ensaios $R = -1$), estendendo a faixa de validade para $-1 \leq R \leq 0$:

$$\sigma_{m\acute{a}x} = S_{rt} + (\sigma_0 - \sigma_{-1}) \cdot R \quad \text{Equa\c{c}\~{a}o 4-18}$$

As duas f\~{o}rmulas anteriores s\~{a}o conhecidas como f\~{o}rmulas de Launhardt-Weyrauch, e apresentam resultados muito conservativos (152) citado em (149).

Merriman (153), citado em (149), argumentou que o fim dos pontos das equa\c{c}\~{o}es de Launhardt-Weyrauch (151) deveriam ser ligados por uma curva suave, e prop\~{o}s a o expressado na **Equa\c{c}\~{a}o 4-19**:

$$\sigma_{m\acute{a}x} = \sigma_0 + \left(\frac{S_{rt} - \sigma_{-1}}{2} \right) \cdot R + \left(\frac{S_{rt} - \sigma_{-1} + 2 \cdot \sigma_0}{2} \right) \cdot R^2 \quad \text{Equa\c{c}\~{a}o 4-19}$$

Em 1889, foi apresentada a **Equa\c{c}\~{a}o 4-20** para o dimensionamento de pontes Fowler (154) citado em (149):

$$\sigma_{m\acute{a}x} = \frac{S_y \cdot (1+R)}{2} \quad \text{Equa\c{c}\~{a}o 4-20}$$

Onde se introduziu S_y , a resist\ec{e}ncia de escoamento do material.

Em 1897, Johnson, citado em (149), criticou as f\~{o}rmulas de Launhardt-Weyrauch (151) e prop\~{o}s a utiliza\c{c}\~{a}o da **Equa\c{c}\~{a}o 4-21** como sua substituta:

$$\sigma_{m\acute{a}x} = \frac{S_{rt}}{(2-R)} \quad \text{Equa\c{c}\~{a}o 4-21}$$

Rearranjando a **Equa\c{c}\~{a}o 4-21** pode-se reescrever em termos de $\Delta\sigma$ e $\sigma_{m\acute{i}n}$ da seguinte maneira (149):

$$\sigma_{m\acute{i}n} + 2 \cdot \Delta\sigma = S_{rt} \quad \text{Equa\c{c}\~{a}o 4-22}$$

Ou:

$$\sigma_a = \frac{S_{rt}}{3} \cdot \left(1 - \frac{\sigma_m}{S_{rt}}\right) \quad \text{Equação 4-23}$$

Ou, ainda:

$$\sigma_{m\acute{a}x} = \frac{S_{rt}}{2} \cdot \left(1 + \frac{\sigma_{m\acute{i}n}}{S_{rt}}\right) \quad \text{Equação 4-24}$$

Com outra linha de raciocínio, Gerber (155), citado em (149), utilizou os resultados obtidos por Wöhler para elaborar especificações sobre as tensões admissíveis que poderiam ser aplicadas em projetos de pontes ferroviárias. No seu trabalho, publicado em 1874, Gerber relaciona os resultados obtidos por Wöhler na seguinte relação parabólica **Equação 4-25** (149):

$$\left(\frac{\sigma_{m\acute{i}n}}{S_{rt}}\right)^2 + \frac{1}{4} \cdot \left(\frac{\Delta\sigma}{S_{rt}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{m\acute{i}n} \cdot \Delta\sigma}{S_{rt}^2}\right) + \left(\frac{\Delta\sigma}{S_{rt}}\right) \cdot k = S_{ar} \cdot k \quad \text{Equação 4-25}$$

Onde k é uma constante de ajuste e S_{ar} é o limite de resistência à fadiga para a condição $R = -1$. Temos a equação de Basquin **Equação 4-26**, que descreve a relação entre S_{ar} e a vida N_L :

$$S_{ar} = S'_{f_{R=-1}} \cdot (2N_L)^{b_{R=-1}} \quad \text{Equação 4-26}$$

A **Equação 4-26** após algumas simplificações pode ser reescrita em termos das tensões média e alternada como:

$$\frac{\sigma_a}{S_{ar}} + \left(\frac{\sigma_m}{S_{rt}}\right)^2 = 1 \quad \text{Equação 4-27}$$

Goodman (156), citado em (149), em 1899, propôs que a máxima carga de segurança operacional seria determinada usando a teoria dinâmica, justificando a utilização desta pela facilidade de memorização, e por obter resultados tão bons quanto, ou melhores, do que outras fórmulas de projeto disponíveis na época. A teoria dinâmica supõe que as cargas variantes são equivalentes às cargas aplicadas repentinamente. Conseqüentemente, um material não romperá, a menos que as cargas dinâmicas excedam a resistência estática do material. A representação gráfica dessas condições foi chamada de diagrama de Goodman, por Gough (157) e Moore e Kommers (158). Já duas décadas antes, Goodman havia realizado um trabalho derivando de tal teoria, para a utilização em projetos de pontes. Ele comparou os resultados da teoria dinâmica com os dados obtidos por Wöhler, mostrando boa aderência, e adicionou que as fórmulas de Launhardt-Weyrauch necessitavam de um fator de segurança que considerasse a natureza dinâmica dos esforços (149).

Haigh (159), citado em (149), considerando níveis de vida constante, mostrou a relação:

$$\sigma_a = S_{ar} \cdot \left(1 - \frac{\sigma_m}{S_{rt}}\right) \quad \text{Equação 4-28}$$

Onde S_{ar} é o limite de resistência à fadiga sob condições de carregamento reverso. Esta equação ficou erroneamente conhecida como equação de Goodman, e o diagrama correlacionando os parâmetros de carregamento com esta, o diagrama de Goodman.

Na **Figura 4.11** estão representados os modelos de Goodman e Gerber para os dados obtidos por Wöhler, visualizados no diagrama proposto por Gerber em 1874 (155).

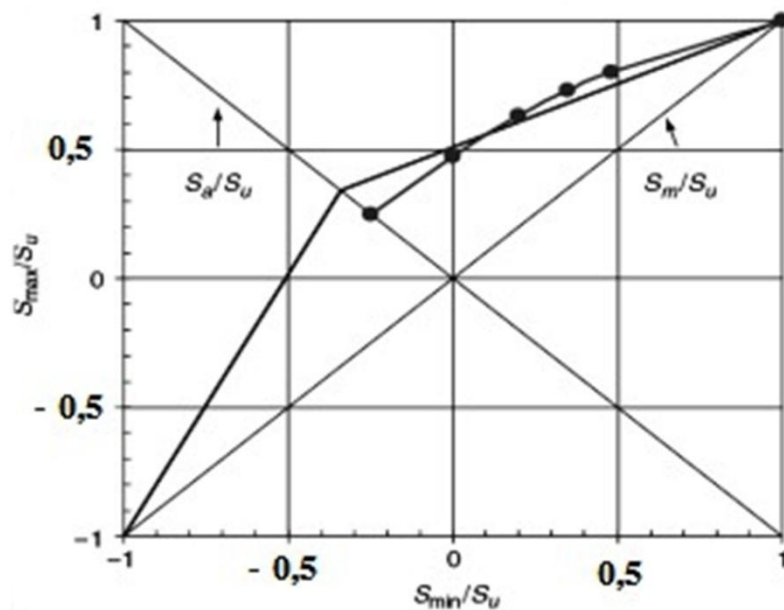


Figura 4.11 Aderência dos modelos de Gerber e Goodman para os dados obtidos por Wöhler (149).

Em 1923, Wilson e Haig (160) propuseram a modificação do diagrama $\sigma_a - \sigma_m$, incluindo a linha que define a condição de escoamento do material (149):

$$\sigma_a + \sigma_m = S_y \quad \text{Equação 4-29}$$

Adicionando um limite de segurança adicional ao diagrama de Goodman, que ficou conhecido como diagrama de Goodman modificado.

No sentido de promover algumas simplificações nos diagramas, Soderberg (1930), citado em (149), sugeriu uma alteração na equação de Goodman, substituindo S_{rt} por S_y , o limite de escoamento do material:

$$\sigma_a = S_{ar} \cdot \left(1 - \frac{\sigma_m}{S_y}\right) \quad \text{Equação 4-30}$$

Na **Figura 4.12** está ilustrada a forma geral das relações de Gerber e Goodman quando visualizadas no diagrama de Haig. Na **Figura 4.13**, a relação de Goodman plotada no diagrama de Haig (159).

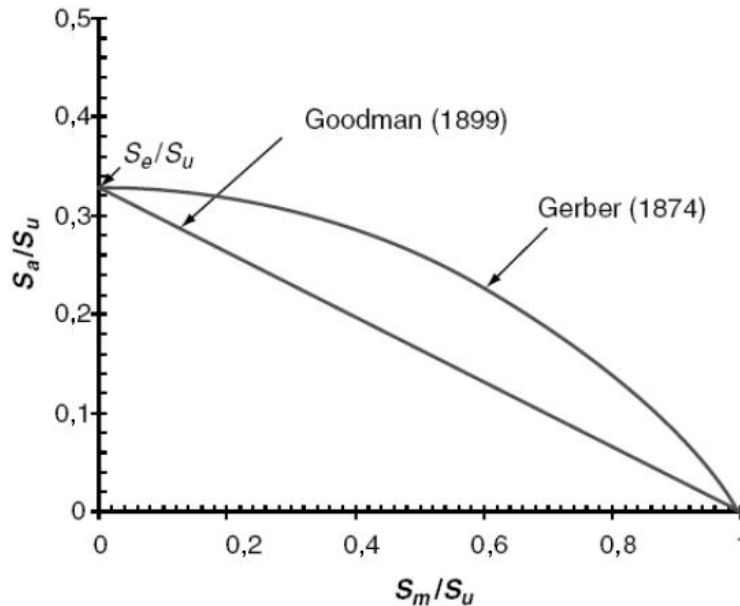


Figura 4.12 Representação das relações de Gerber e Goodman quando plotadas no diagrama de Haig (149).

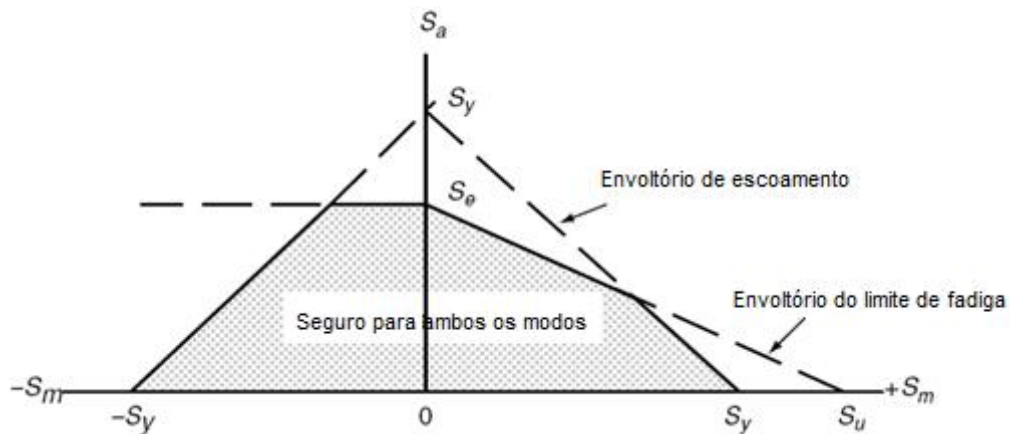


Figura 4.13 Representação da relação de Goodman modificada quando plotada no diagrama de Haig (149) [adaptado].

Morrow (161), em 1968, sugeriu que $\sigma_{m\acute{a}x}$ não poderia exceder o coeficiente de resistência à fadiga do material S'_f em uma reversão (149):

$$\sigma_a = S_{ar} \cdot \left(1 - \frac{\sigma_m}{S'_f}\right) \quad \text{Equação 4-31}$$

Sendo a **Equação 4-32** que correlaciona σ_a , σ_m à vida:

$$\sigma'_a = (S'_f - \sigma_m) \cdot (2N)^b \quad \text{Equação 4-32}$$

A diferença entre as relações de Goodman e Morrow podem ser observadas na **Figura 4.14**.

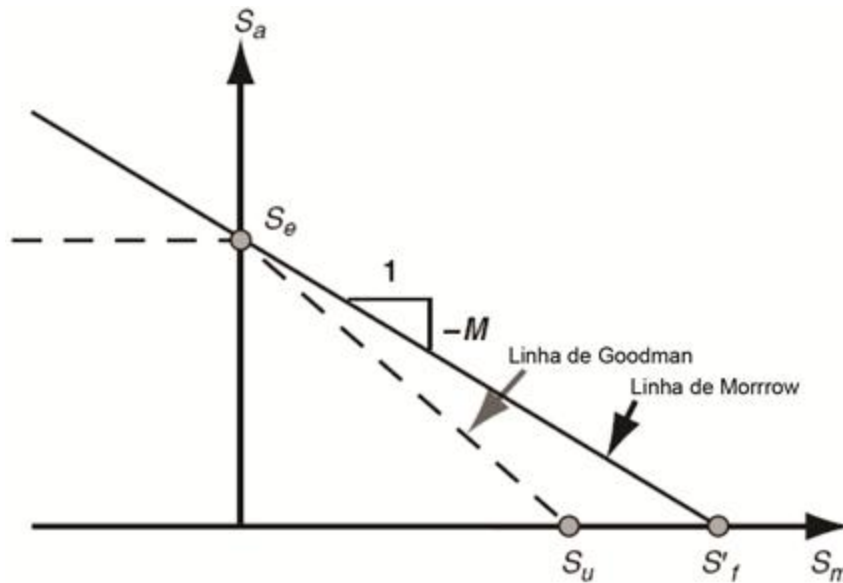


Figura 4.14 Representação esquemática das relações de Goodman e de Morrow (149).

O valor negativo do declive na curva é denominado como fator de sensibilidade à tensão média, M . Sendo ele conhecido, a equação para correção da tensão média será a **Equação 4-33**:

$$S_{ar} = \sigma_a + M \cdot \sigma_m \quad \text{Equação 4-33}$$

Sonsino e Radaj (162), citados em (149), introduziram um modelo empírico para tensões médias relativamente altas, baseado no conceito do fator M , verificando que ele pode variar em função do nível da tensão média. Por exemplo, para $-1 \leq R \leq 0$, M pode ser estimado pela **Equação 4-34**:

$$M = \frac{S'_{f|R=-1} - S'_{f|R=0}}{S'_{f|R=0}} \quad \text{Equação 4-34}$$

Para níveis de tensões médias baixas e compressivas ($-\infty < R < -1$), o fator de sensibilidade, chamado de M_2 , poderá variar entre 0 e M . Já para níveis de tensão elevados ($0 \leq R \leq 1$ ou $\sigma_a < \sigma_m$), o fator, representado por M_3 será da ordem de $M/3$, como ilustrado na **Figura 4.15**.

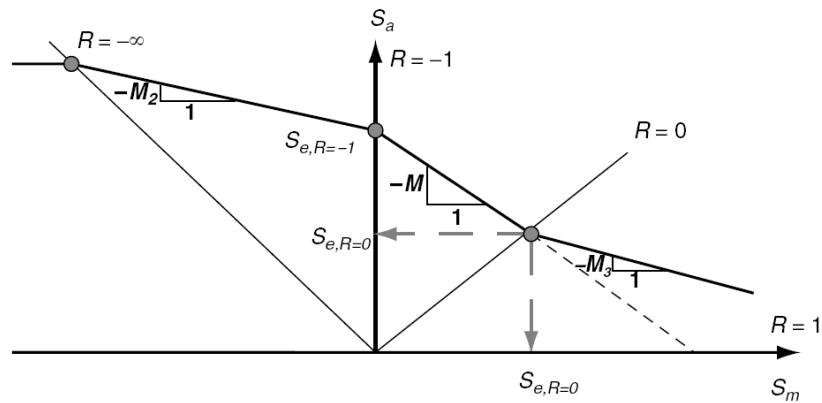


Figura 4.15 Comportamento da curva de falha em função do fator de sensibilidade à tensão média (149).

Ainda considerando observações empíricas, é possível verificar que carregamentos com amplitudes relativamente baixas e tensões médias relativamente elevadas induzem o aparecimento da falha antes do previsto pelo uso do fator M . Tal comportamento está descrito em Schütz (163), citado em (149), que pôde verificar com base em resultados experimentais o aumento do fator M com o aumento da tensão de resistência do material, conforme a **Figura 4.16**.

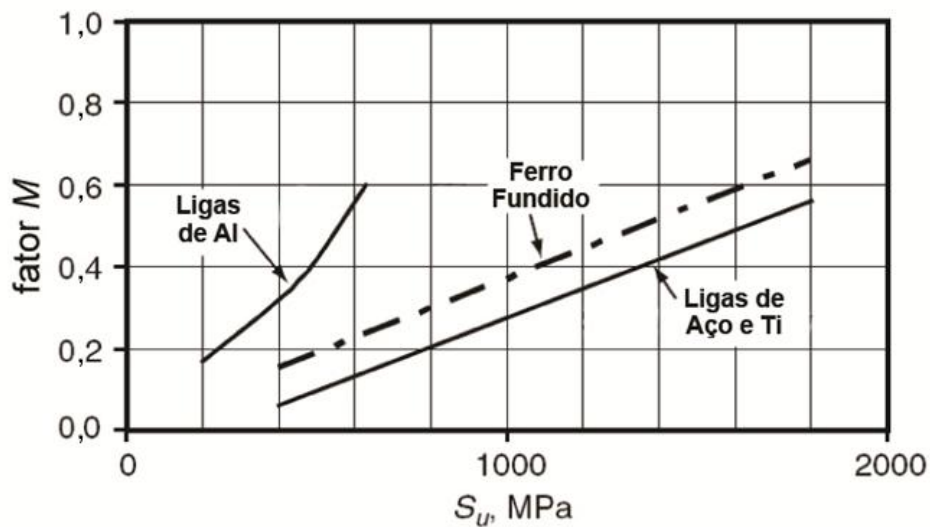


Figura 4.16 Efeito da resistência à tração, S_u , sobre o fator de sensibilidade à tensão média, M (149) [adaptado].

Na intenção de contornar o problema da previsão de falha sob condições de carregamento com amplitudes de tensão relativamente baixas e tensões médias elevadas, a relação SWT proposta por Smith, Watson e Topper (164), citados em (149), é indicada.

Nessa relação, a tensão equivalente ao limite de resistência à fadiga para a condição $R = -1$, S_{ar} pode ser expressa das seguintes formas:

$$S_{ar} = \sqrt{\sigma_a \cdot \sigma_{m\acute{a}x}} \quad \text{Equação 4-35}$$

$$S_{ar} = \sigma_{m\acute{a}x} \sqrt{\frac{1-R}{2}} \quad \text{Equação 4-36}$$

$$S_{ar} = \sigma_a \sqrt{\frac{2}{1-R}} \quad \text{Equação 4-37}$$

Walker (1970), citado em (149), apresentou um critério semelhante ao SWT, utilizando um fator γ que possibilita um ajuste da curva em relação aos dados experimentais, sendo a diferença entre os modelos. Quando $\gamma = 1/2$ os modelos são exatamente iguais. O modelo de Walker está formulado nas **Equações 4-38, 4-39 e 4-40**:

$$S_{ar} = \sigma_{m\acute{a}x}^{\gamma-1} \cdot \sigma_a^\gamma \quad \text{Equação 4-38}$$

$$S_{ar} = \sigma_{m\acute{a}x} \cdot \left(\frac{1-R}{2}\right)^\gamma \quad \text{Equação 4-39}$$

$$S_{ar} = \sigma_a \cdot \left(\frac{2}{1-R}\right)^{\gamma-1} \quad \text{Equação 4-40}$$

Para tensões médias relativamente pequenas, as abordagens propostas por Smith, Watson e Topper e por Morrow podem ser consideradas mais adequadas do que a de Goodman. Em geral, o modelo SWT adere de maneira satisfatória a dados experimentais para a maioria dos metais estruturais, especialmente para ligas de alumínio (149).

Ainda considerando resultados empíricos, Berkovits e Fang (165), citados em (149), e mais recentemente Kwofie (166), citado em (149), propuseram relações matemáticas generalizadas para descrever o efeito da tensão média sobre a resistência à fadiga. Substituindo a constante k na equação de Basquin por uma função dependente de σ_m , S_{ar} e S_{rt} ou S_y . Assim, temos a relação tensão-vida na **Equação 4-41**:

$$S_a = S'_{f_{R=-1}} \cdot e^{\left(-\alpha \frac{\sigma_m}{S_{rt}}\right)} \cdot N^{b_{R=-1}} \quad \text{Equação 4-41}$$

Onde $S'_{f_{R=-1}}$ é o coeficiente de resistência à fadiga e α é um parâmetro representante da sensibilidade do material à presença da tensão média. De acordo com Kwofie, o valor de α é da ordem de 1. Se α tende para 0, o material tende a apresentar insensibilidade à presença da tensão média, e se ele tende a ser maior do que 1, o material apresenta forte sensibilidade (149).

Na **Figura 4.17** representa-se o comportamento da equação de Walker para diversos γ .

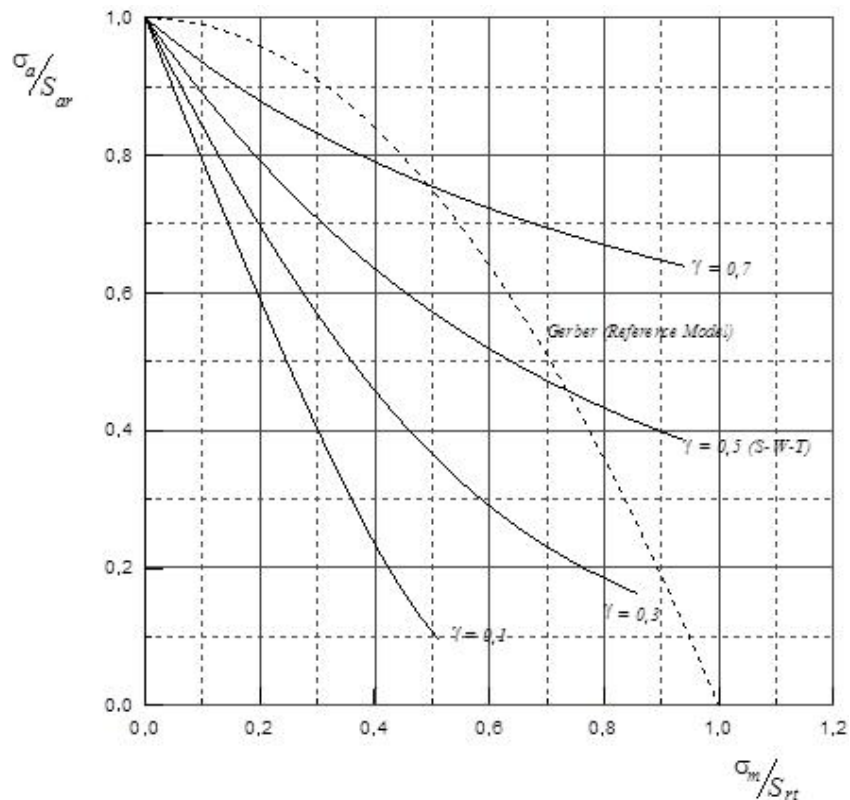


Figura 4.17 Comportamento típico da Equação de Walker para diversos valores de γ (149).

Na **Figura 4.18** é representado o comportamento da equação de Kwofie para diversos valores de α .

É possível mostrar, reescrevendo as **Equações 4-26 e 4-41**, que para uma vida N , a relação entre os parâmetros que controlam o efeito da tensão média é dada pela **Equação 4-42** (149):

$$\sigma_a = S_{ar} \cdot e^{\left(-\alpha \frac{\sigma_m}{S_{rt}}\right)} \quad \text{Equação 4-42}$$

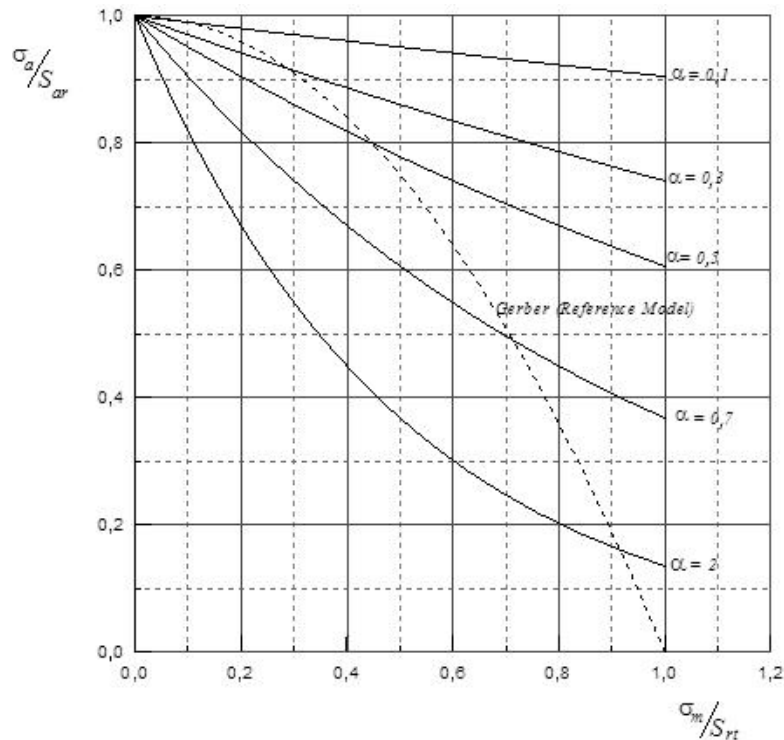


Figura 4.18 Comportamento típico da Equação de Kwofie para diversos valores de α (149).

Que expressa em termos de série de potências, pode ser representada pela **Equação 4-43** (149):

$$\sigma_a \cong \sum_{i=0}^n \frac{1}{i!} \cdot \left(-\alpha \frac{\sigma_m}{S_{rt}} \right)^i \quad \text{Equação 4-43}$$

Admitindo que $\alpha \frac{\sigma_m}{S_{rt}} \rightarrow 0$, temos como consequência que os termos de ordem superior convergirão rapidamente para zero. Nesse caso, a função assumirá a forma da **Equação 4-44**:

$$\sigma_a \cong S_{ar} \cdot \left(1 - \alpha \frac{\sigma_m}{S_{rt}} \right) \quad \text{Equação 4-44}$$

Permitindo verificar com facilidade que, de acordo com o valor de α a expressão assumirá alguns valores clássicos (149).

De acordo com a ASM (133), a relação de Goodman apresenta bons resultados para metais frágeis, mas se torna muito conservativa para metais dúcteis, a de Gerber tem bons resultados para metais dúcteis, e a de Soderberg se dá como muito conservativa para a maioria dos casos, sendo de boa aplicabilidade para projetos com maior grau de segurança.

As relações mais utilizadas, de Goodman, Gerber e Soderberg, estão comparadas na **Figura 4.19**.

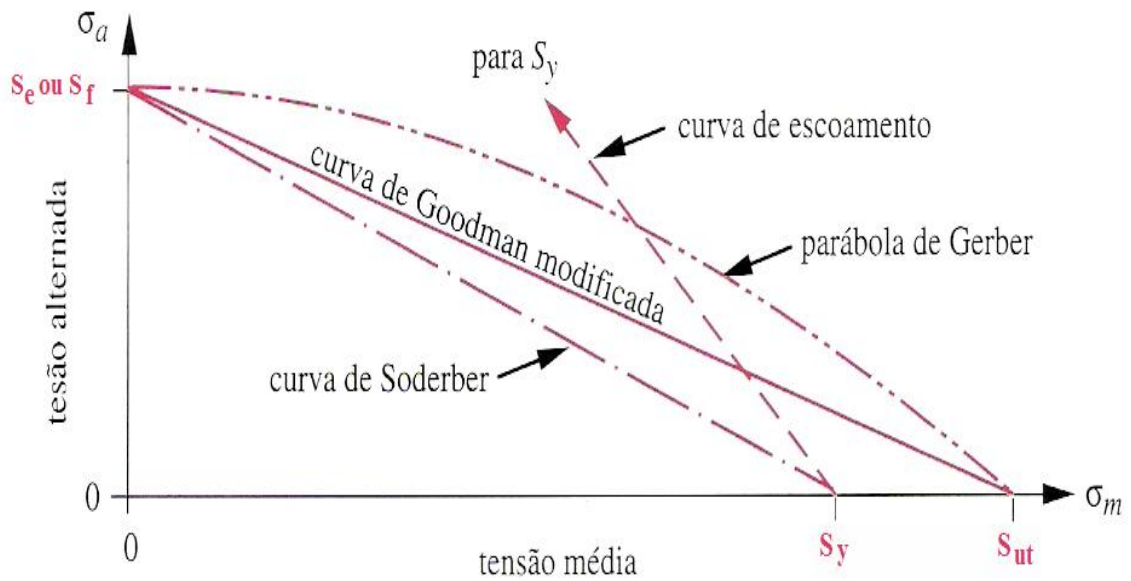


Figura 4.19 Diversas curvas de falha para tensões cíclicas (149).

Na **Tabela 4.2** estão resumidas as equações a serem utilizadas para a avaliação da influência dos modelos sobre a resistência à fadiga.

Tabela 4.2 Soluções particulares do modelo generalizado de Kwofie (149).

Hipóteses	Equação Resultante	Modelo
$\alpha = 1$	$\frac{\sigma_a}{S_{ar}} + \frac{\sigma_m}{S_{rt}} = 1$	Goodman, Equação 4-28
$\alpha = 1$; S_y controla o efeito da tensão média	$\frac{\sigma_a}{S_{ar}} + \frac{\sigma_m}{S_y} = 1$	Soderberg, Equação 4-30
$\alpha = f\left(\frac{\sigma_m}{S_{rt}}\right) = \frac{\sigma_m}{S_{rt}}$	$\frac{\sigma_a}{S_{ar}} + \left(\frac{\sigma_m}{S_{rt}}\right)^2 = 1$	Gerber, Equação 4-27
$\alpha = f\left(\frac{\sigma_m}{S'_f}\right) = \frac{\sigma_m}{S'_f}$	$\frac{\sigma_a}{S_{ar}} + \left(\frac{\sigma_m}{S'_f}\right)^2 = 1$	Morrow, Equação 4-31
$\alpha = f(\sigma_m, S_{rt}, R) = -\frac{S_{rt}}{2 \cdot \sigma_m} \cdot \ln\left(\frac{1-R}{2}\right)$	$\sigma_a = S_{ar} \cdot \sqrt{\frac{1-R}{2}}$	Smith-Watson- Topper, Equação 4-36
$\alpha = f(\sigma_m, S_{rt}, R) = -\frac{\gamma \cdot S_{rt}}{\sigma_m} \cdot \ln\left(\frac{1-R}{2}\right)$	$\sigma_a = S_{ar} \cdot \left(\frac{1-R}{2}\right)^\gamma$	Walker, Equação 4-39
$\alpha \frac{\sigma_m}{S_{rt}} \rightarrow 0$	$S_{ar} = \frac{\sigma_a}{1 - \alpha \frac{\sigma_m}{S_{rt}}}$	Kwofie, Equação 4-44

4.5 Tensão de flexão em vigas

4.5.1 Algumas limitações importantes da teoria

A teoria de tensões de flexão nas vigas se aplica para vigas admitidas com suficiente estabilidade lateral, em virtude de suas proporções, ou suficientemente reforçadas na direção transversal.

4.5.1.1 Premissa cinemática básica

Hipótese fundamental da teoria da flexão: As seções planas de uma viga, tomadas normalmente a seu eixo, permanecem planas após a viga ser submetida à flexão. Hipótese válida quando o material se comporta elasticamente ou plasticamente, desde que a relação espessura/comprimento da viga seja pequena (144).

