

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS**  
**CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E**  
**ENGENHARIA DE MATERIAIS**

ESTUDO DO COMPORTAMENTO MECÂNICO DAS LIGAS DE TITÂNIO  
BETA METAESTÁVEL TMZF E Ti15%Mo DURANTE PROCESSAMENTO  
TERMOMECÂNICO

Ana Paula de Bribean Guerra

São Carlos-SP

2020



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS**  
**CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E**  
**ENGENHARIA DE MATERIAIS**

ESTUDO DO COMPORTAMENTO MECÂNICO DAS LIGAS DE TITÂNIO  
BETA METAESTÁVEL TMZF E Ti15%Mo DURANTE PROCESSAMENTO  
TERMOMECÂNICO

Ana Paula de Bribean Guerra

Tese apresentada ao Programa de  
Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de  
Materiais como requisito parcial à obtenção  
do título de DOUTORA EM CIÊNCIA E  
ENGENHARIA DE MATERIAIS

Orientador: Dr. Claudemiro Bolfarini  
Coorientador: Dr. Alberto Moreira Jorge Jr.  
Agência Financiadora: CAPES

São Carlos-SP

2020



## **DEDICATÓRIA**

Dedico esta tese a todas as pesquisadoras e educadoras do Brasil, que tanto sofrem e lutam neste país, primeiramente por serem mulheres e, em segundo lugar, por se dedicarem a uma carreira que, apesar tão importante, bela e indispensável para a promoção de mudança social e construção de uma cultura de paz e qualidade de vida, têm que lidar com tanto descaso e sucateamento de suas profissões nesses tempos sombrios de desinformação, desvalorização do conhecimento científico, revisionismo e negacionismo histórico em que vivemos hoje.

## **VITAE**

Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de São Carlos (2014). Engenheira de Materiais pela Universidade Federal de São Carlos (2012).





# UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS

Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia  
Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais

---

## Folha de Aprovação

---

Defesa de Tese de Doutorado da candidata Ana Paula de Bribean Guerra, realizada em 02/10/2020.

### Comissão Julgadora:

Prof. Dr. Claudemiro Bolfarini (UFSCar)

Prof. Dr. Tomaz Toshimi Ishikawa (UFSCar)

Prof. Dr. Francisco Gil Coury (UFSCar)

Prof. Dr. Enrico José Giordano (CENIC)

Prof. Dr. Rodrigo José Contieri (UNICAMP)

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.

O Relatório de Defesa assinado pelos membros da Comissão Julgadora encontra-se arquivado junto ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais.





## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço à minha mãe Anahi Marques Guerra em primeiro lugar, mulher maravilhosa que me permitiu chegar até aqui e que me apoia tanto para que eu trilhe os caminhos que escolho. Agradeço a Nina, minha filha que tanto amo, razão pela qual decidi continuar na academia por tanto tempo.

Ao Universo, suas leis implacáveis, caminhos controversos e a todas as suas Deusas.

Aos meus queridos orientadores, que considero meus amigos e companheiros e que tanto me ensinaram. Aos meus amigos do CCDM, Sabrina Casarin, Danieli Nogueira, Rafael Simon, Matheus Maintinguer, Cleber Moretti, e colegas do LCE, Helena e Ana Vieira, Vitor Mendes, Eduardo Segantin por tanto me ajudarem na realização desse trabalho e por tornarem meus dias mais felizes.

À minha querida companheira de vida Carolina Laureto Hora, quem revisou o texto desta Tese e me ajuda a ser um ser humano melhor. Agradeço também à sua irmã, Carla Laureto Hora, pelas revisões dos artigos e por me fazer rir tanto.

Ao meu amigo de outras vidas Fabiano Nunes, que tanto me ouviu falar sobre minhas dificuldades em diversos momentos e que diariamente me lembrou que tudo na vida é passageiro.

Ao Centro Nacional de Pesquisas em Energia e Materiais (CNPEM) por permitir a utilização de suas instalações e à Thaís Cristina Alonso pela assistência técnica prestada.

À CAPES - Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior pelo apoio financeiro para realização desse trabalho com bolsa de estudos.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.



## RESUMO

Foram avaliadas curvas tensão x deformação de duas ligas de titânio beta metaestáveis, a liga Ti-15%Mo e a liga Ti-12%Mo-6%Zr-2%Fe. As curvas foram obtidas a partir de ensaios de compressão a quente isotérmicos em uma faixa de temperatura entre 650 e 900 °C, taxas de deformação entre 0,172 e 17,2 s<sup>-1</sup> e também sob resfriamento contínuo. Os fenômenos de endurecimento e amaciamento ocorridos durante a deformação a quente foram avaliados por meio das curvas tensão x deformação e análises microestruturais. Com base nos dados obtidos, constantes de equações constitutivas de modelos fenomenológicos disponíveis na literatura foram determinadas para que a capacidade de predição da tensão fosse avaliada. Os modelos avaliados foram o do tipo equação de Arrhenius com compensação da deformação, o modelo de Johnson-Cook modificado e o de Zerilli-Armstrong modificado. Pelas análises microestruturais das amostras deformadas pôde-se concluir que a ocorrência de fenômenos de recuperação dinâmica ocorreu de maneira muito acentuada, retardando a ocorrência de recristalização dinâmica para as maiores temperaturas analisadas. Pelos mapas de eficiência de dissipação de energia e mapas de instabilidade de deformação foi possível delimitar regiões de melhor eficiência de deformação dentro das condições de processamento avaliadas. A fase ômega atômica esteve presente em todas as amostras deformadas, porém não houve precipitação de fase alfa durante deformação. Não foi possível obter uma condição de processamento que possibilitasse uma microestrutura completamente recristalizada constituída pela fase beta nas condições analisadas, visto que as regiões das amostras analisadas não apresentaram homogeneidade e a recuperação por formação de subgrãos se deu preferencialmente em regiões de contornos de grão, onde foi detectada alta densidade de discordâncias empilhadas.

**Palavras-chave:** Equações constitutivas; Compressão a quente; Titânio beta-metaestáveis; Maclagem; Decomposição espinodal.



## ABSTRACT

### “STUDY OF THE MECHANICAL BEHAVIOR OF METASTABLE BETA TITANIUM ALLOYS TMZF AND Ti-15%Mo DURING THERMOMECHANICAL PROCESSING”

Stress-strain curves of two metastable beta titanium alloys, the Ti-15%Mo alloy and the TMZF alloy were evaluated. The curves were obtained from isothermal hot compression tests in a temperature range from 650 to 900 ° C, strain rates between 0.172 and 17.2 s<sup>-1</sup> and also under continuous cooling. Hardening and softening phenomena that occurred during hot deformation were evaluated by means of stress x strain curves and microstructural analyzes. Based on the obtained data, constitutive equation's constants of phenomenological models available in the literature were determined in order to evaluate their stress prediction ability. The evaluated models were the strain compensated Arrhenius equation model, modified Johnson-Cook model and modified Zerilli-Armstrong model. From the microstructural analyzes of the deformed samples, the occurrence of dynamic recovery phenomena was very pronounced, delaying the occurrence of dynamic recrystallization for the highest temperatures under the analyzed conditions. Through the energy dissipation efficiency maps and deformation instability maps it was possible to delimit regions of improved processing efficiency within the evaluated processing conditions. The athermic omega phase was present in all deformed samples; there was no alpha phase precipitation during deformation. It was not possible to obtain a processing condition that would make possible a completely recrystallized microstructure constituted by the beta phase for any of the processing conditions, since the regions of the analyzed samples did not show homogeneity and the recovery by formation of sub-grains occurred preferably in grain boundary regions, where a high density of dislocations was detected.

**Keywords:** Constitutive equations; Hot-compression; Metastable beta alloys; Twinning; Spinodal decomposition.



## PUBLICAÇÕES

OLIVEIRA, B. J. S.; CAMPANELLI, L. C.; OLIVEIRA, D. P.; GUERRA, A. P. B.; BOLFARINI, C. Surface characterization and fatigue performance of a chemical-etched Ti-6Al-4V femoral stem for cementless hip arthroplasty. **Surface & Coatings Technology**, v. 309, p. 1126-1134, 2016

LAGE, S. B. M.; CAMPANELLI, L. C.; GUERRA, A. P. B.; SHEN, J.; SANTOS, J. F.; SILVA, P. S. C. P.; BOLFARINI, C. A study of the parameters influencing mechanical properties and the fatigue performance of refill friction stir spot welded AlMgSc alloy. **International Journal of Advanced Manufacturing Technology** (INTERNET), v. 100, p. 101-110, 2018.





## SUMÁRIO

	Pág.
FOLHA DE APROVAÇÃO.....	i
AGRADECIMENTOS.....	iii
RESUMO.....	v
ABSTRACT.....	vii
PUBLICAÇÕES.....	ix
SUMÁRIO.....	xi
ÍNDICE DE TABELAS.....	xv
ÍNDICE DE FIGURAS.....	xvii
1 INTRODUÇÃO.....	1
2 REVISÃO DA LITERATURA.....	5
2.1 Titânio e suas ligas.....	5
2.2 Ligas de titânio $\beta$ e $\beta$ metaestáveis.....	11
2.2.1 Formação de fase metaestável ômega.....	15
2.2.2 Teoria de <i>design</i> de ligas $\beta$ e mecanismos de deformação.....	19
2.3 Processamento e controle microestrutural de ligas $\beta$ e $\beta$ metaestáveis.....	25
2.3.1 Deformação a quente dentro do campo de fase beta.....	27
2.3.2 Aquecimento adiabático e bandas de deformação.....	37
2.3.3 Mapas de eficiência de dissipação de energia.....	42
2.4 Mecanismos de endurecimento e amaciamento operantes durante processamento termomecânico em ligas beta.....	44
2.4.1 Recuperação estática e dinâmica.....	47
2.4.2 Recristalização estática e dinâmica.....	49
2.4.3 Recristalização metadinâmica.....	52
2.5 Modelagem de curvas de deformação a quente.....	52
2.5.1 Modelagem do comportamento plástico.....	54
2.5.2 Modelos constitutivos fenomenológicos selecionados.....	57
2.5.2.1 Modelo de Johnson-Cook.....	58

2.5.2.2 Johnson-Cook modificado.....	59
2.5.2.3 Modelo do tipo equação de Arrhenius.....	60
2.5.2.4 Equação de Arrhenius com compensação de deformação.....	62
2.5.2.5 Modelo de Zerilli e Armstrong (ZA) .....	63
2.5.2.6 Modelo de Zerilli e Armstrong modificado (ZAm) .....	64
2.6 Métodos utilizados na verificação de eficiência de predição .....	65
3 MATERIAIS E MÉTODOS.....	67
3.1 Caracterização das ligas de titânio.....	68
3.1.1 Liga Ti-12Mo-6Zr-2Fe (TMZF) .....	68
3.1.2 Liga Ti-15%Mo .....	71
3.2 Análise química.....	72
3.3 Análise de Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC).....	73
3.4 Módulo de elasticidade via excitação por Impulso .....	73
3.5 Análise de fases por difratometria de raios-X (DRX).....	74
3.6 Caracterização microestrutural.....	74
3.7 Indexação de picos de difração.....	79
3.8 Ensaios de compressão a quente .....	79
3.9 Configuração e setup de ensaios de compressão isotérmicos .....	83
3.10 Configuração e setup de ensaios de resfriamento contínuo .....	85
3.11 Relações tensão-deformação e correção de embarrilhamento.....	89
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES .....	95
4.1 Análise química.....	95
4.2 Microestrutura inicial .....	96
4.2.1 Caracterização inicial da liga TMZF .....	96
4.2.2 Caracterização inicial da liga Ti-15%Mo .....	98
4.3 Análise de DSC.....	100
4.4 Amostras deformadas após ensaio de compressão.....	101
4.5 Variação da temperatura devido ao aquecimento adiabático.....	102
4.5.1 Ensaios de compressão isotérmicos da liga TMZF.....	102
4.5.2 Ensaios de compressão isotérmicos da liga Ti-15%Mo .....	105
4.6 Curvas tensão <i>versus</i> deformação corrigidas e equações.....	107
4.6.1 Curvas de ensaios de compressão isotérmicos da liga TMZF .....	107

4.6.2	Curvas de ensaios de compressão isotérmicos da liga Ti-15%Mo.	115
4.6.3	Ensaio de deformação sob resfriamento contínuo da liga TMZF..	121
4.6.4	Ensaio de deformação sob resfriamento contínuo da liga Ti-15%Mo	123
4.7	Caracterização microestrutural	125
4.7.1	Liga TMZF	125
4.7.1.1	Ensaio isotérmicos	127
4.7.1.2	Ensaio de deformação sob resfriamento contínuo	151
4.7.2	Liga Ti-15%Mo	155
4.7.2.1	Ensaio isotérmicos	157
4.7.2.2	Ensaio de deformação sob resfriamento contínuo	169
4.8	Análises de difração de raios-X	173
4.8.1	Análise de raios-X da liga TMZF	176
4.8.2	Análise de raios-X da liga Ti-15%Mo	187
4.9	Equações constitutivas	197
4.9.1	Equação de Johnson-Cook modificada para liga TMZF	197
4.9.2	Determinação das constantes de Arrhenius modificado para liga TMZF	207
4.9.3	Equação de Zerilli-Armstrong modificada para liga TMZF	221
4.9.4	Modelagem Johnson-Cook modificado para a liga Ti-15%Mo	228
4.9.2	Determinação das constantes de Arrhenius modificado para liga Ti-15%Mo	236
4.9.3	Equação de Zerilli-Armstrong modificada para liga Ti-15%Mo	249
4.10	Mapas de eficiência de dissipação de energia e instabilidade de deformação	256
4.10.1	Mapas de $\eta$ e $\xi$ para liga TMZF	257
4.10.2	Mapas de $\eta$ e $\xi$ para liga Ti15%Mo	259
5	CONCLUSÕES	263
6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	265
7	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	267
	APÊNDICE A	287



## ÍNDICE DE TABELAS

	Pág.
Tabela 2.1 Resultados dos ensaios de tração para o estado tratamento de solubilização (T.S.) e para solubilizado e envelhecido (T.S.+ envelhecimento) das ligas preparadas pelo processo de design de ligas proposto por Morinaga et. al [51]. .....	21
Tabela 2.2 Temperaturas recomendadas para trabalho a quente para ligas de titânio beta, beta metaestáveis e ricas em fase beta [16]. .....	25
Tabela 3.1 Sequência de matrizes de forjamento utilizadas no forjamento rotativo. ....	70
Tabela 3.2 Composição química especificada para liga TMZF pela norma ASTM F1813 e análise química realizada por ICP-OES.....	72
Tabela 3.3 Composição química especificada para liga Ti-15%Mo pela norma ASTM F2066 e análise química realizada por ICP-OES.....	72
Tabela 3.4 Configuração de passes de deformação para ensaio sob resfriamento contínuo nas amostras de TMZF e Ti-15%Mo com intervalo entre passes de 5 segundos. ....	86
Tabela 3.5 Configuração de passes de deformação para ensaio sob resfriamento contínuo nas amostras de TMZF e Ti-15%Mo com intervalo entre passes de 20 segundos. ....	87
Tabela 3.6 Configuração de passes de deformação para ensaio sob resfriamento contínuo nas amostras de TMZF e Ti-15%Mo com intervalo entre passes de 50 segundos. ....	88
Tabela 4.1 Faixa de composição química especificada pela norma ASTM F1813 para a liga TMZF e resultados obtidos nas análises químicas.....	95
Tabela 4.2 Faixa de composição química especificada pela norma ASTM F2066 para a liga Ti-15%Mo e resultados obtidos nas análises químicas. ....	95
Tabela 4.3 Módulo elástico da liga TMZF após forjamento (obtido via excitação por impulso). ....	97

Tabela 4.4 Propriedades mecânicas da liga Ti-15%Mo (barra) [136].	99
Tabela 4.5 Módulo elástico da liga Ti-15%Mo (barra) obtido via excitação por impulso.	100
Tabela 4.6 Equações polinomiais de 9ª ordem utilizadas para descrição da tensão da liga TMZF de acordo com deformação (para deformações de 0,02 a 0,8).	112
Tabela 4.7 Equações polinomiais de 9ª ordem utilizadas para descrição da tensão da liga Ti-15%Mo de acordo com deformação (para deformações de 0,02 a 0,8).	118
Tabela 4.8 Resumo das características observadas nas microestruturas das amostras dos ensaios a quente isotérmicos da liga TMZF das Figuras de 4.31 a 4.36 e 4.46 a 4.57.	150
Tabela 4.9 Resumo das características observadas nas microestruturas das amostras de resfriamento contínuo da liga TMZF das Figuras de 4.62 a 4.70.	154
Tabela 4.10 Resumo das características observadas nas microestruturas das amostras dos ensaios a quente isotérmicos da liga Ti-15% das Figuras de 4.73 a 4.78 e 4.83 a 4.94.	169
Tabela 4.11 Resumo das características observadas nas microestruturas das amostras dos ensaios sob resfriamento contínuo da liga Ti-15%Mo das Figuras de 4.95 a 4.103.	173
Tabela 4.12 Valores das constantes das equações polinomiais descritivas do comportamento das constantes da equação de Arrhenius $\alpha$ , $\beta$ , $n$ , $Q$ e $\ln(A)$ para a liga TMZF.	218
Tabela 4.13 Valores das constantes das equações polinomiais descritivas do comportamento das constantes da equação de Arrhenius $\alpha$ , $\beta$ , $n$ , $Q$ e $\ln(A)$ para a liga Ti-15%Mo.	247

## ÍNDICE DE FIGURAS

	Pág.
Figura 2.1 Estrutura cristalina das fases HC em (a) e CCC em (b) mostrando os planos e direções de maior densidade de empacotamento e respectivos parâmetros de rede [1]. .....	8
Figura 2.2 Diagrama esquemático da influência dos elementos de liga em diagramas de equilíbrio de fases de ligas de titânio, adaptado de [1]. .....	9
Figura 2.3 Diagrama de fases pseudo-binário para adições de elementos beta estabilizadores. A linha identificada como $M_s$ representa a temperatura de formação de estrutura martensítica, adaptada [30]. .....	13
Figura 2.4 Diagrama de fases mostrando as fases de equilíbrio e metaestáveis importantes no titânio com adições de elementos de liga beta estabilizadores isomorfos. Os campos de fases metaestáveis foram representados por linhas tracejadas. Adaptado de [31]. .....	14
Figura 2.5 Imagem de campo escuro obtida por microscopia de transmissão mostrando em (a) partículas de fase ômega elipsoidais em liga Ti-Mo e em (b) partículas com geometria cúbica em liga Ti-V [45, 46]. .....	17
Figura 2.6 (a) Reflexões das quatro variantes da fase $\omega$ como vistas pelo eixo de zona $[113]_\beta$ [39] e (b) reflexões de duas variantes de $\omega$ como visto pelo eixo de zona $[101]_\beta$ [50]. .....	18
Figura 2.7 a) Imagem de difração por microscopia de transmissão de liga de titânio TIMET mostrando eixo de zona $[110]_\beta$ e fase $\omega$ dispersa na matriz beta [46] e b) padrão de difração de eixo de zona $[110]$ beta e os respectivos planos de difração das fases beta e ômega. ....	19
Figura 2.8 a) Diagrama de indexação de estabilidade de fase baseado nos parâmetros $B_o$ e $M_d$ e em (b) alteração de estabilidade de fase de acordo com elementos de liga, o início do vetor representa o local da liga Ti-10 mol%M [51]. Os pontos em vermelho e azul foram adicionados à figura original e correspondem aos valores de $B_o$ e $M_d$ para a liga TMZF e Ti-15%Mo, respectivamente. ....	21

- Figura 2.9 (a) Curvas de tração tensão-verdadeira x deformação de ligas TRIP/TWIP Ti-8,5Cr-1,5Sn, Ti-12Mo, Ti-6Al-4V e aço TWIP, ensaiadas em temperatura ambiente e taxa de deformação de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . (b) Encruamento normalizado pelo módulo de cisalhamento em função da deformação plástica verdadeira. (c) Mapa de *design* eletrônico de orbital “d” mostrando a posição da liga ternária Ti-Cr-Sn. A área tracejada laranja é a zona alvo no design de ligas com efeitos combinados de TRIP e TWIP [57]. ..... 23
- Figura 2.10 Em (a) alteração de razão elétron/átomo ( $e/a$ ) e no valor de  $B_0$  em liga de Ti-10Mo variando a quantidade de Fe e em (b) curvas tensão-deformação nominal das ligas Ti-10Mo com adição de Fe [66]. ..... 24
- Figura 2.11 Curvas tensão *versus* deformação de liga (a) Ti-10V-2Fe-3Al [16] e (b) TIMETAL LBC (Ti-6,8Mo-4,5Fe-1,5Al) [75] deformadas acima de  $T_\beta$ , mostrando dependência da magnitude de queda da tensão devido ao escoamento descontínuo à taxa de deformação. .... 27
- Figura 2.12 Microscopia óptica demonstrando a geração de discordâncias a partir dos contornos na liga TIMETAL LBC deformada a  $1190 \text{ }^\circ\text{C}$  e  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  em uma deformação verdadeira de 0,02 [75]. ..... 30
- Figura 2.13 Mapas de orientação de liga deformada Ti-55531 a  $895 \text{ }^\circ\text{C}$ : (a)  $0,1 \text{ s}^{-1}$ , 30%; (b)  $0,1 \text{ s}^{-1}$ , 50%; (c)  $0,1 \text{ s}^{-1}$ , 70%; (d)  $0,01 \text{ s}^{-1}$ , 50%; (e)  $1 \text{ s}^{-1}$ , 50%; (f)  $10 \text{ s}^{-1}$ , 50% [83]. ..... 31
- Figura 2.14 Mapa de orientação por EBSD (direção normal ao plano de laminação) de amostras tratadas de Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr-1Zr deformadas em 0,65 acima da temperatura de transição  $\beta$  ( $843 \text{ }^\circ\text{C}$ ) após (a) 60 s, (b) 180 s e (c) 900 s. Subgrãos e contornos de grão podem ser observados em linhas cinza e preto, respectivamente [84]. ..... 31
- Figura 2.15 Microestruturas representadas por mapas de EBSD deformadas até deformação verdadeira de 0,7 a  $900 \text{ }^\circ\text{C}$  a taxas de deformação de 10, 1, 0,1; 0,01 e  $0,001 \text{ s}^{-1}$  (da esquerda para direita acima). Abaixo, mapas de contornos de grão por EBSD (linhas pretas: contornos de alto ângulo ( $\theta > 15^\circ$ ) e linhas verdes: contornos de baixo ângulos ( $2^\circ \leq \theta \leq 15^\circ$ ) nas amostras deformadas correspondentes [86]. ..... 33