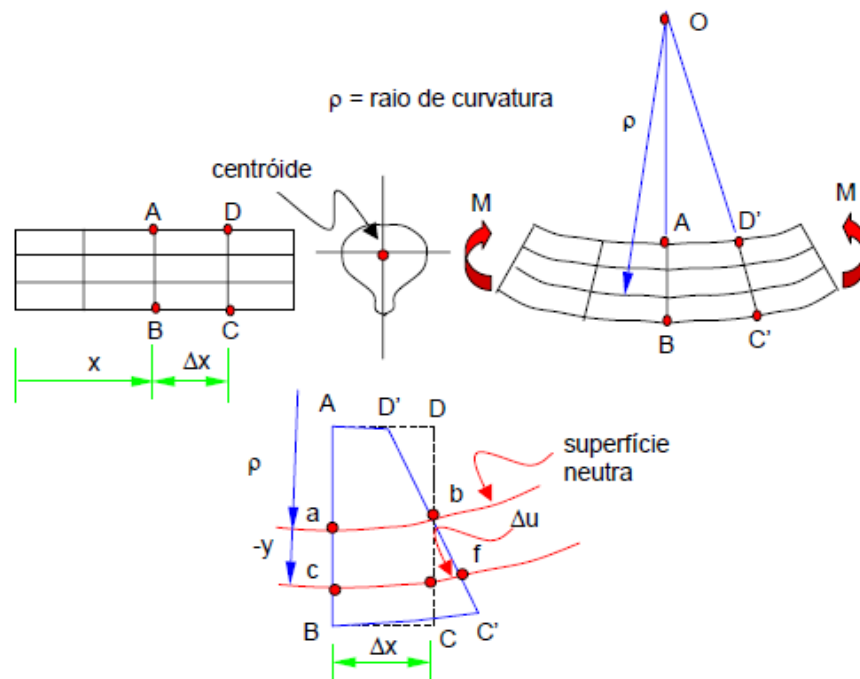


Figura 4.20 Viga submetida à flexão pura (144).

A expressão de deformação linear num ponto qualquer da viga é definida da forma:

$$\varepsilon = \lim_{\Delta x \rightarrow 0} \frac{\Delta U}{\Delta x} = \frac{du}{dx} \quad \text{Equação 4-45}$$

Da hipótese de que as seções permanecem planas depois de deformadas, observa-se que a deformação evolui de forma linear ao longo da espessura da viga: onde ε_{\max} é a máxima deformação que ocorre no ponto mais distante da superfície neutra, c. Dessa

forma, a deformação em um ponto genérico, distante y da superfície neutra é da forma (144):

$$\varepsilon = \varepsilon_{max} \frac{y}{c} \quad \text{Equação 4-46}$$

4.5.1.2 Fórmula da flexão elástica

Considerando o material trabalhando dentro da região elástico-linear, a Lei de Hooke, $\sigma = E \varepsilon$, se aplica. Logo:

$$\sigma_x = E \frac{\varepsilon_{max}}{c} y = \frac{\sigma_{max}}{c} y \quad \text{Equação 4-47}$$

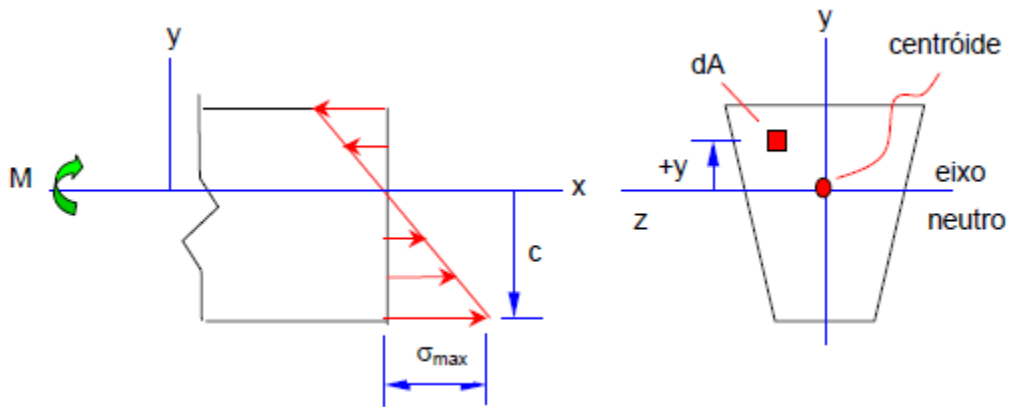


Figura 4.21 Distribuição das tensões de flexão numa viga (144).

Impondo o equilíbrio de forças na direção x , temos:

$$\sum F_x = 0, \int_A \sigma_x dA = 0 \quad \text{Equação 4-48}$$

Substituindo a Equação 4-47 na **Equação 4-48**, temos:

$$\int_A \frac{\sigma_{max}}{c} y dA = 0 \quad \text{Equação 4-49}$$

Como σ_{max} e c são valores constantes e não nulos:

$$\int_A y dA = 0 \quad \text{Equação 4-50}$$

De acordo com a equação para determinar a posição do centróide $\bar{y} = \frac{\int_A y dA}{\int_A dA} = 0$ conclui-se que o eixo neutro passa pelo centróide da seção transversal da viga (144).

O momento interno atuante na seção transversal é a soma dos momentos infinitesimais atuantes nas área dA . Assim, temos:

$$M = \int_A \sigma_x dA y \quad \text{Equação 4-51}$$

Substituindo a **Equação 4-47** na **Equação 4-51**:

$$M = \int_A \frac{\sigma_{max}}{c} y^2 dA \quad \text{Equação 4-52}$$

O momento de inércia da seção transversal, I, em relação ao eixo que passa seu centróide é definido como:

$$I = \int_A y^2 dA \quad \text{Equação 4-53}$$

Das **Equações 4-52** e **4-53**, é possível obter a expressão da máxima tensão de flexão:

$$\sigma_{max} = \frac{Mc}{I} \quad \text{Equação 4-54}$$

Substituindo a **Equação 4-54** na **Equação 4-47**, obtém-se a expressão genérica de tensão de flexão em vigas em um ponto distante y da superfície neutra (144):

$$\sigma_x = -\frac{My}{I} \quad \text{Equação 4-55}$$

Para y positivo → Tensão de compressão	}	Momento Positivo
Para y negativo → Tensão de tração		

5. MATERIAIS E MÉTODOS

5.1 Fluxograma de atividades

As amostras de Ti-35Nb-7Zr-5Ta foram desenvolvidas por meio da utilização da Metalurgia do Pó nas instalações da Divisão de Materiais do Instituto de Aeronáutica e Espaço.

Neste capítulo são descritos os passos para a elaboração das amostras, mostrados na **Figura 5.1**, assim como os diferentes ensaios realizados. A obtenção das amostras foi baseada em estudo prévio (54). Foram reproduzidas todas as condições de elaboração antes utilizadas, visando desenvolver amostras com as mesmas características para dar continuidade à pesquisa.

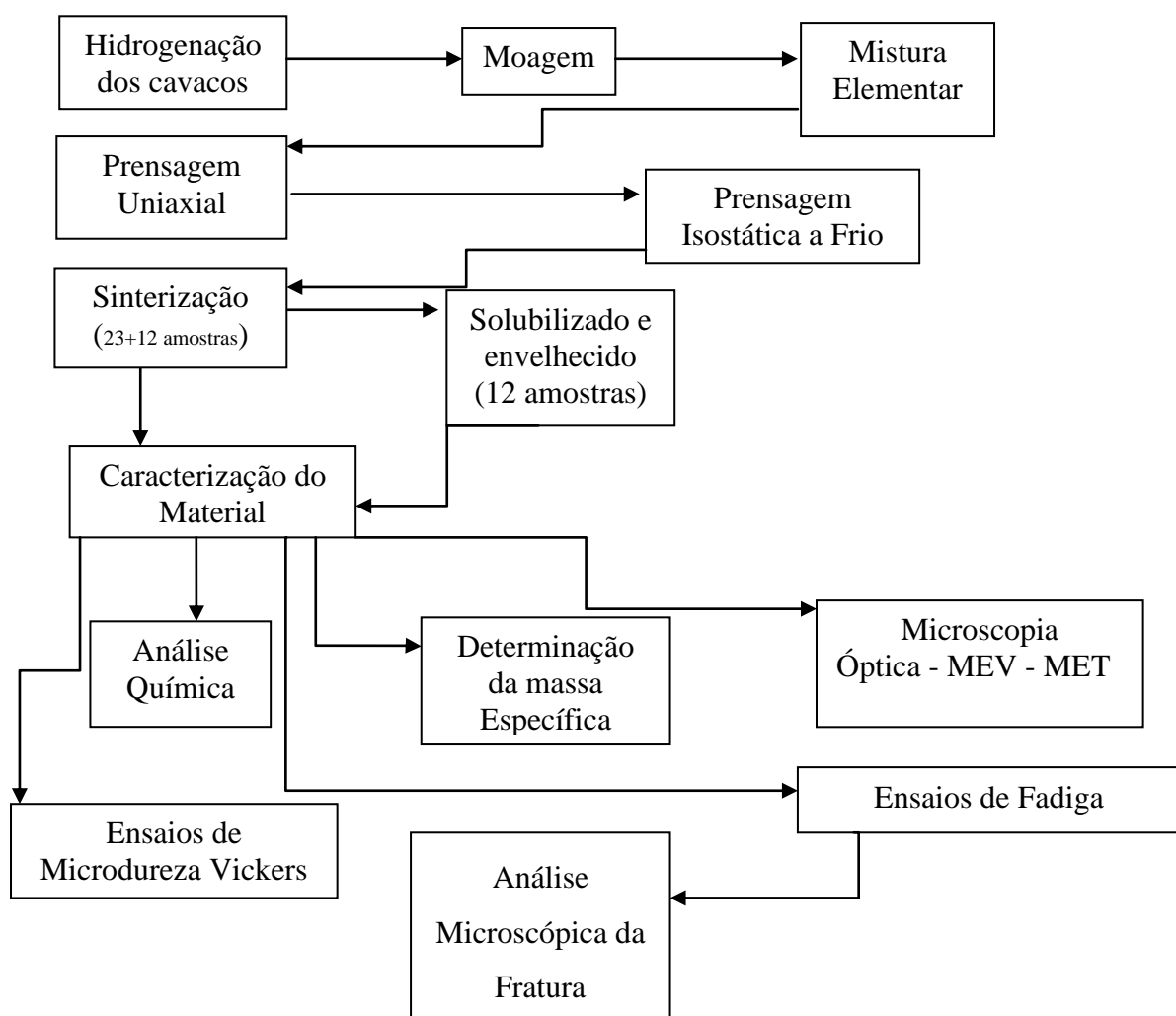


Figura 5.1 Fluxograma de atividades desenvolvidas na pesquisa.

5.2 Obtenção dos pós

Por meio do processo de hidrogenação – desidrogenação obtiveram-se os pós de todos os elementos da liga. Os referidos pós foram utilizados em seu estado hidrogenado na obtenção dos corpos a verde.

Para a obtenção de pós de Ti e Zr, foram utilizados finos de esponja, produzidos no próprio instituto. Os mesmos foram lavados com acetona e secos ao ar. Utilizou-se um forno Astro 1000, da Thermal Technology, de alto vácuo e temperatura máxima de 2500°C para realização da etapa de hidrogenação. O tratamento realizou-se a 500 °C durante 3 horas sob pressão de 1 atm (manométrica).

O material, quebradiço, após o resfriamento foi moído a temperatura ambiente e sob vácuo de 10^{-3} Torr. O moinho utilizado foi construído com aço inox e revestido com Ti, utilizando como elemento triturador bolas de Ti, evitando-se assim a contaminação dos pós com outros elementos.

O Departamento de Materiais da Escola de Engenharia de Lorena foi o fornecedor dos cavacos de Nb e Ta obtidos de lingotes comercialmente puros destes materiais. Os pós de Nb e Ta foram elaborados por meio dos mesmos procedimentos antes descritos, variando-se a temperatura da hidrogenação para 800 °C.

A desidrogenação foi efetuada durante o processo de sinterização. Com isto obteve-se maior ativação do processo de sinterização devido à movimentação atômica do hidrogênio durante o processo. Outro benefício foi a redução de custos, uma vez que a desidrogenação é dispendiosa e demorada.

5.3 Processo de obtenção das amostras

Foi utilizada a técnica de *Blended Elemental* (BE) para misturar os pós hidrogenados, seguindo-se a sequência de prensagens uniaxial e isostática a frio e sinterização sob vácuo. A utilização destas técnicas visou aperfeiçoar os parâmetros do processo.

5.3.1 Preparação da mistura de pós.

Os pós foram introduzidos separadamente em estufa por uma hora e em seguida misturados num moinho planetário Fritsch 05-2001 durante 30 min., sendo adicionadas 5 gotas de álcool.

5.3.2 Prensagem uniaxial

As amostras foram preparadas num molde com as dimensões 42 x 4,6 x 3,55 mm e um peso de 5g obtidas com a utilização de molde de aço. A compactação foi executada

utilizando-se uma prensa hidráulica uniaxial Marconi, modelo 0981, com o preenchimento dos moldes de forma homogênea. Não foram utilizados desmoldantes para evitar contaminação das amostras de Ti. A carga de compactação utilizada foi de 50 MPa, durante 30s, com subsequente descompressão de 60s.

5.3.3 Prensagem isostática a frio

Para realizar a prensagem isostática a frio foi necessário encapsular sob vácuo as amostras em molde de látex e introduzi-las no vaso de pressão sob pressão de 300 MPa por 30 s.

5.3.4 Sinterização

Todas as amostras foram sinterizadas a 1500 °C, em vácuo de 10^{-7} Torr, com taxa de aquecimento de 20 °C/min. O tratamento nesta temperatura foi mantido por duas horas. Utilizou-se um forno ao vácuo Termal Technology Inc 1000-3600-FP 20, com elemento resistivo de grafite, área útil de 120 cm² e temperatura máxima de 2500 °C.

5.4 Tratamentos térmicos

O tratamento de solubilização foi realizado no CTA, mediante aquecimento das amostras a 1100 °C, em forno de alto vácuo, a 10^{-7} Torr por 3 horas, com resfriamento no forno.

Para o tratamento de envelhecimento, realizado na UnB, foi necessário encapsular ao vácuo as amostras, como se observa nas imagens da **Figura 5.2**. Utilizou-se tubo de quartzo, e vácuo de 10^{-4} mbar, seguido por aquecimento no forno até a temperatura de 400 °C, por 72 horas e esfriamento na água.



Figura 5.2 Bomba de alto vácuo e cápsula de quartzo com a amostra dentro.

5.5 Corpos de prova para fadiga, dureza, microestrutura e MEV

Foram elaborados 35 corpos de prova, 23 foram ensaiados logo após o processo de sinterização e outros 12 foram primeiramente submetidos a tratamento de solubilização e envelhecimento. Os corpos de prova utilizados apresentam formato de viga de seção retangular, com dimensões médias aproximadas de 42 mm de comprimento x 4,60 mm de largura x 3,55 mm de altura. Suas dimensões foram determinadas pelos limites tecnológicos do processo de fabricação.



Figura 5.3 Imagem de um corpo de prova.

Corpos de prova que tinham dimensões similares, utilizados em outros testes semelhantes de fadiga por flexão em 4 pontos (31), demonstraram bons resultados.

As dimensões dos CPs foram medidas com um paquímetro digital Mitutoyo *Digimatic Caliper*. As **Tabelas 5.1** e **5.2** apresentam as dimensões de largura (b) e altura (h) de cada CP, utilizadas na obtenção das forças aplicadas sobre os CPs durante os testes. Definiu-se a tensão para o primeiro ensaio abaixo da tensão de ruptura do material $S_{rt}=596,5$ MPa (85).

Tabela 5.1 Dimensões de largura e altura de cada corpo de prova do material apenas sinterizado.

CP	<i>b</i> [mm]	<i>h</i> [mm]	CP	<i>b</i> [mm]	<i>h</i> [mm]
1	4,63	3,57	13	4,51	3,46
2	4,62	3,51	14	4,59	3,53
3	4,61	3,62	15	4,56	3,51
4	4,56	3,50	16	4,39	4,53
5	4,60	3,74	17	4,56	4,17
6	4,56	3,46	18	4,63	4,50
7	4,66	3,70	19	4,68	4,07
8	4,60	3,60	20	4,61	4,28
9	4,60	3,43	21	4,57	4,33
10	4,61	3,48	22	4,63	4,36
11	4,62	3,47	23	4,61	4,23
12	4,67	3,73	Media	4,59	3,82
			Desvio Padrão	0,059	0,386
			Coef. Variação	1,3%	4,3%

Tabela 5.2 Dimensões de largura e altura de cada corpo de prova do material solubilizado e envelhecido.

CP	<i>b</i> [mm]	<i>h</i> [mm]
1	4,72	4,20
2	4,71	4,24
3	4,68	4,29
4	4,71	4,21
5	4,62	4,48
6	4,69	4,28
7	4,63	4,12
8	4,66	4,35
9	4,70	4,46
10	4,62	4,49
11	4,77	4,31
12	4,53	4,42
Media	4,67	4,32
Desvio Padrão	0,062	0,120
Coef. Variação	1,3%	2,7%

5.6 Análise da microestrutura

Foram obtidas imagens de microscopia ótica, eletrônica de varredura e de transmissão. O microscópio ótico utilizado foi um OLYMPUS BX51, pertencente ao Laboratório de

Materiais da Faculdade de Tecnologia. As imagens de MEV foram obtidas num microscópio Philips Quanta 200 3D, no Instituto de Biologia, ambos na Universidade de Brasília.

Utilizaram-se aumentos de 100, 200 e 500X na microscopia ótica. Os parâmetros na microscopia de Varredura foram aumentos de 250, 500, 1000 e 4000X e potência do feixe de elétrons de 20KV.

Primeiramente foram preparadas as amostras seguindo o procedimento padrão de lixamento em sequência de lixas com granulometria entre 80 e 2000. Aplicou-se polimento mecânico-químico em pano de feltro com alumina e água oxigenada. Finalizou-se o processo com ataque químico com reagente Kroll nas proporções 1,5 ml HF; 2,5ml HNO₃; 100 ml H₂O. Foram também realizadas análises de Energia Dispersiva de Raios X (EDS) utilizando-se o próprio detector de raios X acoplado ao Microscópio Eletrônico de Varredura.

As amostras para microscopia de transmissão foram preparadas e analisadas no IPEN-USP-SP seguindo procedimentos padrões para elaboração das mesmas.

No processo de preparação das amostras para o MET primeiro cortaram-se laminas das amostras num equipamento de corte de precisão. Logo se obtiveram discos de 3 mm de diâmetro com ajuda do equipamento de eletro erosão exibido na **Figura 5.4**. Seguidamente se lixaram as amostras até que se atingisse uma espessura de 70µm. Para isto, foi utilizada uma sequência de lixas, com granulometria entre 600 e 2000, sendo necessário um dispositivo para segurar as amostras, **Figura 5.5**, por causa de seu pequeno tamanho.

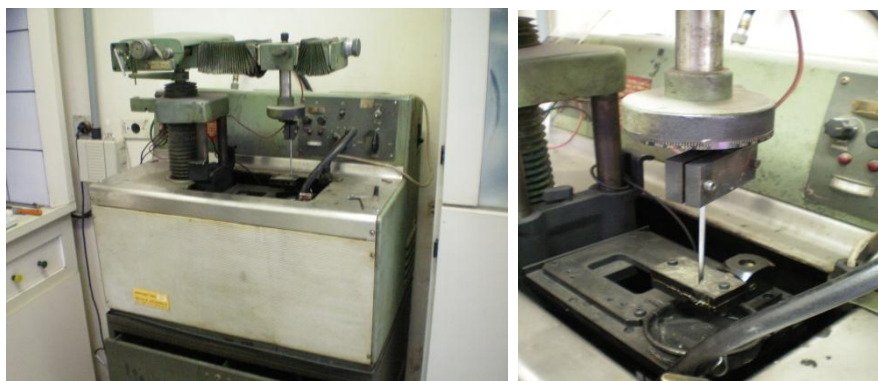


Figura 5.4 Imagem do equipamento de eletroerosão.



Figura 5.5 Dispositivo para segurar as amostras durante o lixamento.

Na **Figura 5.6** se mostra a imagem do equipamento onde é concluído o afinamento da amostra num processo de polimento eletrolítico. Utilizou-se eletrólito composto de ácido perclórico e ácido acético num processo de afinamento de jato eletrolítico. Na **Figura 5.7** é mostrado esquematicamente como deve ficar a amostra para a obtenção de boas imagens no MET.

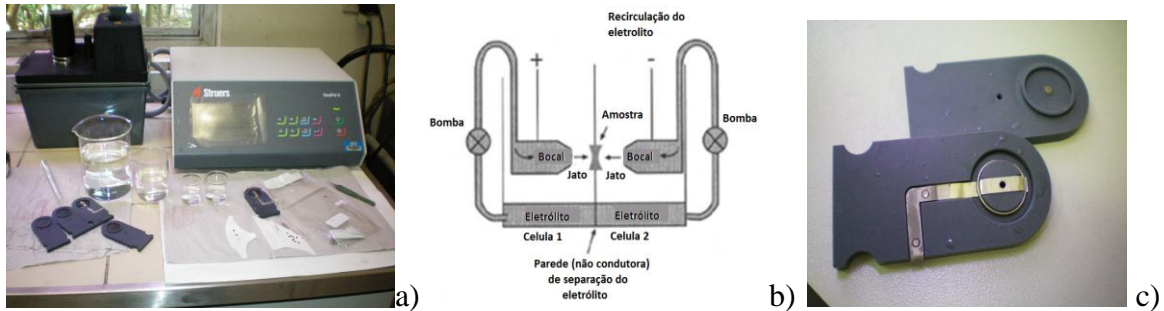


Figura 5.6 a) Equipamento utilizado no polimento eletrolítico b) representação esquemática dos elementos que compõem o equipamento c) porta amostra.

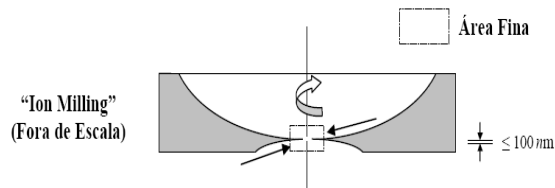


Figura 5.7 Esquema demonstrativo do estado final da amostra para microscopia de transmissão.

5.7 Determinação da massa específica

Foi utilizado o método de Arquimedes recomendado pela norma ASTM C 693 (167). Na **Equação 5-1** apresenta-se a equação de Arquimedes:

$$\rho = [(\rho_{H_2O} \cdot P_s) - (\rho_{A_r} \cdot P_i)] / (P_s - P_i) \quad \text{Equação 5-1}$$

Onde ρ é a massa específica da amostra sinterizada (g/cm^3); P_s é o peso seco (g); P_i é o peso imerso na água (g); ρ_{ar} é a massa específica do ar na temperatura do ensaio (g/cm^3).

5.8 Análise Química

Os teores de oxigênio foram determinados por fusão da amostra em ambiente de gás inerte (168). O carbono foi determinado via combustão direta da amostra com absorção por infravermelho (169).

O conteúdo de carbono e oxigênio foi medido nos equipamentos LECO CS125 e LECO TC400, respectivamente, depois da sinterização; a análise foi feita no laboratório de Materiais da Universidade de Trento, Itália.

5.9 Ensaio de Microdureza Vickers

Os ensaios de microdureza nas amostras sinterizadas, assim como nas solubilizadas e envelhecidas, foram realizados no Laboratório de Materiais da Faculdade de Tecnologia da UnB. Utilizou-se um microdurômetro PanTec. A carga aplicada foi de 0,2 Kg, o tempo de aplicação de 15 segundos. Foram realizadas 14 medições de microdureza.

5.10 Ensaio de Fadiga por flexão em quatro pontos

5.10.1 Determinação dos valores de tensão e força

Com um simples diagrama de corpo livre, **Figura 5.8**, pode-se representar o teste realizado como uma viga com dois apoios e dois carregamentos concentrados simétricos aplicados numa distância de 8 mm de cada apoio. No ensaio de flexão em quatro pontos temos uma distribuição mais uniforme das forças, momentos fletores e esforços cortantes, atuantes no material. Neste tipo de ensaio a linha central do corpo de prova é o eixo neutro, que não tem cargas compressivas nem trativas. Todos os pontos acima dela se encontram em compressão e todos os pontos abaixo estão submetidos à tração.

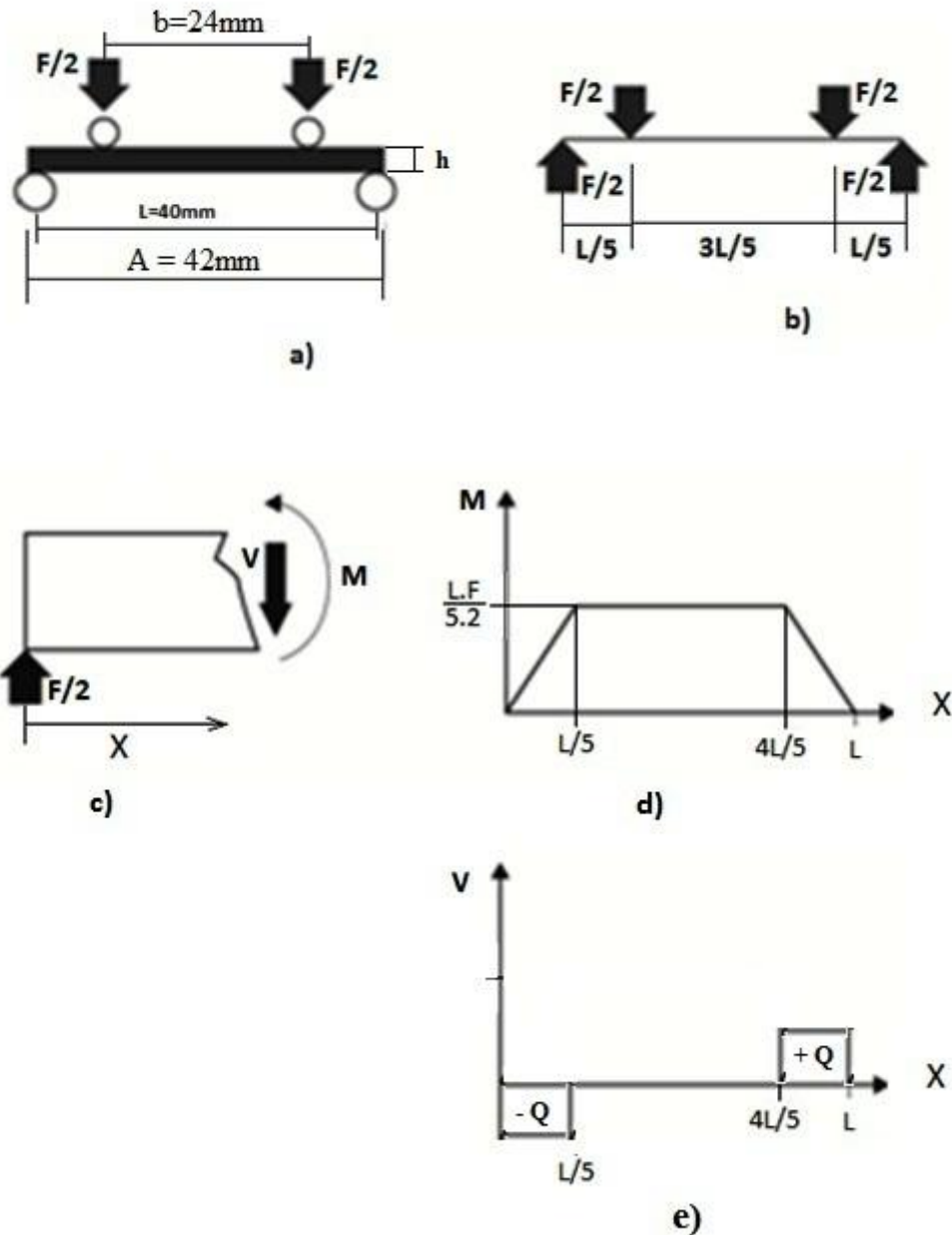


Figura 5.8 (a) Representação esquemática das condições de teste; (b) Diagrama de corpo livre; (c) Diagrama simplificado de esforços internos; (d) Diagrama de momentos fletores para as condições do teste, e) Diagrama de esforços cortantes (DEC).

Por meio deste diagrama é possível relacionar as tensões, devido ao momento fletor interno, com a força aplicada que causa esse momento e os esforços cortantes atuantes.

Sabendo-se que as máximas tensões normais (σ) devido à flexão podem ser encontradas pela **Equação 5-2** (132):

$$\sigma = \pm \frac{M \cdot h}{I} \quad \text{Equação 5-2}$$

O momento fletor, de acordo com o diagrama de corpo livre é dado pela **Equação 5-3**:

$$M = \frac{L}{5} \cdot \frac{F}{2} \quad \text{Equação 5-3}$$

E o momento de inércia para um corpo de seção retangular, nas condições dadas, é:

$$I = \frac{b \cdot h^3}{12} \quad \text{Equação 5-4}$$

É possível determinar a tensão atuante em função da força atuante, através das substituições:

$$\sigma = \frac{\frac{L \cdot F \cdot h}{5 \cdot 2 \cdot 2}}{\frac{b \cdot h^3}{12}} \quad \text{Equação 5-5}$$

Ou ainda, substituindo L pelo valor usado (40 mm), podemos fornecer b e h em mm e F em kn para obter σ em MPa por intermédio da **Equação 5-6**:

$$\sigma = \frac{24 \cdot F}{b \cdot h^2} \cdot 10^3 \quad \text{Equação 5-6}$$

Pode-se, assim, determinar a força F utilizada nos testes através dos valores de tensão nos quais os ensaios devem ser realizados por intermédio da **Equação 5-7**:

$$F = \frac{\sigma \cdot b \cdot h^2}{24 \cdot 10^3} \quad \text{Equação 5-7}$$

5.10.2 Curva S-N

Considerando o número de resultados válidos (15 CPs) para o material somente sinterizado, a norma ASTM E 739-91 (139) pode ser utilizada, uma vez que esta norma considera tal quantidade válida para “*Pesquisa e desenvolvimento de testes de componentes e espécimes*” (6 a 12 CPs), com um percentual de replicação de 53% obtido por meio da **Equação 4-3**. Para este cálculo utilizou-se o número de níveis de tensões $i=7$ e o numero de ensaios $n=15$:

$$P_r = 100 \cdot \left(1 - \frac{7}{15}\right) = 53\% \quad \text{Equação 4-3}$$

O resultado obtido da aplicação da **Equação 4-3**, 53%, encontra-se dentro do previsto na norma (50 a 75%). Lembrando que para este cálculo foi considerado que os CPs 6, 10 e 11 estão em um mesmo nível de tensão, baseado no primeiro cálculo, com as dimensões apresentadas na seção 5.3.6.

Para os ensaios de fadiga com o material solubilizado e envelhecido foram preparados 12 corpos de prova. As condições do tratamento são apresentadas na seção 5.8. Para esta bateria de ensaios é também considerada válida a utilização da norma ASTM E 739 (139), sendo o porcentual de replicação também calculado por meio da **Equação 4-3**. Foram considerados para este cálculo o número de níveis de tensões $i=7$ e o número de ensaios $n=12$:

$$P_r = 100 \cdot \left(1 - \frac{7}{12}\right) = 36\% \quad \text{Equação 4-3}$$

Para o resultado obtido (36%) a norma E 739 da ASTM (139) considera que os testes justificam a utilização dos resultados para “*Pesquisa e desenvolvimento de testes de componentes e espécimes*”

Com base no valor de S_{rt} obtido na literatura e tendo em vista as relações entre força e tensão apresentadas, foram realizados ensaios variando-se $\varphi = S_a / S_{rt}$, a partir de uma estimativa inicial de $\varphi = 0,65$. De acordo com os resultados obtidos, a curva S-N foi traçada efetuando-se a regressão linear dos pontos obtidos. Os parâmetros b e σ'_f , envolvidos na obtenção da curva S-N podem ser facilmente encontrados através de uma regressão não-linear. Para tal, foi utilizado um *software* de planilha eletrônica.

Para a determinação do limite de fadiga, utilizou-se o método da escada nos níveis de tensão de interesse.

A norma E 739 da ASTM (139) considera válidas apenas as curvas lineares ou linearizáveis nos formatos:

$$\log(S) = B + A * \log(N) \quad \text{Equação 5-8}$$

$$S = A + \log(N) * B \quad \text{Equação 5-9}$$

ou $Y = A + BX$, de acordo com a **Equação 4-2**, sendo que A e B podem ser obtidos pelas **Equações 5-10 e 5-11**:

$$\hat{A} = \bar{Y} + \hat{B} \cdot \bar{X} \quad \text{Equação 5-10}$$

$$\hat{B} = \frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})(Y_i - \bar{Y})}{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2} \quad \text{Equação 5-11}$$

Onde o símbolo (^) denota um valor estimado e (¯) denota um valor médio. A norma recomenda a estimativa da variância (admitindo distribuição normal de log N) pela **Equação 5-12**:

$$\hat{\sigma}^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (Y_i - \bar{Y}_i)}{n-2} \quad \text{Equação 5-12}$$

A confiança dos parâmetros e da curva obtida também está de acordo com a norma ASTM E 739 (139):

$$\hat{A} \pm t_p \hat{\sigma} \left[\frac{1}{n} + \frac{\bar{X}^2}{\sum_{i=1}^k (X_i - \bar{X})^2} \right]^{1/2} \quad \text{Equação 5-13}$$

$$\hat{B} \pm t_p \hat{\sigma} [\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2]^{-1/2} \quad \text{Equação 5-14}$$

$$\hat{A} + \hat{B}X \pm \sqrt{2F_p} \hat{\sigma} \left[\frac{1}{n} + \frac{(X - \bar{X})^2}{\sum_{i=1}^k (X_i - \bar{X})^2} \right]^{1/2} \quad \text{Equação 5-15}$$

Onde t_p e F_p são valores estatísticos tabelados, relativos ao grau de liberdade das equações. As **Equações 5-13** e **5-14** estimam os intervalos de confiança para \hat{A} e \hat{B} , respectivamente. A **Equação 5-15** pode ser usada para encontrar a exata banda de confiança da curva $S-N$ média, de acordo com a vida estimada (139).

São também expostos os gráfico $S-N$ apenas com a curva de tendência obtida por meio do *software* de planilha eletrônica, com o respectivo R^2 , sem o tratamento estatístico da norma, para fins de comparação. Vale ressaltar que sem a aplicação de um modelo que considere a tensão média na tensão alternada equivalente, a curva equivalente também não vai mostrar essa análise.

5.10.3 Aderência dos Modelos

Sendo consideradas as propostas deste trabalho, é necessário conferir a aderência dos modelos de Soderberg, Goodman, Gerber, SWT, Morrow, Walker e Kwofie, comparando-se os resultados e gráficos obtidos com aqueles extraídos da curva $S-N$.

Uma vez que as curvas $S-N$ regulares não levam em consideração o efeito da tensão média, é necessário parametrizar o seu efeito em uma tensão alternada equivalente, por intermédio dos modelos. Partindo das equações encontradas na **Tabela 4.2**, têm-se, para:

Goodman:

$$S_{ar} = \frac{\sigma_a}{1 - \frac{\sigma_m}{S_{rt}}} \quad \text{Equação 5-16}$$

Para o modelo de Gerber:

$$S_{ar} = \frac{\sigma_a}{1 - \left(\frac{\sigma_m}{S_{rt}}\right)^2} \quad \text{Equação 5-17}$$

Modelo de Soderberg:

$$S_{ar} = \frac{\sigma_a}{1 - \frac{\sigma_m}{S_y}} \quad \text{Equação 5-18}$$

Modelo SWT (Smith-Watson-Topper):

$$S_{ar} = \sigma_a \sqrt{\frac{2}{1-R}} \quad \text{Equação 5-19}$$

Modelo de Walker:

$$S_{ar} = \sigma_a \cdot \left(\frac{2}{1-R}\right)^{1-\gamma} \quad \text{Equação 5-20}$$

Kwofie, da solução mais geral, aproximada na **Equação 4-44**:

$$S_{ar} = \frac{\sigma_a}{1 - \alpha \frac{\sigma_m}{S_{rt}}} \quad \text{Equação 5-21}$$

Para o modelo de Morrow será utilizada a **Equação 4-31**:

$$S_{ar} = \sigma_a + M \cdot \sigma_m \quad \text{Equação 5-22}$$

Nota-se que para os modelos de Walker e de Kwofie é necessário definir os parâmetros γ e α , respectivamente, o que foi feito por iteração. Para o modelo de Morrow, é necessário utilizar o fator de sensibilidade à tensão média, M , que pode ser obtido pela **Figura 4.16**. Os valores de S_{rt} e S_y podem ser obtidos da literatura **tabela 5.1**.

Definidos os valores parametrizados de tensão alternada, os gráficos foram montados para os respectivos modelos, juntamente com o coeficiente de determinação R^2 para cada curva. O coeficiente foi utilizado como base para comparar a adequação dos modelos.

5.10.4 Ajustes e ativação da máquina

Levando-se em conta as dimensões dos corpos de prova (CPs), se faz necessário o ajuste do dispositivo de flexão para comportá-los adequadamente, de modo a evitar folgas, vibração indesejável e escorregamento durante os testes.

Uma vez que o dispositivo de flexão esteja bem fixado no atuador e na célula de carga e devidamente alinhado, resta posicionar os apoios com os roletes adequadamente em relação às réguas disponíveis no dispositivo. Com o comprimento dos CPs de 42 mm, optou-se por posicionar ambos os apoios inferiores à distância de 20 mm do centro, resultando em um vão de 40 mm entre os apoios onde se colocariam os CPs. Os apoios superiores foram posicionados com a mínima abertura possível, de 12 mm do centro, cada

(abertura de 24 mm). Uma vez nas posições adequadas, o parafuso de fixação dos apoios era apertado, a fim de evitar o deslizamento destes sobre os trilhos durante os testes. Na **Figura 5.9 a)** se observa a montagem do dispositivo de flexão em 4 pontos. A parte inferior é presa ao atuador da MTS 180 e a superior, junto à célula de carga de 10 KN, permanece fixa durante o ensaio.

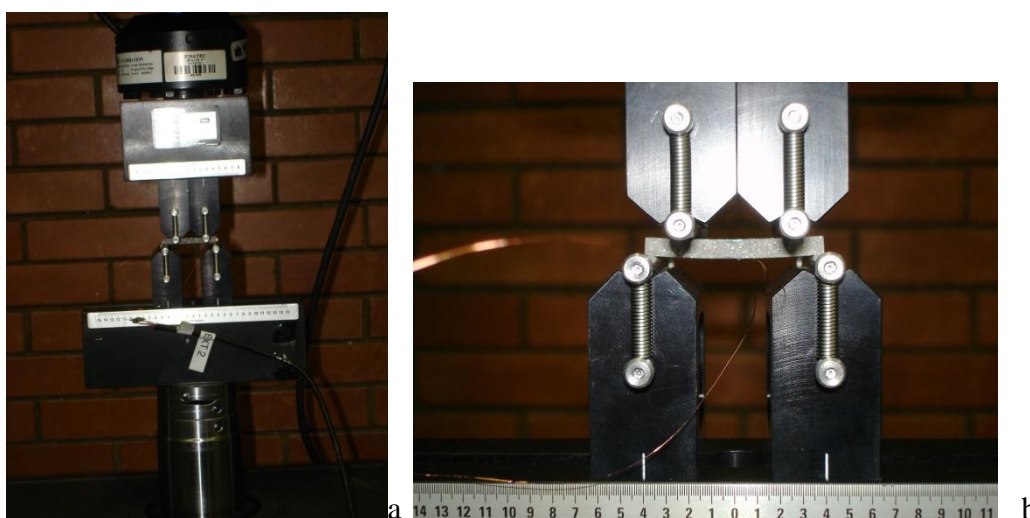


Figura 5.9 a) Dispositivo de flexão em 4 pontos, b) Detalhe do dispositivo com um CP sendo ensaiado.

Feito isto, é possível posicionar o corpo de prova sobre os roletes inferiores e alinhá-lo ao dispositivo. Os corpos de prova foram alinhados com ajuda de um esquadro e um bloco de aço, com os seis lados faceados, garantindo desta forma a perpendicularidade entre as amostras e os roletes de apoio. Sempre foram apoiadas, nos roletes, as faces mais largas dos corpos de prova. Os roletes possuem um diâmetro de 5mm. Com a máquina e o compressor ligados, pode-se finalmente posicionar o atuador de modo que haja contato entre o CP e os roletes superiores. Este último contato é feito através da estação remota de controle, que possui um ajuste manual fino de controle do atuador, e permite observar as mínimas cargas de compressão lidas pela estação, uma vez dado o contato entre CP e rolete. Verificando-se visualmente, pouco antes do contato é necessário zerar a força lida na estação (*o offset* - para que a máquina desconsidere quaisquer efeitos residuais de ajuste nos leitores). Em todos os ensaios foi utilizada uma carga inicial mínima (20-30 N) sobre os corpos de prova, para evitar deslocamento e deformação, mas de valor suficiente para garantir o contato e evitar impactos e movimentação dos CPs.

Com o contato feito e o CP fixo, deve-se zerar o deslocamento lido pela máquina, para obter uma leitura adequada de deslocamento durante o teste. O próximo passo é verificar a ativação dos *interlocks*, mecanismos de segurança utilizados pelo software para evitar que a máquina se danifique. Os *interlocks* causam o desligamento da máquina uma vez que os patamares determinados (de força ou deslocamento) sejam ultrapassados. Durante o ensaio são controladas as forças alternadas e médias aplicadas aos corpos de prova que garantam as tensões a serem analisadas, assim como a frequência de oscilação do atuador.

Também no sentido de se evitarem choques sobre o corpo de prova, é recomendado o uso de uma frequência inicial baixa (no caso, foram utilizadas frequências iniciais de 0,1 Hz) que será aumentada gradativamente. Uma vez revisadas estas últimas verificações, o teste pode ser iniciado. A frequência final utilizada nos testes foi de 10 Hz, valor onde se verificavam que as forças mínimas e máximas estavam estabilizadas nos valores preditos nos cálculos.

6. RESULTADOS E DISCUSSÕES

6.1 Análise de gases e massa específica

Os valores da análise de elementos intersticiais (O₂ e N) foram determinados como descrito no item 5.8 Análise Química, e são exibidos na **Tabela 6.1**

Tabela 6.1 Análise de O₂ e N, densidade e densificação obtidas na liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta

Liga	O [%]	N [%]	Densidade g/cm ³ *	Densificação [%]
Ti-35Nb-7Zr-5Ta	0.96	0.0111	5.60±0.05	97,90

* A densidade foi obtida pelo método de Arquimedes e manteve o mesmo valor depois de o material ser solubilizado e envelhecido.

6.2 Microscopia

Nas **Figuras 6.1 a 6.3** mostram-se imagens da microscopia ótica do material somente sinterizado (S). Nas **Figuras 6.1 a) e b)** com aumento de 100X é mostrada a matriz β com as delimitações dos contornos de grãos. Observam-se também precipitados distribuídos na matriz, assim como uma grande quantidade de poros compatível com a densificação mostrada na **Tabela 6.1**.

Nas **Figuras 6.2 a) e b)**, com maior aumento da área da matriz, verifica-se uma melhor definição dos contornos dos grãos assim como dos precipitados na matriz e dos poros. Nestas imagens, com aumento de 200X, confere-se a existência de precipitados nos contornos dos grãos.

Na **Figura 6.3**, com um aumento de 500X, são mostrados os poros assim como precipitados na matriz e nos contornos de grão.

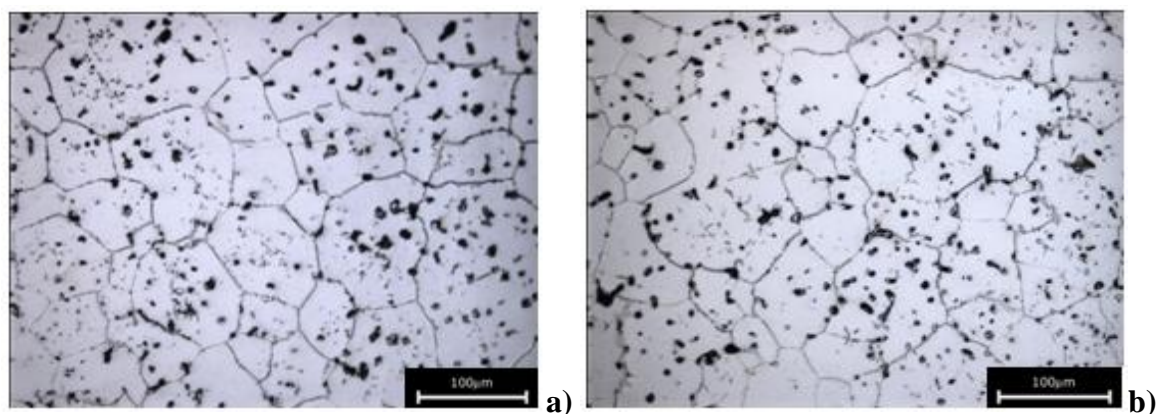


Figura 6.1 Microscopia ótica de amostras da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta somente sinterizado a 1500 °C/2h. 100X.

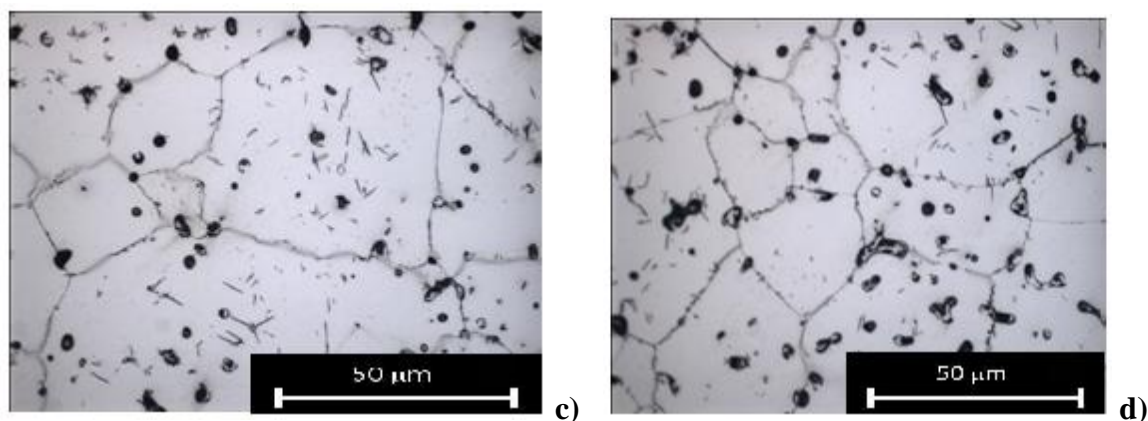


Figura 6.2 Microscopia ótica de amostras da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta somente sinterizado a 1500 °C/2h. 200X.

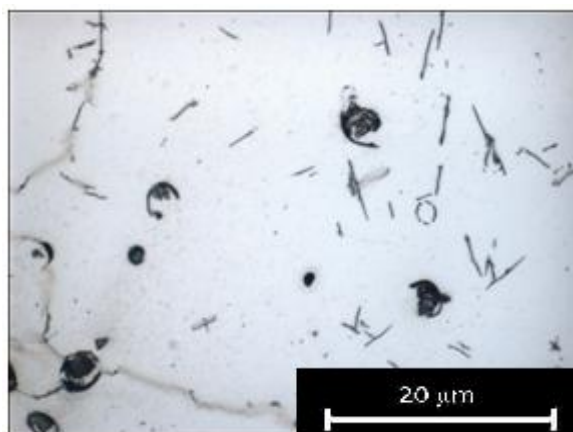


Figura 6.3 Microscopia ótica de amostra da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta somente sinterizado a 1500 °C/2h. 500X.

Nas **Figuras 6.4 a 6.6** são mostrados detalhes da microestrutura do material SE observadas por microscopia ótica após solubilização e envelhecimento.

Na **Figura 6.4**, com aumento de 100X, pode-se observar uma distribuição uniforme da porosidade identificando-se tamanho médio dos poros maior que no material somente sinterizado. Também são identificados os contornos dos grãos formados em grande parte por precipitados α como será observado nas imagens de MEV. É possível observar que não aparecem quantidades significativas de precipitados na matriz do material nesta condição.

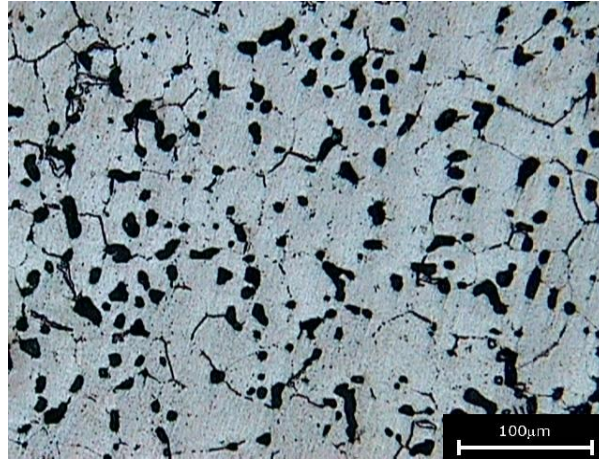


Figura 6.4 Microscopia ótica de amostra da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta solubilizado 1100 °C/3h e envelhecido 400 °C/72h. 100X.

Na **Figura 6.5**, com 200X de aumento, se observam os precipitados concentrados nos contornos dos grãos. Os precipitados que antes do envelhecimento foram identificados no interior dos grãos parecem ter migrado para os contornos de grão e/ou se difundido para o interior da rede cristalina.

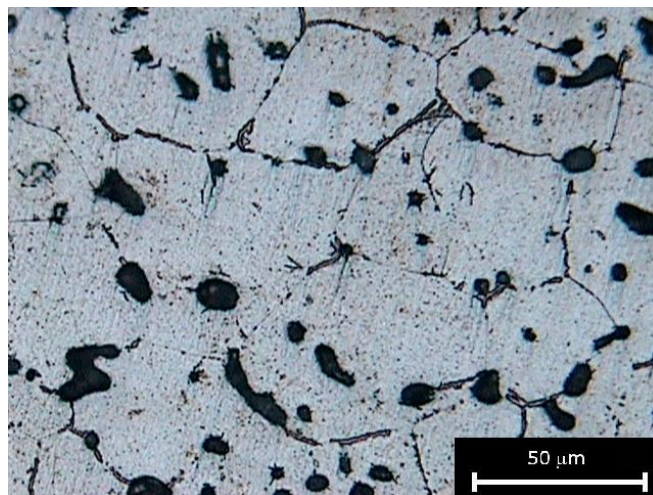


Figura 6.5 Microscopia ótica de amostra da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta solubilizado 1100 °C/3h e envelhecido 400 °C/72h. 200X.

Na **Figura 6.6** é possível identificar os contornos de grão formados de forma quase absoluta por precipitados. Na matriz da liga observam-se somente alguns poros e muito poucos precipitados.

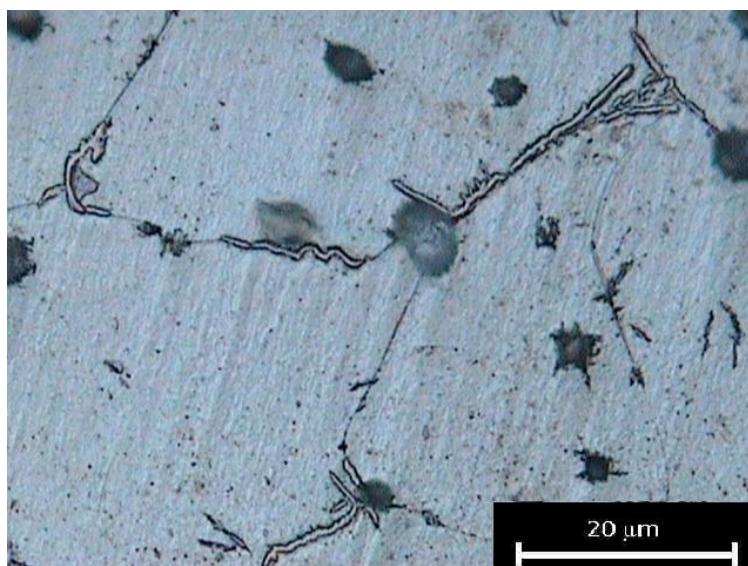


Figura 6.6 Microscopia ótica de amostra da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta solubilizado 1100 °C/3h e envelhecido 400 °C/72h. 500X.

Quando comparadas a microscopia ótica do material sinterizado ao do material solubilizado e envelhecido, a principal diferença a ser observada é a migração dos precipitados da matriz para os contornos de grão. Observou-se uma alteração no tamanho médio dos poros, porém avaliando-se por meio de software de análise de imagem a porosidade numa área similar para as duas condições, sinterizado e solubilizado e envelhecido, determinou-se que a mesma não sofreu alteração. Nestas imagens de microscopia ótica da liga solubilizada e envelhecida não é possível observar com clareza as mudanças no tamanho médio dos grãos.

A Microscopia Eletrônica de Varredura permitiu uma melhor definição das microestruturas, para o material apenas sinterizado, conforme se observa nas **Figuras 6.7 e 6.8**. Nas imagens das **Figuras 6.7 a) e b)**, com aumento de 250X e 500X, respectivamente, observam-se a matriz, os poros, os contornos de grão e os precipitados. Já na **Figura 6.8 a)**, com aumento de 1000X, apresentam-se os poros na matriz, precipitados na matriz e nos contornos de grão, como sugerido na análise da microscopia ótica. Na **Figura 6.8 a)**, com aumento de 4000X, definem-se perfeitamente os precipitados formados nos contornos de grãos. Estes precipitados apresentam fundamentalmente morfologia de agulhas. Na **Figura 6.8 b)** observa-se um precipitado na matriz do material, precipitados como estes são largamente encontrados nas amostras somente sinterizadas.

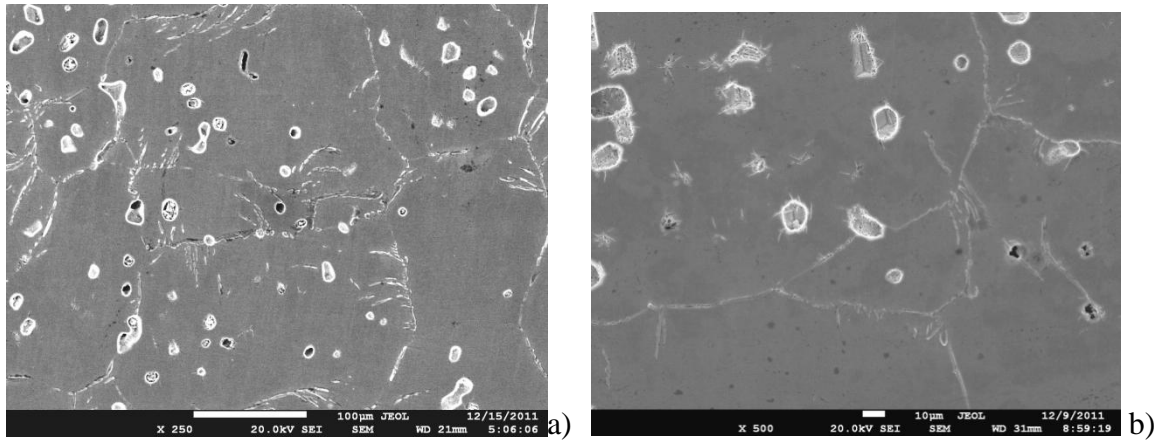


Figura 6.7 MEV de amostras da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta somente sinterizado a 1500 °C/2h. a) 250X e b) 500X (matriz, contorno de grãos, poros e precipitados).

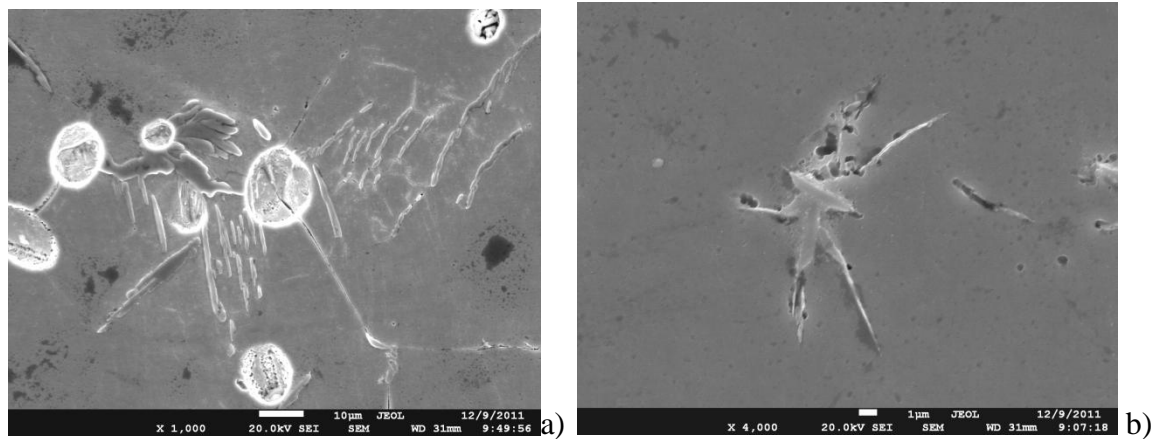


Figura 6.8 MEV de amostras da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta somente sinterizado a 1500 °C/2h. a) 1000X e b) 4000X precipitados na matriz, contorno de grão e poros.

Na **Figura 6.9** podem ser identificados os pontos selecionados para a análise de EDS no material sinterizado. Foram obtidos dois espectros, um no precipitado e outro na matriz.

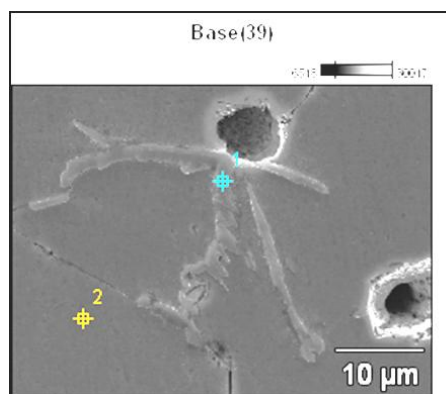


Figura 6.9 Microestrutura de amostra da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta somente sinterizado a 1500 °C/2h. Pontos da análise de EDS 1) precipitado e 2) matriz. 2500X

Nas **Figuras 6.10** e **6.11** mostram-se ambos os espectros obtidos via análise de Energia Dispersiva de raios X (EDS), sendo que a maior diferença entre eles foi a intensidade do pico de Nb na matriz. O zircônio praticamente não foi identificado, inferindo-se, para o nível de resolução do equipamento, a sua total dissolução. Esta completa dissolução dos elementos nióbio e tântalo é compatível com sua função de estabilizar a fase β .

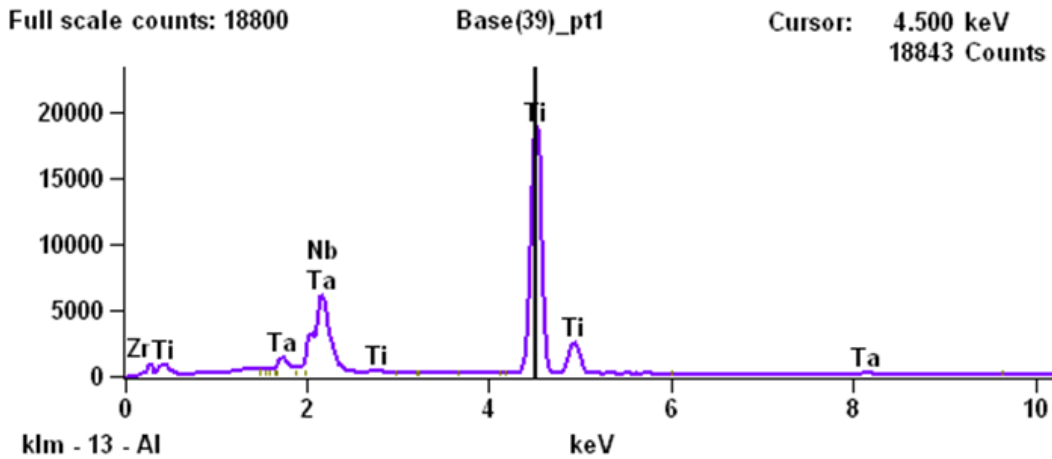


Figura 6.10 Espectro de EDS do precipitado da amostra da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta somente sinterizado a 1500 °C/2h.

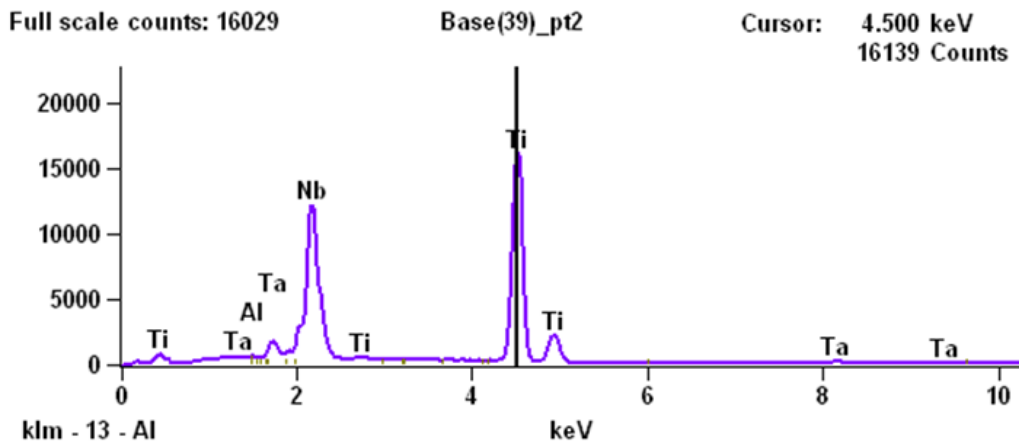


Figura 6.11 Espectro de EDS da matriz da amostra da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta somente sinterizado a 1500 °C/2h.

Nas **Figuras 6.12** e **6.13** é mostrada a microestrutura do material solubilizado e envelhecido (SE), obtidas no Microscópio Eletrônico de Varredura.

Na **Figura 6.12 a)**, com aumento de 250X, observa-se a matriz com um tom cinza escuro com poucos precipitados, os contornos dos grãos contendo grande quantidade de precipitados e os poros tanto na matriz quanto nos contornos dos grãos uniformemente distribuídos.

Na **Figura 6.12 b)**, com um aumento de 500X, definem-se os precipitados nos contornos dos grãos e é confirmada a pouca presença de precipitados na matriz. Percebe-se que os poros estão uniformemente distribuídos tanto na matriz quanto nos contornos de grão.

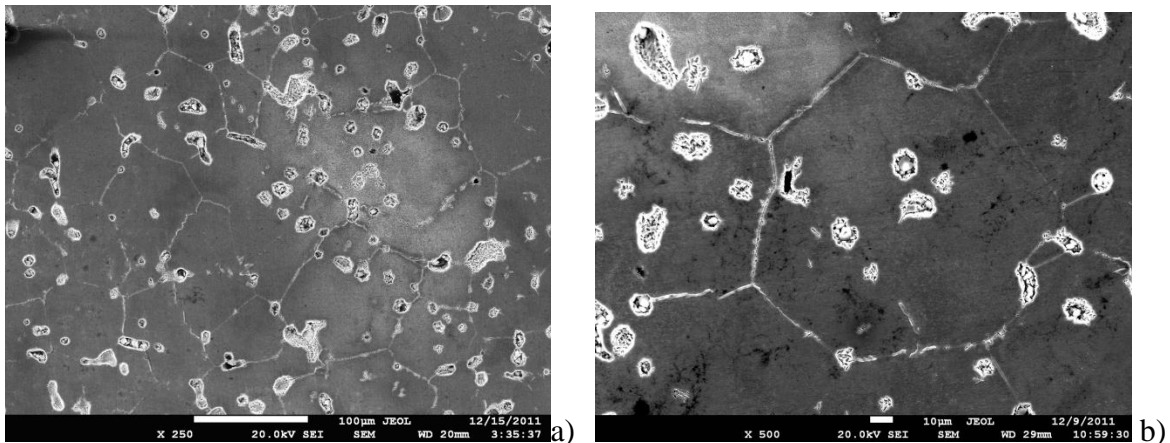


Figura 6.12 MEV de amostras da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta solubilizado 1100 °C/3h e envelhecido 400 °C/72h. a) 250X e b) 500X (matriz, contorno de grãos, poros e precipitados).

Na **Figura 6.13 a)**, com aumento de 1000X, se observa com maior nitidez a distribuição dos precipitados nos contornos dos grãos. Estes precipitados apresentaram morfologias ora com formato de agulhas compridas e uniformes ora pequenos precipitados irregulares, como pode ser observado na **Figura 6.13 b)**, onde são apresentados, com aumento de 4000X, os precipitados de uma seção dos contornos dos grãos. Nesta imagem também se observam pontos claros ao redor dos precipitados.