Figura 2.16 Subestruturas não homogêneas nas vizinhanças dos contornos de grão de uma liga fundida Ti-15V-3Sn-3Cr-3Al deformada a 790 °C até uma deformação de 1,05 [16].	33
Figura 2.17 Imagens de microscopia eletrônica de varredura por alto contraste mostrando subgrãos em deformações de (a) 0,25 e (b) 1,0 de deformação total [87].	34
Figura 2.18 Histograma de distribuição de desorientação de contornos em $\varepsilon = 0$ , a $T = 920$ °C, onde $N/N_t$ = fração de contornos medidos em relação ao total da amostra [87].	34
Figura 2.19 Formação de subgrãos em liga Beta CEZ com deformação de a) $\varepsilon = 0,25$ $N_t = 615$ b) $\varepsilon = 1,5$ , $N_t = 800$ , $\dot{\varepsilon} = 3$ s <sup>-1</sup> a 920 °C [87].	35
Figura 2.20 Histograma de distribuição de desorientação de contornos. Em a) $\varepsilon = 0,25$ , b) $\varepsilon = 1,0$ ; c) $\varepsilon = 1,5$ , sob $\dot{\varepsilon} = 3$ s <sup>-1</sup> e $T = 920$ °C, onde $N/N_t$ = fração de contornos medidos em relação ao total da amostra [87].	35
Figura 2.21 Temperatura instantânea da liga Ti-2Al-9,2Mo-2Fe deformada em temperaturas de 750 °C (a), 850 °C (b), 850 °C (c), 900 °C (d), 950 °C (e) e 1000 °C (f) [91].	39
Figura 2.22 Curvas tensão versus deformação verdadeira para liga Ti-1300 deformada a (a) 0,001s <sup>-1</sup> e (b) 10s <sup>-1</sup> em diferentes temperaturas mostrando efeito do aquecimento adiabático [70].	40
Figura 2.23 Fluxo de deformação plástica localizada em liga de Ti-1300 deformada a 890 °C a 10 s <sup>-1</sup> [70].	40
Figura 2.24 Bandas de instabilidade de deformação em microestruturas de liga Ti-5553 deformadas a (a) 800 °C/10 s <sup>-1</sup> e em (b) a 900 °C/10 s <sup>-1</sup> [24].	41
Figura 2.25 Microestruturas de domínios de instabilidade ocorridas em liga de Ti-22Al-25Nb, (a) bandas de cisalhamento adiabático a 940 °C 10 s <sup>-1</sup> , 50% de deformação; (b) fluxo de deformação localizado a 1060 °C e 10 s <sup>-1</sup> , 50% de deformação [95].	41
Figura 2.26 Relação entre mapas de dissipação de energia para deformação a quente de liga de titânio TB17 em níveis de deformação total de (a) 0,29, (b) 0,69	

e (c) 1,2. Os números nos contornos representam a eficiência de dissipação de energia. As áreas hachuradas representam as regiões de instabilidade [98]. .	43
Figura 2.27 Mapa de dissipação de energia e mecanismo de deformação para a liga Ti-55531. Os números sobre os contornos representam a eficiência de dissipação de energia [83].	44
Figura 2.28 Curva de escoamento plástico típica de materiais que somente sofrem recuperação dinâmica.	48
Figura 2.29 Curva de escoamento plástico típica de materiais que sofrem recristalização dinâmica.	51
Figura 3.1 Fluxograma experimental de etapas e caracterizações realizadas no presente trabalho (MO - microscopia óptica, DRX - difratometria de raios-X, MET - microscopia eletrônica de transmissão, EBSD - análise por difração de elétrons retro-espalhados, A-Star - mapeamento de orientação cristalográfica por indexação automática).	67
Ambas as ligas estudadas passaram pelos mesmos procedimentos experimentais, porém a liga TMZF passou por um processo adicional de forjamento rotativo, visto que foi recebida na forma de lingotes.	68
Figura 3.2 Parte do lingote da liga TMZF como recebida.	68
Figura 3.3 Esquema de corte de tarugo de TMZF para forjamento rotativo à esquerda e um dos tarugos cortados à direita (dimensões em mm).	69
Figura 3.4 Equipamentos utilizados no forjamento: a) forja rotativa e b) forno elétrico situados no LACOM-ITA- imagens cedidas pelo ITA.	70
Figura 3.5 Barras da liga TMZF obtidas por forjamento rotativo.	71
Figura 3.6 Barra de liga Ti-15%Mo como recebida.	71
Figura 3.7 Ilustração de tipo de equipamento utilizado na determinação de módulo elástico via excitação por impulso, ATCP Sonoelastic [137].	73
Ambas as amostras utilizadas para obtenção do módulo elástico possuíam formato cilíndrico. A amostra da liga TMZF foi considerada como tendo formato de disco com $\varnothing = 15,9$ mm, $h = 2,4$ mm e massa de 2,55 g; A amostra de	

Ti15%Mo foi considerada como uma barra de $\varnothing = 12,09$ mm, $h = 80,08$ mm e massa de 50,538 g.....	74
Figura 3.8 Equipamento analisador de difração de raios-X Bruker D8 Advance ECO localizado no Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE-DEMa) [138]. .....	74
Figura 3.9 Politriz vibratória Buhler localizada no Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE-DEMa) em (a) e em (b) modelo de politriz Minimet [140] utilizadas para preparo de amostras para análise por EBSD.....	76
Figura 3.10 MEV FEI Inspect S50 com analisador de EBSD acoplado localizado no Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE-DEMa) [138]. ....	76
Figura 3.11 Sistema de Polimento Iônico de Precisão (PIPS), Gatan modelo 691 localizado no Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE-DEMa) [138]. ...	77
Figura 3.12 Microscópio de transmissão eletrônica FEI Tecnai G <sup>2</sup> F20 localizado no Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE-DEMa) [138]. ....	78
Figura 3.13 Microscópio de transmissão eletrônica FEI TECNAI 52 S-TWIN localizado no Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE-DEMa) [138]. ...	79
Figura 3.14 Geometria dos corpos de prova para ensaios de compressão a quente, dimensões em mm. ....	80
Figura 3.15 Corpos de prova da liga TMZF (a) e em (b) Ti-15%Mo usinados para ensaio de compressão a quente. ....	80
Figura 3.16 Equipamento utilizado nos ensaios termomecânicos Gleeble 3800, situado no LLNano/CNPEM em Campinas/SP. ....	81
Figura 3.17 Em (a) folha de nióbio utilizada para redução de atrito entre amostras e garras do equipamento Gleeble durante ensaios de compressão e em (b) sua especificação. ....	82
Figura 3.18 Corpo de prova e posicionamento de termopares durante ensaio de compressão a quente no simulador Gleeble 3800. ....	83
Figura 3.19 Esquema de ensaios de compressão a quente isotérmicos em taxas de deformação de $0,172$ s <sup>-1</sup> . ....	84

Figura 3.20 Esquema de ensaios de compressão a quente isotérmicos em taxas de deformação de $1,72 \text{ s}^{-1}$ .....	84
Figura 3.21 Esquema de ensaios de compressão a quente isotérmicos em taxas de deformação de $17,2 \text{ s}^{-1}$ .....	85
Figura 3.22 Esquema de ensaios de deformação sob resfriamento contínuo por compressão a quente com intervalo entre passes ( $t_{ep}$ ) de 5, 20 e 50 segundos. ....	89
Figura 3.23 (a) Geometria de corpo de prova de ensaio de compressão comum antes e após deformação; (b) três direções principais ( $z, r$ e $\theta$ ), adaptado de Ettouney [141]. ....	92
Figura 3.24 Curvas de correção de embarilhamento das amostras da liga TMZF obtidas por meio de equações polinomiais de 3ª e 4ª ordem descritas a partir das medidas realizadas nas amostras deformadas. ....	92
Figura 3.25 Curvas de correção de embarilhamento das amostras da liga Ti-15%Mo obtidas por meio de equações polinomiais de 4ª ordem descritas a partir das medidas realizadas nas amostras deformadas.....	93
Figura 4.1 Microestrutura do lingote de TMZF como recebido obtida por MO, mostrando estrutura grosseira de fase beta com subestruturas provenientes do resfriamento lento.....	96
Figura 4.2 Microestrutura de seção transversal da barra como forjada da liga TMZF em região central. ....	97
Figura 4.3 Microestrutura de seção transversal da barra forjada da liga TMZF tratada a $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ por 30 min em região central.....	98
Figura 4.4 Microestrutura da seção transversal da barra de Ti-15%Mo como recebida, região central. ....	98
Figura 4.5 Microestrutura de seção transversal da barra de Ti-15%Mo tratada a $900 \text{ }^\circ\text{C}$ por 2 horas, região central.....	99
Figura 4.6 Curva obtida em análise de DSC de liga TMZF na condição como recebido (lingote).....	100

Figura 4.7 Amostras da liga TMZF após ensaio isotérmico de compressão a quente a 650 °C, com 0,172; 1,72 e 17,2 s <sup>-1</sup> , da esquerda para a direita, respectivamente.....	101
Figura 4.8 Amostras da liga TMZF após ensaio de deformação sob resfriamento contínuo por compressão a quente com intervalo entre passes de 5 segundos, da esquerda para a direita, 2 passes, 5 passes, 9 passes e 10 passes de deformação, respectivamente.....	101
Figura 4.9 Amostras da liga Ti-15%Mo após ensaio isotérmico de compressão a quente a 650 °C, com 0,172; 1,72 e 17,2 s <sup>-1</sup> , da esquerda para a direita, respectivamente.....	102
Figura 4.10 Amostras da liga Ti-15%Mo após ensaio de deformação sob resfriamento contínuo por compressão a quente com intervalo entre passes de 5 segundos, da esquerda para a direita, 2 passes, 5 passes e 10 passes de deformação, respectivamente.....	102
Figura 4.11 Variação de temperatura de acordo com deformação registrada por termopar na superfície dos corpos de prova da liga TMZF durante ensaio de compressão a quente isotérmico para diferentes taxas de deformação e temperaturas de ensaio. ....	104
Figura 4.12 Variação de temperatura de acordo com deformação registrada por termopar na superfície dos corpos de prova da liga Ti-15%Mo durante ensaio de compressão a quente isotérmico para diferentes taxas de deformação e temperaturas de ensaio. ....	106
Figura 4.13 Curvas obtidas no ensaio de compressão a quente isotérmico das amostras de liga TMZF em taxa de deformação de 0,172 s <sup>-1</sup> e suavização dos pontos por meio de filtro digital (em preto).....	108
Figura 4.14 Curvas obtidas no ensaio de compressão a quente isotérmico das amostras de liga TMZF em taxa de deformação de 1,72 s <sup>-1</sup> e suavização dos pontos por meio de filtro digital (em preto).....	109
Figura 4.15 Curvas obtidas no ensaio de compressão a quente isotérmico das amostras de liga TMZF em taxa de deformação de 17,2 s <sup>-1</sup> .....	111

Figura 4.16 Curvas obtidas no ensaio de compressão a quente isotérmico das amostras de liga TMZF em taxa de deformação de $0,172 \text{ s}^{-1}$ (em cinza) e curvas derivadas por equações polinomiais apresentadas na Tabela 4.6 (em preto). .....	113
Figura 4.17 Curvas obtidas no ensaio de compressão a quente isotérmico das amostras de liga TMZF em taxa de deformação de $1,72 \text{ s}^{-1}$ (em cinza) e curvas derivadas por equações polinomiais apresentadas na Tabela 4.6 (em preto). .....	114
Figura 4.18 Curvas obtidas no ensaio de compressão a quente isotérmico das amostras de liga TMZF em taxa de deformação de $17,2 \text{ s}^{-1}$ (em cinza) e curvas derivadas por equações polinomiais apresentadas na Tabela 4.6 (em preto). .....	114
Figura 4.19 Curvas obtidas no ensaio de compressão a quente isotérmico das amostras de liga Ti-15%Mo em taxa de deformação de $0,172 \text{ s}^{-1}$ e suavização dos pontos por meio de filtro digital (em preto e vermelho para a temperatura de $800 \text{ }^\circ\text{C}$ ). .....	115
Figura 4.20 Curvas obtidas no ensaio de compressão a quente isotérmico das amostras de liga Ti-15%Mo em taxa de deformação de $1,72 \text{ s}^{-1}$ e suavização dos pontos por meio de filtro digital (em preto). .....	116
Figura 4.21 Curvas obtidas no ensaio de compressão a quente isotérmico das amostras de liga Ti-15%Mo em taxa de deformação de $17,2 \text{ s}^{-1}$ e suavização dos pontos por meio de filtro digital (em preto). .....	117
Figura 4.22 Plotagem de curvas obtidas no ensaio de compressão a quente isotérmico das amostras de liga Ti-15%Mo em taxa de deformação de $0,172 \text{ s}^{-1}$ (em cinza) e curvas derivadas por equações polinomiais apresentadas na Tabela 4.7 (em preto). .....	119
Figura 4.23 Plotagem de curvas obtidas no ensaio de compressão a quente isotérmico das amostras de liga Ti-15%Mo em taxa de deformação de $1,72 \text{ s}^{-1}$ (em cinza) e curvas derivadas por equações polinomiais apresentadas na Tabela 4.7 (em preto). .....	120

Figura 4.24 Plotagem de curvas obtidas no ensaio de compressão a quente isotérmico das amostras de liga Ti-15%Mo em taxa de deformação de $17,2 \text{ s}^{-1}$ (em cinza) e curvas derivadas por equações polinomiais apresentadas na Tabela 4.7 (em preto).....	120
As curvas obtidas pelas regressões (apresentadas em preto nas Figuras de 4.22 a 4.24) descreveram adequadamente o comportamento das curvas para também para a liga Ti-15%Mo, representando todas as tendências do comportamento da tensão e foram posteriormente utilizadas para derivação das equações constitutivas fenomenológicas. ....	120
Figura 4.25 Curvas obtidas no ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo das amostras de liga TMZF em a) $t_{ep} = 5$ segundos, em b) $t_{ep} = 20$ segundos e em c) $t_{ep} = 50$ segundos.....	121
Figura 4.26 TME obtidas no ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo das amostras de liga TMZF em para $t_{ep} = 5, 20$ e $50$ segundos....	122
Figura 4.27 Curvas obtidas no ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo das amostras de liga Ti-15%Mo em a) $t_{ep} = 5$ segundos, em b) $t_{ep} = 20$ segundos e em c) $t_{ep} = 50$ segundos.....	124
Figura 4.28 TME obtidas no ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo das amostras de liga Ti-15%Mo em para $t_{ep} = 5, 20$ e $50$ segundos. ....	125
Figura 4.29 Padrão de difração do eixo de zona [110] da fase beta obtido por MET em liga TMZF na condição prévia aos ensaios de compressão a quente (forjado e tratado). Na imagem é possível ver as reflexões características da fase ômega. ....	126
Figura 4.30 Imagem em campo escuro em a) fase ômega e em b) fase beta em liga TMZF na condição forjado e tratado.....	127
Figura 4.31 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão isotérmico a $650 \text{ }^{\circ}\text{C}$ e taxa de deformação de $0,172 \text{ s}^{-1}$ . É possível observar marcas paralelas similares a listras no interior dos grãos em ambas as regiões analisadas.....	128

- Figura 4.32 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão isotérmico a 700 °C e taxa de deformação de 0,172 s<sup>-1</sup>. Em (a) borda da amostra e em (b) região central. Marcas paralelas podem ser vistas em ambas as regiões analisadas. .... 128
- Figura 4.33 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a 750 °C e taxa de deformação de 0,172 s<sup>-1</sup>. Em (a) região central da amostra e em (b) mesma região em maior aumento evidenciando região recristalizada. .... 129
- Figura 4.34 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão isotérmico a 800 °C e taxa de deformação de 0,172 s<sup>-1</sup>. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central evidenciando espessamento de contornos de grão. .... 129
- Figura 4.35 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a 850 °C e taxa de deformação de 0,172 s<sup>-1</sup>. Em (a) borda da amostra, onde pode-se observar espessamento de contornos e em (b) região central. 129
- Figura 4.36 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a 900 °C e taxa de deformação de 0,172 s<sup>-1</sup>. Em (a) borda da amostra, onde pode-se observar espessamento de contornos, em (b) região central e em (c) mesma região mostrada em (b) em maior aumento, onde é possível observar ocorrência de recristalização e contornos serrilhados. .... 130
- Figura 4.37 Mapa de orientação da fase beta de liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a 650 °C e taxa de deformação de 0,172 s<sup>-1</sup> mostrando diferentes regiões com marcas paralelas produzidas por mudança de orientação cristalina. .... 131
- Figura 4.38 Imagens obtidas por microscopia de transmissão eletrônica de liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a 650 °C e taxa de deformação de 0,172 s<sup>-1</sup> de região com marcas paralelas. Em a) campo claro e em b) campo escuro. .... 132
- Figura 4.39 Análise de região 1 da liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a 650 °C e taxa de deformação de 0,172 s<sup>-1</sup>. Em a) localização



dos pontos medidos linearmente de A a B e em b) orientação cristalográfica ao longo da linha A-B analisada.....	133
Figura 4.40 Análise de região 2 da liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a 650 °C e taxa de deformação de 0,172 s <sup>-1</sup> . Em a) localização dos pontos medidos linearmente de A a B e em b) orientação cristalográfica ao longo da linha A-B analisada.....	134
Figura 4.41 Análise de orientação de contornos de ângulo de região da liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a 650 °C e taxa de deformação de 0,172 s <sup>-1</sup> mostrando sítios de coincidência de rede Σ3 associados à mudança de orientação de 60° (em preto).....	134
Figura 4.42 Estudo realizado estudando o impacto do aumento da concentração de alumínio em titânio com base no modelo de Cahn para relacionar a mobilidade de contornos de grão à concentração de soluto (arraste de soluto). O estudo revela que o aumento da concentração de alumínio reduz a força motriz para ocorrência de recristalização (a) e em (b) a mobilidade dos contornos é reduzida pelo aumento da concentração do elemento em solução [154]. .....	137
Figura 4.43 MEV por contraste de região da liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a 900 °C e taxa de deformação de 0,172 s <sup>-1</sup> mostrando a ocorrência de recristalização em regiões próximas aos contornos de grão originais e em regiões internas aos grãos.....	141
Figura 4.44 MEV por contraste de região da liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a 900 °C e taxa de deformação de 0,172 s <sup>-1</sup> em maior aumento mostrando grãos recristalizados formados nas vizinhanças dos contornos de grão original e regiões não recristalizadas com marcas paralelas. ....	142
Figura 4.45 Mapeamento de orientação por EBSD de região da liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a 900 °C e taxa de deformação de 0,172 s <sup>-1</sup> evidenciando recristalização e abaulamento de regiões de contornos de grão (bulging). .....	143

- Figura 4.46 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a 650 °C e taxa de deformação de 1,72 s<sup>-1</sup>. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central mostrando marcas paralelas..... 144
- Figura 4.47 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a 700 °C e taxa de deformação de 1,72 s<sup>-1</sup>. Em (a) região intermediária da amostra mostrando marcas paralelas e em (b) região central..... 144
- Figura 4.48 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a 750 °C e taxa de deformação de 1,72 s<sup>-1</sup>. Em (a) borda da amostra e em (b) região central. .... 144
- Figura 4.49 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a 800 °C e taxa de deformação de 1,72 s<sup>-1</sup>. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central..... 145
- Figura 4.50 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a 850 °C e taxa de deformação de 1,72 s<sup>-1</sup>. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central, evidenciando espessamento de contorno de grão. .... 145
- Figura 4.51 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a 900 °C e taxa de deformação de 1,72 s<sup>-1</sup>. Em (a) borda da amostra e em (b) região central, ambas evidenciam espessamento de regiões de contornos de grão..... 145
- Figura 4.52 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a 650 °C e taxa de deformação de 17,2 s<sup>-1</sup>. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central. Em ambas é evidente a presença de marcas paralelas. .... 146
- Figura 4.53 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a 700 °C e taxa de deformação de 17,2 s<sup>-1</sup>. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central. Em ambas é evidente a presença de marcas paralelas. .... 146
- Figura 4.54 Microestrutura liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a 750 °C e taxa de deformação de 17,2 s<sup>-1</sup>. Em (a) região intermediária

da amostra e em (b) região central. Em ambas é evidente a presença de marcas paralelas. ....	147
Figura 4.55 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a 800 °C e taxa de deformação de 17,2 s <sup>-1</sup> . Em (a) região intermediária da amostra com marcas paralelas e em (b) região central. ....	147
Figura 4.56 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a 850 °C e taxa de deformação de 17,2 s <sup>-1</sup> . Em (a) borda da amostra e em (b) região central. Em ambas é evidente a presença de marcas paralelas. ....	147
Figura 4.57 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a 900 °C e taxa de deformação de 17,2 s <sup>-1</sup> . Em (a) borda da amostra e em (b) região central. Em ambas é evidente a presença de marcas paralelas. ....	148
Figura 4.58 MEV por contraste de duas regiões distintas de amostra da liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a 650 °C e taxa de deformação de 17,2 s <sup>-1</sup> . ....	149
Figura 4.59 MEV por contraste de região da liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a 650 °C e taxa de deformação de 17,2 s <sup>-1</sup> . Em (a) região contida na Figura 4.58 (b) em magnificação de 800x e em (b) mesma região em magnificação de 3000x. ....	149
Figura 4.60 MEV por contraste de região da liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a 900 °C e taxa de deformação de 17,2 s <sup>-1</sup> . ....	150
Figura 4.61 MEV por contraste de região da liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a 900 °C e taxa de deformação de 17,2 s <sup>-1</sup> em diferentes aumentos.....	150
Figura 4.62 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de 5 segundos após 2 passes de deformação. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central. ....	151

Figura 4.63 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de 5 segundos após 5 passes de deformação. Em (a) borda da amostra e em (b) região central. ....	152
Figura 4.64 Microestrutura óptica de liga TMZF após ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de 5 segundos após 10 passes de deformação. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central. ....	152
Figura 4.65 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de 20 segundos após 2 passes de deformação. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central. ....	152
Figura 4.66 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de 20 segundos após 5 passes de deformação. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central. ....	153
Figura 4.67 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de 20 segundos após 10 passes de deformação. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central. ....	153
Figura 4.68 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de 50 segundos após 2 passes de deformação. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central. ....	153
Figura 4.69 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de 50 segundos após 5 passes de deformação. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central. ....	154
Figura 4.70 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de 50 segundos após 10 passes de deformação. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central. ....	154

Figura 4.71 Padrão de difração obtido por MET de liga Ti-15%Mo na condição prévia aos ensaios de compressão a quente (solubilizado).....	156
Figura 4.72 Imagem em campo escuro em a) fase ômega e em b) fase beta em liga Ti-15%Mo na condição após homogeneização e resfriamento em água.	157
Figura 4.73 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a 650 °C e taxa de deformação de 0,172 s <sup>-1</sup> . Região central da amostra. ....	158
Figura 4.74 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a 700 °C e taxa de deformação de 0,172 s <sup>-1</sup> . Em (a) borda da amostra e em (b) região central. ....	158
Figura 4.75 Microestrutura óptica de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a 750 °C e taxa de deformação de 0,172 s <sup>-1</sup> . Em (a) borda da amostra e em (b) região central. ....	158
Figura 4.76 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a 800 °C e taxa de deformação de 0,172 s <sup>-1</sup> . Em (a) borda da amostra e em (b) região central. ....	159
Figura 4.77 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a 850 °C e taxa de deformação de 0,172 s <sup>-1</sup> . Em (a) borda da amostra e em (b) região central. ....	159
Figura 4.78 Microestrutura liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a 900 °C e taxa de deformação de 0,172 s <sup>-1</sup> . Em (a) borda da amostra em (b) região intermediária da amostra e em (c) região central.....	160
Figura 4.79 MEV por contraste de região da liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a 650 °C e taxa de deformação de 0,172 s <sup>-1</sup> . Em (a) magnificação de 150x e em (b) 300x.....	161
Figura 4.80 MEV por contraste de região da liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a 900 °C e taxa de deformação de 0,172 s <sup>-1</sup> . Em (a) magnificação de 150x e em (b) 600x.....	162

Figura 4.81 MEV por contraste de região da liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a 900 °C e taxa de deformação de 0,172 s <sup>-1</sup> . Em (a) magnificação de 1300x e em (b) 2400x. ....	162
Figura 4.82 Mapeamento de orientação por EBSD região da liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a 900 °C e taxa de deformação de 0,172 s <sup>-1</sup> . Em a) localização dos pontos medidos linearmente e em b) orientação cristalográfica ao longo da linha analisada. ....	163
Figura 4.83 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a 650 °C e taxa de deformação de 1,72 s <sup>-1</sup> . Em (a) borda da amostra em (b) região intermediária da amostra e em (c) região central. ....	164
Figura 4.84 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a 700 °C e taxa de deformação de 1,72 s <sup>-1</sup> . Em (a) borda da amostra em (b) região intermediária da amostra e em (c) região central. ....	165
Figura 4.85 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a 750 °C e taxa de deformação de 1,72 s <sup>-1</sup> . Em (a) borda da amostra em (b) região central. ....	165
Figura 4.86 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a 800 °C e taxa de deformação de 1,72 s <sup>-1</sup> . Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central. ....	166
Figura 4.87 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a 850 °C e taxa de deformação de 1,72 s <sup>-1</sup> . Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central. ....	166
Figura 4.88 Microestrutura óptica de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a 900 °C e taxa de deformação de 1,72 s <sup>-1</sup> . Em (a) borda da amostra e em (b) região central. ....	166
Figura 4.89 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a 650 °C e taxa de deformação de 17,2 s <sup>-1</sup> . Região central da amostra. ....	167