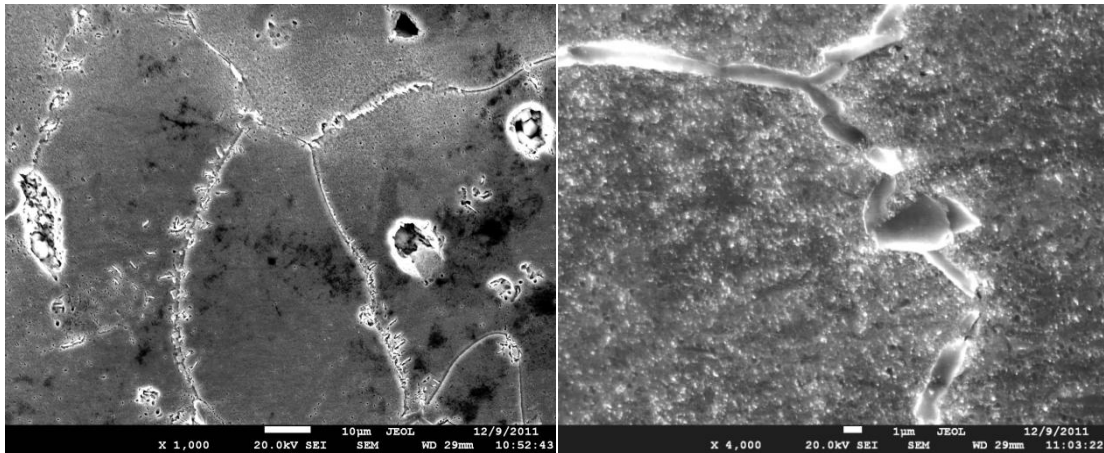


Figura 6.13 MEV de amostras da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta solubilizado 1100 °C/3h e envelhecido 400 °C/72h. a) 1000X e b) 4000X. Precipitados no contorno de grão e poros.

Na **Figura 6.14** se observam os três pontos onde foi realizada a análise de EDS no material solubilizado e envelhecido. Foram escolhidos dois pontos de precipitados com morfologia diferente e outro ponto na matriz.

Nas **Figuras 6.15** e **6.16** são mostrados os espectros de EDS obtidos com ajuda do MEV. Neles é possível observar que não existe diferença entre os picos de energia dispersiva de raios X (EDS) de ambos os pontos, demonstrando que estes precipitados são todos da mesma fase.

Na **Figura 6.17** expõe-se o espectro de EDS correspondente a matriz. A principal diferença com relação aos EDS dos precipitados é a intensidade do pico do Zircônio.

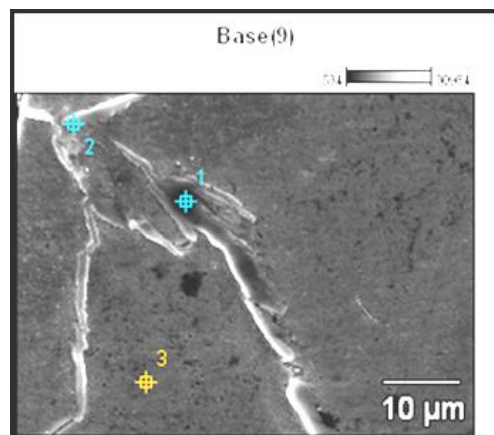


Figura 6.14 Pontos para análise de EDS da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta solubilizada a 1100 °C/3h e envelhecida 400 °C/72h. 1 e 2) precipitados, 3) matriz 2000X

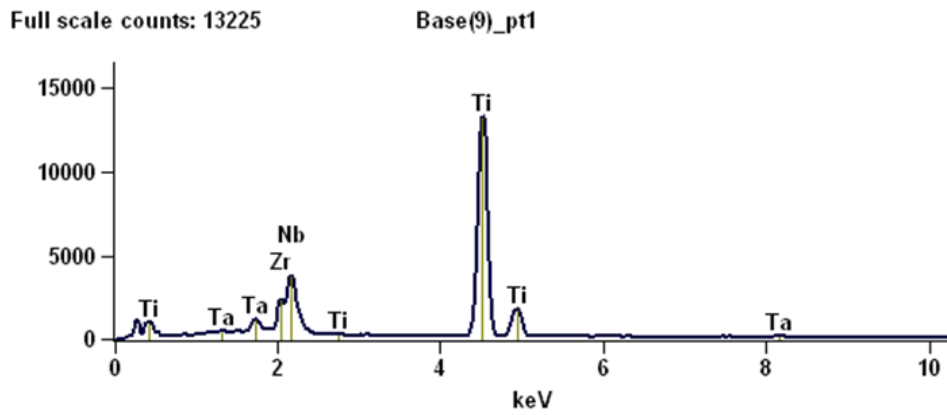


Figura 6.15 Espectro EDS da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta solubilizada a 1100 °C/3h e envelhecida 400 °C/72h. Ponto 1, precipitado.

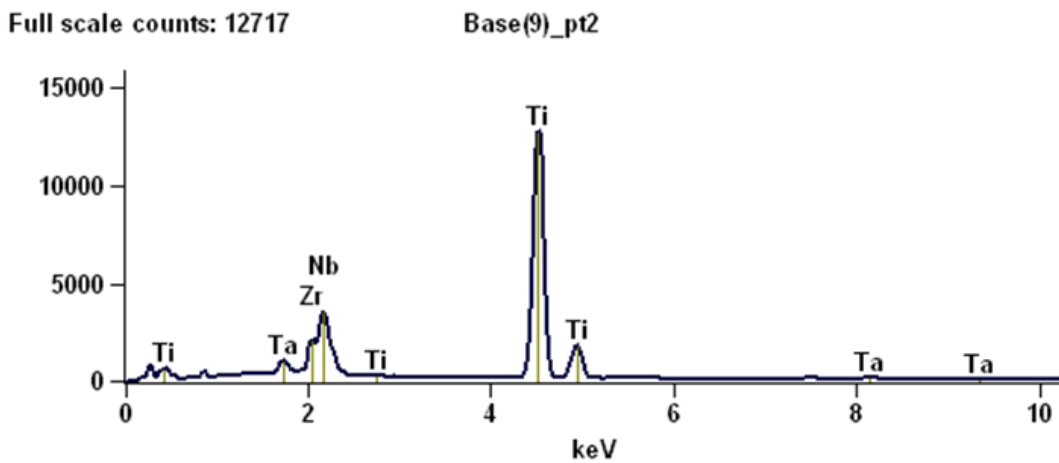


Figura 6.16 Espectro EDS da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta solubilizada a 1100 °C/3h e envelhecida 400 °C/72h. Ponto 2, precipitado.

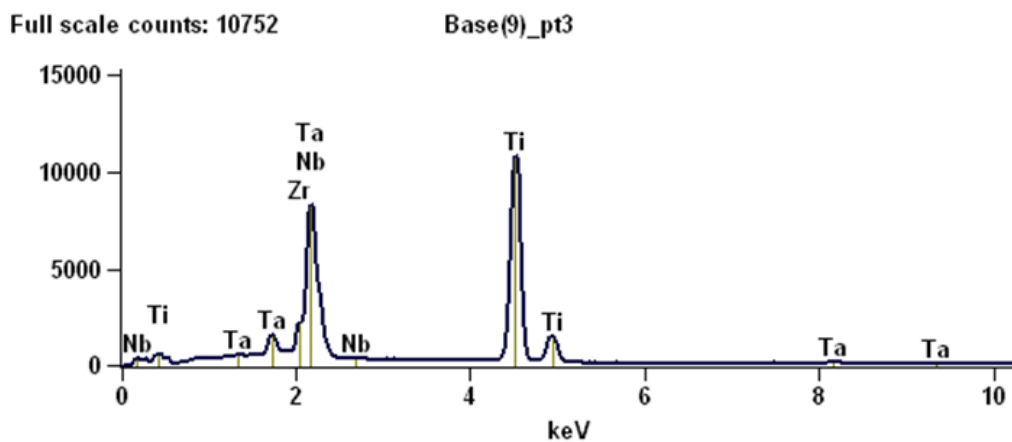


Figura 6.17 Espectro EDS da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta solubilizada a 1100 °C/3h e envelhecida 400 °C/72h. Ponto 3, matriz.

Quando comparadas as imagens do MEV do material solubilizado e envelhecido com as imagens do material apenas sinterizado, se observa que o material sofreu algumas transformações na microestrutura depois dos tratamentos de solubilização e envelhecimento. Comparando-se as imagens com 250X de aumento mostradas nas **Figuras 6.7 a)** e **6.12 a)**, observa-se que os grãos sofreram um refinamento, pois, o material solubilizado e envelhecido apresenta o dobro do número de grãos por área unitária com relação ao somente sinterizado. A presença dos precipitados α poderia estar relacionada com a total dissolução dos elementos de liga nióbio e tântalo e a estabilização de fase β . Já a área porosa é mantida em ambos os tratamentos. O material solubilizado e envelhecido apresenta poros com tamanho médio maior e em menor quantidade. Também é possível identificar a aparição de pequenos precipitados de cor clara no material solubilizado e envelhecido.

Como descrito no tópico 5.6, foram feitas análises da microestrutura do material solubilizado e envelhecido, com ajuda do Microscópio Eletrônico de Transmissão do Instituto de Pesquisa Energéticas e Nucleares IPEN-SP. Contudo, não foi possível obter os padrões de difração característicos descritos na literatura para este tipo de liga.

Na **Figura 6.18 a)** é possível observar uma área com alguns precipitados claros de morfologia circular e/ou elíptica e outros com coloração escura e morfologia diferente, em forma de agulhas ou placas, sendo identificados como precipitados α . Na **Figura 6.18 b)** podem ser observados os precipitados de cor clara, possivelmente da fase ω , com maior nitidez. Devido ao modo de fratura identificado, descrito mais adiante, é reforçada a presunção de serem estes precipitados de cor clara da fase ω . Resultados similares são descritos por Niinomi, (170). A identificação dos precipitados foi realizada por meio de comparação com imagens de ligas similares encontradas na literatura (16-25). Será utilizada nas imagens do MET, para facilitar a formatação dos pés das figuras, a nomenclatura KX para representar milhares de vezes e MX para representar milhões de vezes.

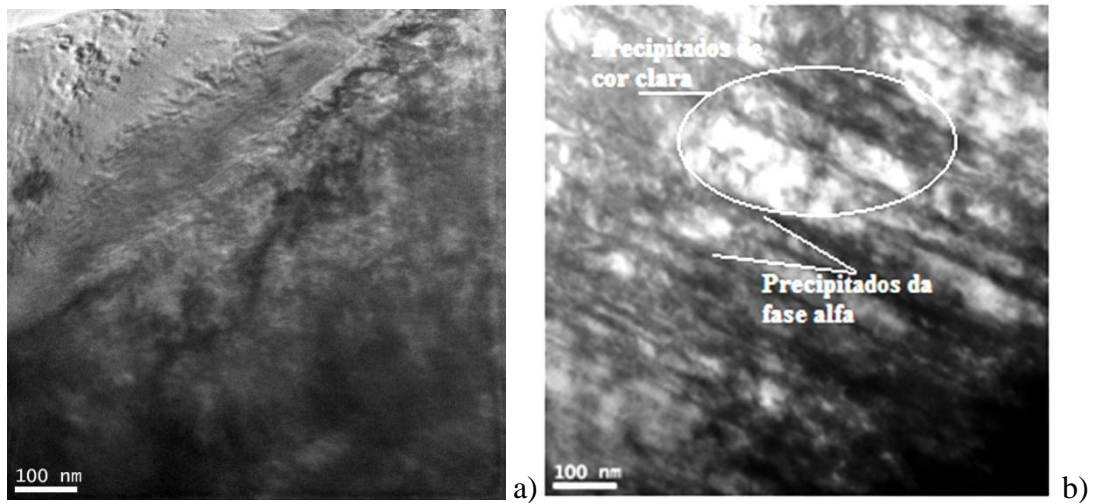


Figura 6.18 MET de campo brilhante da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta solubilizada 1100 °C/3h e envelhecida a 400 °C/72h no alto vácuo (10^{-7} Torr). 140KX.

Nas **Figuras 6.19 a) e b)**, com um aumento de 400KX, observa-se uma distribuição uniforme dos precipitados de cor clara, possivelmente da fase ω , na matriz β . Também é possível distinguir maior concentração dos precipitados α no contorno dos grãos na **Figura 6.19 b)**. É de fácil definição a morfologia em forma de agulha dos precipitados α .

Com aumento de a) 1,15MX e b) 650KX respectivamente na **Figura 6.20 a)** se tem um detalhe de um precipitado α podendo-se avaliar suas dimensões, aproximadamente 40 nm de comprimento por 3nm de largura, baseados na barra de medida da imagem gerada pelo próprio microscópio. Já na **Figura 6.20 b)** o detalhe é focado nos precipitados de cor clara (possíveis precipitados ω), nesta imagem observa-se com maior definição a morfologia dos mesmos sendo preferencialmente circulares ou elípticos. Com a mesma base de análise, a dimensão destes precipitados é de aproximadamente 5nm.

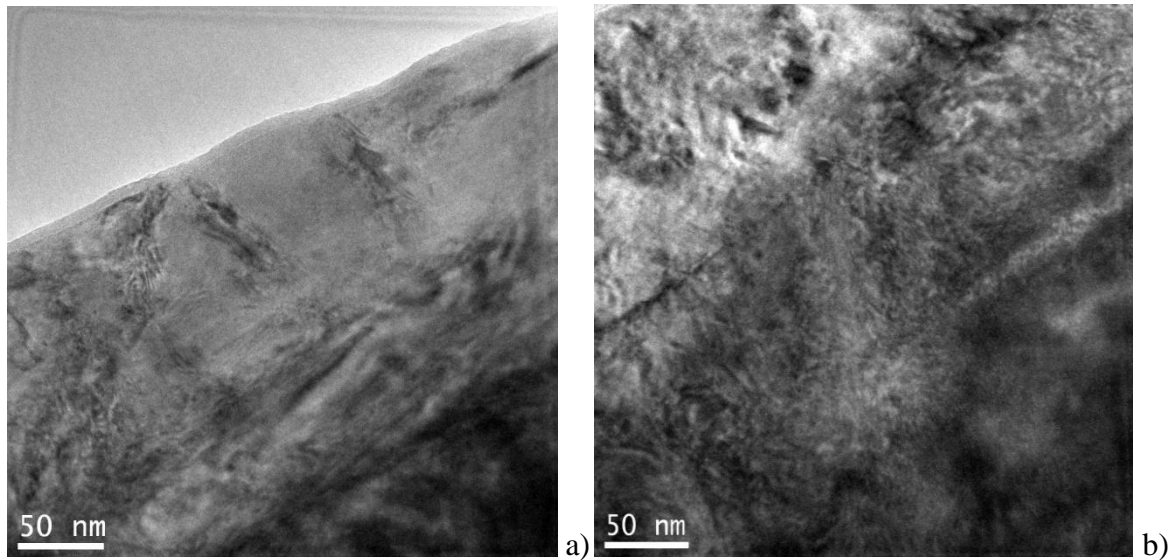


Figura 6.19 MET de campo brilhante da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta solubilizada 1100 °C/3h e envelhecida a 400 °C/72h no alto vácuo (10^{-7} Torr). 400kX.

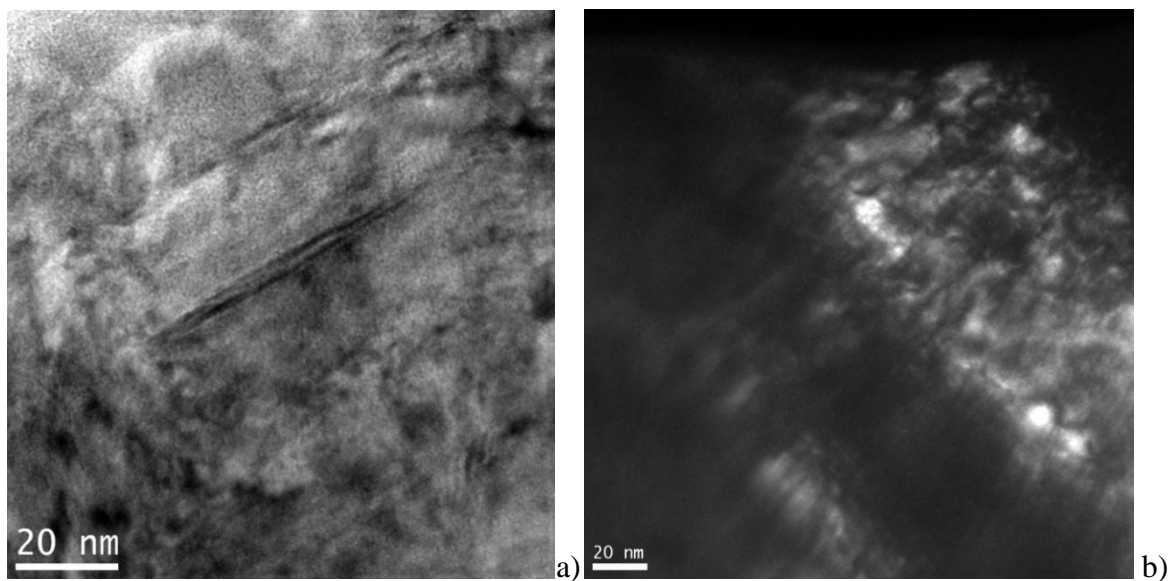


Figura 6.20 MET de campo brilhante da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta solubilizada 1100 °C/3h e envelhecida a 400 °C/72h no alto vácuo (10^{-7} Torr). a) 1,15MX e b) 650 KX.

Nas **Figuras 6.21 a) e b)**, com aumento de 2,8MX, podem-se observar, além dos precipitados brancos e os α já descritos nas imagens anteriores, outros pequenos precipitados escuros com morfologia helicoidal com dimensões próximas aos 5nm identificados (baseados nas literaturas antes mencionadas) como α' formados também durante o envelhecimento.

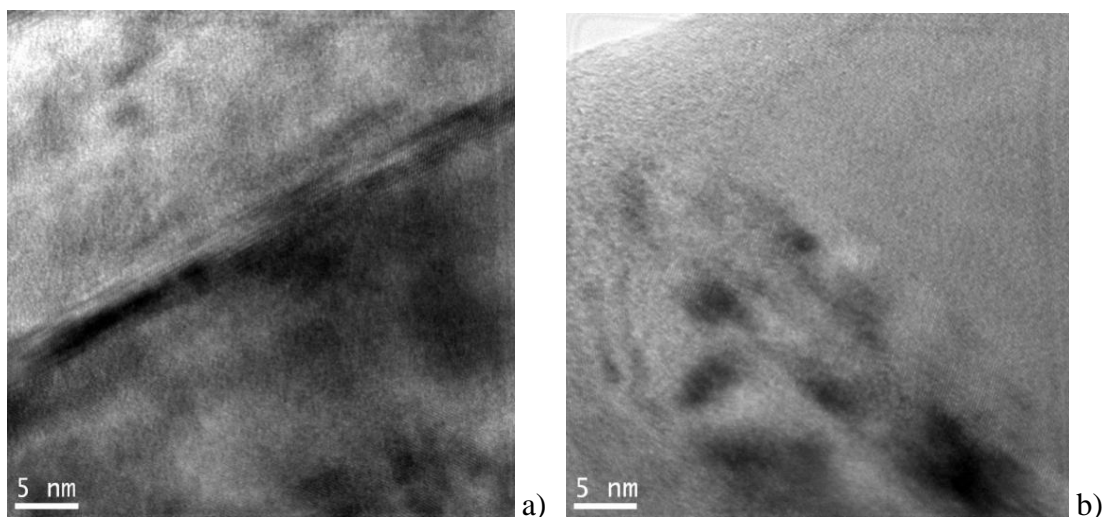


Figura 6.21 MET de campo brilhante da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta solubilizada 1100 °C/3h e envelhecido a 400 °C/72h no alto vácuo (10⁻⁷ Torr). 2,8MX.

Na imagem a seguir, **Figura 6.22**, mostra-se um detalhe da **Figura 6.21** com um aumento maior, de 5MX.

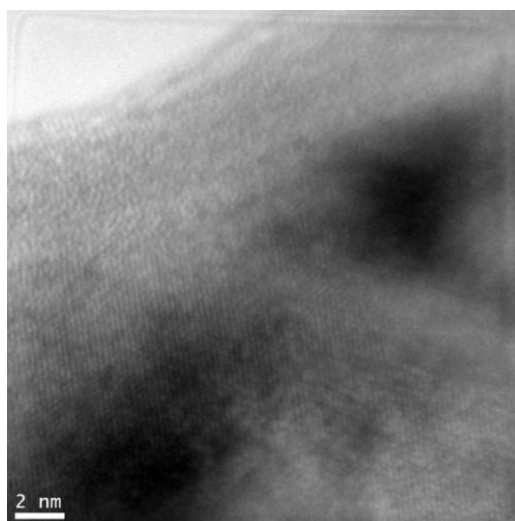


Figura 6.22 MET de campo brilhante da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta solubilizada 1100 °C/3h e envelhecida a 400 °C/72h no alto vácuo (10⁻⁷ Torr). 5MX.

6.3 Microdureza Vickers

A **Tabela 6.2** apresenta os valores de microdureza obtidos nas amostras da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta sinterizadas a 1500 °C. Nota-se que o valor médio (386 HV 0,2) situa-se num patamar próximo ao da dureza de ligas de composição química similar, porém obtidas por fundição e posterior conformação, que gira em torno de 350 HV (35RC) (16), (171). Como descrito anteriormente e em sintonia com os dados da literatura (54), esta semelhança demonstra que os valores de microdureza estão intimamente relacionados com

o processo de sinterização quando são dissolvidos os elementos de liga passando a formar parte da matriz e/ou dos precipitados.

Tabela 6.2 Valores da microdureza das amostras sinterizadas

Microdureza HV 0,2	414	328
	347	411
	408	353
	401	412
	397	426
	380	412
	335	382
Valor Médio		386,1
Desvio Padrão		32,62
Coeficiente de variação		8 %

A **Tabela 6.3** apresenta os valores de microdureza obtidos nas amostras da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta solubilizadas a 1100 °C, por 3 horas, em forno de alto vácuo (10^{-7} torr) e envelhecidas a 400 °C, por 72 horas, encapsuladas em tubo de quartzo com vácuo de 10^{-4} mbar. Nota-se que o valor médio de dureza (377 HV 0,2), considerando o desvio padrão de 18, encontra-se, assim como nas amostras sinterizadas, no patamar das ligas similares descritas na literatura, que é de 350 HV (35RC) (16), (171).

O tratamento de solubilização e envelhecimento, portanto, não exerceu, neste estudo, influência sobre esta propriedade do material.

Tabela 6.3 Valores da microdureza das amostras solubilizadas e envelhecidas.

Microdureza HV 0.2	357	368
	389	393
	382	398
	395	368
	352	393
	351	412
	367	373
Valor Médio		377,6
Desvio Padrão		18,41
Coeficiente de variação		5 %

6.4 Fadiga por flexão em quatro pontos

Foram realizados testes para a obtenção dos dados necessários ao levantamento da curva *S-N* e posterior análise dos efeitos da tensão média alternada sobre o material. Os

testes de fadiga por flexão em 4 pontos foram realizados em 23 corpos de prova com o material sinterizado (S), variando-se as razões de carregamento R, sendo aplicadas R= 0,1; 0,3; 0,4 e 0,5. Os testes por flexão em quatro pontos também foram aplicados em 12 amostras solubilizadas e envelhecidas (SE), replicando algumas das tensões utilizadas para o material sinterizado: $\sigma_{alt}= 216$ MPa; $\sigma_{alt}= 162,7$ MPa; $\sigma_{alt}= 133,7$ MPa; $\sigma_{alt}= 112,5$ MPa. Foram escolhidas estas tensões para garantir pontos validos, para comparação com os resultados do material apenas sinterizado, nas três seções da curva S-N. Todos os testes foram realizados a uma frequência de 10 Hz, após o aumento gradual desta, partindo de 0,1 Hz. Os resultados *Run Outs* – corpos de prova que não fraturaram ou fraturaram em lugar não desejado - foram analisados para uma vida de 10^6 ciclos.

A **Tabela 6.4** contém os valores de ciclos de vida alcançados de acordo com as tensões alternadas e médias aplicadas para o material somente sinterizado.

Tabela 6.4 Ciclos de vida em fadiga e tensões alternada e média relacionadas para o material somente sinterizado

CP	σ_{alt} [MPa]	$\sigma_{méd}$ [MPa]	N [ciclos]	CP	σ_{alt} [MPa]	$\sigma_{méd}$ [MPa]	N [ciclos]
1	215,6	264,4	9,48E+03	13	84,8	258,9	1,36E+06
2	185,7	223,7	1,60E+04	14**	83,9	247,6	1,50E+06
3	162,9	198,6	2,42E+04		88,1	264,4	1,84E+06
4	133,6	163,7	2,28E+05	15	102,6	248,0	1,44E+06
5*	97,0	119,4	5,00E+04	16**	85,9	257,7	6,2E+06
6	96,7	118,7	2,99E+05	17	112,5	337,5	2,43E+05
7**	79,0	94,1	1,00E+07	18*	116,0	215,4	1,36E+05
8*	92,9	113,0	2,05E+05	19	130,0	241,4	9,33E+04
9**	88,7	110,9	2,78E+06	20	157,5	292,5	5,42E+04
10	90,6	112,2	2,20E+05	21	157,8	192,9	1,70E+04
11	95,0	116,6	6,45E+05	22	202,5	247,5	4,46E+03
12**	96,0	114,5	9,17E+06	23	90,0	110,0	2,41E+05
	99,7	121,9	2,27E+06				

*Os corpos de prova 5, 8 e 18 apresentaram fratura na superfície inferior do CP, na linha sob o ponto de apoio, no lado do atuador, do rolete do dispositivo. A validade desses

pontos é discutível, devido à natureza desconhecida das tensões. Esses dados não foram considerados para o levantamento das curvas.

**Os corpos de prova 7, 9, 12, 14 e 16 não apresentaram ruptura. Esses valores também não foram considerados para o levantamento das curvas.

Na **Tabela 6.5** são mostrados os valores de ciclos de vida alcançados, assim como as tensões alternadas, σ_{alt} , e médias aplicadas para o material solubilizado e envelhecido. Foram ensaiados 12 corpos de prova, replicando-se algumas das tensões σ_{alt} , mostradas na **Tabela 6.5**, já aplicadas no material somente sinterizado, visando avaliar o efeito do tratamento térmico realizado no material. Todos os testes foram sob as mesmas condições de ensaio usadas no material somente sinterizado.

Tabela 6.5 Ciclos de vida em fadiga e tensões alternada e média relacionadas para o material solubilizado e envelhecido.

CP	σ_{alt} [MPa]	$\sigma_{méd}$ [MPa]	N [ciclos]	CP	σ_{alt} [MPa]	$\sigma_{méd}$ [MPa]	N [ciclos]
1	216,0	263,9	1,04E+04	7	112,5	137,5	1,19E+05
2	162,7	198,8	3,41E+04	8*	112,5	137,5	4,50E+04
3	133,8	163,5	2,17E+05	9	112,5	137,5	8,68E+04
4	216,0	263,9	1,73E+04	10	112,5	337,5	4,51E+05
5	162,7	198,8	1,60E+04	11	133,7	248,3	5,50E+04
6	133,7	163,4	7,57E+04	12	162,7	302,2	1,44E+04

* Os dados do CP8 não foram considerados para a obtenção das curvas porque apresentaram fratura na superfície inferior do CP, na linha sob o ponto de apoio do rolete do dispositivo, do lado do atuador. A validade desses pontos é discutível, devido à natureza desconhecida das tensões. Esses dados não foram considerados para o levantamento das curvas.

6.5 Curvas $s-n$

6.5.1 Curva de tendência linearização Log-log

Baseado nos dados do material tanto somente sinterizado quanto solubilizado e envelhecido, foram levantadas as curvas de ajuste para valores estimados, com o intervalo de 95% de confiança, seguindo a norma ASTM E 739 (139), as mesmas são mostradas na **Figura 6.23**. Pode-se perceber que somente dois pontos se encontram fora do intervalo de

confiança, mostrando a confiabilidade do resultado e que os mesmos apresentam uma dispersão moderada.

A **Figura 6.23** ilustra as curvas de tendência observadas para a relação Log-Log tensão-vida (S-N) a partir dos dados experimentais de vida por tensão alternada do material somente sinterizado (S), assim como do material solubilizado e envelhecido (SE).

Com os valores de \hat{A} e \hat{B} obtidos através das **Equações 5-10 e 5-11**, para o material somente sinterizado assim como para o material solubilizado e envelhecido respectivamente:

$$\hat{A} = 6,7369 \quad \text{e} \quad \hat{B} = -0,1621$$

$$\hat{A} = 6,7792 \quad \text{e} \quad \hat{B} = -0,1652$$

Pode-se estimar um valor para a tensão alternada através das **Equações 6-3 e 6-4**:

$$\sigma_a = 842,9 \cdot N^{-0,1621} \quad \text{Equação 6-3}$$

$$\sigma_a = 879,3 \cdot N^{-0,1651} \quad \text{Equação 6-4}$$

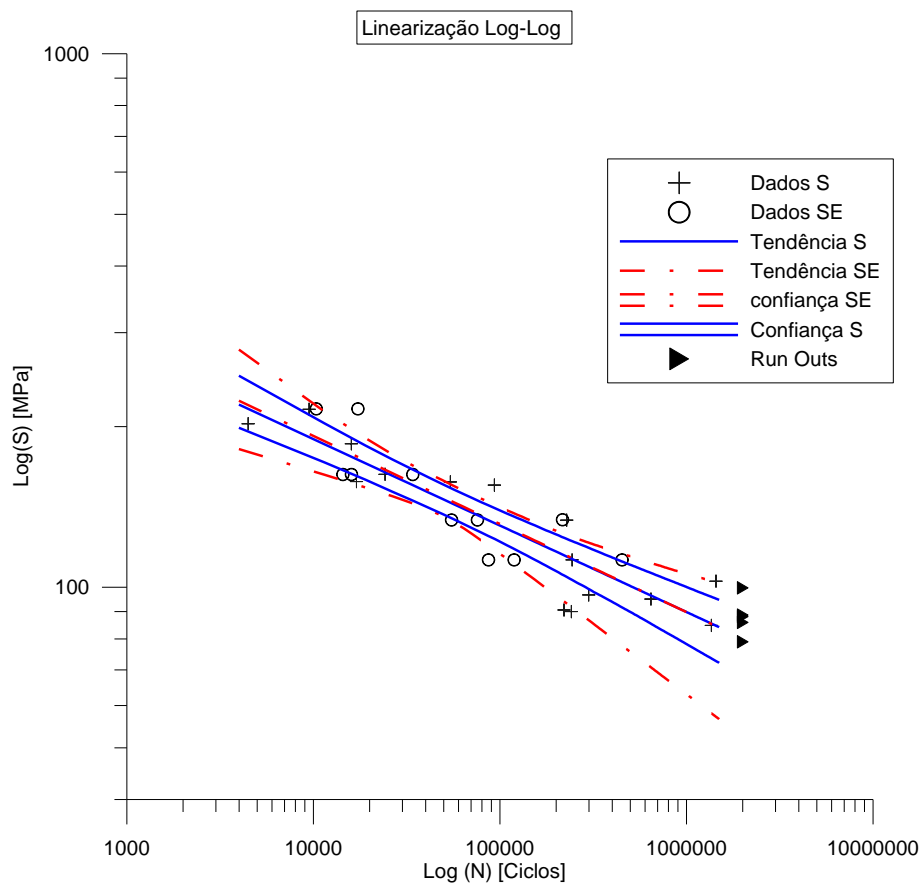


Figura 6.23 Curvas de tendência e de ajuste com bandas de confiança de 95% observada para a relação log-log (S-N) para o material (S) assim como do material (SE).

6.5.2 Curva de tendência linearização Mono-log

A **Figura 6.24** ilustra a curva de ajuste para os dados experimentais, assim como as curvas de ajuste para os valores estimados com intervalos de 95% de confiança, seguindo a norma ASTM E 739 (139). Considerou-se a linearização mono-log representada pela **Equação 6-2**.

A análise estatística realizada com a ajuda do software Grapher 7 oferece as relações para o cálculo de S_e por meio das relações mostradas nas **Equações 6-5** e **6-6**, para o material somente sinterizado (S) assim como para o material solubilizado e envelhecido (SE), respectivamente:

$$\sigma_a = -51,4489 * N + 394,1396 \quad \text{Equação 6-5}$$

$$\sigma_a = -58,5342 * N + 426,2794 \quad \text{Equação 6-6}$$

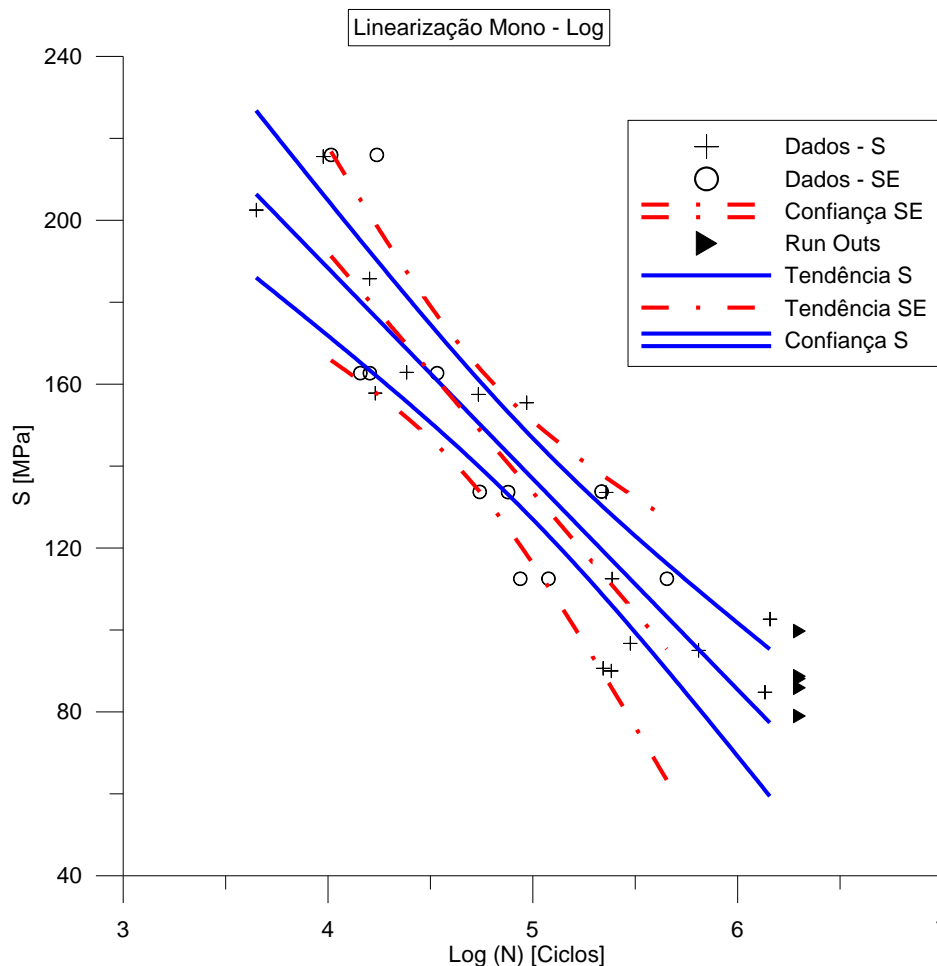


Figura 6.24 Curvas de tendência e de ajuste com bandas de confiança de 95% observada para a relação Mono-log (S-N) para o material (S) assim como do material (SE).

6.6 Modelo de Goodman

Encontrada a tensão alternada equivalente pela **Equação 5-16**, que leva em conta a tensão média de teste, para cada ponto, foram levantados os gráficos $S_{ar}-N$, conforme o modelo de Goodman. Também foram levantadas as curvas de ajuste para 95%, seguindo a norma ASTM E 739 (139), sendo analisada a aderência das relações log-log e mono-log.

6.6.1 Modelo de Goodman, linearização Log-log

São mostradas na **Figura 6.25** as linearizações log-log obtidas para o modelo de Goodman do material somente sinterizado (S) assim como do material solubilizado e envelhecido (SE).

Na **Figura 6.25** apresentam-se também as curvas de ajuste para os valores estimados através das relações encontradas na Seção 5.10.2, baseados na relação de Goodman, do material somente sinterizado (S), assim como do material solubilizado e envelhecido (SE).

Os parâmetros estimados \hat{A} e \hat{B} do material somente sinterizado (S) assim como do material solubilizado e envelhecido (SE) são:

$$\hat{A} = 7,4125 \text{ e } \hat{B} = -0,1819$$

$$\hat{A} = 7,4493 \text{ e } \hat{B} = -0,1832$$

Os valores estimados para a tensão equivalente para o material (S) e (SE) podem ser obtidos pelas **Equações 6-7 e 6-8**:

$$\sigma_a = 1656,7 \cdot N^{-0,1820} \quad \text{Equação 6-7}$$

$$\sigma_a = 1718,6 \cdot N^{-0,1832} \quad \text{Equação 6-8}$$

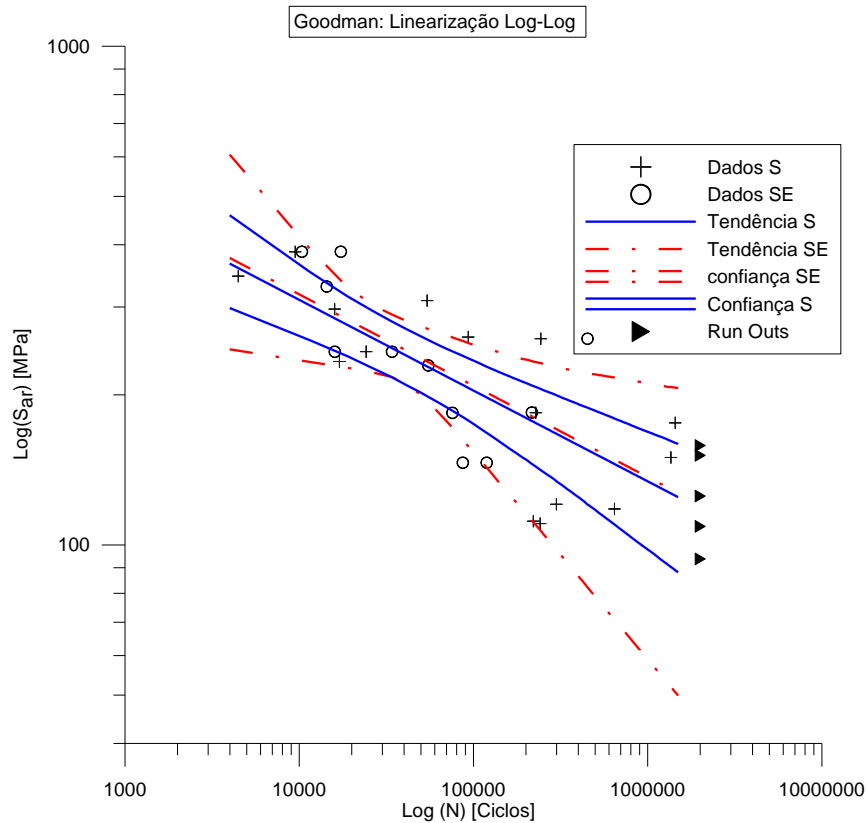


Figura 6.25 Curvas de tendência e de ajuste com bandas de confiança de 95% observadas para a relação log-log, com a tensão alternada equivalente obtida pelo modelo de Goodman do material (S) assim como do material (SE).

6.6.2 Modelo de Goodman, linearização Mono-log

A Figura 6.26 ilustra a linearização mono-log, assim como as curvas de ajuste para os valores estimados de Goodman, com as bandas de 95% de confiança, para o material somente sinterizado (S) e para o material solubilizado e envelhecido (SE), seguindo-se as indicações da norma ASTM E 739 (139).

Para o modelo mono-log, os valores estimados de tensão dos dois materiais (S) e (SE), respectivamente, podem ser obtidos pelas **Equações 6-9** e **6-10**:

$$\sigma_a = -91,9580 * N + 681,5012 \quad \text{Equação 6-9}$$

$$\sigma_a = -109,4870 * N + 764,5263 \quad \text{Equação 6-10}$$

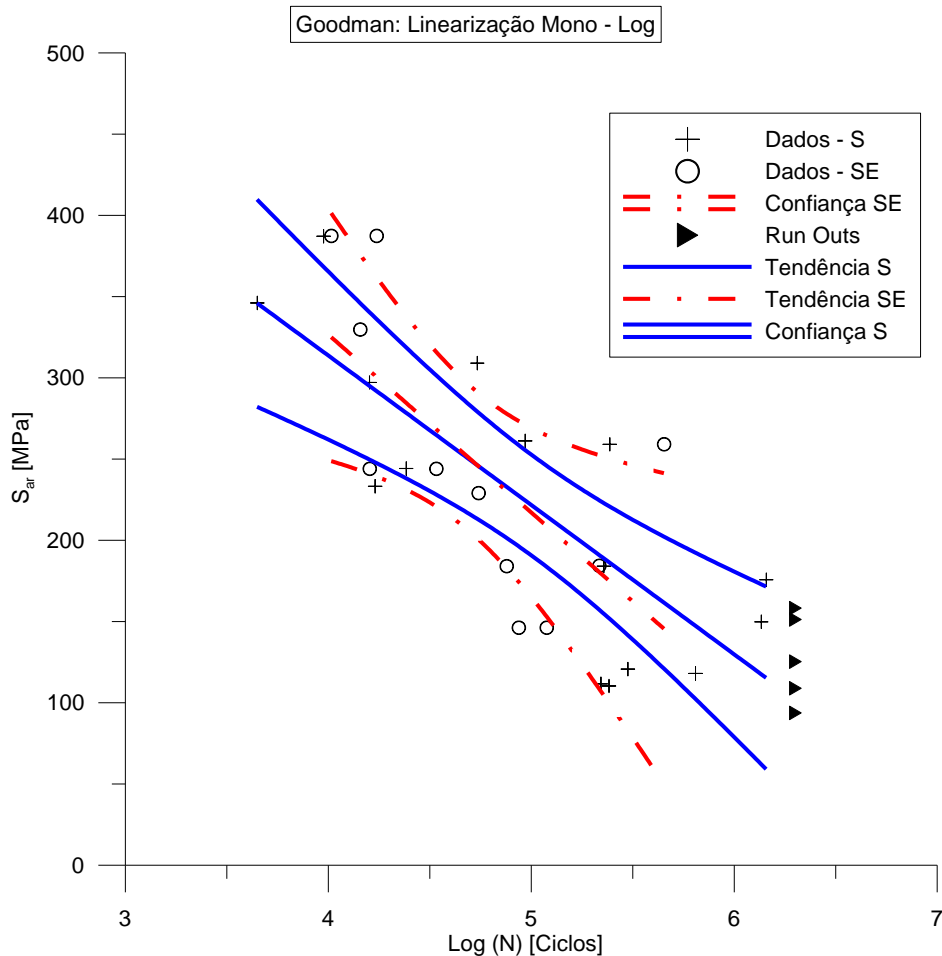


Figura 6.26 Curvas de tendência e de ajuste com bandas de confiança de 95% observada para a relação Mono-log (S-N), para o material (S) e (SE), obtidas pelo modelo de Goodman.

6.7 Modelo de Gerber

Para encontrar a tensão alternada equivalente do modelo de Gerber, foi utilizada a **Equação 5-17**. Os gráficos relativos assim como as análises estatísticas foram obtidos por meio do Grapher 7.

6.7.1 Modelo de Gerber, linearização Log-log

É mostrada na **Figura 6.27** a linearização log-log das tensões alternadas equivalentes (S_{ar}), obtida para o modelo de Gerber por meio dos dados experimentais, assim como as curvas de ajuste com bandas de confiança de 95%, para os valores estimados mediante o uso das relações encontradas na Seção 5.10.2, seguindo a norma ASTM E 739 (139), para o material apenas sinterizado (S) e solubilizado e envelhecido (SE).

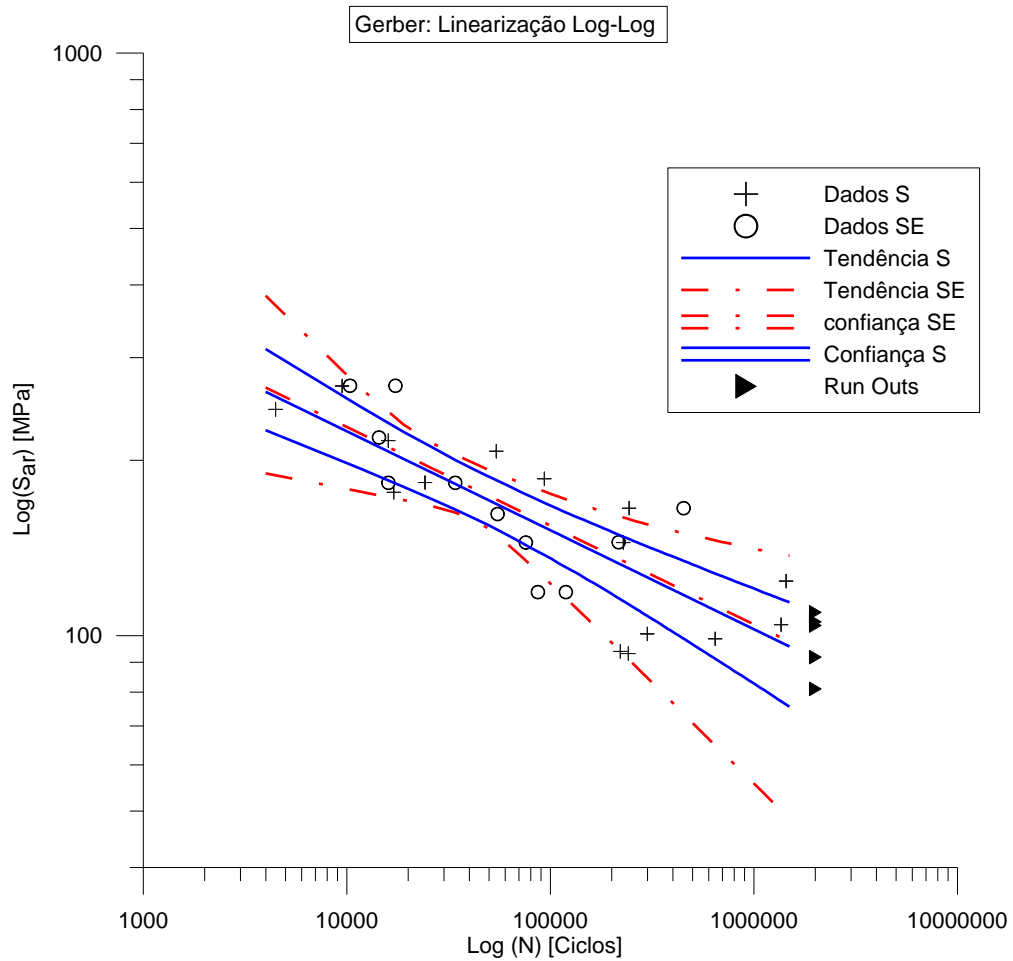


Figura 6.27 Curvas de tendência e de ajuste com bandas de confiança de 95% observadas para a relação log-log para S_{ar} obtida pelo modelo de Gerber, para o material (S) e (SE).

Os parâmetros estimados \hat{A} e \hat{B} para o material somente sinterizado (S), assim como do material solubilizado e envelhecido (SE) são:

$$\hat{A} = 6,9775 \text{ e } \hat{B} = -1699$$

$$\hat{A} = 6,9899 \text{ e } \hat{B} = -0,1694$$

Os valores estimados para as tensões equivalentes podem ser obtidos com ajuda das **Equações 6-11 e 6-12:**

$$\sigma_a = 1072,3 \cdot N^{-0,1699} \quad \text{Equação 6-11}$$

$$\sigma_a = 1085,6 \cdot N^{-0,1694} \quad \text{Equação 6-12}$$

6.7.2 Modelo de Gerber, linearização Mono-log

A **Figura 6.28** ilustra a linearização mono-log, assim como as curvas de ajuste, para o modelo de Gerber, considerando a relação mono-log, com as bandas de 95% de confiança, seguindo a norma ASTM E 739 (139), obtida a partir dos dados experimentais para o material somente sinterizado (S) assim como do material solubilizado e envelhecido (SE).

Para o modelo mono-log, os valores estimados para as tensões podem ser obtidos pelas **Equações 6-13 e 6-14**:

$$\sigma_a = -63,2893 * N + 477,7300 \quad \text{Equação 6-13}$$

$$\sigma_a = -73,5080 * N + 525,6010 \quad \text{Equação 6-14}$$

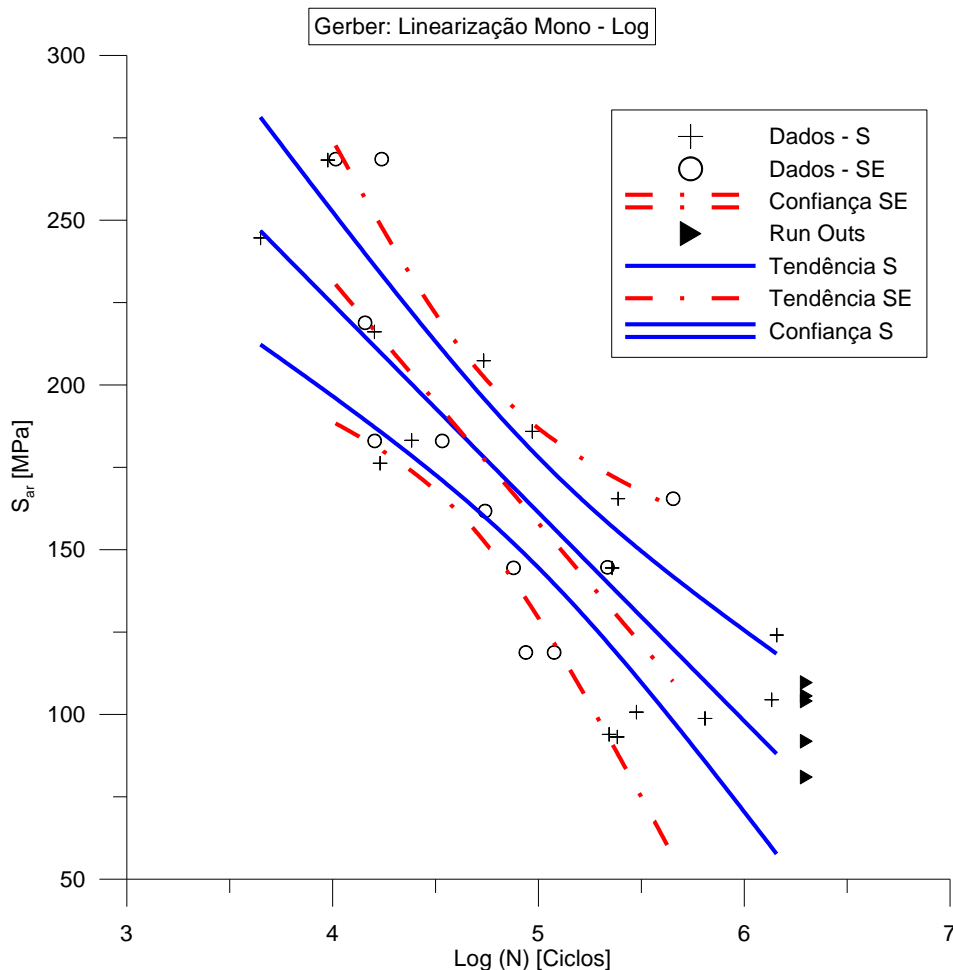


Figura 6.28 Curvas de tendência e de ajuste com bandas de confiança de 95% observadas para a relação Mono-log (S-N) para o material (S) e (SE), obtidas pelo modelo de Gerber.

6.8 Modelo de Soderberg

Utilizou-se a **Equação 5-18** para encontrar os valores de tensões alternadas equivalentes para o modelo de Soderberg. Com esses valores de tensão foram elaborados os gráficos relativos.

6.8.1 Modelo de Soderberg, linearização Log-log

Apresenta-se na **Figura 6.29** a linearização log-log e as curvas de ajuste para os valores estimados, por meio das relações encontradas na Seção 5.10.2, com bandas de confiança de 95%, seguindo a norma ASTM E 739 (139), obtidas para o modelo de Soderberg, por intermédio dos dados experimentais para o material somente sinterizado (S), assim como para o material solubilizado e envelhecido (SE).

Os valores estimados para as tensões equivalentes podem ser obtidos pelas **Equações 6-14 e 6-15**:

$$\sigma_a = 1798,3 \cdot N^{-0,1843} \quad \text{Equação 6-14}$$

$$\sigma_a = 1841,4 \cdot N^{-0,1841} \quad \text{Equação 6-15}$$

Os parâmetros estimados \hat{A} e \hat{B} experimentais para o material somente sinterizado (S), assim como do material solubilizado e envelhecido (SE) são:

$$\hat{A} = 7,4946 \quad \text{e} \quad \hat{B} = -0,1843$$

$$\hat{A} = 7,5182 \quad \text{e} \quad \hat{B} = -0,1841$$

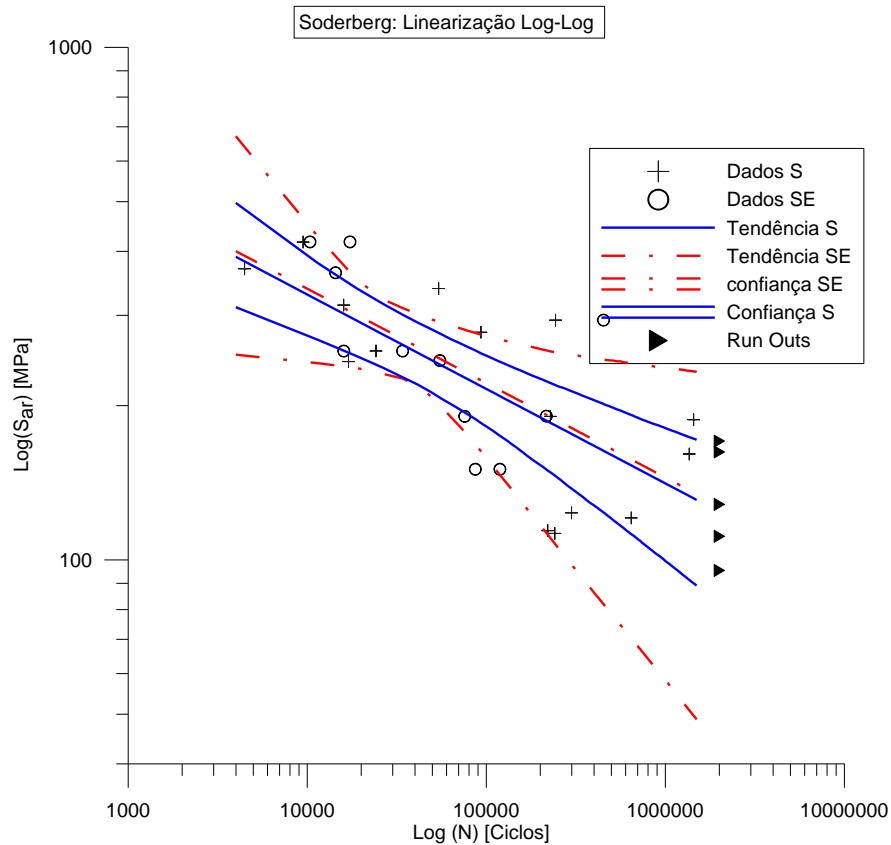


Figura 6.29 Curvas de tendência e de ajuste com bandas de confiança de 95% observadas para a relação log-log para S_{ar} , obtida pelo modelo de Soderberg, para o material (S) e (SE).

6.8.2 Modelo de Soderberg, linearização, Mono-log

A **Figura 6.30** ilustra a linearização e as curvas de ajuste para os valores estimados de Soderberg considerando a relação mono-log, com as bandas de 95% de confiança, seguindo a norma ASTM E 739 (139), obtida a partir dos dados experimentais para o material somente sinterizado (S), assim como para o material solubilizado e envelhecido (SE).

Para o modelo mono-log, os valores estimados para a tensão podem ser obtidos pelas **Equações 6-16 e 6-17** dos materiais (S) e (SE), respectivamente:

$$\sigma_a = -98,3647 * N + 727,8579 \quad \text{Equação 6-16}$$

$$\sigma_a = -116,6471 * N + 815,3179 \quad \text{Equação 6-17}$$

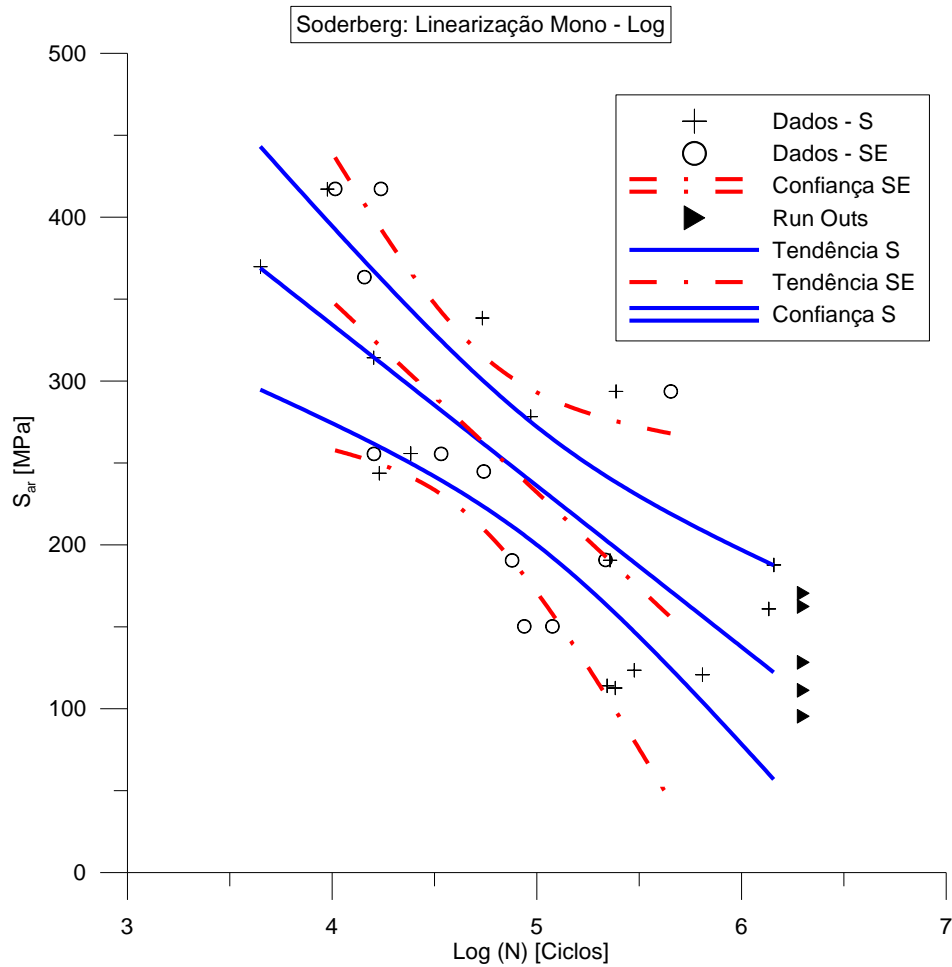


Figura 6.30 Curvas de tendência e de ajuste com bandas de confiança de 95% observadas para a relação Mono-log (S-N) para o material (S) e (SE), obtidas pelo modelo de Soderberg.

6.9 Modelo de SWT

Para montar os gráficos relativos ao modelo SWT foi utilizada a **Equação 5-19** para encontrar as tensões alternadas equivalentes (S_{ar}).

6.9.1 Modelo de SWT, linearização Log-log

Observam-se na **Figura 6.31** a linearização log-log e as curvas de ajuste correspondentes aos valores estimados, partindo dos dados experimentais para o material somente sinterizado (S) assim como para o material solubilizado e envelhecido (SE).

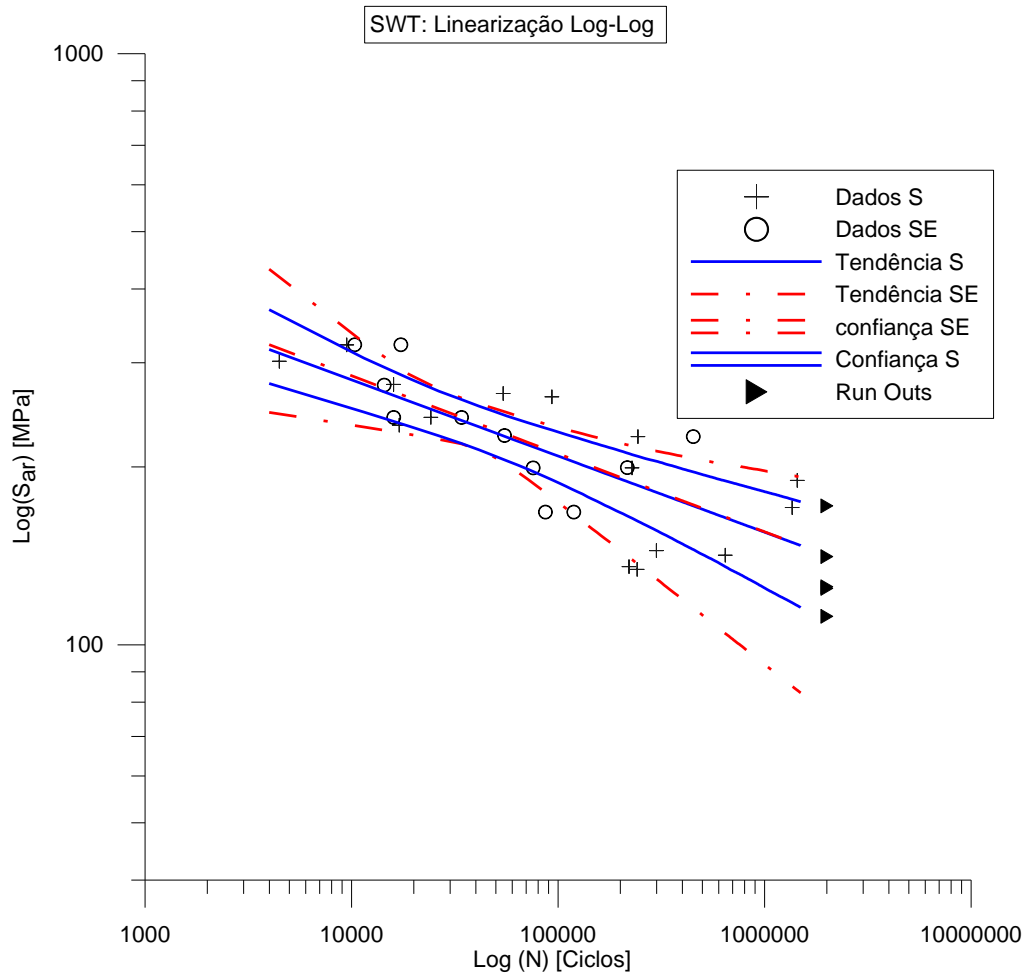


Figura 6.31 Curvas de tendência e de ajuste com bandas de confiança de 95% observadas para a relação log-log para S_{ar} , obtidas pelo modelo SWT, para o material (S) e (SE).

Os valores estimados para as tensões equivalentes podem ser obtidos pelas **Equações 6-18 e 6-19**:

$$\sigma_a = 919,1 \cdot N^{-0,01288} \quad \text{Equação 6-18}$$

$$\sigma_a = 961,1 \cdot N^{-0,1320} \quad \text{Equação 6-19}$$

Os parâmetros estimados \hat{A} e \hat{B} para o material somente sinterizado (S), assim como para o material solubilizado e envelhecido (SE) são:

$$\hat{A} = 6,8234 \text{ e } \hat{B} = -0,1288$$

$$\hat{A} = 6,8680 \text{ e } \hat{B} = -0,1320$$

6.9.2 Modelo de SWT, linearização Mono-log

A **Figura 6.32** ilustra a linearização mono-log e as curvas de ajuste, considerando a relação mono-log para os valores estimados (S_{ar}), com bandas de 95% de confiança, seguindo a norma ASTM E 739 (139), para o modelo SWT, obtida a partir dos dados experimentais para o material somente sinterizado (S), assim como do material solubilizado e envelhecido (SE).