Figura 4.90 Microestrutura óptica de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a 700 °C e taxa de deformação de 17,2 s <sup>-1</sup> . Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central.....	167
Figura 4.91 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a 750 °C e taxa de deformação de 17,2 s <sup>-1</sup> . Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central.....	168
Figura 4.92 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a 800 °C e taxa de deformação de 17,2 s <sup>-1</sup> . Em (a) borda da amostra e em (b) região central. ....	168
Figura 4.93 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a 850 °C e taxa de deformação de 17,2 s <sup>-1</sup> . Em (a) borda da amostra e em (b) região central. ....	168
Figura 4.94 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a 900 °C e taxa de deformação de 17,2 s <sup>-1</sup> . Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central.....	169
Figura 4.95 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de 05 segundos após 2 passes de deformação. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central. ....	170
Figura 4.96 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de 05 segundos após 5 passes de deformação. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central. ....	170
Figura 4.97 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de 05 segundos após 9 passes de deformação. Em (a) borda da amostra e em (b) região central. ....	170
Figura 4.98 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de 20 segundos após 2 passes de deformação. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central. ....	171

Figura 4.99 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de 20 segundos após 5 passes de deformação. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central.....	171
Figura 4.100 Microestrutura óptica de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de 20 segundos após 9 passes de deformação. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central.....	171
Figura 4.101 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de 50 segundos após 2 passes de deformação. Em (a) borda da amostra e em (b) região central..	172
Figura 4.102 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de 50 segundos após 5 passes de deformação. Em (a) borda da amostra e em (b) região central..	172
Figura 4.103 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de 50 segundos após 9 passes de deformação. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central.....	172
Figura 4.104 Difrátogramas de raios-X da liga TMZF como recebido, como forjado e forjado e homogeneizado. ....	176
Figura 4.105 Difrátogramas de raios-X da liga TMZF após ensaio de deformação a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de 5 segundos das amostras analisadas após 2, 5 e 9 passes.....	179
Figura 4.106 Difrátogramas de raios-X da liga TMZF após ensaio de deformação a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de 20 segundos das amostras analisadas após 2, 5 e 9 passes.....	180
Figura 4.107 Difrátogramas de raios-X da liga TMZF após ensaio de deformação a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de 50 segundos das amostras analisadas após 2 e 5 passes.....	182



- Figura 4.108 Difratoformas de raios-X da liga TMZF após ensaios isotérmicos para as temperaturas de 650 a 900 °C em taxa de deformação de 0,172 s<sup>-1</sup>. 183
- Figura 4.109 Amplificação de picos dos difratogramas de raios-X da liga TMZF após ensaios isotérmicos para as temperaturas de 650 a 900 °C em taxa de deformação de 0,172 s<sup>-1</sup>. Em (a) pico referente ao plano (110)<sub>β</sub>, em (b) (002)<sub>β</sub> e em (c) (112)<sub>β</sub>. ..... 184
- Figura 4.110 Difratoformas de raios-X da liga TMZF após ensaios isotérmicos para as temperaturas de 650 a 900 °C em taxa de deformação de 17,2 s<sup>-1</sup>. 185
- Figura 4.111 Amplificação de picos dos difratogramas de raios-X da liga TMZF após ensaios isotérmicos para as temperaturas de 650 a 900 °C em taxa de deformação de 17,2 s<sup>-1</sup>. Em (a) pico referente ao plano (110)<sub>β</sub>, em (b) (002)<sub>β</sub> e em (c) (112)<sub>β</sub>. ..... 186
- Figura 4.112 Difratoformas de raios-X da liga Ti-15%Mo como recebido e após tratamento de homogeneização 900 °C por 2 horas. .... 188
- Figura 4.113 Análise de MET da separação de fase. (a) apresenta uma imagem de alta resolução obtida no eixo de zona [110]<sub>β</sub> e onde estão indicadas as distâncias interplanares de cada uma das fases (branca β<sub>1</sub> e preta β<sub>2</sub>). (b) padrão de difração de área selecionada de uma região maior que a apresentada em (a) e onde as setas brancas indicam em (c) onde um perfil de linha obtido em um *spot* 002<sub>β</sub> (linha branca em (b)) é apresentado. .... 189
- Figura 4.114 Difratoformas de raios-X da liga Ti-15%Mo após ensaio de deformação a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de 5 segundos das amostras analisadas após 2, 5 e 9 passes. .... 191
- Figura 4.115 Difratoformas de raios-X da liga Ti-15%Mo após ensaio de deformação a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de 20 segundos das amostras analisadas após 2, 5 e 9 passes. .... 192
- Figura 4.116 Difratoformas de raios-X da liga Ti-15%Mo após ensaio de deformação a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de 50 segundos das amostras analisadas após 2, 5 e 9 passes. .... 192

Figura 4.117 Difratogramas de raios-X da liga Ti-15%Mo após ensaios isotérmicos para as temperaturas de 650 a 900 °C em taxa de deformação de 0,172 s <sup>-1</sup> .....	194
Figura 4.118 Amplificação dos picos dos difratogramas de raios-X da liga Ti-15%Mo após ensaios isotérmicos para as temperaturas de 650 a 900 °C em taxa de deformação de 0,172 s <sup>-1</sup> . Em (a) pico referente ao plano (110) <sub>β</sub> , em (b) (002) <sub>β</sub> e em (c) (112) <sub>β</sub> .....	194
Figura 4.119 Difratogramas de raios-X da liga Ti-15%Mo após ensaios isotérmicos para as temperaturas de 650 a 900 °C em taxa de deformação de 17,2 s <sup>-1</sup> .....	195
Figura 4.120 Amplificação dos picos dos difratogramas de raios-X da liga Ti-15%Mo após ensaios isotérmicos para as temperaturas de 650 a 900 °C em taxa de deformação de 17,2 s <sup>-1</sup> . Em (a) pico referente ao plano (110) <sub>β</sub> , em (b) (002) <sub>β</sub> e em (c) (112) <sub>β</sub> .....	196
Figura 4.121 Pontos experimentais da amostra de referência da liga TMZF ensaiada a 750 °C e 0,172 s <sup>-1</sup> e regressão linear para determinação de equação de 3º grau utilizada para descrição do comportamento do encruamento. ....	199
Figura 4.122 Ajuste de pontos de $\sigma = A1 + B1\varepsilon + B2\varepsilon^2 + B3\varepsilon^3$ versus $\ln(\varepsilon^*)$ para determinação da constante C1 para a liga TMZF. ....	200
Figura 4.123 Relação entre o efeito do encruamento e da temperatura na constante $\lambda$ para a liga TMZF. ....	201
Figura 4.124 Valores de $\lambda$ versus $\ln(\varepsilon)$ utilizados para determinação dos parâmetros $\lambda_1$ e $\lambda_2$ para a liga TMZF. ....	201
Figura 4.125 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de 0,172 s <sup>-1</sup> e valores preditos pela Equação de Johnson-Cook 4.30 modificada para a liga TMZF. ....	202
Figura 4.126 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de 1,72 s <sup>-1</sup> e valores preditos pela Equação de Johnson-Cook 4.30 modificada para a liga TMZF. ....	203

Figura 4.127 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de $17,2 \text{ s}^{-1}$ e valores preditos pela Equação de Johnson-Cook 4.30 modificada para a liga TMZF.....	203
Figura 4.128 Relação entre tensões calculadas pela equação de JC modificada e as tensões experimentais para todos os pontos analisados para a liga TMZF. ....	203
Figura 4.129 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de $0,172 \text{ s}^{-1}$ e valores preditos pelas Equações de Johnson-Cook 4.32 e 4.33 modificadas para a liga TMZF.....	205
Figura 4.130 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de $1,72 \text{ s}^{-1}$ e valores preditos pelas Equações de Johnson-Cook 4.32 e 4.33 modificadas para a liga TMZF.....	205
Figura 4.131 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de $17,2 \text{ s}^{-1}$ e valores preditos pelas Equações de Johnson-Cook 4.32 e 4.33 modificadas para a liga TMZF.....	206
Figura 4.132 (a) Comparação entre valores preditos e experimentais na faixa de 650 a 750 °C de acordo com Equação 4.32, em (b) comparação entre valores preditos e experimentais na faixa de 800 a 900 °C de acordo com Equação 4.33 e em (c) ambas as equações para a liga TMZF.....	206
Figura 4.133 Plotagens do valor de $\ln(\sigma)$ versus $\ln(\epsilon)$ para os níveis de deformação de 0,05 a 0,8 para a liga TMZF. ....	209
Figura 4.134 Distribuição dos valores da constante $n'$ obtidos para a liga TMZF. ....	209
Figura 4.135 Plotagens do valor da $\sigma$ versus $\ln(\epsilon)$ para os níveis de deformação de 0,05 a 0,8 para a liga TMZF. ....	211
Os valores médios das inclinações das retas geradas pelos gráficos da $\sigma$ versus $\ln(\epsilon)$ para cada nível de deformação podem ser observados na Figura 4.136, que representam o valor da constante $\beta$ para cada nível de deformação analisado.....	211

Figura 4.136 Distribuição dos valores da constante $\beta$ obtida para cada nível de deformação da liga TMZF.....	211
Figura 4.137 Distribuição dos valores da constante $\alpha$ obtida para cada nível de deformação da liga TMZF.....	212
Figura 4.138 Plotagens do valor de $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ versus $1/T$ para os níveis de deformação de 0,05 a 0,8 para a liga TMZF.....	214
Figura 4.139 Distribuição dos valores da constante $Q$ obtida para cada nível de deformação da liga TMZF.....	214
Figura 4.140 Plotagens do valor de $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ versus $\ln(\epsilon)$ para os níveis de deformação de 0,05 a 0,8 para a liga TMZF.....	216
Figura 4.141 Distribuição dos valores da constante $\ln(A)$ obtida para cada nível de deformação da liga TMZF.....	217
Figura 4.142 Distribuição dos valores da constante $n$ obtidos para a liga TMZF. ....	217
Figura 4.143 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de $0,172 \text{ s}^{-1}$ e valores preditos pela equação de Arrhenius modificada para a liga TMZF.....	219
Figura 4.144 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de $1,72 \text{ s}^{-1}$ e valores preditos pela equação de Arrhenius modificada para a liga TMZF. ....	219
Figura 4.145 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de $17,2 \text{ s}^{-1}$ e valores preditos pela equação de Arrhenius modificada para a liga TMZF. ....	220
Figura 4.146 Relação entre tensões calculadas pela equação de Arrhenius e as tensões experimentais para todos os pontos analisados para a liga TMZF. ...	220
Figura 4.147 Relação entre $\ln(\sigma)$ e $T^*$ para a liga TMZF. ....	222
Figura 4.148 Relação entre $\ln[\exp(I1)-C1]$ e $\ln(\epsilon)$ para a liga TMZF. ....	223
Figura 4.149 Relação entre $S1$ e $T^*$ para a liga TMZF.....	223
Figura 4.150 Relação entre $S2$ e $T^*$ para a liga TMZF.....	224

Figura 4.151 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de $0,172 \text{ s}^{-1}$ e valores preditos pela Equação de ZA modificada 4.28 para a liga TMZF.....	225
Figura 4.152 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de $1,72 \text{ s}^{-1}$ e valores preditos pela Equação de ZA modificada 4.28 para a liga TMZF.....	225
Figura 4.153 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de $17,2 \text{ s}^{-1}$ e valores preditos pela Equação de ZA modificada 4.28 para a liga TMZF.....	225
Figura 4.154 Relação entre tensões calculadas pela equação de ZA modificada e as tensões experimentais para todos os pontos analisados para a liga TMZF. ....	226
Figura 4.155 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de $0,172 \text{ s}^{-1}$ e valores preditos pela Equação de ZA modificada 4.29 para a liga TMZF.....	227
Figura 4.156 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de $1,72 \text{ s}^{-1}$ e valores preditos pela Equação de ZA modificada 4.29 para a liga TMZF.....	227
Figura 4.157 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de $17,2 \text{ s}^{-1}$ e valores preditos pela Equação de ZA modificada 4.29 para a liga TMZF.....	227
Figura 4.158 Relação entre tensões calculadas pela Equação de ZA 4.29 e as tensões experimentais para todos os pontos analisados para a liga TMZF... ..	228
Figura 4.159 Pontos experimentais da amostra de referência da liga Ti-15%Mo ensaiada a $750 \text{ }^\circ\text{C}$ e $0,172 \text{ s}^{-1}$ e regressão linear para determinação de equação de 3º grau utilizada para descrição do comportamento do encruamento. ....	229
Figura 4.160 Ajuste de pontos de $\sigma A1 + B1\varepsilon + B2\varepsilon^2 + B3\varepsilon^3$ versus $\ln(\varepsilon^*)$ para determinação da constante C1 para a liga Ti-15%Mo.....	229
Figura 4.161 Relação entre o efeito do encruamento e da temperatura na constante $\lambda$ para a liga Ti-15%Mo.....	230

Figura 4.162 Valores de $\lambda$ versus $\ln(\epsilon^*)$ utilizados para determinação dos parâmetros $\lambda_1$ e $\lambda_2$ . .....	230
Figura 4.163 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de $0,172 \text{ s}^{-1}$ e valores preditos pela equação de Johnson-Cook modificada para a liga Ti-15%Mo. ....	231
Figura 4.164 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de $1,72 \text{ s}^{-1}$ e valores preditos pela equação de Johnson-Cook modificada para a liga Ti-15%Mo. ....	231
Figura 4.165 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de $17,2 \text{ s}^{-1}$ e valores preditos pela equação de Johnson-Cook modificada para a liga Ti-15%Mo. ....	232
Figura 4.166 Relação entre tensões calculadas pela Equação 4.9 e as tensões experimentais para todos os pontos analisados. ....	233
Figura 4.167 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de $0,172 \text{ s}^{-1}$ e valores preditos pelas Equações de Johnson-Cook modificadas 4.32 e 4.33 para a liga Ti-15%Mo. ....	234
Figura 4.168 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de $1,72 \text{ s}^{-1}$ e valores preditos pelas Equações de Johnson-Cook modificadas 4.32 e 4.33 para a liga Ti-15%Mo. ....	234
Figura 4.169 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de $17,2 \text{ s}^{-1}$ e valores preditos pelas Equações de Johnson-Cook modificadas 4.32 e 4.33 para a liga Ti-15%Mo. ....	235
Figura 4.170 (a) Comparação entre valores preditos e experimentais na faixa de 650 a 750 °C de acordo com Equação 4.32, em (b) comparação entre valores preditos e experimentais na faixa de 800 a 900 °C de acordo com Equação 4.33 e em (c) ambas as equações. ....	236
Figura 4.171 Plotagens dos valores de $\ln(\sigma)$ versus $\ln(\epsilon)$ para os níveis de deformação de 0,05 a 0,8 para a liga Ti-15%Mo. ....	238
Figura 4.172 Distribuição dos valores da constante $n'$ obtidos para a liga Ti-15%Mo. ....	238

Figura 4.173 Plotagens do valor da $\sigma$ versus $\ln(\epsilon)$ para os níveis de deformação de 0,05 a 0,8 para a liga Ti-15%Mo. ....	240
Figura 4.174 Distribuição dos valores da constante $\beta$ obtida para cada nível de deformação da liga Ti-15%Mo. ....	240
Figura 4.175 Distribuição dos valores da constante $\beta$ obtida para a liga Ti-15%Mo. ....	241
Figura 4.176 Plotagens do valor de $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ versus $1/T$ para os níveis de deformação de 0,05 a 0,8 para a liga Ti-15%Mo. ....	242
Figura 4.177 Distribuição dos valores da constante $Q$ obtida para a liga Ti-15%Mo. ....	243
Figura 4.178 Plotagens do valor de $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ versus $\ln(\epsilon)$ para os níveis de deformação de 0,05 a 0,8 para a liga Ti-15%Mo. ....	245
Figura 4.179 Distribuição dos valores da constante $n$ obtidos para a liga Ti-15%Mo. ....	245
Figura 4.180 Distribuição dos valores da constante $\ln(A)$ obtida para a liga Ti-15%Mo. ....	246
Figura 4.181 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de $0,172 \text{ s}^{-1}$ e valores preditos pela equação de Arrhenius modificada para a liga Ti-15%Mo. ....	247
Figura 4.182 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de $1,72 \text{ s}^{-1}$ e valores preditos pela equação de Arrhenius modificada para a liga Ti-15%Mo. ....	248
Figura 4.183 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de $17,2 \text{ s}^{-1}$ e valores preditos pela equação de Arrhenius modificada para a liga Ti-15%Mo. ....	248
Figura 4.184 Relação entre tensões calculadas pela equação de Arrhenius e as tensões experimentais para todos os pontos analisados para a liga Ti-15%Mo. ....	249
Figura 4.185 Relação entre $\ln(\sigma)$ e $T^*$ para a liga Ti-15%Mo. ....	250

Figura 4.186 Relação entre $\ln[\exp(I1)-C1]$ e $\ln(\epsilon)$ para a liga Ti-15%Mo.....	250
Figura 4.187 Relação entre S1 e $\epsilon$ para a liga Ti-15%Mo.....	251
Figura 4.188 Relação entre S2 e $T^*$ para a liga Ti-15%Mo.....	251
Figura 4.189 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de $0,172 \text{ s}^{-1}$ e valores preditos pela Equação ZA modificada 4.34 para a liga Ti-15%Mo. ....	252
Figura 4.190 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de $1,72 \text{ s}^{-1}$ e valores preditos pela Equação ZA modificada 4.34 para a liga Ti-15%Mo.....	252
Figura 4.191 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de $17,2 \text{ s}^{-1}$ e valores preditos pela Equação ZA modificada 4.34 para a liga Ti-15%Mo.....	253
Figura 4.192 Relação entre tensões calculadas pela equação de ZA modificada e as tensões experimentais para todos os pontos analisados para a liga Ti-15%Mo. ....	253
Figura 4.193 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de $0,172 \text{ s}^{-1}$ e valores preditos pela Equação 4.35 para a liga Ti-15%Mo. ....	254
Figura 4.194 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de $1,72 \text{ s}^{-1}$ e valores preditos pela Equação 4.35 para a liga Ti-15%Mo. ....	254
Figura 4.195 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de $17,2 \text{ s}^{-1}$ e valores preditos pela Equação 4.35 para a liga Ti-15%Mo. ....	255
Figura 4.196 Relação entre tensões calculadas pela Equação 4.35 e as tensões experimentais para todos os pontos analisados para a liga Ti-15%Mo.....	255
Figura 4.197 Mapas de eficiência de dissipação de energia e regiões de instabilidade de fluxo calculados para a liga TMZF de 0,05 a 0,8 de deformação. ....	258



Figura 4.198 Mapas de eficiência de dissipação de energia e regiões de instabilidade de fluxo calculados para a liga Ti-15%Mo de 0,2 a 0,8 de deformação. .... 260



## 1 INTRODUÇÃO

A combinação das propriedades mecânicas das ligas de titânio à sua resistência a corrosão e possibilidade de elaboração de ligas sem elementos citotóxicos vem fazendo com que suas ligas sejam preferidas em aplicações biomédicas em relação aos aços comumente utilizados como os inoxidáveis austeníticos da classe ASTM F138, ASTM F139, AISI 316L e o aço ISO 5832-9. Apesar da sua superioridade em termos de desempenho para a aplicação citada, seu uso é limitado pelo maior custo de fabricação do titânio, e conseqüentemente, de comercialização.

Para aplicações em implantes ortopédicos em contato com o interior do corpo humano, o titânio é tanto utilizado em sua forma comercialmente pura (composição especificada pela norma ASTM F67) com vários graus de impureza e concentração de oxigênio, como na forma de ligas com elementos estabilizadores da fase alfa ou beta, a depender da microestrutura desejada. Em próteses solicitadas mecanicamente tem-se tentado utilizar ligas de módulo elástico o mais próximo possível ao osso humano para que se evitem fenômenos como o de *stress-shielding*. As ligas em que a fase beta do titânio é estabilizada pela adição de diversos elementos beta-estabilizadores possibilitam a obtenção dos menores valores de módulo elástico, porém devem também ser elaboradas sem a presença de elementos citotóxicos em sua composição, visto que o meio corrosivo de fluidos corporais pode desencadear a liberação de íons na corrente sanguínea, levando ao possível surgimento de diversas doenças e desordens neurológicas.

As ligas de titânio beta são relativamente novas no campo de aplicações médicas, visto que os materiais a base de titânio mais utilizados nestes setores são a liga Ti-6Al-4V (constituído de fase alfa e beta) e o titânio puro. Porém, ambos apresentam a fase alfa em sua constituição, elevando seu módulo elástico e ainda tendo a primeira elementos como o Al e o V, que foram citados diversas vezes como sendo tóxicos ao organismo. Visto o recente desenvolvimento das ligas beta, tanto seu desempenho mecânico como seu comportamento durante conformação ainda demandam muitas pesquisas para

que sejam satisfatoriamente descritos. Levando ainda em consideração que o processamento termomecânico é uma etapa extremamente importante para que o controle microestrutural seja adequadamente realizado levando à obtenção de melhores propriedades mecânicas, em aplicações onde este fator é extremamente crítico, como no caso de implantes ortopédicos, chegamos à conclusão que o estudo do impacto dos parâmetros de processamento na evolução microestrutural destas ligas torna-se indispensável para que a qualidade dos produtos fabricados seja a melhor possível.

Existem diversas maneiras de se estudar a influência dos parâmetros de processamento na microestrutura resultante de materiais, uma delas é a simulação física dos processos metalúrgicos ocorridos durante conformação a quente controlada. Nessas simulações, submete-se a liga a ser estudada a uma série de deformações com parâmetros de processamento conhecidos e rigorosamente controlados. Após os quais a microestrutura resultante é avaliada por meio de métodos de caracterização como a microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura ou microscopia eletrônica de transmissão para que os fenômenos de amaciamento e endurecimento possam ser observados e quantificados. A simulação física permite ainda que, a partir das curvas tensão x deformação, equações constitutivas sejam derivadas de maneira a permitir que a tensão durante deformação possa ser prevista e simulada em *softwares* CAE de simulação de processamento termomecânico, trazendo inúmeras vantagens ao se avaliar o comportamento termomecânico previamente ao processo de conformação, como por exemplo, determinar a melhor faixa de temperaturas de trabalho e de taxa de deformação, sendo possível inclusive prever as forças solicitantes resultantes nas ferramentas utilizadas para conformação, evitando sobrecargas e possíveis danos.

Estas simulações físicas podem ser realizadas por meio de ensaios de compressão, tração ou torção a quente, sendo o último o que permite uma melhor descrição dos mecanismos visto que apresenta apenas tensões cisalhantes ao longo do corpo de prova, sendo possível aplicar grandes deformações sem que o material frature durante o ensaio, como ocorrem nos casos dos primeiros dois ensaios citados.

O objetivo desse trabalho será o de estudar o comportamento sob deformação a quente de duas ligas de titânio beta metaestáveis de composição Ti-12%Mo-6%Zr-2%Fe (TMZF) e Ti-15%Mo e avaliar, por meio de ensaios controlados de compressão a quente, a evolução microestrutural destas ligas, visto a reduzida quantidade de informações disponíveis em relação ao processamento das mesmas em condições industriais. Será estudada uma ampla combinação de parâmetros de processamento, dentro de uma faixa pré-definida, para que com isso uma melhor compreensão dos mecanismos de amaciamento e endurecimento operantes durante conformação possa ser alcançada. Adicionalmente, alguns modelos de equações constitutivas fenomenológicas serão avaliados (inclusive modelos modificados) para que a capacidade de predição de tensão dos modelos seja comparada e o melhor modelo seja determinado.



## 2 REVISÃO DA LITERATURA

### 2.1 Titânio e suas ligas

Pode-se dizer que o uso do titânio e suas ligas em diversos segmentos industriais é extremamente recente. Comparando-se o início de sua produção em escala industrial (em 1948, após a Segunda Guerra Mundial, pela Companhia DuPont) [1], ao início da produção do aço (em 1856, após a revolução industrial) [2], concluiremos que ainda se trata de um material relativamente novo no campo tecnológico, sendo ainda hoje predominantemente utilizado no setor aeronáutico, mas com seu uso sendo expandido para os setores médicos, geração de energia, arquitetura, artigos esportivos etc., havendo ainda muito a ser explorado no que se refere às suas características, propriedades e aplicações.

O titânio é classificado como sendo o metal mais resistente dentro da categoria de metais leves, possuindo uma densidade de aproximadamente 57% da do aço. A razão de o titânio e suas ligas terem aplicação primordial no setor aeronáutico é devido à sua principal característica de possuir uma ótima relação peso x resistência mecânica [3]. Por apresentar ainda uma ótima resistência à corrosão, módulo elástico inferior às ligas ferrosas e ainda ser inerte ao corpo humano, a segunda aplicação em que as ligas de titânio têm sido muito utilizadas é na fabricação de implantes ortopédicos, a qual teve o início entre os anos de 1950 e 1970 nos Estados Unidos e na Inglaterra.