Para o modelo mono-log, os valores estimados para as tensões podem ser obtidos pelas **Equações 6-20 e 6-21**:

$$\sigma_a = -64,5867 * N + 540,2326 \quad \text{Equação 6-20}$$

$$\sigma_a = -73,8876 * N + 583,1185 \quad \text{Equação 6-21}$$

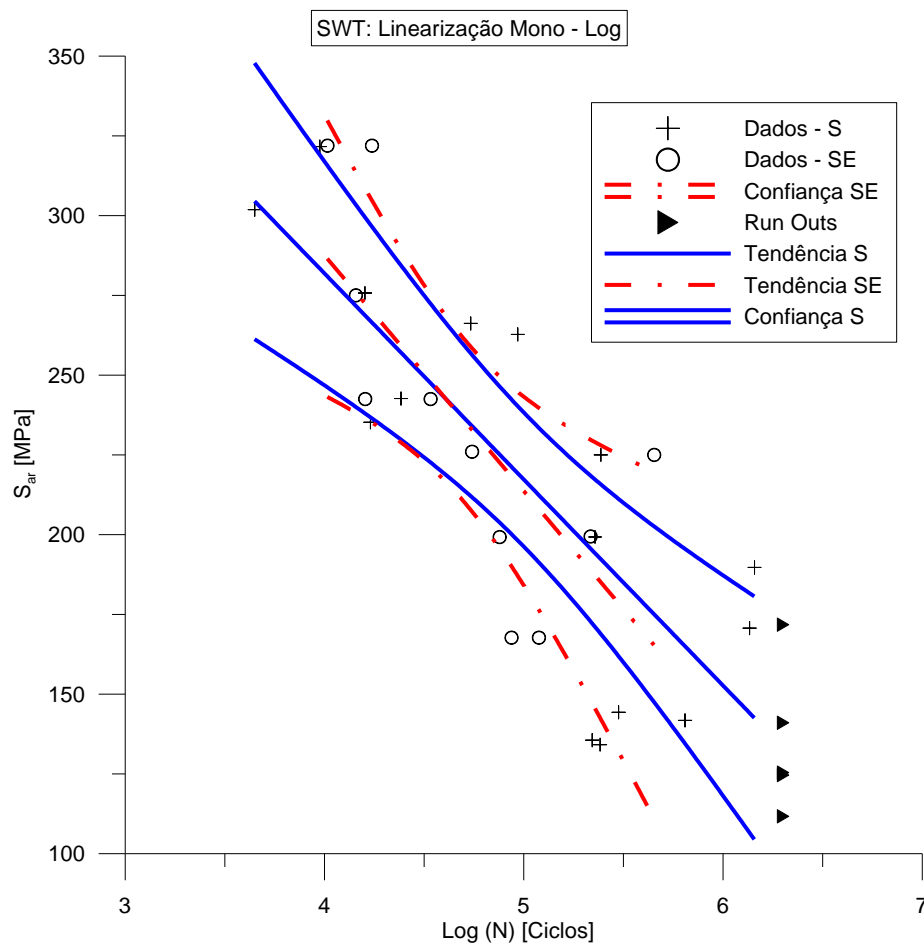


Figura 6.32 Curvas de tendência e de ajuste com bandas de confiança de 95% observadas para a relação Mono-log (S-N) para o material (S) e (SE), obtidas pelo modelo de SWT.

6.10 Modelo de Walker

Para encontrar as tensões alternadas equivalentes do modelo de Walker, foi utilizada a **Equação 5-20**. O valor de γ encontrado por iteração que determinava um melhor ajuste de curva foi próximo a 1,5, porém, como não se tem uma base teórica para a utilização deste valor, decidiu-se utilizar o valor mais próximo de 0,7 mostrado na **Figura 4.17**.

6.10.1 Modelo de Walker, linearização Log-log

Na **Figura 6.33** apresenta-se a linearização log-log e as curvas de ajuste para os valores estimados, por intermédio das relações encontradas na Seção 5.10.2, obtidas para o modelo de Walker a partir dos dados experimentais para o material somente sinterizado (S), assim como do material solubilizado e envelhecido (SE).

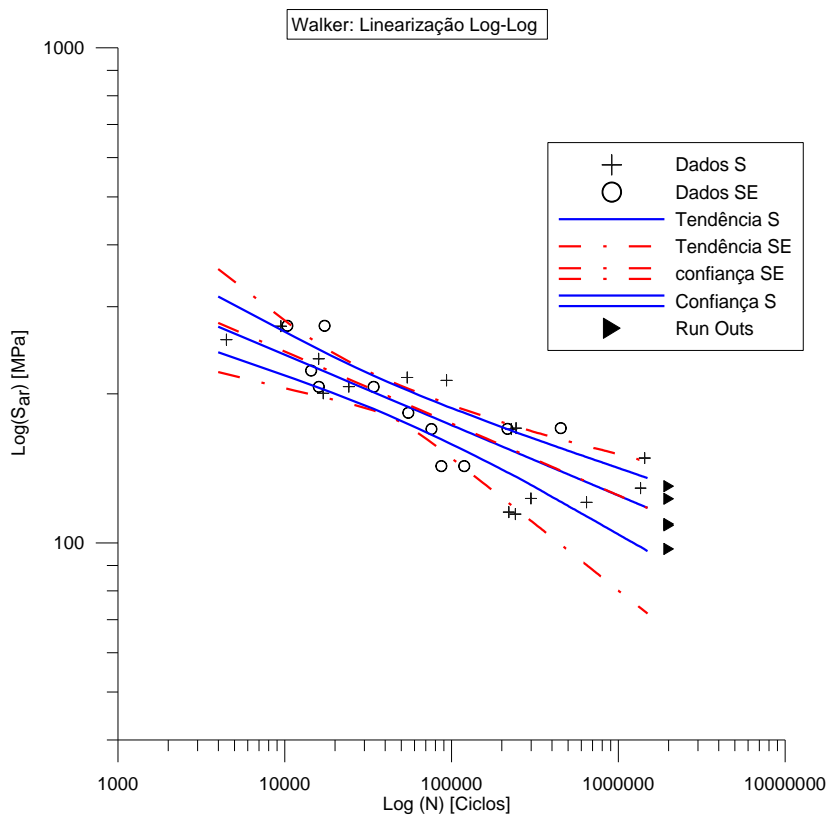


Figura 6.33 Curvas de tendência e de ajuste com bandas de confiança de 95% observadas para a relação log-log para S_{ar} , obtida pelo modelo Walker, para o material (S) e (SE).

Os valores estimados para as tensões equivalentes podem ser obtidos pelas **Equações 6-22 e 6-23**:

$$\sigma_a = 887,9 \cdot N^{-0,1421} \quad \text{Equação 6-22}$$

$$\sigma_a = 927,5 \cdot N^{-0,1452} \quad \text{Equação 6-23}$$

Os parâmetros estimados \hat{A} e \hat{B} para o material somente sinterizado (S), assim como do material solubilizado e envelhecido (SE), respectivamente são:

$$\hat{A} = 6,7888 \text{ e } \hat{B} = -0,1421$$

$$\hat{A} = 6,8325 \text{ e } \hat{B} = -0,1452$$

6.10.2 Modelo de Walker, linearização Mono-log

A **Figura 6.34** ilustra a linearização mono-log e as curvas de ajuste com bandas de 95% de confiança, seguindo a norma ASTM E 739 (139), para o modelo de Walker, obtidas a partir dos dados experimentais para o material somente sinterizado (S), assim como para o material solubilizado e envelhecido (SE).

Para a linearização mono-log, os valores estimados para as tensões podem ser obtidos pelas **Equações 6-24 e 625**:

$$\sigma_a = -59,5296 * N + 478,0528 \quad \text{Equação 6-24}$$

$$\sigma_a = -68,0507 * N + 517,0704 \quad \text{Equação 6-25}$$

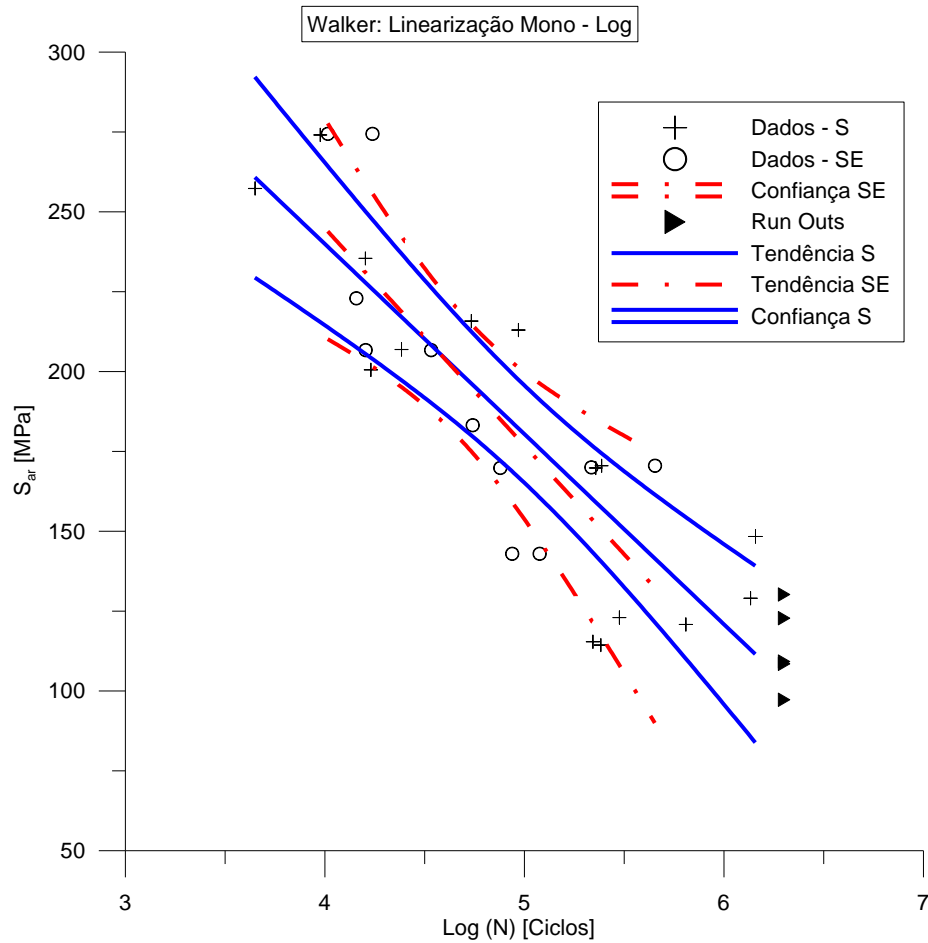


Figura 6.34 Curvas de tendência e de ajuste com bandas de confiança de 95% observadas para a relação Mono-log (S-N) para o material (S) e (SE), obtidas pelo modelo de Walker.

6.11 Modelo de Kwofie

Para adequação das equações e gráficos ao modelo de Kwofie, foi utilizada a **Equação 5-21** para encontrar os valores de tensões alternadas equivalentes. O valor ótimo do parâmetro de sensibilidade à tensão média de Kwofie (α) encontrado por iteração foi de aproximadamente $\alpha = -1,2$, porém, da mesma forma que o parâmetro γ utilizado no cálculo no modelo de Walker, não se tem uma base para utilizar esse valor. Decidiu-se, então, usar o menor valor ótimo encontrado na **Figura 4.18**, $\alpha = 0,1$.

6.11.1 Modelo de Kwofie, linearização Log-log

Mostra-se na **Figura 6.35** a linearização log-log e as curvas de ajuste para os valores estimados, por intermédio das relações encontradas na Seção 5.10.2, obtidas para o modelo de Kwofie, baseadas nos dados experimentais, para o material somente sinterizado (S), assim como para o material solubilizado e envelhecido (SE).

Os valores estimados para as tensões equivalentes podem ser obtidos pelas **Equações 6-26 e 6-27**:

$$\sigma_a = 889,3 \cdot N^{-0,1636} \quad \text{Equação 6-26}$$

$$\sigma_a = 930,1 \cdot N^{-0,1669} \quad \text{Equação 6-27}$$

Os parâmetros estimados \hat{A} e \hat{B} para o material somente sinterizado (S), assim como do material solubilizado e envelhecido (SE) são:

$$\hat{A} = 6,7904 \quad \text{e} \quad \hat{B} = -0,1636$$

$$\hat{A} = 6,8352 \quad \text{e} \quad \hat{B} = -0,1669$$

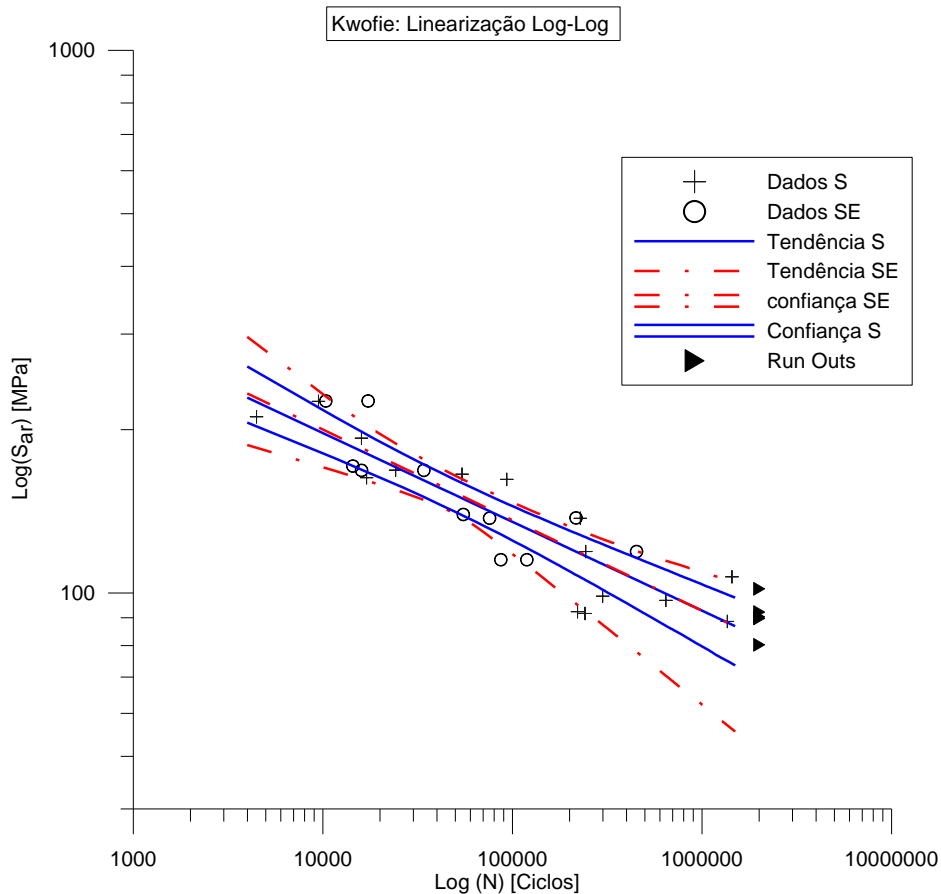


Figura 6.35 Curvas de tendência e de ajuste com bandas de confiança de 95% observadas para a relação log-log para S_{ar} obtida pelo modelo Kwofie, para o material (S) e (SE).

6.11.2 Modelo de Kwofie, linearização Mono-log

A **Figura 6.36** ilustra a linearização mono-log e as curvas de ajuste com bandas de 95% de confiança, seguindo a norma ASTM E 739 (139), para o modelo de Kwofie, obtidas a partir dos dados experimentais para o material somente sinterizado (S), assim como do material solubilizado e envelhecido (SE).

Para o modelo mono-log, os valores estimados para as tensões podem ser obtidos pelas **Equações 6-28 e 6-29**:

$$\sigma_a = -53,9537 * N + 411,8741 \quad \text{Equação 6-28}$$

$$\sigma_a = -61,7318 * N + 447,2648 \quad \text{Equação 6-29}$$

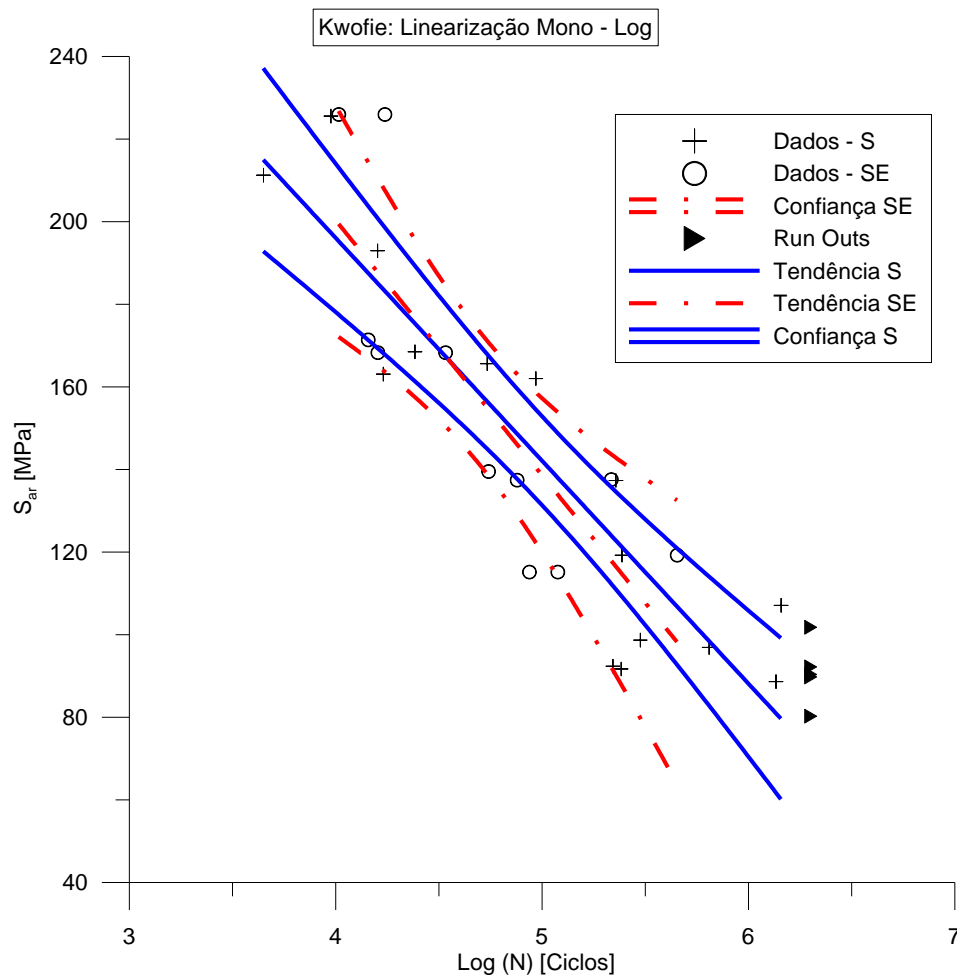


Figura 6.36 Curvas de tendência e de ajuste com bandas de confiança de 95%, observadas para a relação Mono-log (S-N) para o material (S) e (SE), obtidas pelo modelo de Kwofie.

6.12 Modelo de Morrow

Para utilizar o fator de sensibilidade à tensão média de Morrow, M , foram utilizados os dados constantes da **Figura 4.16**, obtendo-se um valor de 0,13. Com isso, usamos a **Equação 5-22** para calcular as tensões alternadas equivalentes pelo modelo de Morrow.

6.12.1 Modelo de Morrow, linearização Log-log

São mostradas na **Figura 6.37** a linearização log-log e as curvas de ajuste para os valores estimados, por intermédio das relações encontradas na Seção 5.10.2, obtidas para o modelo de Morrow. Utilizaram-se para a sua construção os dados experimentais para o material somente sinterizado (S), assim como para o material solubilizado e envelhecido (SE).

O valor estimado para a tensão pode ser obtido pelas **Equações 6-30 e 6-31**:

$$\sigma_a = 803,8 \cdot N^{-0,1417} \quad \text{Equação 6-30}$$

$$\sigma_a = 833,1 \cdot N^{-0,1439} \quad \text{Equação 6-31}$$

Os parâmetros estimados \hat{A} e \hat{B} para o material somente sinterizado (S) assim como do material solubilizado e envelhecido (SE) são:

$$\hat{A} = 6,6893 \quad \text{e} \quad \hat{B} = -0,1417$$

$$\hat{A} = 6,7252 \quad \text{e} \quad \hat{B} = -0,1439$$

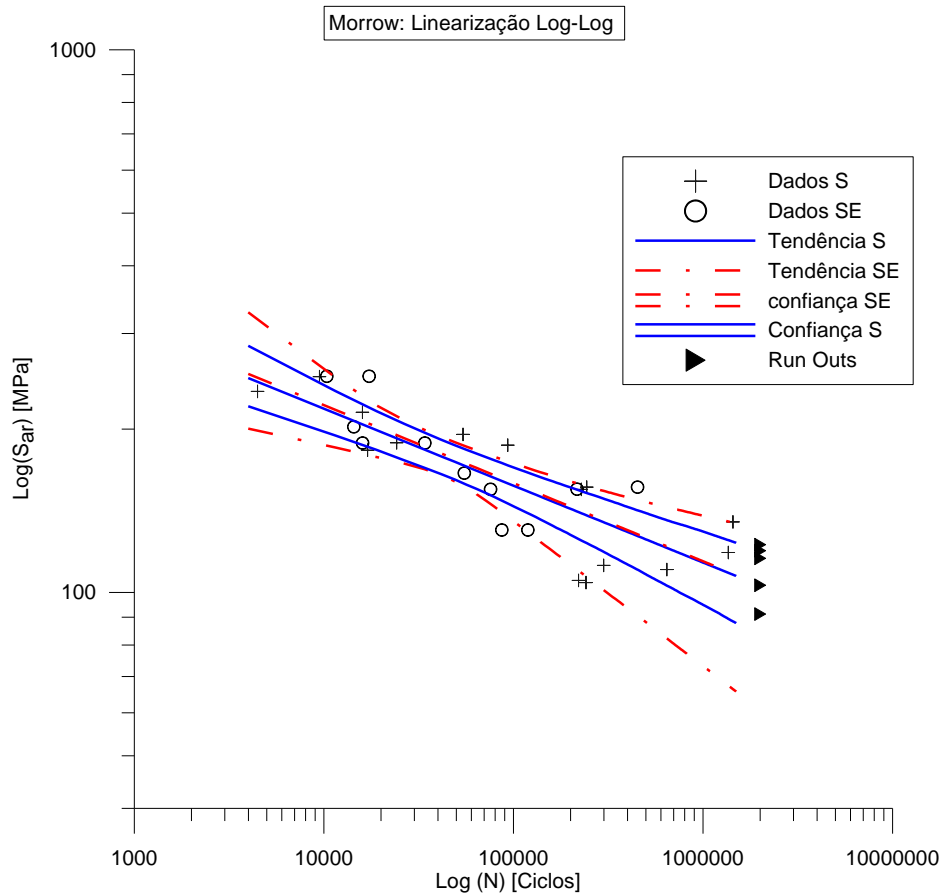


Figura 6.37 Curvas de tendência e de ajuste com bandas de confiança de 95% observadas para a relação log-log para S_{ar} , obtidas pelo modelo Morrow, para o material (S) e (SE).

6.12.2 Modelo de Morrow, linearização Mono-log

A **Figura 6.38** ilustra a linearização mono-log e as curvas de ajuste, com as bandas de 95% de confiança, seguindo a norma ASTM E 739 (139), para o modelo de Morrow, obtidas a partir dos dados experimentais para o material somente sinterizado (S), assim como para o material solubilizado e envelhecido (SE).

Para o modelo mono-log, os valores estimados para as tensões podem ser obtidos pelas **Equações 6-32 e 6-33**:

$$\sigma_a = -54,1457 * N + 434,7566 \quad \text{Equação 6-32}$$

$$\sigma_a = -61,5240 * N + 468,8960 \quad \text{Equação 6-33}$$

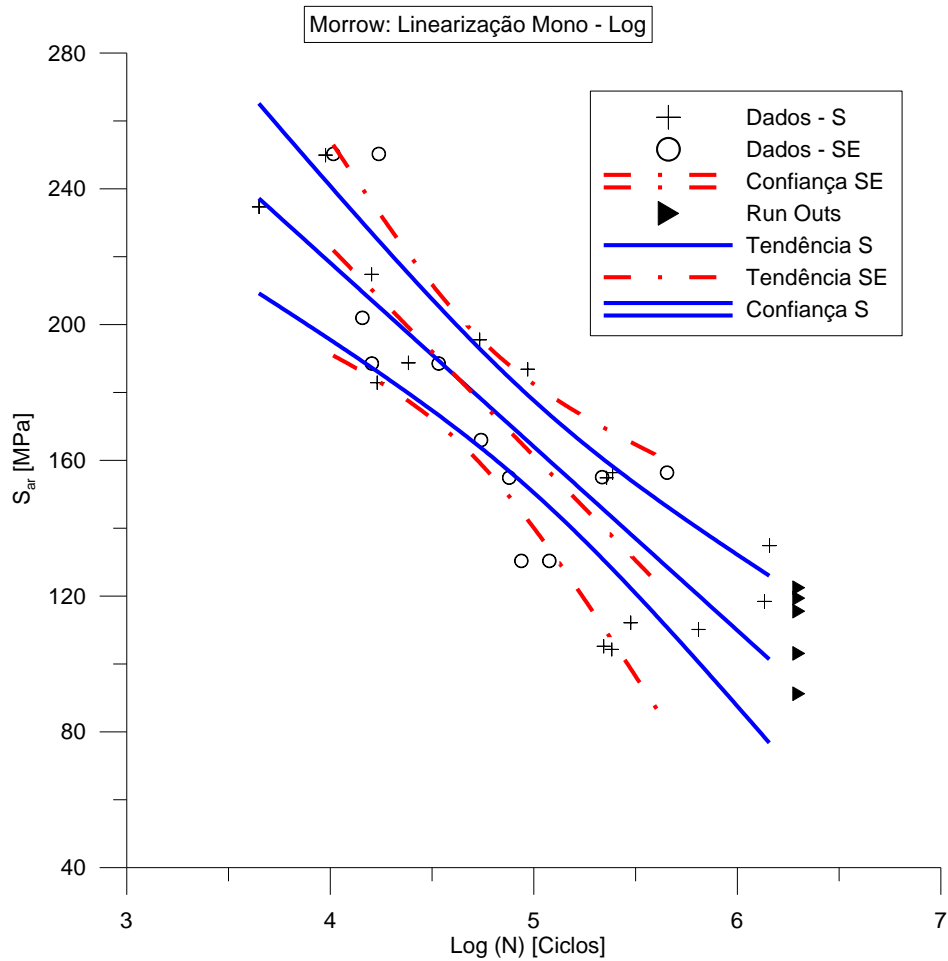


Figura 6.38 Curvas de tendência e de ajuste com bandas de confiança de 95%, observadas para a relação Mono-log (S-N) para o material (S) e (SE), obtidas pelo modelo de Morrow.

6.13 Comparação dos modelos

Os valores de R^2 servem de critério para avaliar o modelo que melhor se ajusta ao comportamento do material, e podem ser vistos na **Tabela 6.6**, assim como os valores da resistência à fadiga exibidos nas duas últimas colunas da mesma tabela.

Tabela 6.6 Coeficientes de determinação, R^2 , dos modelos estudados para análise do efeito da tensão média sobre a vida em fadiga e resistência à fadiga da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta, somente sinterizada (S) e solubilizada e envelhecida (SE).

Tratamento	Coef. de Explicação (R^2)				Resistência à Fadiga [MPa]	
	Mono - Log		Log - Log		Log - Log	
	S R^2	SE R^2	S * R^2	SE * R^2	S S_e	SE S_e
S-N	0,826	0,711	0,844	0,675	88	78
Goodman	0,577	0,416	0,638	0,448	129	107
Gerber	0,698	0,531	0,741	0,545	98	85
Soderberg	0,539	0,371	0,599	0,402	138	115
Morrow	0,715	0,607	0,761	0,607	110	100
SWT	0,593	0,511	0,654	0,534	153	140
Walker	0,707	0,615	0,753	0,616	121	109
Kwofie	0,813	0,700	0,834	0,668	88	77

Onde R^2 é o coeficiente de determinação para a linearização Mono-log, e $*R^2$ é o coeficiente de determinação para a linearização Log-log dos modelos.

É possível, com o auxílio da **Tabela 6.6**, visualizar a aderência dos modelos tanto para o material S quanto para o material SE. Sendo estes identificados na primeira linha Tratamento.

A linha *S-N* representa a análise feita sem a avaliação da tensão média e, aparentemente, representa uma melhor aderência ao comportamento do material. Considerando também que, de acordo com Kwofie, quanto mais próximo de 0 está o parâmetro α , menor é a sensibilidade do material à tensão média, o material (de acordo com as amostras testadas) não se mostra muito sensível à tensão média. O coeficiente de determinação, tanto para as curvas log-log, quanto para as curvas mono-log, demonstram pouco ajuste dos modelos aos dados experimentais obtidos. Em todos os casos, as curvas apresentaram uma melhor conformação à linearização mono-log.

Fazendo-se uma inspeção visual dos diagramas obtidos pela aplicação dos procedimentos da norma ASTM E 739 (139) aos dados, podemos também perceber que nas curvas *S-N* (sem tensão equivalente) e nas do modelo de Kwofie o material apresenta bandas de confiança mais estreitas, mesmo que alguns pontos aparentem estar mais

dispersos. Este comportamento das bandas de confiança reforça a afirmação acima sobre a influência das tensões médias no material.

Foi observado também que modelos mais dinâmicos, como o de Kwofie, tendem a apresentar bom ajuste aos dados.

Dos critérios analisados pode-se considerar o de Soderberg como o mais conservativo, tendo-se em conta o fator de segurança incluído na formulação matemática por ele utilizada. Porém, este método não é muito usado pelos engenheiros da área de projetos. O seguinte critério mais conservativo seria o de Goodman, a depender do material a ser analisado e dos níveis de cargas em estudo. Goodman possui um comportamento mais conservativo quando utilizado para análises de influência de tensões médias de valores muito superiores aos estudados nesta tese, os quais são considerados baixos.

Com relação à influência do tratamento térmico utilizado sobre a resistência à fadiga da liga, observa-se que este não trouxe melhoria nem piora para a mesma. As duas curvas de tendência encontram-se praticamente superpostas, indicando que o material comportou-se de forma similar para os dois casos analisados.

É importante também registrar que para a análise de vida até 10^5 ciclos o material solubilizado e envelhecido apresenta um melhor comportamento, mantendo a curva de tendência sempre acima da do material sinterizado em aproximadamente 10 a 15 %.

Foi relatado no item 1.2.1 desta tese que *os altos valores* da resistência à fadiga nas ligas de titânio obtidas por fusão por arco elétrico, associados à conformação mecânica, são vinculados à formação das trincas sob a superfície do material numa fase β mais estável, favorecida pelo refinamento dos precipitados (26). Na liga em estudo, a fase β metaestável é associada à presença de precipitados grosseiros da fase alfa, favorecendo a formação de fissuras no material. Essas fissuras facilitam o avanço da trinca e têm como consequência *menores valores* de resistência à fadiga (25).

O valor de S_e (resistência à fadiga) obtido para a liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta nesta tese foi de 89 MPa. Taylor (172) reportou valores na casa dos 23-30 MPa para ossos humanos compridos e 32-43MPa para ossos bovinos compactos. Niinomi et al. (173) reportaram valores de resistência à fadiga em ossos bovinos compactos entre 40-50 MPa. Taylor et al. (174) têm referido valores de resistência à fadiga entre 70-80MPa para ossos bovinos. Após realizar análise de todos estes resultados, considerou-se que o material em estudo oferece valores de resistência compatíveis para o uso que foi concebido.

Considera-se que a microestrutura obtida combinada com o nível de porosidade da liga sejam os principais responsáveis pelo comportamento mecânico da liga. Se for preciso

alcançar valores de resistência superiores, por exigências de algum outro projeto, pode-se acrescentar ao processo de fabricação uma etapa de laminado, assim como uma alta velocidade de resfriamento (têmpera em água) depois do tratamento de envelhecimento, como descrito em outras pesquisas em que foram alcançados valores de resistência à fadiga de 700 MPa (16). Os *altos valores* de S_e também foram descritos em outros trabalhos (175), (176).

6.14 Análise da fratura

Nas **Figuras 6.39 a 6.44**, é mostrada uma sequência de imagens, obtidas no MEV, com diferentes aumentos e detalhes, que permitem descrever as características da fratura da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta, tanto somente sinterizada quanto solubilizada e envelhecida. Devido à orientação das amostras no microscópio, as superfícies das amostras que estiveram submetidas à tração nos ensaios de fadiga por flexão em quatro pontos aparecem na parte superior das imagens, identificada com uma linha horizontal de cor clara.

Observaram-se na análise destas imagens, características de fratura intergranular nas amostras sinterizadas. Esta fratura apresenta uma superfície áspera e avança contornando os grãos. Já no material solubilizado e envelhecido, o avanço da fratura ocorre através dos grãos. Este modo de fratura é denominado transgranular. Na fratura transgranular observam-se cortes planos no interior dos grãos produzidos pelo avanço da trinca.

Na **Figura 6.39 a)**, da liga somente sinterizada, com aumento de 250X, observa-se na superfície da fratura, indicada com uma linha de cor clara, o ponto de início da trinca. A direção de propagação da trinca encontra-se também sinalizada.

Na **Figura 6.39 b)**, também com aumento de 250X, é mostrada a fratura produzida durante o ensaio de fadiga em 4 pontos do material solubilizado e envelhecido. Na imagem foram identificados os pontos de início da fratura. A face inferior do CP (onde são iniciadas as trincas), como em todos os outros corpos ensaiados, esteve submetida a esforços de tração e isso favoreceu a formação das trincas de início da fratura. Observa-se também, para o material sem tratamento, que a fratura apresenta características de material frágil. A trinca avança no sentido perpendicular a superfície onde foi originada, indicado com uma flecha.

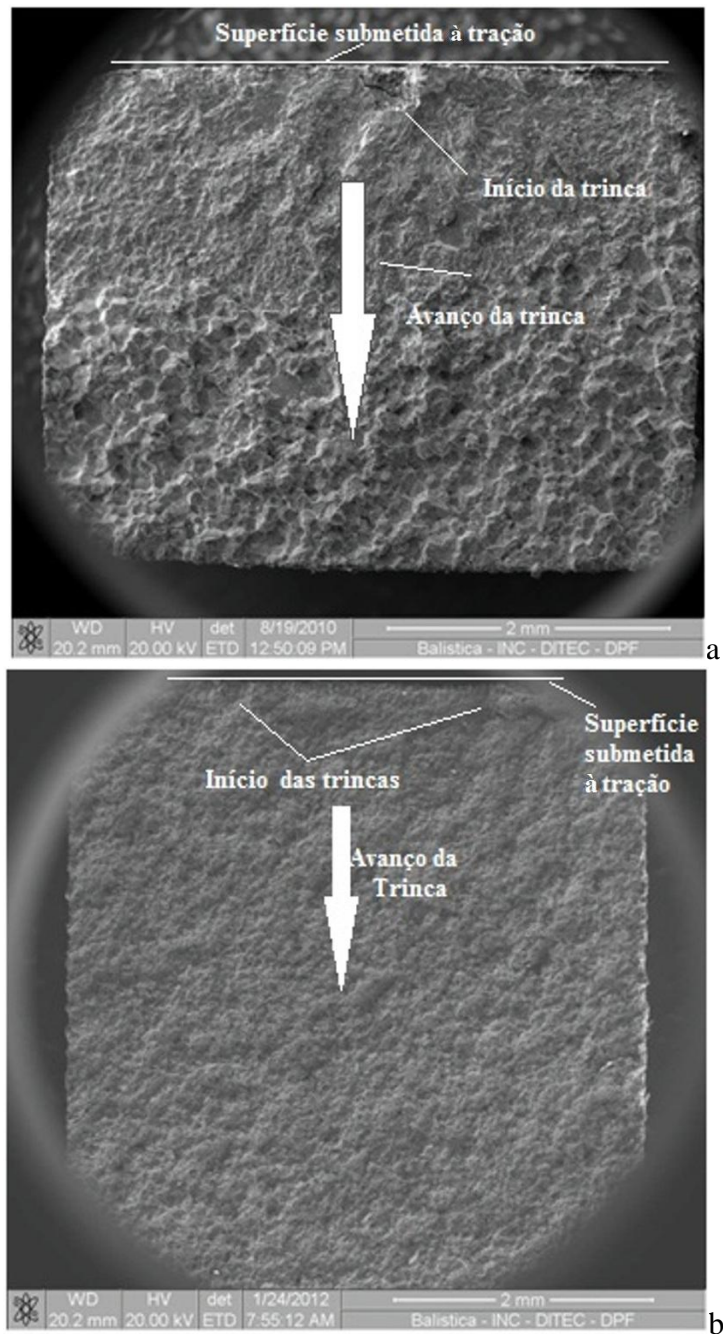


Figura 6.39 MEV de aspecto geral da fratura na liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta. a) sinterizada 1500 °C/2h no alto vácuo (10^{-7} Torr); b) solubilizada 1100 °C/3h e envelhecida 400 °C/72h. 250X.

Na **Figura 6.40 a)** da liga somente sinterizada, com um aumento de 500X, apresenta-se melhor detalhado o defeito concentrador de tensões (poro) que provocou o início de formação da trinca. É possível observar as características da superfície do avanço da trinca. Nessa imagem também são mostradas as marcas de sargento, próprias de fraturas frágeis, as mesmas apontam na direção de início da trinca.

Na **Figura 6.40 b)**, com aumento de 500X, são identificados os pontos de início das duas trincas que desencadearam o processo de fratura da amostra. As superfícies de surgimento das trincas em ambos os casos são as superfícies inferiores das amostras que estiveram submetidas à tração durante os ensaios de fadiga por flexão em quatro pontos. Nestas duas fratógrafias estão sendo indicadas as marcas de sargento, dentro dos círculos de cor clara. Estas marcas retas que apontam em direção da trinca são características de materiais frágeis, como as ligas de titânio.

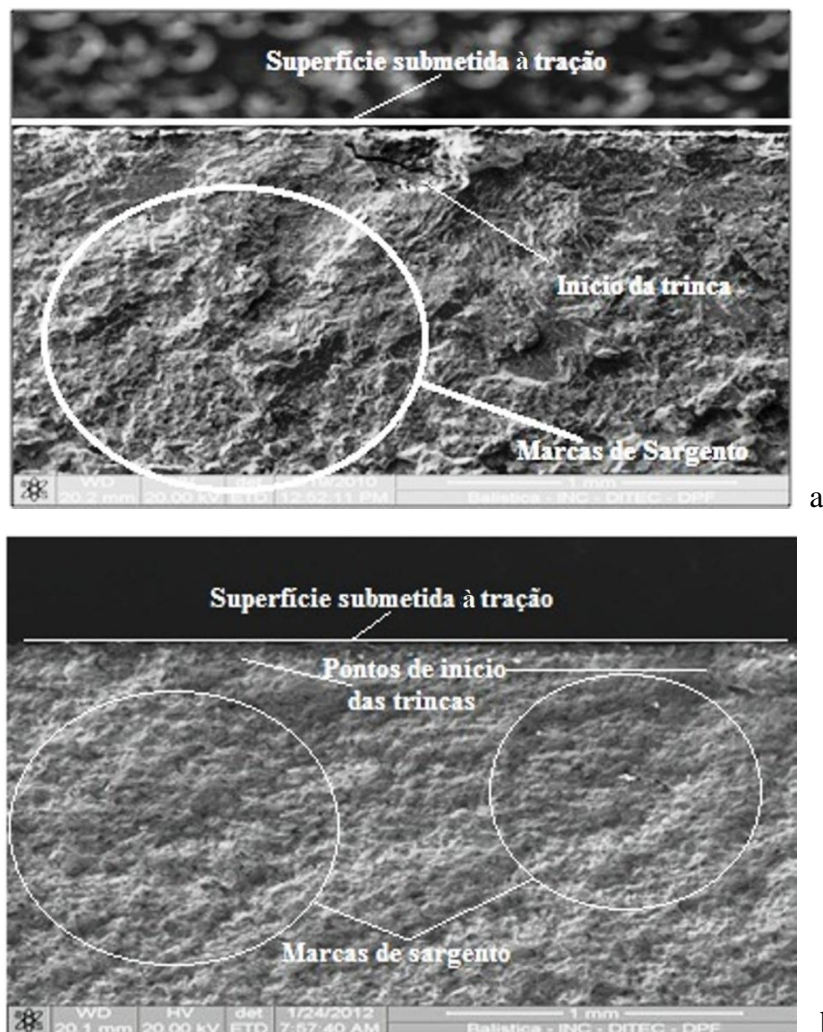


Figura 6.40 MEV, detalhes das marcas de sargento na fratura da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta. a) sinterizada 1500 °C/2h no alto vácuo (10^{-7} Torr); b) solubilizada 1100 °C/3h e envelhecida 400 °C/72h. 500X.

Nas imagens da **Figura 6.41**, com aumento de 1000X, **a)** liga somente sinterizada, **b)** liga solubilizada e envelhecida, observam-se: a) indica-se com linha de cor clara detalhe no interior do poro onde se iniciou a fratura, mostrando no seu interior outra microtrinca; e b)

também identificadas com linhas de cor clara, estão as duas microtrincas que desencadearam a fratura, em ambas as imagens as microtrincas encontram-se nas superfícies inferiores das amostras, submetidas à tração.

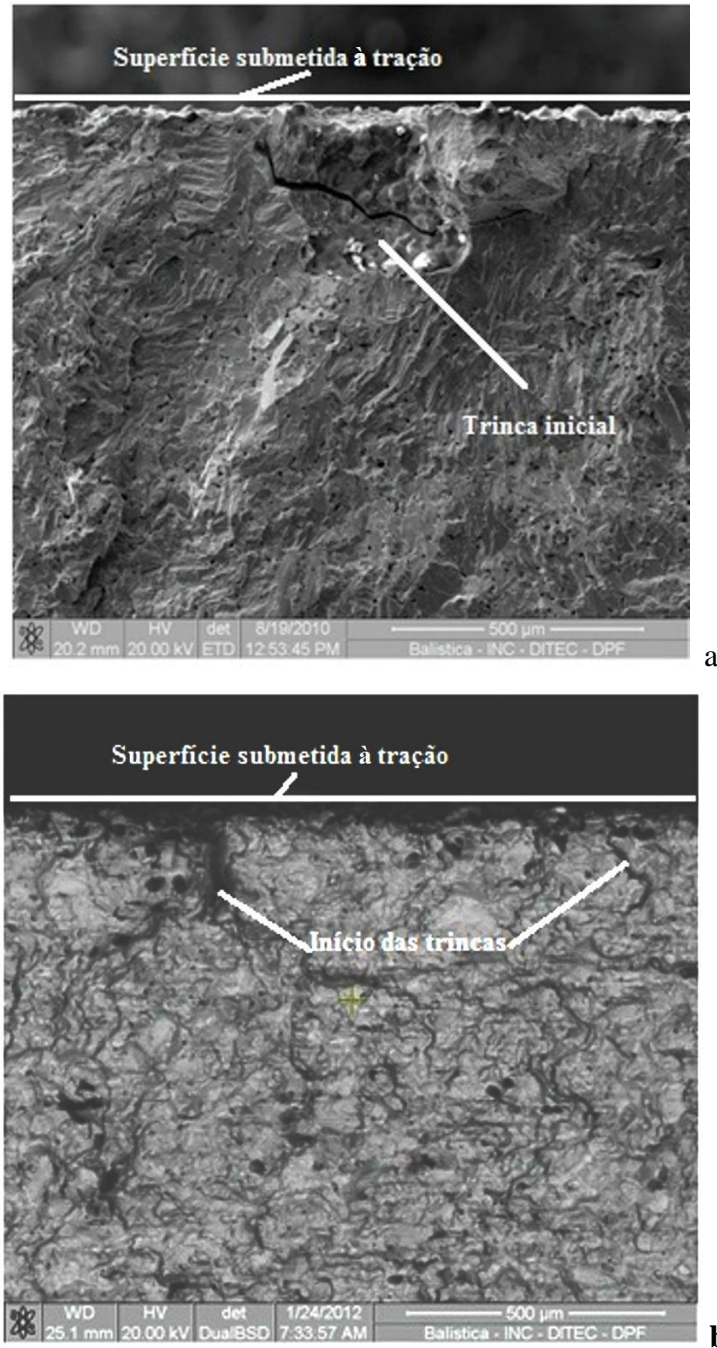


Figura 6.41 Detalhes de MEV da microtrinca e início da fratura na liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta. a) sinterizada 1500 °C/2h no alto vácuo (10^{-7} Torr); b) solubilizada 1100 °C/3h e envelhecida 400 °C/72h. 1000X.

É possível observar na **Figura 6.42 a)** da liga somente sinterizada e na **Figura 6.42 b)** da liga solubilizada e envelhecida detalhes ampliados 1500X dos pontos de início das fraturas, na superfície inferior do corpo de prova, submetida à tração.

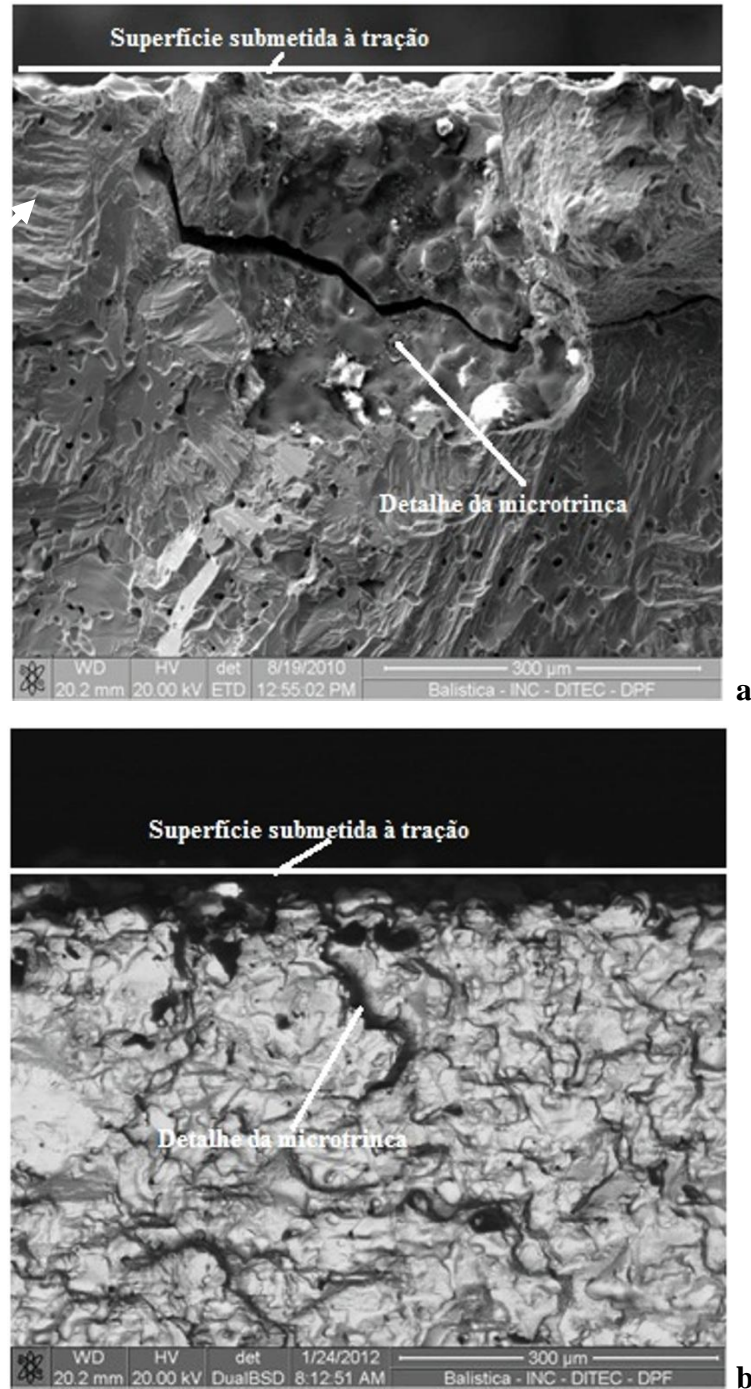


Figura 6.42 Detalhes de MEV da microtrinca de início da fratura da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta a) sinterizada 1500 °C/2h no alto vácuo (10^{-7} Torr), b) solubilizada 1100 °C/3h e envelhecida 400 °C/72h. 1500X.

Na imagem da figura **Figura 6.43 a)**, com aumento de 500X, da liga somente sinterizada, observam-se as características do modo de fratura intergranular, com propagação da trinca ao longo dos contornos de grão.

Na **Figura 6.43 b)**, com aumento de 500X, da liga solubilizada e envelhecida, observam-se marcas do modo de fratura transgranular característico das ligas de titânio envelhecidas, onde a trinca passa através dos grãos.

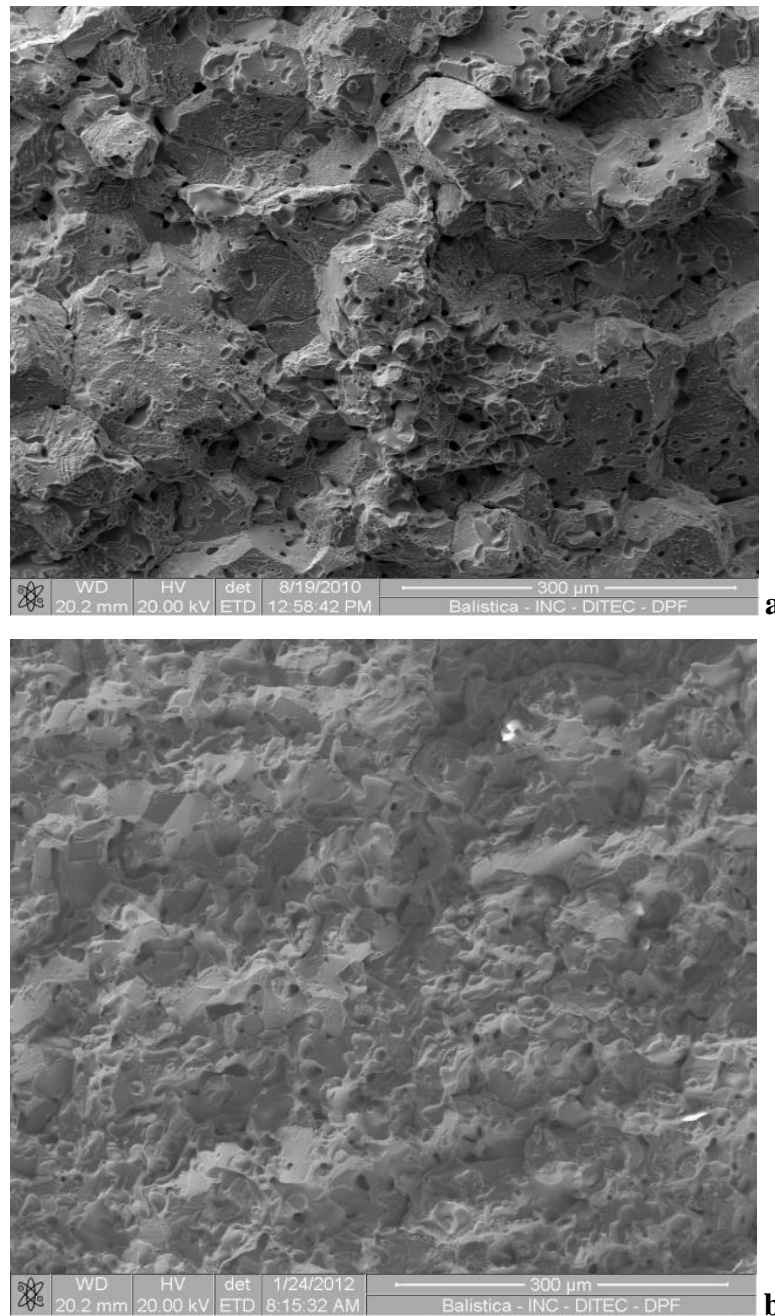


Figura 6.43 Detalhe de MEV do modo de fratura da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta. a) sinterizada 1500 °C/2h no alto vácuo (10^{-7} Torr); b) solubilizada 1100 °C/3h e envelhecida 400 °C/72h. 500X.

Na imagem da **Figura 6.44 a)** da liga somente sinterizada, com aumento de 500X, observam-se, com maior detalhe, as características do modo de fratura intergranular. Neste modo de fratura a propagação de trincas se dá ao longo dos contornos de grão.

Na **Figura 6.44 b)** observam-se superfícies planas, produzidas durante o avanço da trinca, próprio da fratura frágil transgranular, com aumento de 500X. Neste modo de fratura a propagação da trinca ocorre pela quebra sucessiva de ligações atômicas ao longo de planos específicos (clivagem), as trincas passam através dos grãos. Este é um comportamento característico das ligas TNZT (170).

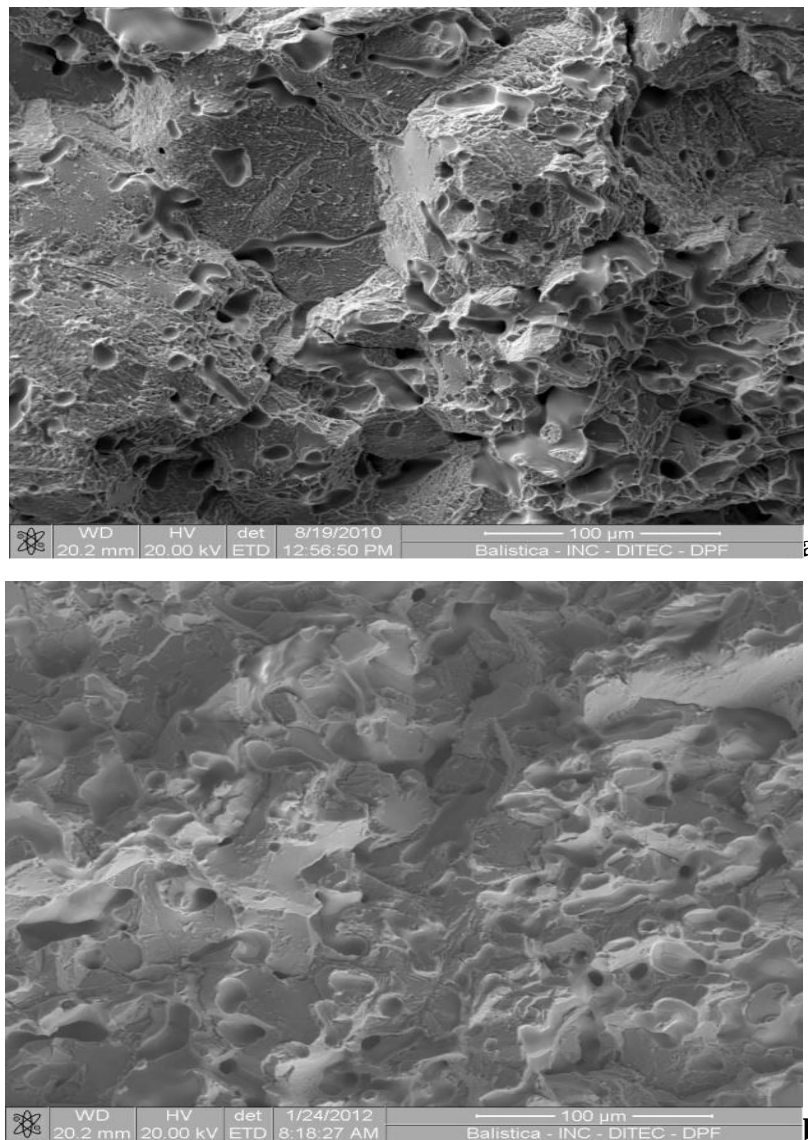


Figura 6.44 Detalhe do MEV do modo de fratura da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta. a) sinterizada 1500 °C/2h no alto vácuo (10^{-7} Torr); b) solubilizada 1100 °C/3h e envelhecida 400 °C/72h. 500X.

Niinomi (170), baseado em resultados de outros autores (177) - (179), identificou que as ligas Ti-Ta envelhecidas apresentam um modo de fratura transgranular, enquanto outras não tratadas apresentam um tipo de fratura intergranular. Essa transição de intergranular (quando não tratadas termicamente) a transgranular (quando envelhecidas) está relacionada à possível existência de uma pequena quantidade da fase ω . De forma análoga, Hon et al. (180), citados em (170), também concluíram que a transição do modo de fratura intergranular para transgranular, ocorre na presença da fase ω em ligas Ti-Ni.

Na **Figura 6.45** observa-se um detalhe da morfologia característica dos poros da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta, utilizada nesta pesquisa e produzida somente via metalurgia do pó. Estes poros apresentam tamanho médio aproximado de 8 μm , como é possível observar nesta imagem com ajuda da escala da mesma.

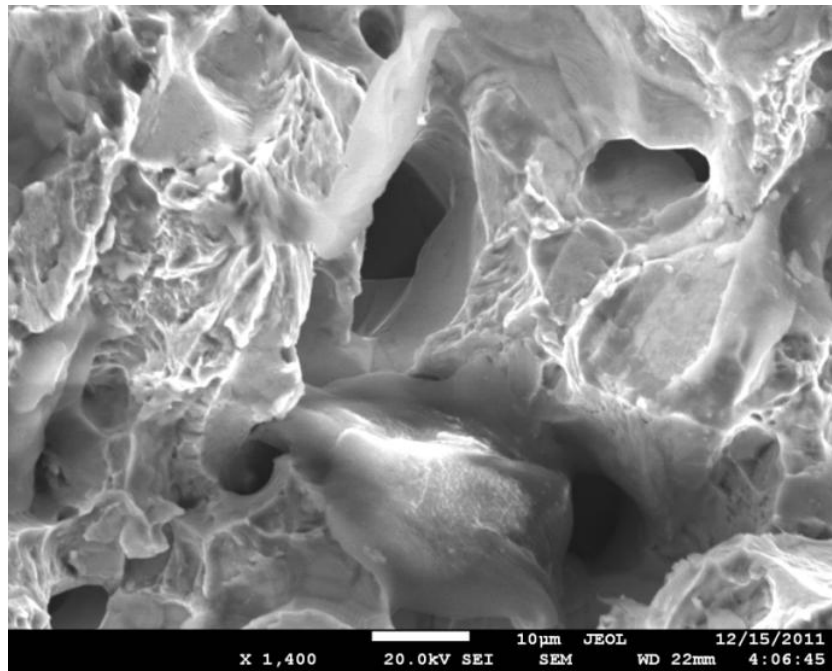


Figura 6.45 Imagem da morfologia dos poros na liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta solubilizada e envelhecida. 1400X.

7. CONCLUSÕES

O principal objetivo desse trabalho foi comparar o efeito dos tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento e da tensão normal média, devido à flexão de quatro pontos, na resistência à fadiga da liga Ti 35Nb 7Zr 5Ta, obtida via metalurgia do pó. Nesse sentido foi determinada experimentalmente a curva S-N. Os resultados serviram para determinar o limite de resistência do material e para avaliar as predições de alguns modelos. Goodman, Gerber, Walker, Soderberg, SWT, Morrow e Kwofie foram os modelos utilizados para a análise da influência da tensão média, podendo-se concluir:

- a) Mediante análise da microestrutura da liga, quando somente sinterizada, verificou-se que esta é formada pela matriz β , quantidade abundante de pequenos poros (com tamanho médio de 5 μm) e precipitados da fase α , com morfologia em forma de agulhas grosseiras, distribuídos ambos de forma aleatória (não uniforme), tanto no contorno dos grãos quanto na matriz. Depois da solubilização e envelhecimento, identificou-se que os precipitados α concentraram-se de forma quase absoluta nos contornos de grãos. Este comportamento dos precipitados pode ter sido provocado por uma maior dissolução do nióbio e do tântalo e a estabilização de fase β . Não foi identificado o refinamento esperado dos precipitados α .
- b) Após o processo de solubilização e envelhecimento, além da migração dos precipitados α para os contornos dos grãos, observou-se também a presença de poros de maior tamanho e um refinamento dos grãos em relação ao observado nos espécimes somente sinterizados. No entanto, a área porosa e a densidade de ambos os grupos de amostras mantiveram-se semelhantes. Por meio de análise da micrografia ótica, com ajuda de softwares de análise de imagens, determinou-se a existência de poros de tamanho médio aproximado de 8 μm . Outros trabalhos com ligas de Ti (181) demonstram que tal característica induz um bom comportamento com relação ao processo de osseointegração. Observa-se, assim, similaridade quanto ao nível de porosidade entre a liga analisada e o osso (172), quando comparadas as micrografias da fratura de ambos os materiais. Conclui-se, portanto, que o material obtido pode atender às características necessárias, no que diz respeito à porosidade, para o uso previsto na substituição do osso em próteses ortopédicas e dentárias.
- c) Foram encontrados valores de microdureza compatíveis aos valores descritos na literatura, 386HV, para ligas similares obtidas por outras técnicas (171). Com a temperatura de sinterização utilizada (1500 °C) obteve-se elevada dissolução dos

elementos de liga permitindo alcançar esses valores, demonstrando viabilidade de produção da liga via metalurgia do pó.

- d) Conforme literatura estudada, (16 – 25) citados em (26), a *alta resistência à fadiga* ($S_e \approx 700 \text{ MPa}$) nas ligas de titânio é associada à formação de trincas sob a superfície do material numa fase β estável, favorecida pelo refinamento dos precipitados. Na liga em estudo nesta tese, a fase α precipitou em forma de placas grosseiras durante o processo de sinterização. Não foi obtido o refinamento esperado durante o tratamento de envelhecimento, possivelmente pela maior dissolução do nióbio e do tântalo e pela estabilização da fase β . Todos estes fatores, assim como a porosidade presente, favoreceram a formação das trincas na superfície submetida à tração, tendo como consequência *menores valores* de resistência à fadiga. Conclui-se, portanto, que a microestrutura e o nível de porosidade resultante do processo de metalurgia do pó são os principais responsáveis pelos valores de resistência à fadiga da liga Ti 35Nb 7Zr 5Ta.
- e) O limite da resistência à fadiga determinado, $S_e(10^6)$, é 88 MPa para o material somente sinterizado e 78 MPa para o envelhecido e solubilizado. Quando comparados estes valores com o da resistência à fadiga, reportada na literatura, para ossos longos humanos e para ossos compactos bovinos (172) - (174), há indicativos de que o material desenvolvido, salvo análises mais profundas, possui resistência à fadiga compatível com as necessárias ao uso previsto. Constatou-se nesta pesquisa que o processo de envelhecimento (da forma realizada) não resultou num aumento da resistência à fadiga do material, influenciando, entretanto, o modo de fratura do material.
- f) Dos modelos de previsão da resistência à fadiga que procuram quantificar o efeito da presença de tensões médias, somente o modelo de Kwofie foi capaz de capturar o efeito de tal influência nos espécimes ensaiados. Além disso, as tensões alternadas equivalentes obtidas, após a aplicação do modelo de Kwofie, foram similares às tensões alternadas usadas nos ensaios. Como consequência, as curvas de resistência à fadiga, S-N, construídas com base nos resultados experimentais corrigidos pelo modelo de Kwofie e nos não corrigidos apresentaram valores de coeficientes de explicação, R^2 , da mesma ordem de grandeza (84%). Assim, com base nesse estudo, verificou-se uma pequena influência da presença da tensão média sobre a resistência à fadiga da liga estudada.

- g) Propõe-se que a diferença no modo das fraturas obtidas nas amostras sinterizada (intergranular) e solubilizada e envelhecida (transgranular) deve-se à possível precipitação da fase ω após o tratamento de envelhecimento, o que é coerente com estudos sobre ligas de titânio de composição semelhante à deste trabalho (170).
- h) Devido, à pequena influência do tratamento térmico de solubilização e envelhecimento sobre a resistência à fadiga, conclui-se que a liga somente sinterizada é a melhor opção numa possível aplicação na substituição do osso em próteses ortopédicas e dentárias, economizando-se, desta forma, tempo e recursos.

8. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Em face aos experimentos desenvolvidos, pelas conclusões obtidas e principalmente pela experiência que foi adquirida com o presente trabalho, o autor sugere os seguintes tópicos para o aprofundamento da pesquisa:

1. Estudos quantitativos sobre a influência dos tratamentos térmicos na resistência à fadiga da liga TNZT, assim como um estudo mais profundo da microestrutura obtida após o tratamento de envelhecimento.
2. Realização de técnicas de recobrimento com o intuito de se melhorar as propriedades da liga TNZT, como a realização de deposição química de vapor assistida por chama (DQVAC), como uma alternativa para a produção de revestimentos cristalinos de hidroxiapatita.
3. Estudo da rugosidade da liga Ti-35Nb-7Zr-5Ta, principalmente baseada na variação de porosidade e na influência desta na resistência à fadiga.
4. Avaliação da implantação *in vivo* de amostras com controle de porosidade obtido a partir das técnicas estudadas, visando observar aspectos de biocompatibilidade e crescimento de tecido ósseo novo nos poros criados (osseointegração).