No início da aplicação em artigos médicos, o titânio era utilizado em sua forma comercialmente pura devido à maior resistência à corrosão quando comparada ao aço inoxidável, utilizando-se trabalho a frio como forma de se aumentar os níveis de resistência mecânica. Já no fim de 1970 começou-se a utilizar o titânio em forma de liga para as mesmas aplicações devido ao aumento da resistência mecânica, à corrosão, redução do módulo elástico e boa tolerância aos tecidos do corpo proporcionados pela adição dos elementos de liga [4]. Ao longo dos anos, milhares de pesquisadores têm tentado melhorar as propriedades do titânio ligando-o a outros elementos, variando suas composições e conduzindo diferentes tratamentos termomecânicos [5].

A principal liga de titânio utilizada atualmente na fabricação de componentes de implantes ortopédicos é a Ti-6Al-4V, que devido a ter seu uso inicialmente em componentes estruturais no setor aeronáutico, foi desenvolvida com características específicas para tal aplicação, possuindo algumas propriedades indesejáveis para aplicações médicas, como será discutido mais adiante.

Apesar de liga de Ti-6Al-4V possuir uma ótima resistência mecânica, a mesma apresenta uma estrutura bifásica constituída pela fase  $\alpha$  hexagonal compacta (HC) embebida numa matriz de fase beta ( $\beta$ ) cúbica de corpo centrado (CCC) de menor módulo elástico. A precipitação controlada da fase alfa permite o endurecimento da liga, porém leva ao aumento de seu módulo elástico [1]; Como a presença da fase  $\alpha$  eleva os valores de módulo elástico das ligas bifásicas, sua presença seria desejavelmente evitada em ligas para uso em implantes, já que módulos elásticos menores são preferíveis a fim de se evitar a ocorrência de um fenômeno recorrente em tais aplicações chamado "*stress-shielding*", que é um desequilíbrio das forças/tensões normais exercidas sobre o osso, levando a perda óssea por diferença entre os módulos elásticos entre o osso e a prótese metálica [6].

Outra característica negativa da liga Ti-6Al-4V para uso em implantes é o fato de que a presença do elemento vanádio em sua composição tem sido apontada como causa de efeitos citotóxicos e reações adversas quando no interior do corpo humano, enquanto que a presença do alumínio tem sido associada a desordens neurológicas e à doença de Alzheimer [7,8]. A fim de se evitar a toxicidade destes elementos, assim como a ocorrência do fenômeno de *stress-shielding*, tem-se procurado empregar em aplicações médicas ligas de titânio monofásicas (constituídas apenas pela fase  $\beta$ ), evitando-se ainda a presença de elementos de liga que já tenham sido apontados como sendo prejudiciais ao corpo humano.

Enquanto o papel da microestrutura na determinação de propriedades tem sido reconhecido e criticamente descrito no campo das ligas de titânio bifásicas estruturais mais utilizadas (ligas  $\alpha + \beta$ ), como no caso da liga Ti-6Al-4V, seu impacto na deformabilidade de ligas  $\beta$  ainda é objeto de várias pesquisas



realizadas atualmente, visto que devido aos diferentes modos de deformação possíveis e alta complexidade relacionada à interação de discordâncias com elementos em solução, precipitados e defeitos na rede cristalina, o comportamento sob deformação a quente de ligas beta ainda carece de explicações [9]. Deste modo, o desenvolvimento de um melhor entendimento do comportamento metalúrgico destas ligas é ainda necessário [10].

O titânio apresenta à temperatura ambiente estrutura HC modificada, chamada fase alfa, ( $\alpha$ ) e sofre uma transformação alotrópica a temperaturas próximas de 885 °C, passando para a estrutura cúbica denominada beta.

A facilidade com que o titânio sofre deformações plásticas é aumentada passando-se da fase  $\alpha$  para a fase  $\beta$ , pelo motivo de a fase hexagonal apresentar apenas três sistemas de escorregamento, ao passo que a cúbica  $\beta$  apresenta doze [1], sendo esta uma característica importante do ponto de vista do processamento, já que a maior quantidade de sistemas de escorregamento associada à fase beta são muito mais energeticamente favoráveis à ocorrência de deformações plásticas, reduzindo a energia necessária para realizar seu processamento, podendo ser processada em temperaturas menores que a fase alfa.

Como a fase CCC não possui uma estrutura cristalina compacta, a deformação por escorregamento ocorre por diferentes sistemas de escorregamento. Os planos da família  $\{110\}$  possuem maior densidade atômica, mas outras famílias como  $\{112\}$  e  $\{123\}$  são bem próximas, porém a direção  $\langle 111 \rangle$  é a mais compacta. Deste modo, há 48 sistemas de escorregamento operando na fase beta. Como o deslizamento ocorre em múltiplos planos, as discordâncias podem facilmente realizar o deslizamento cruzado dando origem a bandas de escorregamento [11]. Entretanto, quando o deslizamento é impedido, a deformação plástica ocorre por meio de maclagem da fase beta. Os diferentes sistemas de maclagem observados são os  $\{332\} \langle 113 \rangle$  e  $\{112\} \langle 111 \rangle$  [12].

As estruturas esquemáticas correspondentes a cada fase citada são mostradas na Figura 2.1, onde é possível ainda observar os planos e direções de maior densidade de empacotamento e seus respectivos parâmetros de rede.

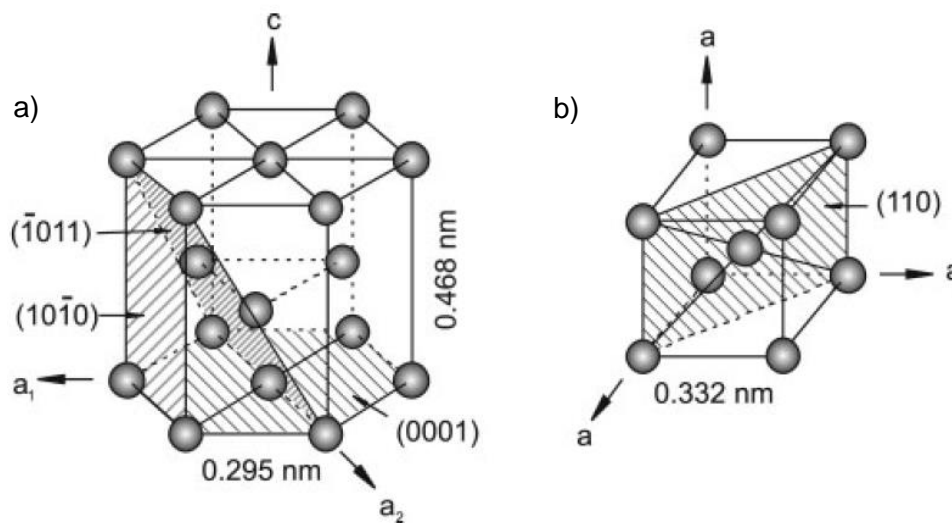


Figura 2.1 Estrutura cristalina das fases HC em (a) e CCC em (b) mostrando os planos e direções de maior densidade de empacotamento e respectivos parâmetros de rede [1].

A temperatura na qual ocorre essa transformação alotrópica é chamada temperatura  $\beta$ -transus ou temperatura de transição da fase beta. O titânio metálico pode existir nessas duas diferentes fases dependendo de fatores como temperatura, pressão, taxa de resfriamento e adições de elementos de liga; entretanto, estas podem ser classificadas como fases no equilíbrio ou fora do equilíbrio, a depender de ter havido tempo suficiente para que se alcançassem condições de estado de equilíbrio, alcançando a minimização da energia livre de Gibbs ( $G$ ). Quando ligas de titânio são submetidas a altas taxas de aquecimento ou resfriamento, mais fácil se torna a formação de fases fora do equilíbrio ou chamada metaestáveis, as quais possuem alta  $G$  e são formadas via transformações displacivas como cisalhamento ou distorções na rede cristalina [5].

Dependendo da aplicação pode ser desejável que a liga possua apenas a fase  $\alpha$  ou apenas a fase  $\beta$ , que são as mais comuns; conseqüentemente, para se estabilizar uma fase ou outra, adiciona-se à liga elementos que atuam como  $\alpha$ -estabilizadores ou  $\beta$ -estabilizadores. A adição destes elementos divide uma única temperatura de transformação de equilíbrio em duas temperaturas, a  $\alpha$  transus, abaixo da qual só existirá a fase  $\alpha$  em equilíbrio e a  $\beta$ -transus, acima da qual só haverá a fase  $\beta$  [13].

Estes elementos, além de deslocarem as curvas de equilíbrio de fases, dão origem a campos de coexistência das fases  $\alpha$  e  $\beta$  em equilíbrio, e em alguns casos, a fases com compostos intermetálicos formados entre o titânio e o elemento estabilizador. O efeito da adição de  $\alpha$  ou  $\beta$ -estabilizadores no deslocamento da temperatura  $\beta$ -transus pode ser visualizado esquematicamente na Figura 2.2.

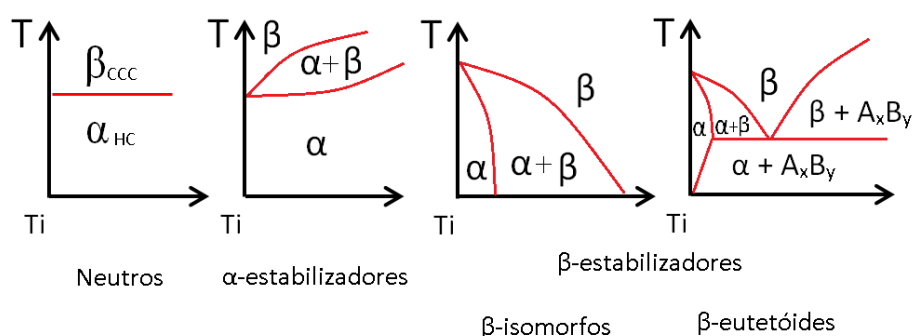


Figura 2.2 Diagrama esquemático da influência dos elementos de liga em diagramas de equilíbrio de fases de ligas de titânio, adaptado de [1].

Alguns elementos de liga como Al, B, Sc, Ga, La, Ce, C e O estabilizam a fase  $\alpha$  deslocando a linha  $\beta$ -transus para temperaturas mais elevadas. Já os estabilizadores da fase  $\beta$  são divididos em dois tipos, os  $\beta$ -isomorfos e os  $\beta$ -eutetóides. O primeiro tipo é constituído por elementos como o V, Mo, Nb, Ta e Hf que possuem a capacidade de estabilizar a fase cúbica, deslocando a linha  $\beta$ -transus para temperaturas cada vez menores. Já os estabilizadores  $\beta$ -eutetóides também estabilizam a fase  $\beta$ , porém dão origem à ocorrência de uma transformação eutetóide levando à formação de dois campos de equilíbrio adicionais no diagrama de fases, envolvendo intermetálicos formados com os elementos estabilizadores, que podem ser Fe, Cr, Mn, Co, Ni, Cu, W, Au, Ag, Pt, Pd e H. Alguns elementos de liga inicialmente utilizados para outros fins (como aumento de resistência à corrosão no caso do Zr), foram apontados como não influenciadores na temperatura de transformação, sendo deste modo, neutros (Zr e Sn) [1], porém estudos atuais mostram que o elemento Zr atua como beta estabilizador [11,12], pois em altas concentrações reduz a temperatura de transformação da fase beta [5].

Quando a presença dos elementos de liga acima citados dão origem a campos de equilíbrio bifásicos, as ligas de titânio tornam-se passíveis de endurecimento por precipitação controlada de uma fase (geralmente a fase  $\alpha$ ) em uma fase matriz (fase  $\beta$ ). Este é o caso das ligas  $\alpha + \beta$  e  $\beta$ -metaestáveis, tendo ambas, portanto, grande potencial para gerar aumento das propriedades mecânicas via modificação microestrutural.

Os tratamentos a que ligas precipitáveis são submetidas, visam ao controle de diversos aspectos microestruturais, dando-se ênfase ao controle dos precipitados, que devem possuir quantidade, distribuição e morfologia adequadas para que o endurecimento seja promovido de maneira satisfatória [16]; do contrário, o processo inverso pode ocorrer e a liga pode tornar-se demasiadamente macia ou frágil para determinada aplicação.

A influência de parâmetros de processo como temperatura, tempo de tratamento, taxa de deformação, etc. na microestrutura resultante, tem sido extensamente estudada em ligas de titânio precipitáveis para que, a partir de seu entendimento, seja possível prever microestruturas adequadas a cada combinação de propriedades requeridas nos diferentes ramos de aplicações [14-17].

Para que se possam prever as microestruturas provenientes de diferentes rotas de processamento, faz-se necessário entender a ocorrência e interação de fenômenos de endurecimento e amaciamento dinâmicos antagônicos que ocorrem durante o processamento termomecânico. Para isso, muitos grupos de pesquisa têm realizado, como citado anteriormente, simulações físicas ou metalúrgicas dos processos de conformação a quente controlando-se variáveis do processamento como taxa de deformação, temperatura e deformação total, com o intuito de simular diferentes combinações de condições de processamento correlacionando-as à microestrutura resultante [8,15,18–21]. Em alguns casos, é possível inclusive descrever equações constitutivas baseadas em fenômenos físicos a partir destes experimentos.

Outra maneira de se estudar o comportamento das ligas sob deformação, é realizar ensaios de deformação sob resfriamento contínuo, onde o efeito do tempo entre passes e da taxa de resfriamento é avaliado. Este tipo de ensaio

permite que se obtenham informações a respeito da evolução microestrutural em condições muito similares às de processamento, como no caso do processo de forjamento, por exemplo, onde a deformação da peça é acompanhada por redução contínua da temperatura, diferindo de condições de deformação isotérmica [22]. Fan et al. [25] mostraram que os efeitos acoplados da deformação a quente e resfriamento lento foram positivos para a precipitação da fase alfa em ligas Ti-6Al-2Zr-1Mo-1V. Outra pesquisa envolvendo deformação sob resfriamento contínuo em ligas de Ti-6Al-4V realizada por Dehghan-Manshadi e Dippenaar [26], reporta que o refinamento e globularização de grãos da fase alfa ocorrem sobre resfriamento contínuo como resultado da transformação de fase  $\beta$  para  $\alpha$  induzida por deformação, apontando para a importância do estudo da evolução microestrutural em ensaios sob resfriamento contínuo para entendimento do comportamento sob deformação a quente de ligas de titânio devido à possibilidade de ocorrência de uma grande variedade de fenômenos.

## 2.2 Ligas de titânio $\beta$ e $\beta$ metaestáveis

As ligas de titânio  $\beta$  formam uma das classes de materiais mais versáteis em relação a processamento, microestrutura e propriedades [16], combinando algumas características que as fazem se tornarem foco de muitas pesquisas desde seu recente desenvolvimento, por possuírem, além de uma ótima razão resistência e peso, grande ductilidade inerente resultante de sua estrutura CCC, elevada capacidade de endurecimento por precipitação (no caso das metaestáveis), ótima tenacidade, resistência à corrosão (em algumas ligas), resistência à fadiga superior (comparadas a algumas ligas  $\alpha + \beta$ ), alta biocompatibilidade, e ainda por possuir baixo módulo elástico associado à fase  $\beta$  [13, 23], tornando seu uso muito propício a aplicações médicas.

Esse grupo de ligas do titânio tem emergido como um sistema de grande interesse tecnológico devido às características acima citadas quando comparadas às tradicionais ligas  $\alpha + \beta$  e muitos trabalhos têm sido realizados no intuito de mapear a influência de diferentes elementos de liga no seu comportamento metalúrgico. Além disso, as ligas beta formam um rico sistema

com uma variedade de fases envolvidas que exercem influência em sua microestrutura no geral e na alteração de propriedades. Não pode ser negado que as complexas transformações de fases envolvidas nessas ligas ocorridas devido a mudanças em restrições termodinâmicas como temperatura e pressão, confundem o entendimento atual da metalurgia do titânio [5].

Os valores superiores de resistência mecânica das ligas  $\beta$  são mais pronunciados quando a liga encontra-se na condição solubilizada e envelhecida. Nesta condição, a fração volumétrica e a morfologia da fase precipitada controlam a resistência e o tamanho de grão da fase matriz  $\beta$  e a ductilidade da liga, podendo-se chegar a valores de resistência acima de 1500 MPa com ductilidade aceitável se a liga estiver com granulometria refinada [28]; porém, a precipitação de outras fases metaestáveis como ômega ( $\omega$ ), também levam a um aumento nos níveis de resistência mecânica reduzindo substancialmente sua ductilidade [29], como será discutido mais adiante.

Ao contrário das ligas  $\beta$  metaestáveis que, como dito anteriormente, são endurecíveis por precipitação, as ligas de titânio  $\beta$  estáveis possuem quantidade de elementos estabilizadores suficientes para que, sob resfriamento, a liga não entre no campo de equilíbrio  $\alpha + \beta$ ; deste modo, o aumento da resistência mecânica é conseguido essencialmente através de soluções sólidas e redução de tamanho de grão [1]. A Figura 2.3 esquematiza o diagrama de equilíbrio de ligas  $\beta$  simplificado, mostrando a influência dos elementos estabilizadores da fase cúbica no deslocamento da temperatura de transição e o limiar entre a região estável e metaestável.

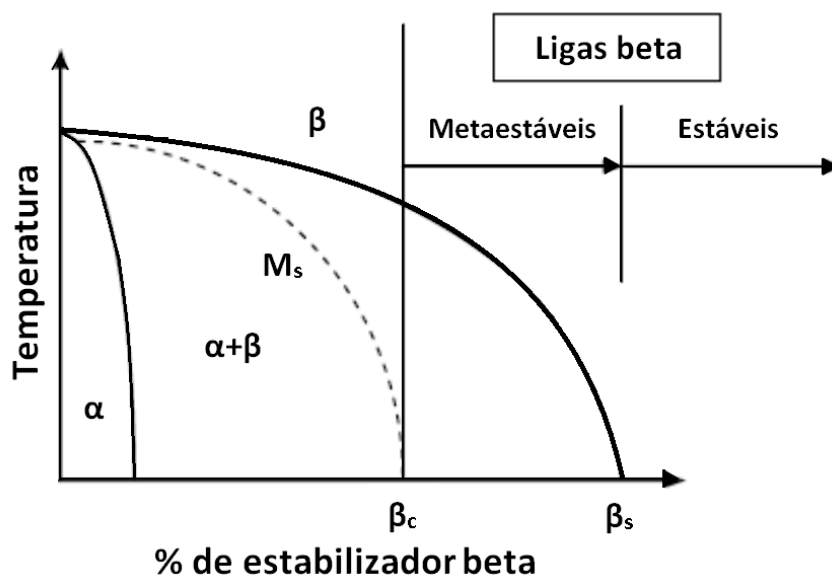


Figura 2.3 Diagrama de fases pseudo-binário para adições de elementos beta estabilizadores. A linha identificada como  $M_s$  representa a temperatura de formação de estrutura martensítica, adaptada [30].

As ligas de titânio ditas  $\beta$  são definidas por meio de sua composição, deste modo, para que a liga seja definida como beta-metaestável, esta deve conter uma quantidade mínima de elementos beta estabilizadores para que, sob resfriamento, não haja transformação martensítica.

A fase  $\beta$ , sem elementos beta-estabilizadores suficientes, em determinadas condições de resfriamento pode então sofrer uma transformação atérmica no estado sólido transformando-se em martensita. A transformação martensítica não leva à fragilização, entretanto, a resistência é ligeiramente aumentada comparada à fase alfa. A martensita pode ainda se dividir em martensita hexagonal  $\alpha'$  e martensita ortorrômbica  $\alpha''$ , sendo a última observada em resfriamentos rápidos a partir de temperaturas abaixo de  $900^\circ\text{C}$  e possuindo boa deformabilidade. A martensita hexagonal  $\alpha'$  possui uma relação de orientação similar tanto com a fase  $\beta$  quanto com a fase  $\alpha$  [1]. A região onde a martensita se forma está representada pela linha  $M_s$  no diagrama esquemático da Figura 2.3 e é possível observar na Figura 2.4, que é diagrama com maior complexidade que o diagrama apresentado na figura anterior, a ocorrência da formação de ambas as fases martensíticas e ainda a formação de uma fase metaestável adicional chamada ômega (hexagonal), que pode se formar de duas

maneiras distintas, a depender das condições termodinâmicas, como será discutido adiante.

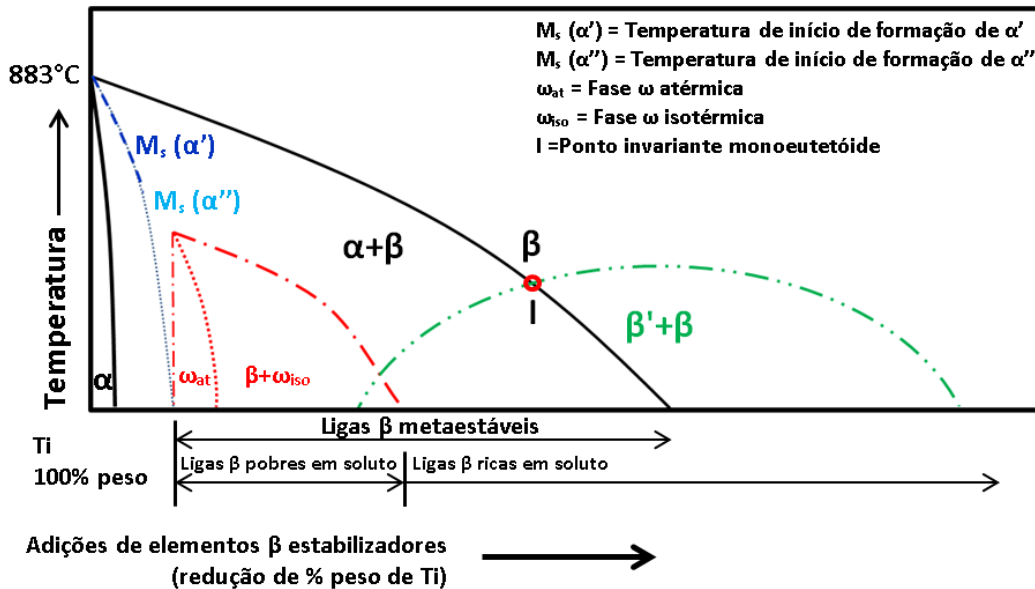


Figura 2.4 Diagrama de fases mostrando as fases de equilíbrio e metaestáveis importantes no titânio com adições de elementos de liga beta estabilizadores isomorfos. Os campos de fases metaestáveis foram representados por linhas tracejadas. Adaptado de [31].

Além da possibilidade de ocorrência de formação de fases martensíticas e ômega com o aumento da quantidade de elementos beta estabilizantes ao titânio puro sob resfriamento rápido, com o aumento da adição desses elementos a fase ômega torna-se instável e não precipita. Em vez disso, a fase beta sofre uma reação de separação de fases para que  $\beta_1$  e  $\beta_2$  sejam formados (na Figura 2.4 representadas por  $\beta'+\beta$ ). Tal reação pode ocorrer tanto por nucleação e crescimento clássico (difusão de longo alcance convencional) quanto de maneira menos observada (difusão de curto alcance) por reações espinodais.  $\beta_1$  e  $\beta_2$  são apenas convenções para se referir às duas fases que possuem a mesma estrutura cristalina da fase  $\beta$ , mas com diferentes concentrações de soluto e parâmetros de rede.  $\beta_1$  é convencionalmente assumida ser a fase pobre em soluto e  $\beta_2$  a fase rica em soluto. Às vezes  $\beta_1$  é referida como sendo  $\beta'$  (metaestável) e  $\beta_2$  somente  $\beta$  [12]. Esta fase  $\beta'$  geralmente se mantém como zonas coerentes e uniformemente distribuídas na matriz  $\beta$ .