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. **Rajarshi, B., Soumya, N., John, S., Hamish, L. F.** 2004. *Strengthening mechanisms in Ti-Nb-Zr-Ta and Ti-Mo-Zr-Fe orthopaedic alloys*. *Biomaterials*, Vol. 25, pp. 3413-3419.
2. **Fumio, W., Yokoyama, A., Omorib, M., Hiraic, T., Hideomi, K.** 2004. *Biocompatibility of materials and development to functionally graded implant for biomedical application*. *Composites Science and Technology*, Vol. 64, pp. 893-903.
3. **Cohen, J.** 1983. The living host reactions to embedded foreign implants. *Biomaterials in reconstructive surgery*. s.l. Leonard R. Rubim, M. D., F.A.C.S.
4. **Semlitsch, M. F., et al.** 1992. *Joint replacement components made of hot forged and surface-treated Ti-6%Al-7%Nb alloy*. *Biomaterials*, Vol. 13, pp. 781-788.
5. **Dunlop, J. W. C., Fratzi, P.** 2010. *Titanium alloys in total replacement- a materials science perspective*. *Annual Revision Material Resistance*, Vol. 40, pp. 1-24.
6. **Meyers, M. A., Chen, P. Y., Lin, A. Y. M., Sekil, Y.** 2008. *Structure and mechanical properties*. *Progress in material science*, Vol. 53, p. 206, n. 1.
7. **Semlitsch, M. F., Weber, H., Streicher, R. M., Schon, R.** 1992. *Joint replacement components made of hot-forged and surface-treated Ti-6Al-7Nb alloy*. *Biomaterials*, Vol. 13, pp. 781-8.
8. **Borowy, K-H., Krammer, H.** 1985. *On the properties of a new Titanium alloy (Ti-5Al-2.5Fe) as implant material*. Munich: Desche Ges Metallkunde EV. *Titanium 84' Science and Technology*. Vol. 2, pp. 1381-1386.
9. **Wang, K., Gustavson, L., Dumbleton, J.** 1993. *The characterization of Ti-12Mo-6Zr-2Fe. A new biocompatible titanium alloy developed for surgical implants*. Warrendale, Pensilvania. The Mineral, Metals and Materials Society. *Beta Titanium in the 1990s*. pp. 2697-704.
10. **Steinemann, S. G., Mausli, P-A., Szmukler, M. S., Semlitsch, M.** 1993. *Beta-titanium alloy for surgical implants*. Warrendale, Pennsylvania: The Mineral, Metals and Materials Society. *Beta Titanium in the 1990s*. pp. 2689-96.
11. **Fanning, J. C.** 1996. *Properties and processing of a new metastable beta titanium alloy for surgical implant applications TIMETAL 21SRx*. s.l. Science and Technology. *Titanium 95'*. pp. 1800-1807.
12. **Mishra, A. K., Davidson, J. A., Kovacs, P., Poggie, R. A.** 1993. *Ti-13Nb-13Zr: a new low modulus, high strength, corrosion resistant near-beta alloy for orthopaedic*

- implants*. Warrendale, Pennsylvania. The Mineral, Metals and Materials Society. Beta Titanium in the 1990s. pp. 61-72.
13. **Ahmed, T. A., Long, M., Silverstri, J., Ruiz, C., Rack, H. J.** 1996. *A new low modulus biocompatible titanium alloy*. s.l. Science and technology. Titanium 95' . pp. 1760-1767.
 14. **Zorn, G., Lesman, A., Gotman, I.** 2006. *Oxide formation on low modulus Ti 45Nb alloy by anodic versus thermal oxidation*. Surface & Coatings Tecnology, Vol. 201, pp. 612-18.
 15. **Rajarshi, B., Soumya, N., John, S., Hamish, L. F.** 2004. *Strengthening mechanisms in Ti-Nb-Zr-Ta and Ti-Mo-Zr-Fe orthopaedic alloys*. Biomaterials, Vol. 25, pp. 3413-3419.
 16. **Niinomi, M.** 2003. *Fatigue performance and cyto-toxicity of low rigidity titanium alloy, Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr*. Biomaterials, Vol. 24, pp. 2673-2683.
 17. **Umezawa, O., Nagai, K., Ishikawa, K.** 1990. Material Scince Engineering A, pp. 217-221. n. 129.
 18. **Kim, S. J., Hagiwara, M., Kawabe, Y., Kim, S. S.** 2002. Material science and Engineering A, pp. 73-78. n.334.
 19. **Niinomi, M.** 2003. Biomaterials, pp. 2673-2683. n.24.
 20. **Chait, R. T.** 1997. Metallurgical and materials Transactions A, p. 1017. n. 8.
 21. **Jha, S. K., Ravi Chandran, K. S.** 2003. Scripta Materialia, pp. 1207-1212. n. 48.
 22. **Neal, D. F., Blenkinshop, P. A.** 1976. Acta Materials, pp. 59-63. n. 24.
 23. **Sinha, V., Soboyejo, W. O.** 2001. Material Science and Engineering A, pp. 607-612. Vol. 319-321.
 24. **Atrens, A., Hoffelner, W., Duerig, T. W., Allison, J. E.** 1983. Scripta Metallurgical et materialia, pp. 601–606. n. 17.
 25. **Ruppen, J., Bhowal, P., Eylon, D., Macevely, A. J.** 1979. *ASTM STP. On the process of subsurface fatigue crack initiation in Ti–6Al–4V*. pp. 47–68.
 26. **Gunawarman, Niinomi, M., Akahori, T., Souma, T., Ikeda, M., Toda, H., Terashima, K.** 2005. *Fatigue Characteristics of Low Cost beta Titanium Alloys for Healthcare and Medical Applications*. Materials Transactions, Vol. 46, pp. 1570 - 1577. n. 7.
 27. **Okazaki, M., Hizume, T.** 1994. *Effect of microstructure on small fatigue crack growth and the crack opening-closing behavior in Ti-6Al-4V alloy*. Journal of the Society of Mater Science, pp. 1238-1244.

28. **Akahori, T., Niinomi, M., Fukunaga, K., Inagaki, I.** 2000. *An investigation of the effect of fatigue deformation on the residual properties of Ti-6Al-4V ELI.* Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 31, pp. 1937-48.
29. **Akahori, T., Niinomi, M., Fukunaga, K., Inagaki, I.** 2000. *Effect of the microstructure on the short fatigue crack initiation and propagation characteristics of biomechanical alpha/beta titanium alloys.* Metallurgical and Materials Transactions, Vol. 31, pp. 1949-58.
30. **Niinomi, M., Toshikazu, A., Hiasao, F., Michiauro, O., Hiroyuki, T.** 2005. *Improvement in fatigue characteristics of newly developed beta titanium alloy for biomedical applications by thermo-mechanical treatment.* Materials Science and Engineering C, Vol. 25, pp. 248-54.
31. **Jiang, X. P., Man, C. S., Shepard, M. J., Zhai, T.** 2007. *Effects of shot-peening and re-shot-peening on four-point bend fatigue behavior of Ti-6Al-4V.* Materials Science and Engineering A, Vols. 468-470, pp. 137-143.
32. **Telesman, J., Kantzos, P., Gabb, T., Prevey, P.** 1999. *Proceedings of the third Joint FAA/DoD/NASA.* New México, USA: s.n. conference on aging Aircraft, Albuquerque.
33. **Sakaguchi, N., Niinomi, M., Akahori, T., Takeda, J., Toda, H.** 2005. *Effect of Ta content on mechanical properties of Ti-30Nb-XTa-5Zr.* Materials Science and Engineering C, Vol. 25, pp. 370 - 376.
34. **Metikos, H. M., Kwokal, A., Piljac, J.** 2003. *The influence of niobium and vanadium on passivity of titanium-based implants in physiological solution.* Biomaterials, Vol. 24, pp. 3765 - 3775.
35. **Banerjee, R., Nag, S., Stechschulte, J., Fraser, H. L.** 2004. *Strengthening mechanisms in Ti-Nb-Zr-Ta and Ti-Mo-Zr-Fe orthopaedic alloys.* Biomaterials, Vol. 25, pp. 3413-3419.
36. **Ferrandini, P. L., Cardoso, F. F., Souza, S. A., Afonso, C. R., Caram, R.** 2007. *Aging response of the Ti 35Nb 7Zr 5Ta and Ti 35Nb 7Ta alloys.* *Journal of Alloys and Compounds.* Vol. 433, pp. 207-210.
37. **Tang, X., Ahmed, T., Rack, H. J.** 2000. *Journal Materials Science* Vol. 35, pp. 1805-1811.
38. **Yang, G., Zhang, T.** 2005. *Journal Alloys Compound,* Vol. 392, pp. 291-294.
39. **Tang, X., Ahmed, T., Rack, H. J.** 2000. *Phase transformations in Ti-Nb-Ta.* *Journal of Material Science,* Vol. 35, pp. 1805-1811.
40. **Dobromyslov, A. V., Elkin, V. A.** 2001. *Scripta Mater,* Vol. 44, pp. 905-910.

41. **Qazi, J. I., Marquardt, B., Allard, L. F., Rack, H. J.** 2005. *Phase formations in Ti - 35Nb - 7Zr - 5Ta (0,06 - 0,68)O alloys*. Materials Science and Engineering C, pp. 389-397.
42. **Qazi, J.I., Marquardt, B., Rack, H. J.** 2004. *High-Strength Metastable Beta-Titanium Alloys for Biomedical Applications*. J. O. M., Vol. 56, pp. 49-51. n. 11.
43. **Moffat, D. L., Larbalestier, D. C.** 1988. *The competition between martensite and omega in quenched Ti-Nb alloys*. Metallurgical Transactions A, Vol. 19, pp. 1677-88.
44. **Lütjering, G.** 2003. *Titanium: engineering materials and processes*. s.l. Berlin, Springer.
45. **Henriques, V. A. R., Silva, C. R. M.** 2001. *Production of titanium alloys for medical implants by powder metallurgy*. Key Engineering Materials, Vols. v.189-191, pp. 443-448.
46. **Covington, L. C.** 1982. *Corrosion resistance of titanium*. s.l. Dallas, Timet Corporation.
47. **Hurless, B.E., Froes, F. H.** 2002. *Lowering the cost of titanium*. The AMPTIAC Quarterly, Vol. 6, pp. 3-9. n. 2.
48. **Peixoto, E. M. A.** 2006. <http://qnesc.s bq.org.br/online/qnesc23/a14.pdf>. [Online] 23 de maio de MAIO 2006 [Citado em: 27 de agosto de 2009.]
49. **Destefani, Patto, U. S., et al.** 1972. *Aplicações e tecnologia das ligas de titânio*. CTA, Vol. 15. n. 17.
50. **Donachie Jr, M. J.** 1988. *Titanium-A technical guide*. ASM Internacional. Ohio, USA, Metals Park.
51. **Hurless, B. E., Froes, F. H.** 2002. *Lowering the cost of titanium*. The Amptiac Quarterly, Vol. 6, pp. 3-9.
52. **Rover, C. F. S., Guimarães, P.R., Ferrante, M.** 1971. *A redução do TiCl₄ pelo Mg na obtenção de esponja de titânio na usina piloto do CTA*. Metalurgia e Materiais, Vol. 27, pp. 11-18. n. 158.
53. **Leyens, C., Peters, M.** 2003. *Titanium and titanium alloys: fundamentals and applications*. New York. John Wiley & Sons.
54. **Taddei, E. B.** 2007. *Obtenção da liga Ti-35Nb7Zr-5Ta por metalurgia do pó para utilização em próteses ortopédicas*. [comp.] ITA. *Teses de Doutorado*. São José dos campos, SP, Brasil.
55. **Shackelford, F.** 1990. *Introduction to material science for engineers*. Macmilliam, 3th edition.

56. **Froes, F. H., Eylon, D.** 1984. Metals Handbook 9th ed. pp. 525-564
57. **Eloff, P. C.** 1984. Sintering of titanium. Metals Handbook 9th ed. pp. 393-395.
58. **Covington, C. L.** 1982. *Corrosion resistance of titânium*. s.l. Dallas:Timet corporation.
59. **German, R. M.** 1996. Sintering theory and practice.
60. **Hanson, H. B.** 1995. *The selection and use of titânium: a design guide*. London. Institute of materials.
61. **Caram, R.** 2008. Estrutura e propriedades dos materiais - estrutura cristalina. São Paulo, Brasil. UNICAMP.
62. **Oliveira, L.A., Matlakhova, A.N., Matlakhov.** 2006. *Análise da estrutura das ligas temperadas de Ti-Nb-3%Al*. H.C.P. de Foz de iguaçu, s.n. 17º CBECIMat.
63. **Andrade, P. N.** 2006. Caracterização microestrutural e mecânica de ligas Ti-Cu para aplicações odontológicas. *Tesis de Mestrado*. Campinas, São Paulo, Brasil.
64. **Committee, ASM.** 1993. *Titanium and titanium alloys: Metallographic techniques and microstructures*. pp. 968-1123. Vol. 9.
65. **Shackelford, F.** 1990. *Introduction to material science for engineers*. Macmillian, 3ra Edition.
66. **Brooks, C. R.** 1982. *Heat treatment, structure and properties of nonferrous alloys*. American Society for metals, Vol. 263, pp. 127-131.
67. **Evans, W. J.** 1998. *Optimising mechanical properties in alpha + beta titanium alloys*. Materials Science and Engineering A, Vol. 243, pp. 86-96.
68. **Lindemann, J.** 1999. *Microstructural effects on mechanical properties of duplex microstructures in titanium alloys*. Materials Science and Engineering A, Vol. 263, pp. 137-41.
69. **Patto, U. S.** 1973. *Aplicação e tecnologia das ligas de titânio*. Metallurgia, Vol. 26, pp. 11-23.
70. **Froes, F. H., Bomberger, H. B.** 1985. The beta titanium alloys. *Journal of Metals*. Vol. 37, pp. 28-37.
71. **Lütjering, G., Willians, J. C.** 2003. *Titanium*. Berlin.
72. **Amaro, J. P. M., Filho, D. A. A.** 1972. *Ligas de Titânio: Uma opção a mais aos que projetam e especificam no país*.
73. **Eylon, D., et al.** 1994. *Issues in the Development of Beta Titanium Alloys*. Journal of Metals, Vol. 46, pp. 14-15. n. 7.

74. **Anken, S., Greene, C. A.** 1999. *Recent developments in microstructure/property relationships of beta titanium alloys.* Materials Science and Engineering A, Vol. 263, pp. 127-131.
75. **Zapata, W. C.** 1987. *Estado atual da metalurgia do pó.* ABM, Vol. 43, pp. 880-890. 361.
76. **Boyer, R. R.** 1996. *An overview on the use of titanium in the aerospace industry.* Materials Science and Engineering A, Vol. 213, pp. 103-114.
77. **Tiley, J., et al.** May of 2004. *Quantification of microstructural features in α/β titanium alloys.* Materials Science and Engineering A, Vol. 372, pp. 191-198. n. 1-2.
78. **Karasevskaya, O. P., Ivasishin, O. M., Semiatin, S. L., Matviychuk, Y. V.** 2003. *Deformation behavior of beta-titanium alloys.* Materials Science and Engineering A, Vol. 354, pp. 121-132.
79. **Ho, W. F., Ju, C. P., Chern Lin, J. H.** 1999. *Structure and properties of cast binary Ti-Mo alloys.* Biomaterials, Vol. 20, pp. 2115-2122.
80. **Dobromyslov, A. V., Elkin, V. A.** 2001. *Martensitic transformation and metastable beta-Phase in binary titanium alloys with d-metals of 4-6 periods.* Scripta materialia, Vol. 44, pp. 905-910.
81. **Ohmori, Y., Ogo, T., Nakai, K., Kobayashi, S.** 2001. *Effects of ω -phase precipitation on beta- α' , α'' transformations in a metastable beta titanium alloy.* Materials Science and Engineering A, Vol. 312, pp. 182-88.
82. **Ankem, S., Greene, C. A.** 1999. *Recent developments in microstructure:property relationships of beta titanium alloys.* Materials Science and Engineering A, Vol. 263, pp. 127-131.
83. **Peters, J. O., Ltitjering, G., Koren, M., Puschnik, H., Boyer, R. R.** 1996. *Processing, microstructure, and properties of beta-Ti-6Al-4V.* Materials Science and Engineering A, Vol. 213, pp. 71-80.
84. **Okada, M., Lacombe, P., Tricot, R., Be´ranger, G.** 1988. *Proceedings of the Sixth World Conference on Titanium.* [ed.] part III Editions de Physique. p. 1625.
85. **Niinomi, M.** 1998. *Mechanical properties of biomechanical Titanium alloys.* Materials science and engineering A, Vols. 243, pp. 231-236, n 1-2.
86. **Schneider, S. C.** 2001. *Obtenção e caracterização da liga Ti-13Nb-13Zr para aplicação como biomaterial.* s.l.: IPEN.
87. **Wang, K.** 1996. *The use of titanium for medical applications in the USA.* Material Science and engineering A, Vol. 213, pp. 134-137.

88. **Henriques, V. A. R.** 2008. *Titânio no Brasil*. São Paulo. Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, Vol. 1, p. 375.
89. **Braga, N. A., Gomes, N. G. F., Cairo., C. A. A.** março/april de 2007. *Obtenção de titânio metálico com porosidade controlada por metalurgia do pó*. São Paulo, s.n. Química Nova, Vol. 30.
90. **Hong, T. F., Guo, Z. X., Yang, R.** 2008. *Fabrication of porous titanium scaffold materials by a fugitive filler method*. J Mater Sci: Mater Med, Vol. 19, pp. 3489 - 95.
91. **Oh, I. H., Nomura, N., Hanada, S.** 2005. *Mechanical properties of porous titanium compacts by powder sintering*. Scripta Materialia, Vol. 49, pp. 1197 - 1202.
92. **Froes, F. H., Eylon, D., Friedman, G., Eise, W. B., Ferguson, B. L., German, R. M., Iacocca, R., Lee, P. W., Madan, D., Moyer, K., Sanderow, H., Trudel, Y.** 2000. *ASM Handbook*. Ohio, capítulo 7, pp. 748 - 755.
93. **Bram, M., Stiller, C., Buchkremer, H., Stöver, P. D., Baur, H.** 2000. *High-Porosity Titanium, Stainless Steel, and Superalloy Parts*. Advanced Engineering Materials, Vol. 2, pp. 196 - 199.
94. **Chiavierini, V.** 1992. *Metalurgia do pó. Técnicas e produto*. s.l.: ABM.
95. **German, R. M.** 1996. *Sintering theory and practice*. s.l.: Jhon Wiley and sons, INC.
96. **Alberto, J. L.** 2000. *Operação de prensagem: Considerações técnicas e sua aplicação industrial. Parte I: O preenchimento das cavidades do molde*. Cerâmica Industrial, Vol. 5, n. 5.
97. **Kelly, H. J.** 2001. *Powder metallurgy*. s.l.: ASM International.
98. **Goetzel, C. G.** 1993. *Hot pressing, Metals Handbook*. s.l. : ASM International, 9ª edição, Vol. 7, p. 501.
99. **Price, P. E., Kohler, S. P.** 1993. *Hot isostatic pressing of metal powders*. s.l.: Metals Handbook ASM, 9na edição, Vol. 7. p. 419.
100. **Hanes, D. H.** 1972. *Hot isostatic pressing of high performance materials. Powder metallurgy for high performance materials*.
101. **Lograsso, B. K., Koss, D. A.** 1988. *Densification of titanium powder during hot isostatic pressing*. s.l.: Metallurgical transactions, Vol. 19.
102. **German, R. M.** 1996. *Sintering theory and practice*. s.l.: Jhon Wiley and sons, INC.
103. **Reed, J. S.** 1995. *Principles of ceramics Processing*. s.l.: Jhon Wiley and Sons, INC.
104. **Eloff, P. C.** 1984. *Sintering of titanium. Metals Handbook 9TH ed.* pp. 393-395.

105. **Savitskii, A. P.** 1993. *Liquid Phase Sintering of the Systems with Interacting Components*. Tomsk : Russian Academy of Sciences, Siberian Branch, Institute of Strength Physics and Materials Sciences Translated version by M.V. Kokunova.
106. **Silva, A. G. P., Júnior, C. A.** setembro de 1998. *Teoria de sinterização por fase sólida; uma análise crítica de sua aplicação*. Cerâmica, Vol. 44, n. 289.
107. **Froes, F. H., Eylon, D.** 1984. *Titanium P/M technology*. *Metals Handbook 9th ed.* pp. 748-755.
108. **Abouelmagd, G., et al.** 1989. *Mechanical properties of a Ti-6Al-4V alloy processed by powder metallurgy*. *Advances in Powder Metallurgy*, Vol. 3, pp. 347-360.
109. **Schwanke, C. M.** 2000. Obtenção de titânio particulado pelo processo de hidratação-deidratação. *Tese para obtenção do título de Doutorado em Engenharia*. Porto Alegre, Brasil : Universidade Federal do Rio Grande do Sul.
110. **Bose, A.** 1995. *Particulate injection moulding*. In: *Advances in particulate materials*, Utterworth-Heinemann. Cap. 6, pp. 272-413.
111. **Taddei, E. B.** 2007. Obtenção da liga Ti-35Nb7Zr-5Ta por metalurgia do pó para utilização em próteses ortopédicas. [comp.] ITA. *Teses de Doutorado*. São José dos campos, SP, Brasil.
112. **Bressiani, J. C., et al.** 2011. *Processo de sinterização em fase líquida*. São Paulo: IPEN. Relatório interno. <http://www.ipen.br/sitio/?idc=819>.
113. **Lee, W. E., Rainforth, W. M.** 1990. *Microstructure property control by processing*. s.l.: Chapman & Hall.
114. **Exner, H. E.** 1979. *Principles of Single Phase Sintering*. *Reviews on Powder Metallurgy and Physical Ceramics*, Vol. 1, pp. 1-4.
115. **Geguzin, J. E.** 1993. *Physik der Sinterns*. Leipzig. VEB Deutscher Verlag fuer Grundstoffindustrie.
116. **Kuczynski, G. C.** 1992. *Powder Metallurgy for High Performance Applications*. Syracuse. Ed. J. J. Burke, V. Weiss, Syracuse University Press, USA.
117. **Ashby, M. F.** 1974. *Acta Metalurgica*, Vol. 22, p. 75.
118. **Coble, R. L.** 1961. *Journal Applications Physics*, Vol. 32, p. 787.
119. **Kuczynskii, G. C.** 1975. *Sintering and Catalysis*. New York : , Ed. G. C. Kuczynskii.
120. **Kuczynskii, G. C.** 1976, *Zeitsch. f. Metallk*, Vol. 67, p. 606.
121. **Silva, A. G. P.** 1996. *Study on Sintering and Grain Growth of WC-Based Hard Metals*, *Tese de Doutorado, Universidade. Técnica de Viena, Áustria*.

122. **Brito, A. A. S.** 2000. *A Mecânica da Fratura. In: Ingenium, Dossier de Comunicações Metalúrgica e de Materiais.* Vol. 51.
123. **Oliveira, F. L., Ferreira, J. L. A., Araújo, J. A.** 2009. *Determinação da Resistência à Fadiga do Aço ASTM A743- CA6NM.* Brasília : Universidade de Brasília, Tomo 1, Metodologia, Ensaios e Resultados.
124. **Suresh, S.** 1998. *Fatigue of Matirials.* Cambrige : Cambrige University Press, Vol. 2da Edição.
125. **Oliveira, F., Ferreira, J. L. A., Araujo, J. A.** 2009. Determinação da resistencia à fadiga do aço astm a743 – CA6NM. Brasília: Universidade de Brasilia, Tomo 1 Curva s-n, metodologia, ensaios e resultados.
126. **Oliveira, F., Ferreira, J. L. A., Araujo, J. A.** 2009. Determinação da resistencia à fadiga do aço ASTM A 743 CA6NM. Brasília: Universidade de Brasilia, Tomo 4 Efeito da presença de concentradores de tensão sobre a resistência de fadiga.
127. **Garcia, A., Spim, J. A., Santos, C. A.** 2000. *Ensaio dos Materiais.* Rio de Janeiro. Livros Técnicos e Científicos S.A.
128. **Silva, B. L., Ferreira, J. L. A., Araújo, J. A.** 2009. *Determinação da Resistência à Fadiga do Aço ASTM A743 - CA6NM -.* Brasília: Universidade de Brasilia, Vols. Tomo 2- Limite de Resistencia a Fadiga- Metodologia, Ensaios e Resultados.
129. **Garcia, A., Spim, J. A., Santos, C. A.** 2000. *Ensaio dos Materiais.* Rio de Janeiro. Livros Técnicos e Científicos.
130. **Norton, R. L.** 2004. *Projeto de Máquinas: uma Abordagem Integrada.* Porto Alegre.
131. **Ipiña, J. E. P.** 2004. *Mecânica da fratura.* 1ª ed. Buenos Aires. Librería y Editorial.
132. **Shigley, J. E., Mischke, C. R., Budynas, R. G.** 2006. *Projeto de Engenharia Mecânica.* s.l.: 7ma ed. Bookman.
133. **Handbook, ASM International Metals.** 1998. *Fatigue and Francture.* Vol. 19. p. 2592.
134. **Wirshing, P. H.** 1983. *Statistical Summaries of Fatigue Data for Desing Purposes.* s.l.: Nasa Contract Report 3697, N83-29731.
135. **Nakazawa, H., Kodama.** 1987. *Statistical S-N Testing Method with 14 Specimens: JSME Standard Method for determination of S-N Curve.* pp. 59-69.
136. **Shen, C. L.** 1994. *The Statistical analysis of fatigue Data.* Department of Aerospace and Mechanical Engineering, University of Arizona. Arizona. Ph. D. Thesis.

137. **Kececioglu, D. B.** 2003. *Robust Engineering Desing-by-Reliability with Emphasis on Mechanical Componentes & Structural Reliability*. s.l.: DESTech Publications, Vol. 1, pp. 185-218.
138. **Japan Society of Mechanical Engineering (JSME)**.1981. Standart Method of Statistical Fatigue Testing. *Journal of materials science and engineering S 002*.
139. **American society for testing and materials. ASTM 739 E.** 2004. Standard practice for statistical analysis of linear or linearized stress-life (S-N) and strain-life (e-N) fatigue data. s.l.: ASTM International.
140. **Wood, L., Keynes, M.** 1966. BSI. British Standard. Methods of fatigue testing; part 5: guide to the application of statistics. s.l., Inglaterra: British Satndard Institution, p. 3518.
141. **Dixon, W. J., Mood, A. M.** 1948. A method for obtaining and analyzing sensitivity data. *Journal of American Satandard Association* Vol. 43, pp. 109-126.
142. **Zhang, J., Kececioglu, D. B.** Agosto de 1998. *New approches to determine the endurance strength distribution*. The 4th ISSAT. pp. 297-301.
143. **Collins, J. A.** 1993. *FAilure of materials in mechanical desing - analysis, prediction, prevention*. 2da. New York. Jhon Wiley and Sons, Inc.
144. **Pereira, J. C.** 2003. Curso de mecânica dos sólidos. Universidade Federal de Santa Catarina Departamento de Engenharia Mecânica Grupo de Análise e Projeto Mecânico, pp. 85-97.
145. **Braam, J. J., Van der Zwang, S. A.** 1998. *Statistical evaluation of the staircase and arcsin methods for determining the fatigue limit*. Journal of Testing Evaluation, Vol. 26, pp. 125-131.
146. **Svensson, T., Lorén, S., De maré, J.** 1999. Random features of the fatigue limit. [Online] <<http://wwwsp.se/mechanics/Engelska/FoU/ModFatigue.htm>>.
147. **Lin, S. K., Lee, Y.L., Lu, M. W.** 2001. *Evaluation of the staircase and the accelerated test methods for fatigue limit distributions*. International Journal of fatigue, Vol. 23, pp. 75-83.
148. **Rabb, B. R.** 2003. *Staircase testing - confidence and reliability*. Transformation Engineering Science, Vol. 40, pp. 447 - 464.
149. **Oliveira, F. L., Ferreira, J. L., Araújo, J. A.** 2009. *Determinação da Resistência à Fadiga do Aço ASTM A743-CA6NM. Efeito da Presença da Tensão Média sobre a Vida*. Universidade de Brasília. Brasília, Tomo 3.

150. **Wöhler, A.** 1870. *Über die Festigkeits-Versuche mit Eisen Und Stahl [On strength tests of iron and steel]*. Z Bauwesen, Vol. 20, pp. 73-106.
151. **Launnhardt, W.** 1873. *The stressing of Iron*. Z Archit Ing Ver Hannover, Vol. 19 (1), pp. 139-144.
152. **Weyrauch, J. J.** 1877. *Strength and Determination of the Dimentions of Structures of iron and Steel with Reference to the latest Investigatons*. New York. Jonhn Wiley and Sons.
153. **Merriman, M. A.** 1885. *A Text Book on the Mechanics of Materials and Beams, Columns and Shafts*. New York. Jhon Wiley and Sons.
154. **Fowler, C. E.** abril de 1889. *Allowable Strains in Old Bridges*. End News, Vol. 6.
155. **Gerber, W. Z.** 1874. *Calculation of the Allowable Stresses in Iron Structures*. Bayer, Z Archit Ing Ver, Vol. 6, pp. 101-110.
156. **Goodman, J.** 1899. *Mechanics applied to Engineering*. [ed.] 1 ed. Londres. Longmans, Green and Co.
157. **Gough, H. J.** 1924. *The Fatigue of Metals*. Londres. Scott, Greenwood and Sons.
158. **Moore, H. F., Koomers, J. B.** 1927. *The Fatigue of Metals*. New York. McGraw Hill.
159. **Haigh, B. P.** 1917. *Experiments on the Fatigue of Brasses*. Journal Institute of Metals, Vol. 18, pp. 55-86.
160. **Wilson, J. S., Haigh, B. P.** 1923. *Stresses in bridges. Engeneering*. London, pp. 116:411-413, 446-448.
161. **Morrow, J.** 1968. *Fatigue Design HandBook*. SAE. Warrendale, Advances in Engineering, Vol. 4, pp. 21-29.
162. **Sosino, C. M., Radaj, D.** 1998. *Fatigue assessment of welded joints by local approches*. Cambridge. Abington Publishing.
163. **Schütz, W.** 1996. *A history of fatigue*. Engineering Fracture Mechanics, Vol. 54, pp. 263-300.
164. **Smith, K. N., Watson, P., Topper, T. H.** dezembro de 1970. *Stress-Strain funtion for the fatigue of metals*. Journal of Materials, Vol. 5 (4), pp. 767-768.
165. **Berkovits, A., Fang, D.** Maio of 1993. *An analytical master curve for Goodman diagram data*. International Journal of Fatigue, Vol. 15, pp. 173-180, n. 3.
166. **Kwofie, S.** 2001. *An exponential stress funtion for predicting fatigue strenght and life due to mean stresses*. International Journal of Fatigue, Vol. 23, pp. 829-836.

167. **American society for testing and materials. ASTM 693 C.** 2003. Test method for density of glass by Buoyancy. s.l.: ASTM International.
168. **American society for testing and materials. ASTM. 1409-05 E.** 2003. Standard test method for determination of carbon, sulfur, nitrogen, and oxygen in steel and in iron, nickel and cobalt alloys. s.l.: ASTM International.
169. **American society for testing and materials. ASTM. 1019-03 E.** 2003. Standard test method for determination of carbon, sulfur, nitrogen, and oxygen in steel and in iron, nickel, and cobalt alloys. s.l.: ASTM International.
170. **Niinomi, M., Zhou, Y. L., Akahori, T.** May 18 of 2004. *Decomposition of martensite alpha" during aging treatments and resulting mechanical properties of Ti-Ta alloys.* Materials Science and Engineering A, Vol. 384, pp. 92-101.
171. **Allvac.** An Allegheny technologies company, catalogue.
172. **Taylor, D.** march of 1998. *Fatigue of bone and bones: An analysis based on stressed volume.* Journal of Bone and Joint Surgery, Inc. Journal of orthopaedic research, Vol. 16, pp. 163-9. 2.
173. **Niinomi, M., Kim, J. H., Akahori, T., Takeda, J., Toda, H.** 2005. *Effect of microstructure on fatigue of bovine compacts bone.* Japan Society of Mechanical Engineers International Journal, Vol. 48, pp. 472-480. n. 4.
174. **Taylor, D., O'Reilly, P., Vallet, L., Lee, T. C.** 6 de march of 2003. *The fatigue strength of compact bone in torsion.* Journal of biomechanics, Vol. 36, pp. 1103-1109.
175. **Sakaguchi, N., Niinomi, M., Akahori, T., Takeda, J., Toda, H.** 12 de maio de 2005. *Relationships between tensile deformation behavior and microstructure in Ti-Nb-Ta-Zr system alloys.* Materials Science and Engineering C, Vol. 25, pp. 363-369.
176. **Li, S. J., Cui, T. C., Hao, Y. L., Yang, R.** October 7 of 2008. *Fatigue properties of a metastable beta-type titanium alloy with reversible phase transformation.* Acta Biomaterialia, Vol. 4, pp. 305-317.
177. **Hao, Y. L., Niinomi, M., Kuroda, D., Fukunaka, K., Zhuo, Y. L., Yang, R., Suzuki, A.** 2003. *Metallurgy Materials Transformation,* Vol. 34A, p. 1007.
178. **Collings, E. W.** 1984. *The physical metallurgy of titanium alloys.* s.l.: ASM, Metals Park.
179. **Fedotov, S. G., Chelidez, T. V., Kovneristyy, Y. K., Sanadze, V. V.** 1986. *Physics Metals Metallurgy,* Vol. 62, p. 109.
180. **Hon, Y. H., Wang, J. Y., Pan, Y. N.** 2003. *Materials Transformations,* Vol. 44, p. 2384.

181. **Lia, J. P., Habibovic, P., Doel, M. V. D. C., Wilson, E., Wijn, J. R., Blitterswijk, C. A., Groot, K.** 16 de Fevereiro de 2007. *Bone ingrowth in porous titanium implants produced by 3D fiber deposition*. *Biomaterials*, Vol. 28, pp. 2810-20.