Como citado, as ligas  $\beta$  com quantidade insuficiente de elementos beta-estabilizadores podem sofrer transformação martensítica [32]. O critério mais



comumente utilizado para avaliar a estabilidade da fase  $\beta$  é o teor equivalente de Molibdênio ( $Mo_{eq}$ , % em peso), que é calculado com base na composição da liga como a seguir [30]:

$$Mo_{eq} (\% \text{ em peso}) = [Mo] + 0,2 [Ta] + 0,67 [V] + 1,25 [Cr] + 0,44 [W] + 0,28 [Nb] + 1,25 [Ni] + 1,7 [Mn] + 1,7 [Co] + 2,5 [Fe] \quad (2.1)$$

No geral, ligas com  $Mo_{eq} < 10\%$  em peso não são estáveis o suficiente para evitar a formação da fase  $\alpha''$  martensítica induzida por deformação. As ligas com quantidade de  $Mo_{eq}$  a partir de 10% são definidas como ligas de titânio metaestáveis [30].

### 2.2.1 Formação de fase metaestável ômega

Como pode ser observado na região delimitada por linhas vermelhas na Figura 2.4, em ligas de titânio  $\beta$  metaestáveis submetidas a resfriamento rápido a partir de altas temperaturas de solubilização, a fase  $\beta$  pode se transformar em uma fase metaestável chamada ômega ( $\omega$ ) [33]. Esta fase pode se formar tanto sob resfriamento rápido quanto durante o envelhecimento em temperaturas médias, sendo deste modo classificada em dois tipos; A primeira é chamada fase ômega atômica ( $\omega_{at}$ ), que se forma sem que haja difusão de longo alcance. Já a segunda é conhecida como ômega isotérmica ( $\omega_{iso}$ ), que precipita durante envelhecimento por meio de rejeição de soluto da fase  $\omega_{iso}$  para a matriz  $\beta$  [5].

A formação da fase  $\omega$  tem um grande impacto nas propriedades mecânicas em algumas ligas  $\beta$ -metaestáveis, visto que causam um grande aumento na resistência, porém geralmente reduzem sua ductilidade; Entretanto, estudos têm demonstrado que em algumas ligas beta-metaestáveis, é possível melhorar a resistência e a ductilidade de algumas ligas por meio da combinação de maclagem mecânica da fase  $\beta$   $\{332\} \langle 113 \rangle$  com a fase ômega isotérmica (frágil), por meio de pré-deformações no material de 1 a 4% seguido de envelhecimento a temperaturas entre 300 e 400 °C por 1 hora [34]. A influência da fase  $\omega$  na precipitação da fase  $\alpha$  tem sido objeto de estudos há décadas [29] e tem-se observado que a fase  $\omega_{iso}$  atua indiretamente ou diretamente como precursora na precipitação refinada da fase  $\alpha$  em ligas beta metaestáveis

[32,34], promovendo grandes ganhos na resistência mecânica de ligas  $\beta$  metaestáveis.

A fase ômega é um precipitado submicroscópico que supostamente atua como uma fase de transição formada durante a transformação de  $\beta$  para  $\alpha$ . Desde a descoberta de ômega em 1954, pesquisadores têm tentado descobrir qual o papel desta fase nas propriedades mecânicas e de supercondução de ligas de titânio e zinco [36]. Muitas pesquisas têm sido realizadas no âmbito de entender o fenômeno de precipitação não convencional desta fase e aparentemente a fase ômega ocorre em ligas de titânio sob três condições [37]:

i) Quando a quantidade de elementos de liga é elevada o bastante para reter completamente a fase  $\beta$  (impedindo a formação de martensita  $\alpha'$  ou  $\alpha''$ ). Assim, em vez da transformação martensítica por cisalhamento, a reação concorrente de distorção toma seu lugar produzindo a fase ômega. Esta é denotada como sendo a fase ômega atérmica. A formação desta fase não ocorre por fenômenos de difusão e não pode ser suprimida por mais rápida que a taxa de resfriamento se dê [38], embora sua transformação reversa para fase beta possa se dar de maneira completa em certas ligas a temperaturas baixas o suficiente para que mecanismos difusionais ainda possam operar [39];

ii) Em ligas com alta quantidade de elementos de liga, a fase ômega se forma em uma faixa de temperatura entre 100 e 500 °C. Esta fase é comumente conhecida como ômega isotérmica e sua natureza depende do tempo mantido dentro dessa faixa de temperatura e da taxa de resfriamento, pois seu volume aumenta com aumento do tempo de tratamento e redução da taxa de resfriamento para qualquer liga. Sabe-se que a fase ômega isotérmica é uma continuação da transformação da fase ômega atérmica. Após a fase ômega atérmica se formar, os elementos beta estabilizadores são continuamente rejeitados das partículas de fase ômega durante envelhecimento, estabilizando essas partículas [40];

iii) Deformações a temperatura ambiente e aplicações de altas pressões também têm demonstrado estabilizar a fase ômega sob certas circunstâncias. Além disso, a composição da fase ômega atérmica é muito parecida com a da fase  $\beta$  de alta temperatura, já a fase ômega isotérmica possui uma diferença

considerável entre sua composição e a fase  $\beta$  da matriz da sua vizinhança [37, 38].

Alguns trabalhos conduzidos a respeito das estruturas da fase ômega [43] e [44] demonstraram que a estrutura cristalina da fase é hexagonal, com  $a = 4,60 \text{ \AA}$  e  $c = 2,82 \text{ \AA}$  ( $c/a = 0,613$ ). A maioria dos pesquisadores concordam que as posições atômicas da estrutura são  $(0,0,0)$  e  $(\pm 2/3, 1/3, 1/2)$ , pertencendo ao grupo espacial  $P6/mmm$ .

O tamanho das partículas da fase ômega pode variar de menos de  $60 \text{ \AA}$  (resfriamento rápido em água) a aproximadamente  $3000 \text{ \AA}$ , exatamente antes de a transformação da fase alfa ter início [37].

A morfologia da fase ômega pode mudar dependendo do elemento de liga beta estabilizador, deste modo para ligas Ti-Mo os precipitados encontrados possuem formato elipsoidal, com maior eixo sendo paralelo à direção  $[0001]_{\omega}$  [45]. Já para ligas do sistema Ti-V, os precipitados apresentam-se em formato cúbico, com lados paralelos ao plano  $(20\bar{2}1)_{\omega}$ , como pode ser visto na Figura 2.5.

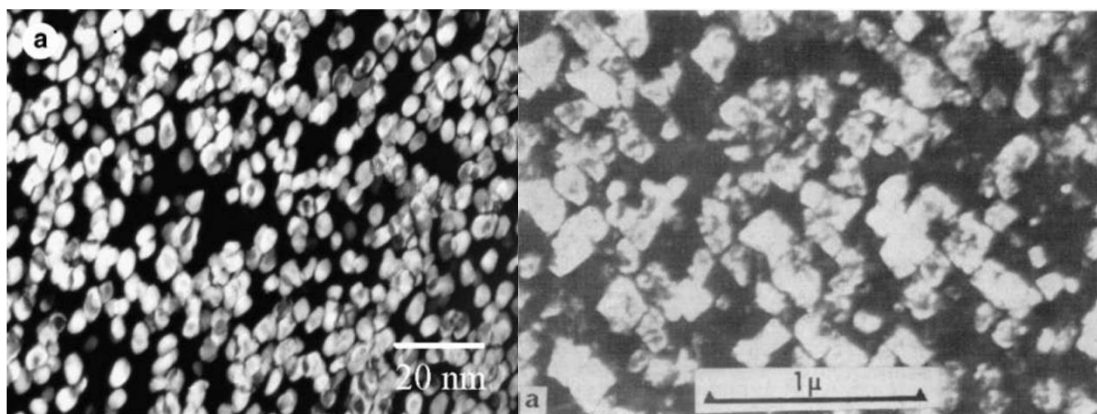


Figura 2.5 Imagem de campo escuro obtida por microscopia de transmissão mostrando em (a) partículas de fase ômega elipsoidais em liga Ti-Mo e em (b) partículas com geometria cúbica em liga Ti-V [45, 46].

Há diferentes teorias propostas para explicar a formação da fase ômega, deste modo o estudo da transformação displaciva por distorção se torna importante. A fase ômega não cresce arbitrariamente a partir da matriz beta, uma vez que a sua relação de orientação é unanimemente descrita como sendo [48]:

$$(0001)_{\omega} // \{111\}_{\beta} \text{ e } \langle 11\bar{2}0 \rangle_{\omega} // \langle 1\bar{1}0 \rangle_{\beta}$$

A partir dessa relação de orientação pode-se estimar o parâmetro de rede da estrutura ômega. Deste modo, os parâmetros de rede  $a_\omega$  e  $c_\omega$  podem ser expressos em termos do parâmetro de rede da fase CCC como sendo:

$$a_\omega = \sqrt{2}a_\beta \text{ e } c_\omega = \left(\frac{\sqrt{3}}{2}\right)a_\beta \quad (2.2)$$

Outra característica é que como há quatro conjuntos de direções  $\langle 111 \rangle$ , há quatro possíveis variantes cristalográficas para a estrutura ômega em um dado cristal CCC [37,47]. As reflexões de todas essas quatro variantes de ômega podem ser vistas a partir do eixo de zona  $[113]_\beta$ , como mostrado na Figura 2.6 (a) [39]. Podemos ver ainda na Figura 2.6 (b) as reflexões no eixo de zona  $[10\bar{1}]_\beta$  com as reflexões adicionais devido às duas invariantes ômega:  $\omega_1$  (contribuindo com as reflexões  $1/3\langle 121 \rangle_\beta$  e  $2/3\langle 121 \rangle_\beta$ ) e  $\omega_2$  (contribuindo com as reflexões  $2/3\langle 111 \rangle_\beta$  e  $1/3\langle 141 \rangle_\beta$ ) [50].

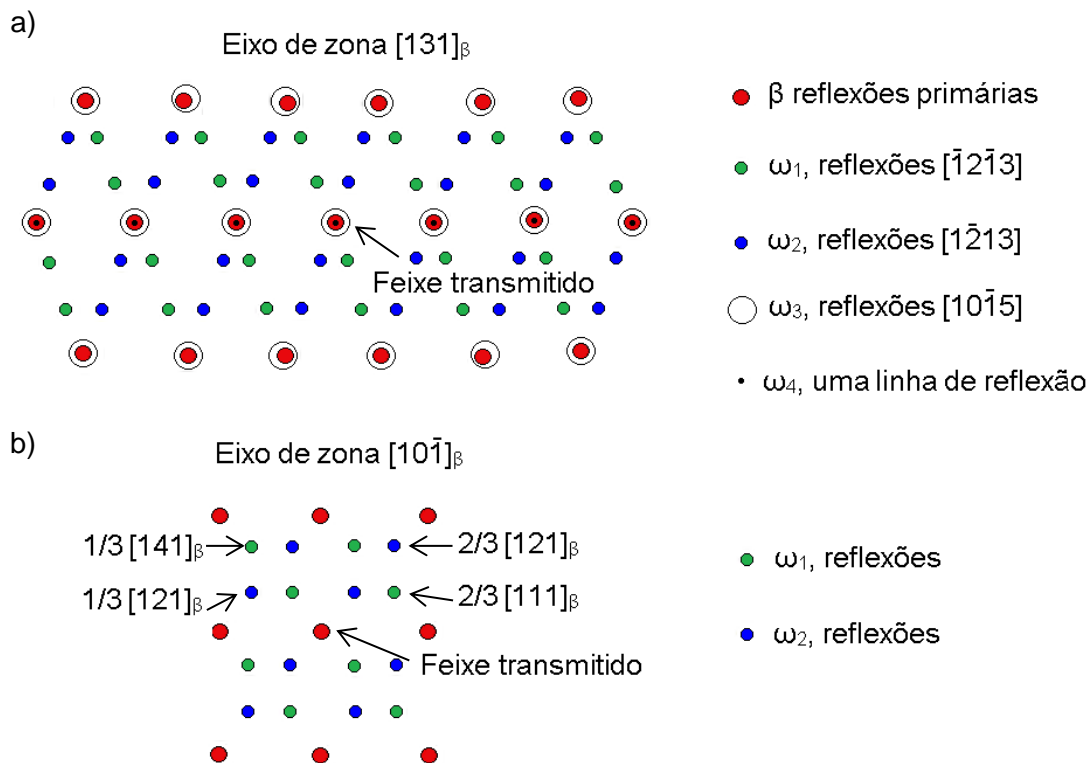


Figura 2.6 (a) Reflexões das quatro variantes da fase  $\omega$  como vistas pelo eixo de zona  $[113]_\beta$  [39] e (b) reflexões de duas variantes de  $\omega$  como visto pelo eixo de zona  $[10\bar{1}]_\beta$  [50].

Na Figura 2.7 (a) é possível observar as reflexões do eixo de zona  $[110]_{\beta}$  e as reflexões referentes à presença da fase  $\omega_{iso}$  de uma liga de titânio TIMET e em (b) um esquema dos planos refletidos tanto da fase beta quanto da ômega.

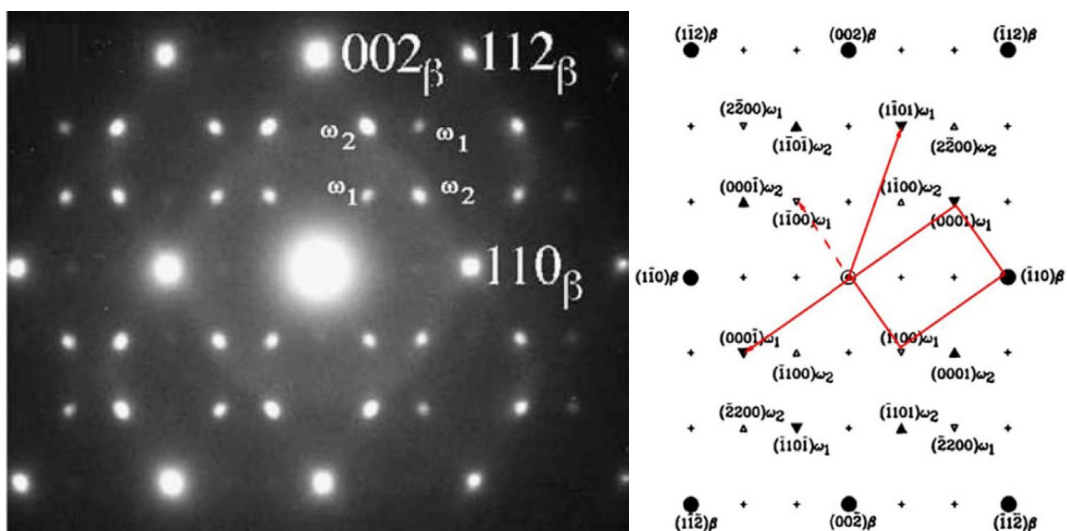


Figura 2.7 a) Imagem de difração por microscopia de transmissão de liga de titânio TIMET mostrando eixo de zona  $[110]_{\beta}$  e fase  $\omega_{iso}$  dispersa na matriz beta [46] e b) padrão de difração de eixo de zona  $[110]_{\beta}$  e os respectivos planos de difração das fases beta e ômega.

## 2.2.2 Teoria de *design* de ligas $\beta$ e mecanismos de deformação

Desde que se constatou a excelente deformabilidade de ligas de titânio beta associada a altos valores de resistência mecânica, muitas pesquisas têm sido conduzidas com o intuito de se projetar essas ligas de modo a prever os fenômenos ocorridos durante a deformação plástica, a fim de atender a diferentes propósitos, inicialmente para utilização em componentes aeronáuticos. Entretanto, estes estudos foram baseados em muitas “tentativas e erros” e em várias regras empíricas até que Morinaga et al. desenvolveram, em meados de 1984, um método teórico de previsão das fases formadas e mecanismos de deformação em ligas baseando-se no cálculo de orbital molecular de estruturas eletrônicas por meio de dois parâmetros: na ordem de ligação (*bond order*,  $Bo$ ) e no nível de energia de orbitais “d” (*d-orbital energy level*,  $Md$ ) [51]. Este modelo foi chamado de “*design* eletrônico para plasticidade”.

Um dos primeiros sistemas pesquisados foi o sistema Ti-V-Al-Cr-X, onde “X” poderia ser os elementos Zr, Sn ou Nb. Esses sistemas possuíam propriedades mecânicas adequadas às aplicações aeronáuticas, uma vez que este era o principal foco de aplicação para estas ligas. O sistema Ti-15V-3Al-3Cr-3Nb, que se deforma essencialmente por mecanismos de bandas de escorregamento de discordâncias (SLIP) foi comparado ao sistema Ti-10V-3Al-3Cr-3Nb, que se deforma por mecanismos de maclagem (TWIP). Em geral, os maiores valores de alongamento e menores valores de limite de escoamento são mais pronunciados em ligas deformadas por maclagem do que por bandas de escorregamento, o que significa que deformação por maclagem aumenta a ductilidade, enquanto a deformação por bandas de escorregamento leva ao aumento da resistência mecânica.

A partir dos valores calculados de  $\overline{B\sigma}$  e  $\overline{M\bar{d}}$ , torna-se possível a construção de mapas onde é possível observar as regiões em que os diferentes mecanismos de deformação operam (ou mais de um mecanismo) de acordo com a alteração da concentração dos elementos de liga. A Figura 2.8 (a) mostra o mapa  $\overline{B\sigma} \times \overline{M\bar{d}}$  para o sistema de ligas citado com a posição das mesmas nas diferentes regiões onde os mecanismos de deformação operam, em (b) o efeito da alteração da concentração dos elementos de liga na magnitude dos parâmetros calculados e ainda, na Tabela 2.1, é possível observar as propriedades mecânicas resultantes para ligas projetadas com base no modelo de “*design* eletrônico para plasticidade” [51].

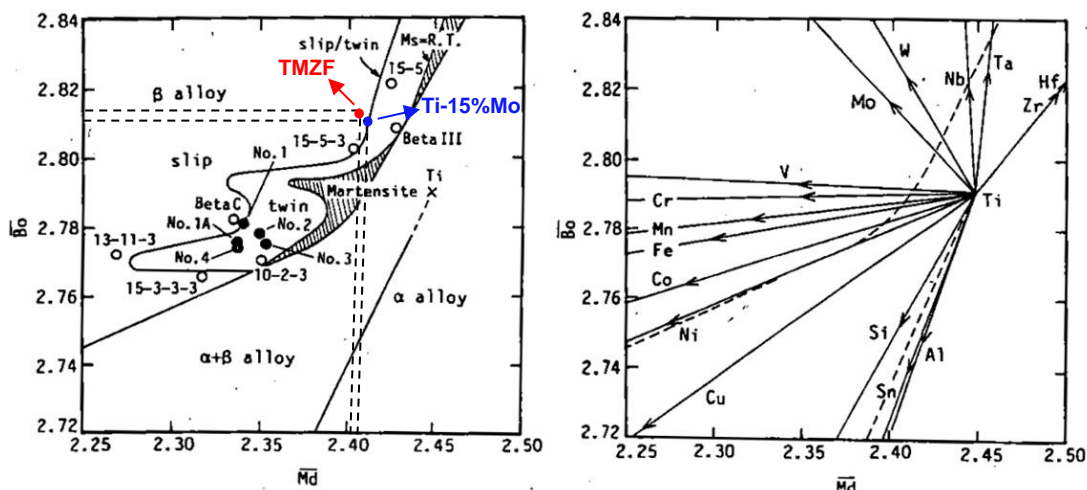


Figura 2.8 a) Diagrama de indexação de estabilidade de fase baseado nos parâmetros  $B_o$  e  $M_d$  e em (b) alteração de estabilidade de fase de acordo com elementos de liga, o início do vetor representa o local da liga Ti-10 mol%M [51]. Os pontos em vermelho e azul foram adicionados à figura original e correspondem aos valores de  $B_o$  e  $M_d$  para a liga TMZF e Ti-15%Mo, respectivamente.

Tabela 2.1 Resultados dos ensaios de tração para o estado tratamento de solubilização (T.S.) e para solubilizado e envelhecido (T.S.+ envelhecimento) das ligas preparadas pelo processo de design de ligas proposto por Morinaga et. al [51].

Composição química (%massa)	Tratamento térmico	Limite de escoamento (MPa)	Limite de resistência (MPa)	Alongamento (%)
Ti-13V-2Al-3Cr-2Nb	T. S.	685	799	29,5
	T.S. + Envelhecimento	1464	1507	7
Ti-13V-3Al-3Cr-2Nb	T. S.	719	800	30
	T.S. + Envelhecimento	1321	1446	6
Ti-15V-3Al-3Cr-3Sn	T. S.	804	813	15
	T.S. + Envelhecimento	1161	1242	11

Os valores reportados para a liga TMZF são de  $\overline{B_o}=2,816$  e  $\overline{M_d}=2,404$  e para a liga Ti-15%Mo  $\overline{B_o}=2,812$  e  $\overline{M_d}=2,408$  [52]. A localização destes valores no diagrama de indexação de estabilidade de fase foi adicionada à Figura 2.8 (a). Por meio da análise da localização dos pontos no diagrama, para a liga TMZF, por meio dessa teoria, não era esperada a ocorrência de maclagem, sendo esperada apenas a deformação por mecanismos de escorregamento. Já a liga Ti-15%Mo encontra-se bem próxima à região limite para ocorrência de maclagem e escorregamento, aumentando a frequência esperada.

O método de *design* teórico de ligas foi desenvolvido com base na variação discreta  $X_\alpha$  (DV- $X_\alpha$ ) do cálculo de orbital molecular da estrutura eletrônica de ligas. São usados dois parâmetros no método, o nível de energia

do orbital “d” de um elemento de liga de metal de transição ( $\overline{Md}$ ) para um dado sistema metal base e o parâmetro de ordem de ligação ( $\overline{Bo}$ ), que se correlaciona bem à eletronegatividade e ao raio atômico metálico dos elementos de liga. Esses parâmetros já foram calculados para vários elementos de liga usando modelos de grupos espaciais CCC ( $\beta$ -Ti) [53] e são calculados para cada liga de acordo com as seguintes expressões:

$$\overline{Md} = \sum_{i=1}^n X_i \cdot (Md)_i \quad \overline{Bo} = \sum_{i=1}^n X_i \cdot (Bo)_i \quad (2.3)$$

Onde  $X_i$  é a fração atômica do componente  $i$  da liga,  $(Md)_i$  e  $(Bo)_i$  são os respectivos valores para o componente  $i$ .

Inicialmente este método era também bastante utilizado para projetar ligas com melhores propriedades elásticas [54–56] e, recentemente, tem se mostrado correlacionado à estabilidade mecânica. Até pouco tempo atrás, este método era utilizado apenas para projetar sistemas binários de ligas de Ti- $\beta$  e muito recentemente alguns estudos têm sido realizados em ligas de composições ternárias [57,58]. Dado que as interações eletrônicas entre elementos não são levadas em conta pelo modelo DV- $X\alpha$ , a extensão deste método a ligas multielementares atualmente leva a questões não respondidas [59].

A partir do modelo proposto, muitos trabalhos têm sido realizados envolvendo o design de sistemas multielementares de titânio para que os mecanismos de deformação possam ser previstos e modificados, porém agora também com o enfoque em desenvolver ligas voltadas à utilização em próteses de implantes ortopédicas [49,50,52,53], envolvendo também o mecanismo de transformação martensítica  $\alpha''$  induzida por tensão (*stress-induced precipitation of  $\alpha''$  martensite - SIM*) e o efeito de plasticidade induzida por transformação (*transformation induced plasticity - TRIP*), ocorridos durante deformação plástica, sendo que estes possuem um potencial de aumentar tanto a ductilidade como a resistência mecânica de maneira conjunta [57].

A Figura 2.9 (c) mostra o mapa  $\overline{Md} \times \overline{Bo}$  elaborado em um estudo de uma liga beta ternária Ti-8,5Cr-1,5Sn com o intuito de aumentar o coeficiente de encruamento da liga e ductilidade por meio de design de plasticidade. Nela é possível observar as diferentes regiões onde os diferentes mecanismos de



deformação se tornam operantes de acordo com a localização da liga no diagrama. Em (a) é possível ver a curva tensão *versus* deformação para a liga elaborada comparada a curvas de Ti-6Al-4V, Ti-12Mo e Fe-20Mn-1,2C e em (b) a taxa de encruamento das ligas comparadas no estudo, onde observa-se que a liga ternária foco do estudo apresentou os maiores valores de taxa de encruamento mantendo a ductilidade durante deformação plástica [57].

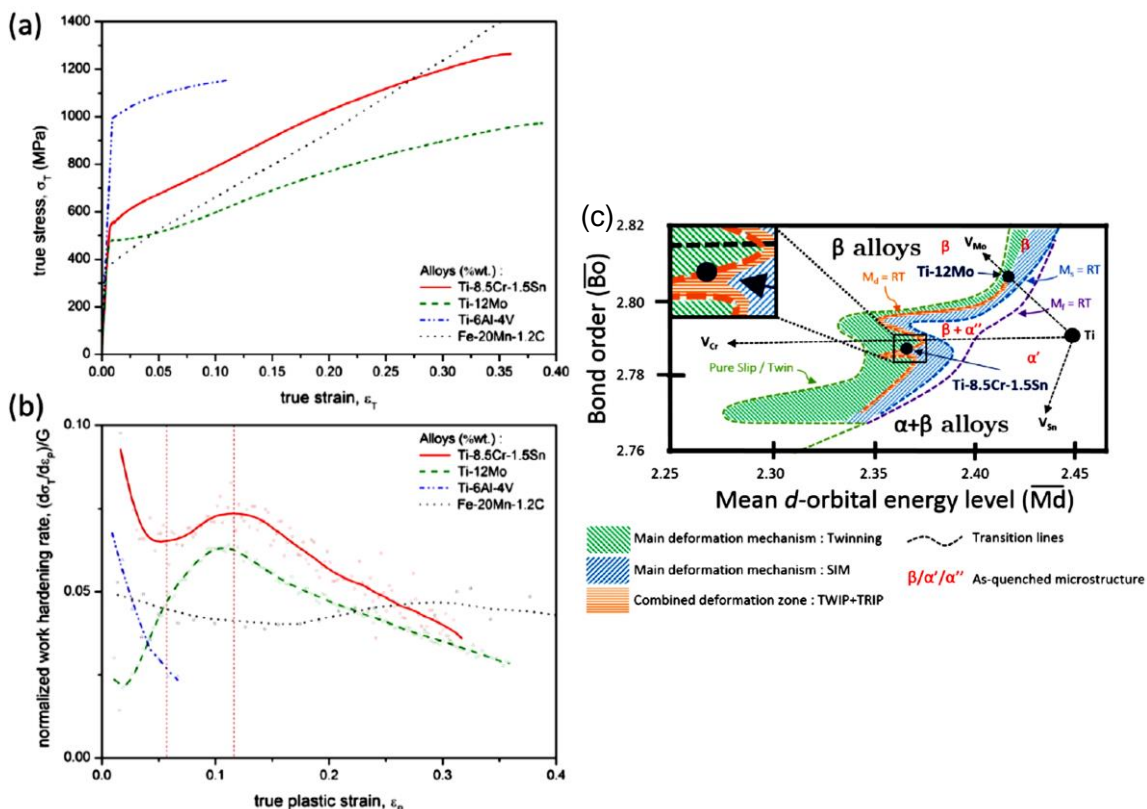


Figura 2.9 (a) Curvas de tração tensão-verdadeira x deformação de ligas TRIP/TWIP Ti-8,5Cr-1,5Sn, Ti-12Mo, Ti-6Al-4V e aço TWIP, ensaiadas em temperatura ambiente e taxa de deformação de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . (b) Encruamento normalizado pelo módulo de cisalhamento em função da deformação plástica verdadeira. (c) Mapa de *design* eletrônico de orbital “d” mostrando a posição da liga ternária Ti-Cr-Sn. A área tracejada laranja é a zona alvo no design de ligas com efeitos combinados de TRIP e TWIP [57].

Tem sido demonstrado que com o aumento da estabilidade da fase beta, os mecanismos de deformação mudam de bandas de escorregamento (SLIP) + plasticidade induzida por transformação martensítica (TRIP), para SLIP+TRIP+TWIN e depois para TWIN+ SLIP [54, 55].

Os mecanismos de deformação das ligas beta podem ser muito complexos e relacionados não só à estabilidade da fase beta, mas também à extensão da deformação aplicada. Alguns estudos [56,57] reportam que o modo

de deformação predominante em altos níveis de tensão se dá por meio de bandas de escorregamento de discordâncias (SLIP). Quando o mecanismo de deformação dominante é a maclagem, as ligas de titânio beta apresentam altos valores de taxa de encruamento e alta ductilidade, porém baixos valores de escoamento. Já para ligas beta que deformam predominantemente por bandas de escorregamento, estas apresentam baixa ductilidade e altos limites de escoamento. Deste modo, o controle dos mecanismos de deformação é considerado uma estratégia chave para promover a otimização das propriedades mecânicas das ligas beta [59,60].

Outro método correlacionado utilizado para prever a estabilidade de fases e o modo de deformação de ligas de titânio é a predição por razão de elétron/átomo ( $e/a$ ). A estabilidade da fase beta aumenta com aumento da razão  $e/a$  e maclagem do tipo  $\{332\} \langle 113 \rangle$  ocorre quando o valor da razão  $e/a$  se encontra entre 4.10 e 4.20, já que ocorre uma modulação dos parâmetros de rede da fase beta e menores distorções são necessárias para a maclagem, suprimindo desse modo as maclagens do tipo  $\{112\}_\beta \langle \bar{1}\bar{1}1 \rangle_\beta$ , normalmente observadas em estruturas CCC [68]. A Figura 2.10 (a) mostra um exemplo da alteração da razão  $e/a$  em ligas de Ti-10Mo com o aumento da concentração de Fe. A razão  $e/a$  é aumentada pela adição de Fe e uma quantidade de 3% de Fe em massa é suficiente para alterar o modo de deformação de maclagem para bandas de escorregamento quando a razão torna-se da ordem de 4.214. Em (b) é possível observar o efeito da alteração da razão  $e/a$  no comportamento mecânico das ligas [66].

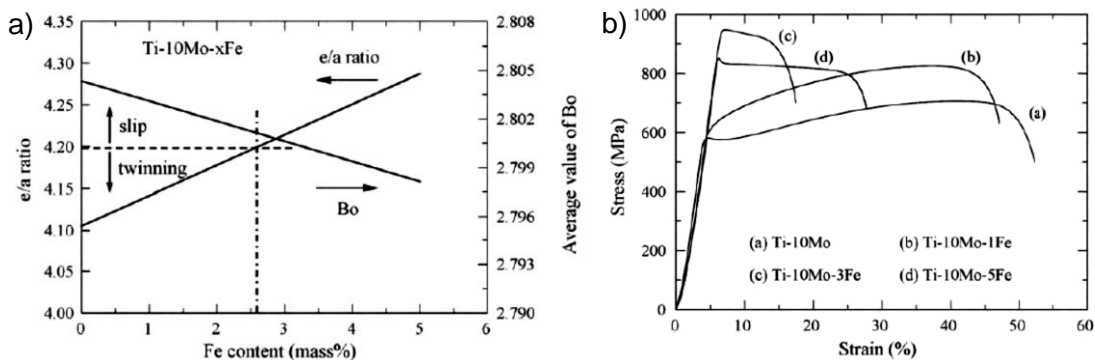


Figura 2.10 Em (a) alteração de razão elétron/átomo ( $e/a$ ) e no valor de  $\overline{B_o}$  em liga de Ti-10Mo variando a quantidade de Fe e em (b) curvas tensão-deformação nominal das ligas Ti-10Mo com adição de Fe [66].

### 2.3 Processamento e controle microestrutural de ligas $\beta$ e $\beta$ metaestáveis

O processamento de ligas de titânio beta envolve duas etapas principais, como na maioria das ligas metálicas: a quebra da microestrutura grosseira proveniente da fabricação da liga, de maneira a produzir geometrias propícias a processamentos subsequentes, seguida de otimização das propriedades mecânicas por controle microestrutural, conseguida por meio de etapas de processamentos termomecânicos secundários (forjamento, laminação, etc.).

Durante o processamento termomecânico (PTM) destas ligas, a quebra inicial da estrutura bruta proveniente do processo de fabricação é geralmente realizada no campo de equilíbrio da fase  $\beta$  devido à sua maior facilidade de deformação, como já discutido anteriormente, inerente à sua estrutura CCC. As próximas etapas do processamento são realizadas em temperaturas próximas à temperatura de transição da liga, tanto no campo de equilíbrio  $\beta$  quanto no campo  $\alpha + \beta$ , resultando em diferentes tipos de microestruturas. A Tabela 2.2 mostra a temperatura de quebra da microestrutura inicial e a faixa de temperatura utilizada nos dois PTM citados para algumas ligas de titânio.

Tabela 2.1 Temperaturas recomendadas para trabalho a quente para ligas de titânio beta, beta metaestáveis e ricas em fase beta [16].

Tipo da liga	Composição da liga	Temperatura de transição beta $T_{\beta}$ (°C)	Faixa de temperatura de trabalho a quente (°C)	
			Quebra de lingote	Trabalho secundário
Alfa	Ti-5Al-2,5Sn (Ti-5-2,5)	1040	1120-1175	900-1010
Alfa/beta	Ti-6Al-4V (Ti-6-4)	995	1095-1150	860-980
Rica em fase beta	Ti-5Al-2Sn-3Cr-4Mo-4Zr-1Fe (Beta-CEZ)	890	950-1050	800-930
Rica em fase beta	Ti-5Al-2Sn-2Zr-4Mo-4Cr (Ti-17)	885	990-1050	800-865
Beta metaestável	Ti-15Mo-2,6Nb-3Al-2Si (Beta 21S)	805	1150-1200	790-850
Beta metaestável	Ti-10V-2Fe-3Al (Ti-10-2-3)	800	760-1150	700-870
Beta metaestável	Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al (Ti-15-3-3-3)	760	1150-1200	790-925
Beta metaestável	Ti-3Al-8V-6Cr-4Mo-4Zr (Beta-C)	730	955-1065	815-980
Beta	Ti-35V-15Cr (Alloy C)	--	1150-1200	930-1070

Como pôde ser observado na Tabela 2.2, a faixa de temperatura de trabalho a quente secundário pode se dar acima ou abaixo da temperatura de transição  $\beta$ -transus a depender da microestrutura final desejada, podendo deste modo levar à precipitação da fase endurecedora  $\alpha$  durante o processamento

termomecânico. Se é desejado que a fase alfa precipite durante deformação, esta levará a um aumento da dificuldade de conformação durante o processo, exigindo que processamentos de conformação isotérmicos ou quase isotérmicos sejam realizados de modo a viabilizar o processamento [16].

O refino e controle da granulometria das liga de titânio metaestáveis são geralmente realizados por meio de PTM's que promovam a recristalização dinâmica, havendo também a possibilidade de se realizar o refino por meio da transformação de fases, porém este método nem sempre é possível dependendo da fase final desejada, dificultando ainda o controle granulométrico.

Quando o refino é realizado por meio de recristalização, deve-se também controlar o tempo de tratamento para que o crescimento demasiado dos grãos seja evitado. A quantidade de trabalhos realizados com o intuito de se entender os fenômenos de endurecimento e amaciamento de ligas beta durante PTM tem aumentado consideravelmente nas últimas décadas, ao contrário do que ocorre nas ligas  $\alpha + \beta$ , que são largamente utilizadas, havendo uma maior quantidade de trabalhos sobre o tema [67-71]. O aumento da utilização de ligas beta metaestáveis em diversos segmentos industriais leva a uma crescente necessidade de se entender o papel da deformação total, taxa de deformação e da temperatura nos mecanismos de amaciamento ocorridos durante o processamento destas ligas [74].

O conhecimento do comportamento dinâmico destes materiais quando em elevadas temperaturas e taxas de deformação torna-se extremamente importante, por exemplo, em aplicações como de escudos de impactos balísticos, fuselagem de aviões, componentes de motores aeronáuticos, próteses ortopédicas, etc., aplicações estas que exigem elevado desempenho mecânico, devendo-se haver rigoroso controle na execução de suas etapas de processamento como usinagem, forjamento a quente, extrusão, etc. [74]. A previsão e o entendimento do comportamento dinâmico destes materiais nas diferentes condições de processamento é importante para várias áreas de engenharia, como a modelagem dos processos de conformação a quente, que visam a reduzir custos relativos à pesquisa de parâmetros de processamento e também na previsão do comportamento estrutural sob condições de altas taxas

de deformação por meio do uso de Análises de Elementos Finitos (FEA – *finite element analysis*).

### 2.3.1 Deformação a quente dentro do campo de fase beta

Curvas tensão deformação em altas temperaturas para as ligas Ti-10V-2Fe-3Al (metaestável) e Beta CEZ (metaestável) são mostradas na Figura 2.11 (a) e (b), respectivamente:

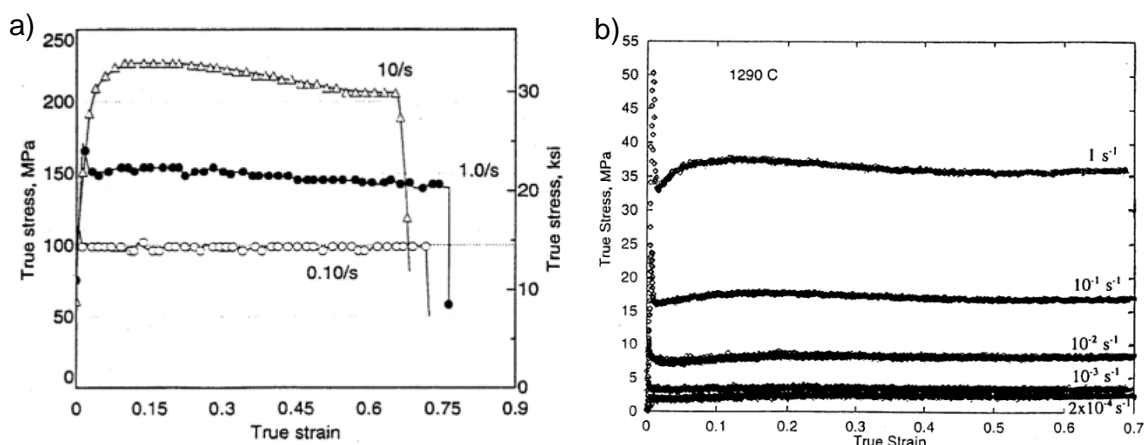


Figura 2.11 Curvas tensão *versus* deformação de liga (a) Ti-10V-2Fe-3Al [16] e (b) TIMETAL LBC (Ti-6,8Mo-4,5Fe-1,5Al) [75] deformadas acima de  $T_{\beta}$ , mostrando dependência da magnitude de queda da tensão devido ao escoamento descontínuo à taxa de deformação.

É visível que as curvas exibem um pico de tensão inicial agudo (escoamento descontínuo), seguido por tensão de deformação praticamente constante. O escoamento descontínuo tem sido observado em um grande número de ligas beta, incluindo as ligas Ti-9,4Mn; Ti-13Mn; Ti-14,8V; Ti-8Mn; Ti-15Mo; Ti-13Cr-11V-3Al; Ti-11Mo-6Zr-4,5Sn-0,035Fe; Ti-10V-2Fe-3Al; Ti-3Al-8V-6Cr-4Mo-4Zr; Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al; e Ti-5Al-2Sn-2Cr-4Mo-4Zr-1Fe. Esse comportamento não tem sido observado no titânio comercialmente puro, mas em algumas ligas  $\alpha/\beta$  deformadas acima da temperatura de transição beta [16].

O fenômeno de escoamento descontínuo tem sido relacionado à rápida geração de discordâncias móveis a partir de contornos de grãos, ou seja, o escorregamento se dá a partir dos contornos de grão, levando a deformação a quente a proceder a partir do contorno para regiões internas [76]. A extensão deste efeito depende tanto da concentração de elementos de liga beta estabilizantes quanto do tipo dos mesmos. A magnitude do pico de tensão

diminui com o aumento da temperatura, redução da taxa de deformação e aumento do tamanho de grão [76]; Após o pico de tensão, um regime próximo a um estado estacionário de tensão é geralmente observado, estados estacionários de tensão com maiores magnitudes são observados em maiores taxas de deformação e menores temperaturas. As ligas com maiores concentrações de elementos de liga apresentam os maiores valores de tensão no estado estacionário, sendo esse aumento da tensão associado principalmente ao aumento da resistência por solução sólida, onde o aumento do tamanho do elemento em solução sólida (que impacta na difusividade na matriz) resulta em diferença na magnitude da queda de tensão [68,69].

As discussões a respeito dos mecanismos responsáveis pelo aparecimento do escoamento descontínuo têm sido organizadas utilizando teorias já existentes, estáticas ou dinâmicas. Nas teorias estáticas, assume-se que as discordâncias pré-existentes contidas no material são imobilizadas ou bloqueadas por átomos de soluto. Sob aplicação de tensões suficientemente altas, essas discordâncias conseguem se libertar dos pontos de ancoramento e em seguida criam uma alta densidade de discordâncias móveis que podem agora se propagar e multiplicar em menores níveis de tensão. Jonas et al. [78] mostram que a magnitude do escoamento descontínuo em ligas Zr-Nb beta aumenta com o aumento da quantidade de soluto e que o aumento no tempo e temperatura previamente à deformação resulta em um aumento na tensão de escoamento e na magnitude da queda da tensão. Baseados nessas observações os autores sugeriram que a queda na magnitude da tensão é ocasionada pelo desvencilhamento das discordâncias dos campos de tensão elásticos dos solutos.

Alternativamente, o fenômeno de escoamento descontínuo pode ser entendido pela atribuição de sua aparência ao aumento repentino da densidade de discordâncias após a deformação inicial e subsequente movimentação e multiplicação ocorridos em menores níveis de tensão [79]. Esta aproximação não faz uso do recurso de ancoramento e desbloqueio de discordâncias pelos átomos de soluto, em vez disso, supõe que o fenômeno depende apenas da geração de novas discordâncias móveis. O apoio para essa interpretação do

escoamento descontínuo da fase beta do titânio foi realizado por Ankem et al. [80] que, estudando a deformação sob tração em altas temperaturas de ligas do tipo Ti-V e Ti-Mn, concluíram que a deformação e envelhecimento à mesma temperatura não resulta em reaparecimento do escoamento descontínuo. Os autores concluíram que a queda no escoamento inicial não poderia então ser associada com o desvencilhamento das discordâncias dos campos de tensão elástica gerados pelos átomos em solução, sendo então atribuída apenas ao aumento repentino da densidade de discordâncias sem, entretanto, dar detalhes específicos sobre as fontes das discordâncias.

Recentemente, foi proposto que a ocorrência de escoamentos descontínuos nas ligas beta poderia ser entendida considerando que a redução repentina da tensão no estágio inicial da deformação é associada à geração de novas discordâncias móveis das fontes provenientes de contornos de grão [75], como originalmente proposto em temperatura ambiente por Margolin e Stanesco [81]. Os autores anteriores mostraram que, como previsto pelo modelo de fontes de contornos de grãos, o aumento do tamanho de grão leva a uma diminuição da magnitude da queda do escoamento. Foi posteriormente proposto que efeitos composicionais poderiam ser associados a segregações de soluto fora de equilíbrio aos contornos de grãos [75].

Em um estudo realizado por Philippart e Rack [75], no qual ligas de TIMETAL LCB (Ti-6,8Mo-4,5Fe-1,5Al) foram deformadas em temperaturas entre 840 e 1290 °C sob baixas taxas de deformação, observou-se que o escoamento descontínuo poderia ser associado à geração de discordâncias móveis a partir dos contornos de grãos e a deformação plástica prossegue de modo a se espalhar para o interior dos grãos com o aumento da deformação. Este estudo sugeriu também a dependência do escoamento descontínuo à temperatura, sendo a queda da tensão relacionada ao desbloqueio das discordâncias por meio de escalagens localizadas, migração de contornos e/ou rearranjo de soluto. As discordâncias geradas nos contornos de grão para a liga de TIMETAL estudada podem ser visualizadas na Figura 2.12.

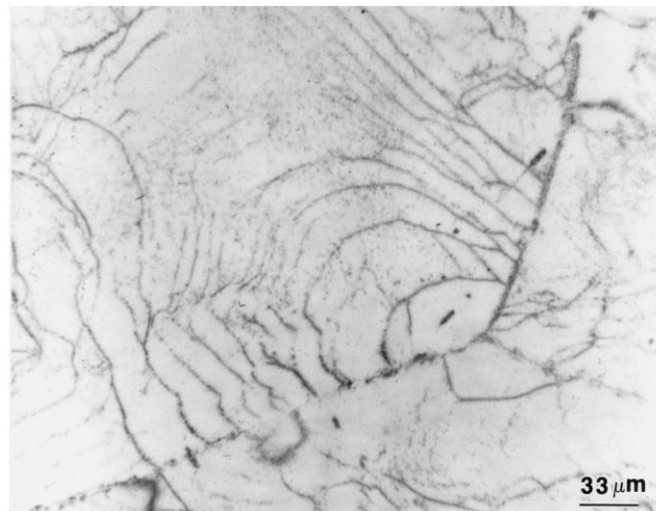
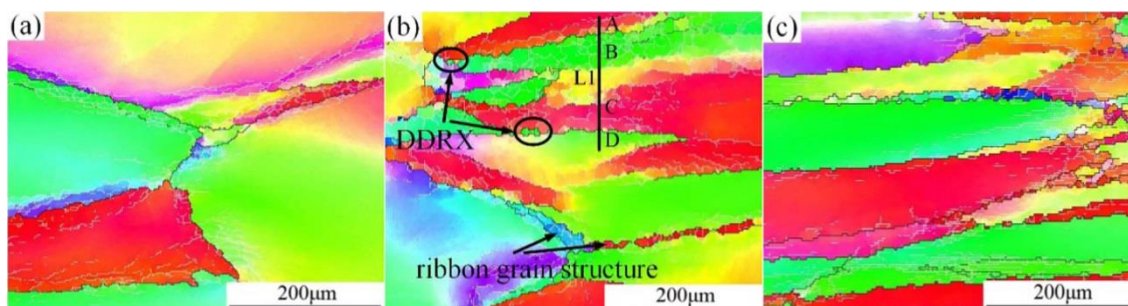


Figura 2.12 Microscopia óptica demonstrando a geração de discordâncias a partir dos contornos na liga TIMETAL LBC deformada a 1190 °C e  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  em uma deformação verdadeira de 0,02 [75].

O comportamento das ligas beta acima da temperatura de transição é típico de materiais que sofrem recuperação dinâmica (DRV), nos quais a taxa de encruamento devido à geração de discordâncias é balanceada pela taxa de amaciamento devido à aniquilação de discordâncias, gerando um fluxo de deformação de estado estacionário [16]. A energia de ativação aparente para deformação de ligas de titânio beta tem sido reportada variando dentro de uma faixa de 130 a 175  $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$  [82], que é muito próxima à energia de ativação de difusão própria do titânio beta, i. é. 153  $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ .

Uma microestrutura típica de deformação a quente no campo de fase beta é mostrada na Figura 2.13 para uma liga Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr-1Zr deformada de 30 a 70% a 895 °C (a-c) e deformadas em 50% (d-f) em diferentes taxas de deformação.





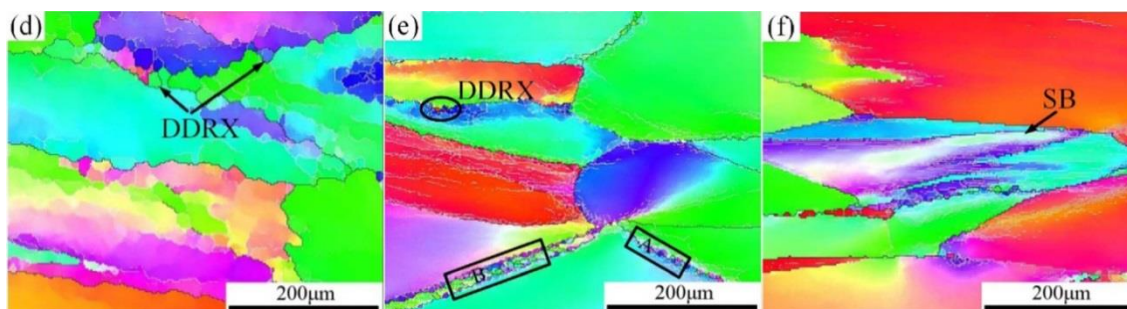


Figura 2.13 Mapas de orientação de liga deformada Ti-55531 a 895 °C: (a) 0,1 s<sup>-1</sup>, 30%; (b) 0,1 s<sup>-1</sup>, 50%; (c) 0,1 s<sup>-1</sup>, 70%; (d) 0,01 s<sup>-1</sup>, 50%; (e) 1 s<sup>-1</sup>, 50%; (f) 10 s<sup>-1</sup>, 50% [83].

Pode-se observar grãos beta deformados em que os contornos se tornaram cada vez mais serrilhados durante a deformação. Após uma deformação de aproximadamente 50% ou mais, pequenos grãos recristalizados aparecem nas vizinhanças dos contornos de grãos deformados. Estes grãos são do tamanho de subgrãos e resultam da recristalização dinâmica contínua (CDRX) [84]. Este tipo de recristalização pode também ser considerado como um caso especial de recristalização dinâmica e às vezes relacionado à recristalização por colares (neck-lace) [85], onde sob recozimento estático deste material, a nucleação de novos grãos recristalizados ocorre pelo mecanismo de abaulamento ou embojamento de contornos (*bulging*), como mostrado na Figura 2.14, onde é mostrada a evolução microestrutural com o aumento do tempo de uma liga de titânio após 0,65 de deformação total acima da temperatura de transição beta. Uma vez formados, eles crescem de maneira a consumir as regiões recuperadas a uma taxa controlada pela quantidade de deformação previamente armazenada como também pela temperatura de recozimento e tempo.

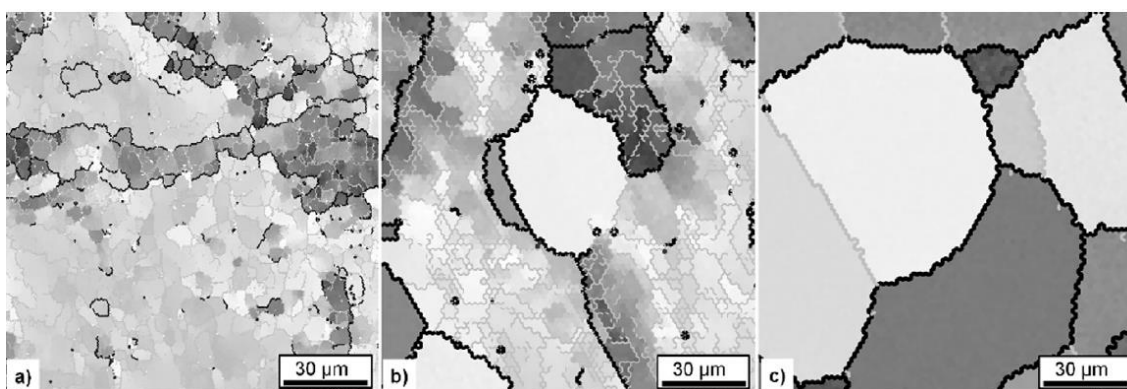


Figura 2.14 Mapa de orientação por EBSD (direção normal ao plano de laminação) de amostras tratadas de Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr-1Zr deformadas em 0,65 acima da

temperatura de transição  $\beta$  (843 °C) após (a) 60 s, (b) 180 s e (c) 900 s. Subgrãos e contornos de grão podem ser observados em linhas cinza e preto, respectivamente [84].

Warchomicka et al. [84] estudaram a evolução microestrutural de uma liga Ti-55531 até deformação total de 0,7 em taxas de deformação de 0,01 a 1,0 s<sup>-1</sup> e observaram a ocorrência de CDRX em regiões próximas aos contornos originais da fase beta por meio de rotações de rede progressivas na fase beta em altas taxas de deformação. Em baixas taxas de deformação e grandes deformações, foi detectada a ocorrência de recristalização dinâmica geométrica (GDRX), na qual, por um movimento de pinçamento dos grãos originais da fase beta alongados, formam-se novos grãos de tamanhos similares ao dos subgrãos. Outras pesquisas similares também mostraram que a recuperação dinâmica da fase beta atua como mecanismo principal de amaciamento ativo durante a deformação em uma grande faixa de temperaturas e taxas de deformação. Bandas de deformação produzidas por mudança contínua de orientação em direção aos contornos de grãos formadas em taxas de deformação altas e moderadas também foram detectadas. Matsumoto et al. [86], estudando o comportamento microestrutural e mecânico da liga Ti-5553 sob forjamento a quente, demonstraram que o mecanismo de CDRX se tornou dominante nas vizinhanças dos contornos primários da fase beta em taxas de 0,001 s<sup>-1</sup> e 0,01 s<sup>-1</sup>, onde DRV era frequentemente ativado dentro dos grãos beta originais, como representado na Figura 2.15. Outros pesquisadores, estudando o comportamento sob deformação a quente da liga Ti-10V-4,5Fe-1,5Al entre 0,001 s<sup>-1</sup> e 100 s<sup>-1</sup> em altas temperaturas sob condição de forjamento, observaram recristalização dinâmica ocorrendo a baixas taxas de deformação, assim como concluíram que a distribuição média do tamanho de grão varia linearmente com o parâmetro de Zener-Hollomon.

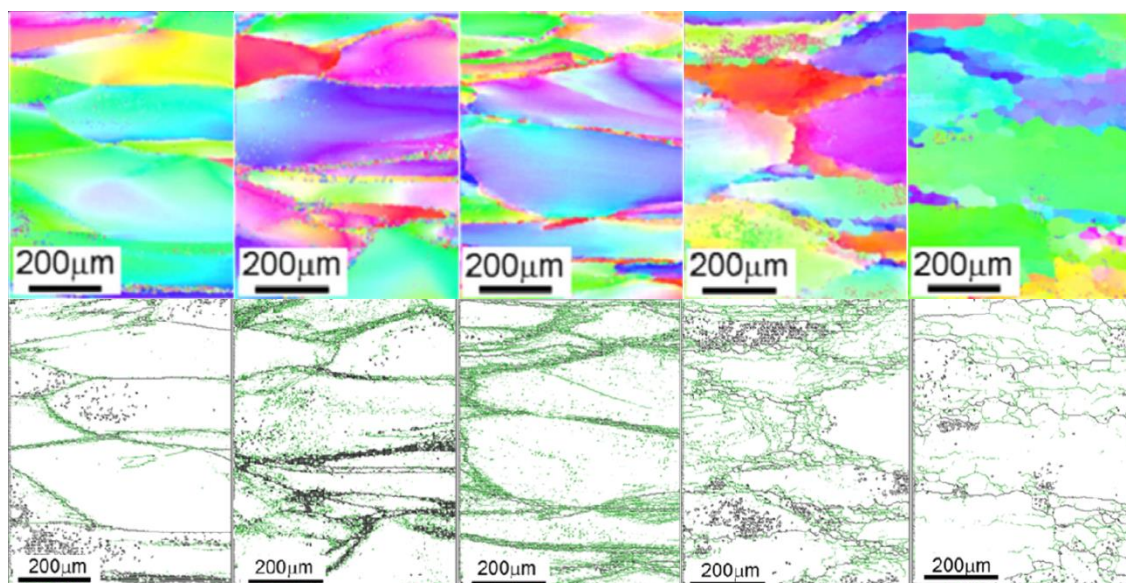


Figura 2.15 Microestruturas representadas por mapas de EBSD deformadas até deformação verdadeira de 0,7 a 900 °C a taxas de deformação de 10, 1, 0,1; 0,01 e 0,001 s<sup>-1</sup> (da esquerda para direita acima). Abaixo, mapas de contornos de grão por EBSD (linhas pretas: contornos de alto ângulo ( $\theta > 15^\circ$ ) e linhas verdes: contornos de baixo ângulos ( $2^\circ \leq \theta \leq 15^\circ$ ) nas amostras deformadas correspondentes [86].

Para algumas condições de deformação (baixas temperaturas e altas taxas de deformação) em grãos crescidos como em ligas fundidas, subestruturas não-homogêneas são observadas (Figura 2.16). Sob essas condições, uma fina e densa estrutura de discordâncias se desenvolve ao longo dos contornos de grão deformados, como observado na Figura 2.16 (liga fundida Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al deformada a 790 °C com deformação de 1.05).

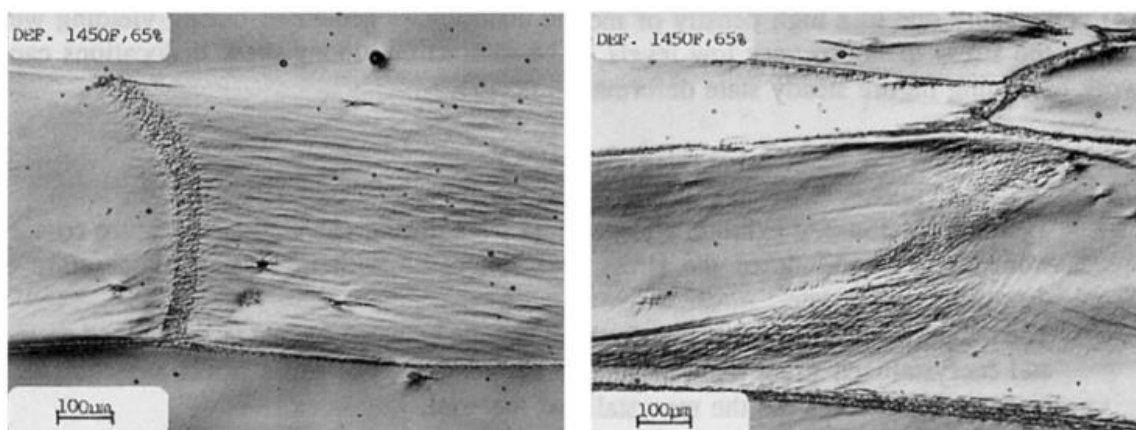


Figura 2.16 Subestruturas não homogêneas nas vizinhanças dos contornos de grão de uma liga fundida Ti-15V-3Sn-3Cr-3Al deformada a 790 °C até uma deformação de 1,05 [16].

A evolução das subestruturas da fase beta também foi quantificada por análise de microtexturas em amostras de BETA-CEZ deformadas até 0,25 e 1,0 [87]. Neste trabalho, as orientações das subestruturas foram reveladas qualitativamente por microscopia de varredura por contraste de orientação. Contrastes de orientação típicos de subestruturas são mostrados na Figura 2.17 (a) e (b). Análises quantitativas de microtextura também foram realizadas em todos os subcontornos presentes em dois ou três grãos adjacentes (Figuras 2.18 a 2.20).

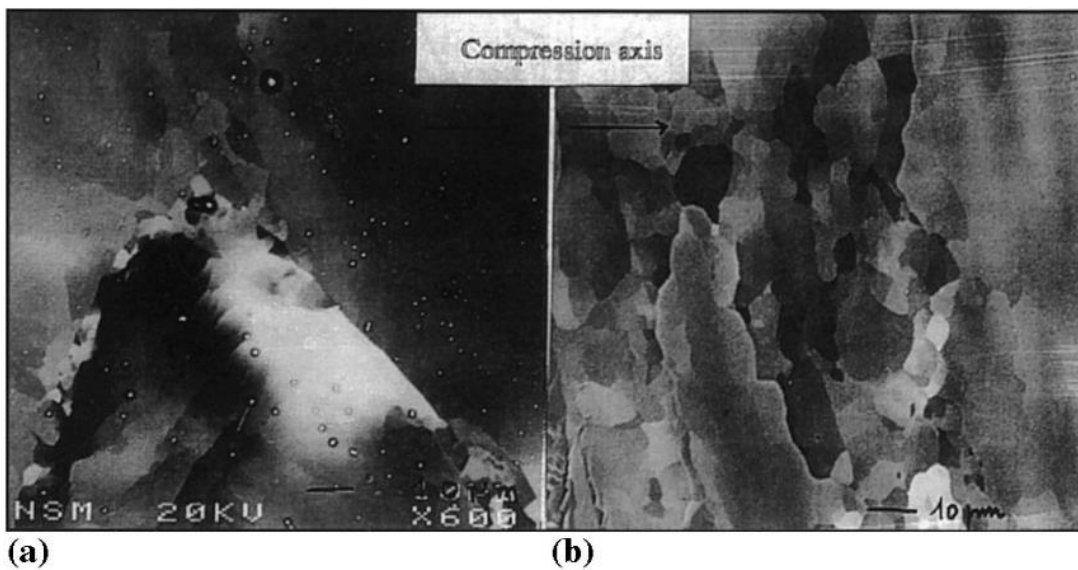


Figura 2.17 Imagens de microscopia eletrônica de varredura por alto contraste mostrando subgrãos em deformações de (a) 0,25 e (b) 1,0 de deformação total [87].

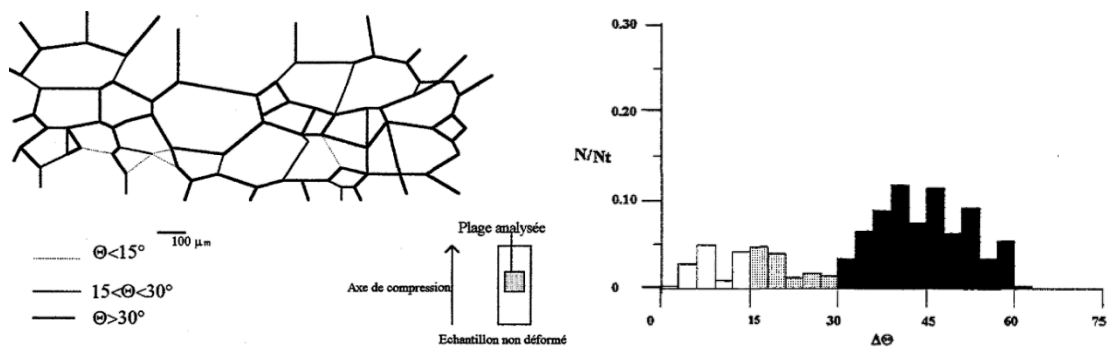


Figura 2.18 Histograma de distribuição de desorientação de contornos em  $\varepsilon = 0$ , a  $T = 920 \text{ }^\circ\text{C}$ , onde  $N/N_t$  = fração de contornos medidos em relação ao total da amostra [87].

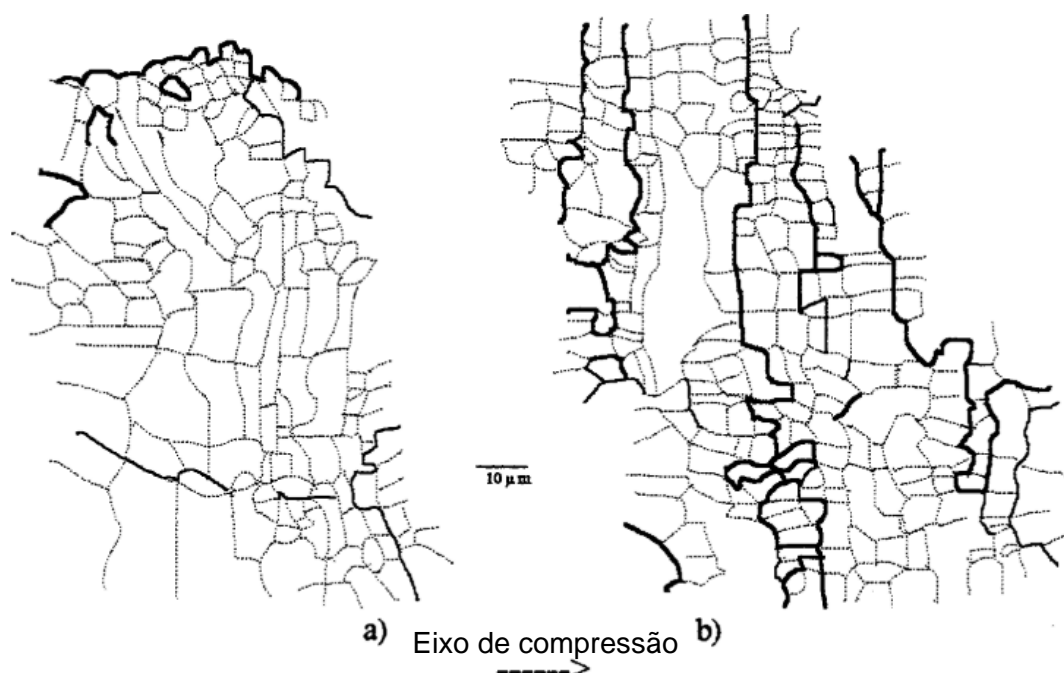


Figura 2.19 Formação de subgrãos em liga Beta CEZ com deformação de a)  $\varepsilon = 0,25$ ,  $N_t = 615$  b)  $\varepsilon = 1,5$ ,  $N_t = 800$ ,  $\dot{\varepsilon} = 3 \text{ s}^{-1}$  a  $920 \text{ }^\circ\text{C}$  [87].

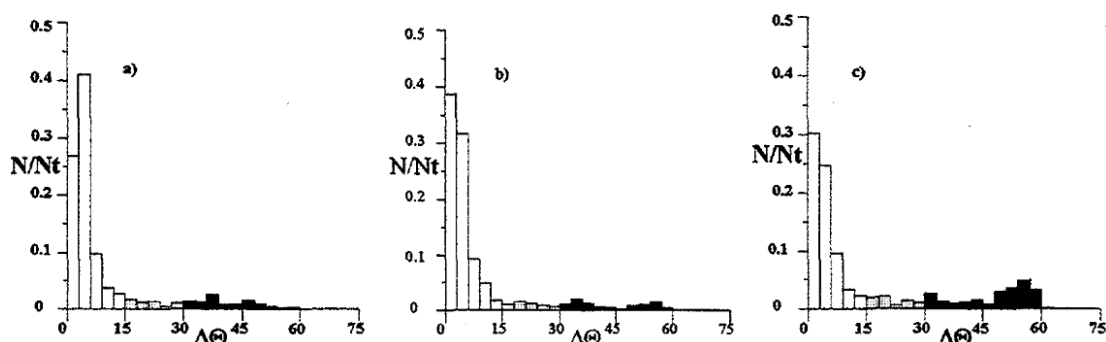


Figura 2.20 Histograma de distribuição de desorientação de contornos. Em a)  $\varepsilon = 0,25$ , b)  $\varepsilon = 1,0$ ; c)  $\varepsilon = 1,5$ , sob  $\dot{\varepsilon} = 3 \text{ s}^{-1}$  e  $T = 920 \text{ }^\circ\text{C}$ , onde  $N/N_t =$  fração de contornos medidos em relação ao total da amostra [87].

Na Figura 2.18 é possível observar uma maior quantidade de contornos de alto ângulo no material previamente à deformação ( $\Delta\theta > 30^\circ$ ). Durante o início da deformação, foi observado que uma alta quantidade de subcontornos de baixo ângulo foi produzida ( $\Delta\theta \leq 12^\circ$ ) por recuperação dinâmica. Em deformações da ordem de 0,25, estes subgrãos são aproximadamente 80% do total de subcontornos medidos (Figura 2.20 (a)). Em altas deformações (1,5) a proporção de subcontornos de baixo ângulo é reduzida para 69% (mesmo que sua densidade tenha sido apreciavelmente aumentada comparando a antes da

deformação) e novos subcontornos de médio ângulo ( $13^\circ \leq \Delta\theta \leq 25^\circ$ ) e alto ângulo ( $\Delta\theta > 25^\circ$ ) são formados (Figura 2.20 (c)).

As medidas de orientação dos subcontornos em deformações intermediárias indicam que o desenvolvimento de contornos de alto e médio ângulo é um processo contínuo controlado por recuperação dinâmica durante deformação a quente. Entretanto, o processo de crescimento destes contornos de alto ângulo durante ou após a deformação são análogos à recristalização metadinâmica. Conseqüentemente, o processo de recristalização para a fase beta não é a típica recristalização dinâmica em que a nucleação e crescimento de novos grãos recristalizados ocorrem durante deformação a quente de materiais de baixa energia de falha de empilhamento [16].

O controle de tamanho de grão, a forma e a uniformidade, são de grande importância para o processamento secundário e também para otimizar as propriedades mecânicas finais. A deformação da fase beta algumas vezes leva à formação de uma estrutura de grãos mista contendo alguns grãos grandes e pequenos [29,34-35]. Como microestruturas não uniformes são o resultado de uma recristalização seletiva em regiões de alta deformação ao longo dos contornos de grãos da fase beta e da reduzida força motriz para recristalização no interior dos grãos (onde a recuperação dinâmica predomina), uma vez introduzidos, torna-se impossível remover a estrutura mista de grãos apenas por meio de tratamentos térmicos [29].

A seleção de uma escolha apropriada de parâmetros de processo como temperatura de deformação, quantidade de deformação e subsequente temperatura de tratamento e tempo para evitar as estruturas de grãos mistas, pode ser realizada por utilização de mapas de processamento. A natureza dos mapas de processamento e a “janela de processamento” associada são racionalizadas em termos da ocorrência de deformação localizada em baixas temperaturas de deformação e formação de subestruturas crescidas e estáveis em altas temperaturas de deformação. Adicionalmente a condições de deformação e recozimento, a extensão da “janela de processamento” é também afetada por composição química da liga sendo trabalhada e a forma inicial e tamanho de seus grãos. Quando processados através da janela de

processamento, uma microestrutura de grãos recristalizados refinados pode ser obtida. Para preservar essa microestrutura, reaquecimentos e tempos de recozimento devem ser controlados e otimizados para eliminar o crescimento excessivo dos grãos.

### 2.3.2 Aquecimento adiabático e bandas de deformação

Durante o trabalho mecânico, uma grande parte do trabalho aplicado ao corpo de prova ou peça de trabalho é convertido em calor. Esse calor é chamado calor adiabático e exerce grande alteração nas curvas tensão *versus* deformação obtidas em ensaios de deformação a quente. Durante trabalhos a quente isotérmicos em taxas de deformação muito baixas, o material deformado consegue dissipar o calor gerado para as vizinhanças e manter sua temperatura; entretanto, no caso de temperaturas altas e intermediárias, geralmente a dissipação do calor não é realizada de maneira suficiente para que não resulte em alteração da temperatura durante a deformação. Deste modo, as curvas tensão *versus* deformação obtidas em ensaios como o de compressão a quente devem ser corrigidas de acordo com o aumento da temperatura adiabática ou ATR (*adiabatic temperature rise*) [88].

O aumento da temperatura leva a uma redução da tensão observada durante a deformação, assim como a redução da temperatura promove o efeito contrário. A correção dos valores de tensão pode ser realizada de acordo com a seguinte expressão:

$$\Delta T = \frac{0,9 \hat{\beta} \int_0^{\varepsilon} \sigma d\varepsilon}{\rho C_p} \quad (2.4)$$

onde,  $\Delta T$  é o aumento da temperatura adiabática (em °C),  $C_p$  é a capacidade térmica do material,  $\rho$  é a densidade,  $\hat{\beta}$  é o fator de correção adiabático dependente da taxa de deformação, que geralmente assume-se que tenha valores de 0; 0,2; 0,4; 0,6 e 0,8 para taxas de deformação de  $0,0003 \text{ s}^{-1}$ ;  $0,001 \text{ s}^{-1}$ ;  $0,01 \text{ s}^{-1}$ ;  $0,1 \text{ s}^{-1}$  e  $1 \text{ s}^{-1}$ , respectivamente [89],  $\sigma$  é a tensão verdadeira,  $\varepsilon$  a deformação verdadeira e 0,9 representa a fração do trabalho mecânico convertida em calor [90].

A parte integral da equação fornece a quantidade de trabalho realizada que é calculada considerando-se a área abaixo da curva de tensão verdadeira *versus* deformação verdadeira (já corrigida removendo efeitos de atrito e embarrilhamento no caso de ensaios de compressão). Utilizando-se o aumento de temperatura causado pelo aquecimento adiabático, as curvas são corrigidas pelo seguinte procedimento: inicialmente constrói-se um gráfico da tensão em um determinado valor de deformação pela temperatura (temperatura de teste +  $\Delta T$ ). A curva resultante é diferenciada para que se obtenha a inclinação e a mudança da tensão devido ao aquecimento adiabático usando a Equação 2.5 [90]:

$$\Delta\sigma = \Delta T \left. \frac{d\sigma}{dT} \right|_{\epsilon, \dot{\epsilon}} \quad (2.5)$$

Na Figura 2.21 pode-se observar o comportamento da variação da temperatura durante ensaios de compressão a quente de amostras de titânio beta Ti-2Al-9,2Mo-2Fe em um simulador termomecânico Gleeble 1500 em diferentes taxas de deformação até uma deformação de 0,69, onde é possível observar a temperatura medida pelos termopares nas superfícies dos corpos de prova e o aumento expressivo da temperatura nos ensaios realizados em altas taxas de deformação em temperaturas até 900 °C. Acima destas temperaturas, observa-se uma redução do aquecimento adiabático e uma variação negativa da temperatura [91].



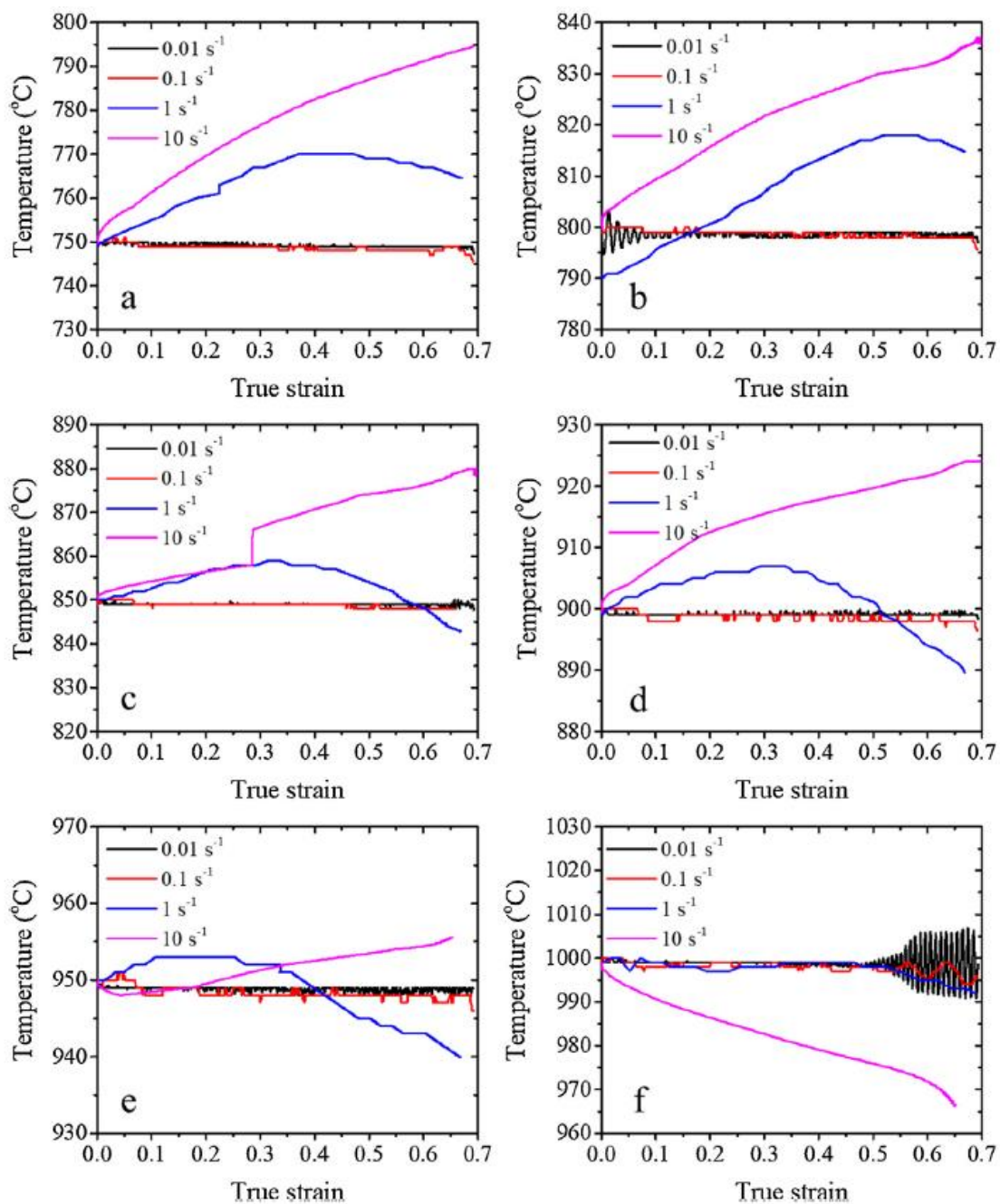


Figura 2.21 Temperatura instantânea da liga Ti-2Al-9,2Mo-2Fe deformada em temperaturas de 750 °C (a), 850 °C (b), 850 °C (c), 900 °C (d), 950 °C (e) e 1000 °C (f) [91].

O efeito do aquecimento adiabático pode causar fenômenos que geram uma queda brusca na magnitude da tensão nos estágios iniciais de deformação plástica, observado majoritariamente em baixas temperaturas e altas taxas de deformação para ligas de titânio deformadas na região da fase beta, levando a um aumento da temperatura em regiões específicas que causam recristalização dinâmica e instabilidade de fluxo de deformação [70], como pode ser observado

na Figura 2.22 (b), onde nota-se uma queda brusca na tensão nos estágios iniciais da deformação a quente de uma liga Ti-1300 sendo deformada a  $10 \text{ s}^{-1}$ . Pela Figura 2.23 pode-se observar a região de fluxo de deformação plástica localizada na amostra deformada a  $890 \text{ °C}$  e  $10 \text{ s}^{-1}$ , assim como a distribuição não homogênea na deformação do restante do material do corpo de prova.

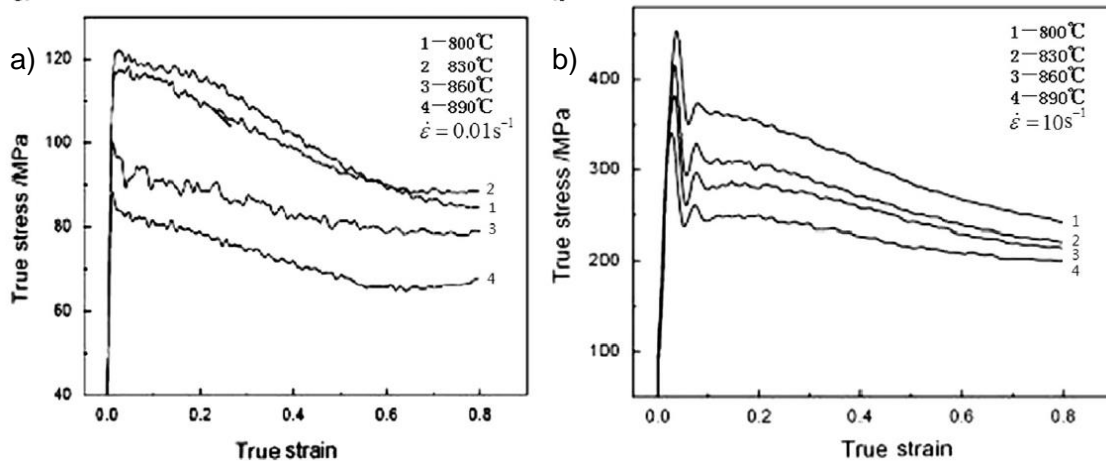


Figura 2.22 Curvas tensão versus deformação verdadeira para liga Ti-1300 deformada a (a)  $0,001 \text{ s}^{-1}$  e (b)  $10 \text{ s}^{-1}$  em diferentes temperaturas mostrando efeito do aquecimento adiabático [70].



Figura 2.23 Fluxo de deformação plástica localizada em liga de Ti-1300 deformada a  $890 \text{ °C}$  a  $10 \text{ s}^{-1}$  [70].

Problemas na trabalhabilidade a quente de ligas de titânio beta podem surgir quando a deformação do material torna-se localizada em uma zona estreita, resultando no aparecimento de regiões com diferentes estruturas e propriedades que podem tornar-se um local propício à ocorrência de falhas. A ocorrência de deformações localizadas pode ser tão intensa que chegam a levar a falhas durante o processamento, podendo ocorrer durante o trabalho a quente mesmo na ausência de atrito ou efeitos de resfriamento localizados. Neste caso, a ocorrência deste efeito resulta em regiões amaciadas (coeficiente de encruamento negativos). O surgimento destas estruturas durante deformação a quente ocorrem como um resultado de instabilidades estruturais como

aquecimento adiabático, geração de texturas macias, crescimento de grãos ou esferoidização [92]; Diversos trabalhos têm sido realizados com o intuito de elaborar mapas de trabalhabilidade a quente (mapas de processamento) para evitar que o processamento se dê em regiões com parâmetros de processamento que levem à ocorrência desses fenômenos [22,24,68,71,87-88].

Regiões de ocorrência de instabilidade nos fluxos de deformação ocorridas em ensaios de compressão a quente podem também ser vistas na Figura 2.24 em uma liga de Ti-5553 e na Figura 2.25 (a) em uma liga de titânio Ti-22Al-25Nb.

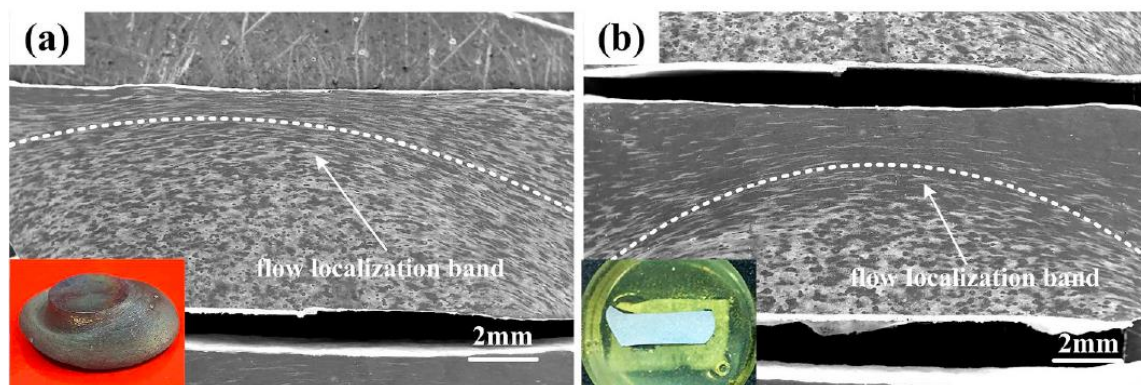


Figura 2.24 Bandas de instabilidade de deformação em microestruturas de liga Ti-5553 deformadas a (a) 800 °C/10 s<sup>-1</sup> e em (b) a 900 °C/10 s<sup>-1</sup> [24].

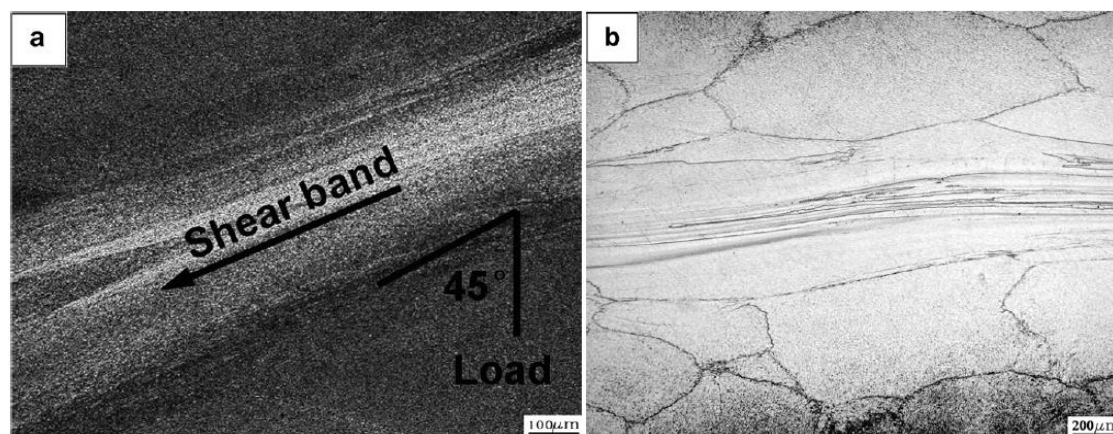


Figura 2.25 Microestruturas de domínios de instabilidade ocorridas em liga de Ti-22Al-25Nb, (a) bandas de cisalhamento adiabático a 940 °C 10 s<sup>-1</sup>, 50% de deformação; (b) fluxo de deformação localizado a 1060 °C e 10 s<sup>-1</sup>, 50% de deformação [95].

### 2.3.3 Mapas de eficiência de dissipação de energia

Com o intuito de se prever e evitar que trabalhos mecânicos sejam realizados sob condições propícias à ocorrência de instabilidades plásticas, Murty et al. [96] propuseram uma condição de instabilidade aplicável a partir de qualquer tipo curva fluxo de tensão *versus* taxa de deformação. O critério baseia-se no cálculo de um parâmetro chamado dissipação de energia (*power dissipation*), representado por  $\eta$ . Em sua teoria, podem ser considerados todos os mecanismos que causam aumento de eficiência de dissipação da energia como recuperação dinâmica, recristalização dinâmica, fraturas internas, dissolução ou crescimento de partículas ou fases em condições dinâmicas, esferoidização dinâmica de estruturas aciculares, transformações de fase induzidas por deformação e maclagem mecânica.

Os mapas de deformação combinados aos mapas de instabilidade fornecem informações sobre regiões com combinações de taxas de deformação e temperatura seguras e não seguras. Deste modo, através destes mapas de maneira combinada, é possível verificar condições de processamento com deformações estáveis e instáveis. Srinivasan e Prasad [97] caracterizaram o comportamento da deformação baseado no modelo de material dinâmico (DMM). Neste modelo, o material em deformação a quente é considerado como sendo um dissipador de calor.

A variação do parâmetro adimensional de eficiência de dissipação de energia ( $\eta$ ) com a deformação ( $\epsilon$ ), taxa de deformação ( $\dot{\epsilon}$ ) e temperatura ( $T$ ), constitui um mapa de processamento. A eficiência da dissipação de energia, dada em termos do parâmetro de sensibilidade à taxa de deformação ( $m$ ) é [94]:

$$\eta = \frac{2m}{m+1} \quad (2.6)$$

Os vários domínios do mapa podem ser correlacionados com processos microestruturais específicos e aplicados ao controle microestrutural. O DMM tem por base princípios fundamentais da termodinâmica irreversível aplicada a fluxos plásticos elevados, e um critério contínuo combinando estes princípios com aqueles de separabilidade da dissipação de energia foi desenvolvido e tem

mostrado que a instabilidade do fluxo de deformação irá ocorrer durante a deformação a quente se [97]:

$$\xi(\dot{\epsilon}) = \frac{\delta \ln\left(\frac{m}{m+1}\right)}{\delta \ln \dot{\epsilon}} + m < 0 \quad (2.7)$$

A variação do parâmetro de instabilidade ( $\xi$ ) com a deformação, taxa de deformação e temperatura, constitui um mapa de instabilidade, o qual é sobreposto ao mapa de processamento para delinear regimes de instabilidade plástica e melhores regiões de processamento, onde  $\dot{\epsilon}$  é a taxa de deformação. O parâmetro  $\eta$  dado pela Eq. 2.6 é válido apenas quando a tensão de deformação *versus* a taxa de deformação obedece à lei das potências. Em alguns sistemas de ligas complexas, a tensão não obedece à lei das potências em relação à taxa de deformação e o cálculo de  $\eta$  em relação à  $m$  não fornece resultados corretos. A condição de instabilidade de fluxo dada pela Eq. 2.7 também é baseada em derivações assumindo-se que a lei das potências é obedecida. De fato, quando a curva tensão *versus* taxa de deformação obedece à lei das potências, o parâmetro de sensibilidade à taxa de deformação ( $m$ ) é independente da taxa e a condição de fluxo de deformação instável, dado pela Eq. 2.7, reduz  $m < 0$ . Se o fluxo de tensão não obedece à lei das potências, a Eq. 2.7 torna-se inadequada.

Um mapa de dissipação construído como detalhado acima é mostrado na Figura 2.26, onde pode-se observar os níveis de isoeffiência de dissipação de energia junto a seus respectivos valores e as regiões de instabilidade de deformação (áreas hachuradas) para uma liga de titânio TB17.

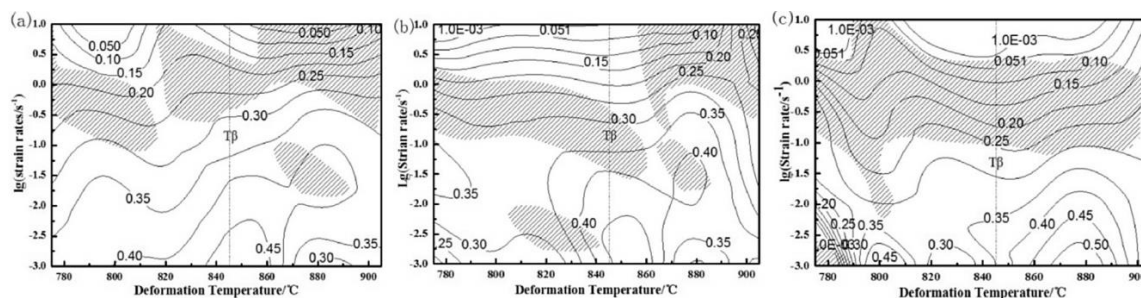


Figura 2.26 Relação entre mapas de dissipação de energia para deformação a quente de liga de titânio TB17 em níveis de deformação total de (a) 0,29, (b) 0,69 e (c) 1,2. Os números nos contornos representam a eficiência de dissipação de energia. As áreas hachuradas representam as regiões de instabilidade [98].

Os mecanismos de amaciamento ocorridos nas diferentes regiões do mapa de processamento têm sido investigados de modo a se obter um melhor entendimento das condições de processamento das ligas de titânio. Pode-se notar pela Figura 2.27, onde é mostrada um mapa de dissipação de energia construído a partir da deformação de uma liga Ti-55531 e suas respectivas imagens obtidas por EBSD para diferentes regiões de parâmetros de processamento, que diferentes mecanismos de amaciamento podem ocorrer em uma mesma liga a depender das condições empregadas em seu processamento, como DDRX, CDRX, bandas de deformação (*deformation bands* - DB) e bandas de cisalhamento (*shear bands* - SB).

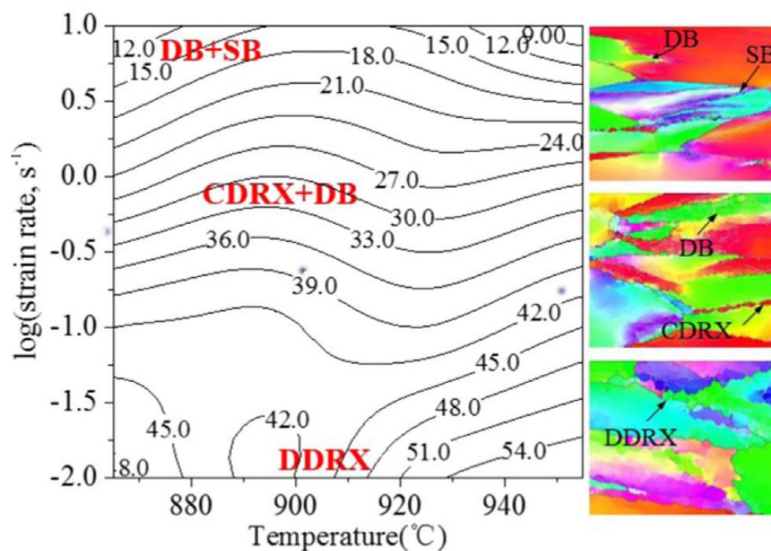


Figura 2.27 Mapa de dissipação de energia e mecanismo de deformação para a liga Ti-55531. Os números sobre os contornos representam a eficiência de dissipação de energia [83].

#### 2.4 Mecanismos de endurecimento e amaciamento operantes durante processamento termomecânico em ligas beta

É durante as etapas de processamento termomecânico em temperaturas elevadas que as melhores propriedades mecânicas são conseguidas, como também a forma final em que o material será utilizado. O estado de tensões a que o material é submetido durante processamento exerce grande influência em sua microestrutura final, assim como suas características intrínsecas que definirão seu comportamento quando impostas deformações, taxas de

deformação, temperatura de trabalho, tempo entre passes e microestrutura inicial [99].

Quando o material é submetido a todas as variáveis de processamento acima citadas, sua microestrutura passa por transformações contínuas a cada passe de deformação. As transformações ocorridas variam de acordo com os fenômenos de endurecimento ou amaciamento ocorridos durante a deformação, que irão determinar o grau de dificuldade de conformação e, conseqüentemente, a quantidade de energia a ser gasta no processo de fabricação de determinado componente [100].

Os fenômenos de endurecimento que ocorrem no material são todos os que agem no sentido de criar e dificultar a movimentação das discordâncias através da rede cristalina do material. Entre eles podemos citar a solução sólida, o encruamento e a precipitação de segunda fase [11].

A deformação plástica ocorrida nos materiais durante conformação se dá por meio de deslizamento de planos cristalográficos nas direções e planos mais compactos. Durante o deslizamento destes, discordâncias são geradas continuamente. As discordâncias geradas tendem a deslocarem continuamente na rede cristalina e sua densidade é aumentada com o aumento do grau de deformação imposto ao material. Com o aumento da densidade de discordâncias o grau de dificuldade de as mesmas se deslocarem na rede cristalina é aumentado devido ao campo de tensões elásticas gerado na rede cristalina, aumentando assim a dificuldade em se conformar o material devido ao encruamento ocorrido [98-99].

Como estas ligas são deformadas em altas temperaturas, mecanismos de amaciamento termicamente ativados atuam no sentido de reduzir a energia interna do material gerada pela criação de discordâncias. Estes mecanismos, que são basicamente a recuperação e a recristalização, agem de maneira a aniquilar as discordâncias geradas durante a deformação plástica, reorganizando-as ou aniquilando-as com seus pares de sinais contrários, sempre tendendo à redução da energia interna [103]. Os mecanismos de amaciamento agem concomitantemente aos de endurecimento, podendo ocorrer durante a deformação e nos intervalos entre passes, o que os caracteriza como

estáticos, dinâmicos ou metadinâmicos [104]. A ocorrência destes fenômenos durante a conformação é de extrema importância para que se diminua a dificuldade de conformação continuamente aumentada pelo encruamento das ligas; deste modo o seu entendimento se faz de extrema importância para que se consiga controlar a microestrutura durante o processamento e alcançar as propriedades mecânicas desejadas.

São cinco os tipos de amaciamento que podem vir a ocorrer durante as etapas de conformação: a recuperação estática (Static Recovery, SRV), a recristalização estática (Static Recrystallization, SRX), a recuperação dinâmica (Dynamic Recovery, DRV), a recristalização dinâmica contínua ou descontínua (Dynamic Recrystallization, DRX, CDRX e DDRX), e por fim a recristalização metadinâmica, (Metadynamic Recrystallization, MDRX) [104]. Cada mecanismo citado pode ser predominantemente operante, a depender das características do material conformado e das condições de processamento, já que a recuperação e a recristalização são mecanismos de amaciamento que competem entre si, visto que ambos tendem a reduzir a energia interna armazenada no material na forma de defeitos [103].

Durante a deformação, inicialmente, o material pode estar em uma condição "livre" de discordâncias, cuja densidade cresce rapidamente com a continuação da mesma. O aumento da densidade de discordâncias leva ao encruamento do material. Com a continuidade da deformação, tem-se início o processo de recuperação (eliminação de discordâncias de sinais opostos, escalagem, deslizamento cruzado). No caso de metais com alta energia de falha de empilhamento (EFE), observa-se que durante a recuperação dinâmica forma-se uma estrutura celular, com "paredes da célula" compostas por discordâncias em hélice movimentadas por deslizamento cruzado e discordâncias em aresta movimentadas por escalagem. Em materiais com baixa EFE, a recuperação dinâmica é atrasada, causando um aumento da taxa de encruamento e das tensões necessárias para deformar o material, pois a ativação dos mecanismos de deslizamento cruzado e escalagem são dificultadas e conseqüentemente, levam rapidamente à formação de uma estrutura celular [105].



Na realidade, os mecanismos de recuperação precedem qualquer formação de novos grãos cristalinos, o que caracteriza a recristalização. Entretanto, sob certas condições, uma certa liga metálica pode não ser capaz de se recristalizar dinamicamente durante a deformação, apresentando a recuperação dinâmica como o principal e, por vezes, o único fenômeno de amaciamento dinâmico. Assim, o material atinge elevados níveis de deformação plástica submetido a uma tensão aproximadamente constante, caracterizando o estado estacionário. O que finalmente define este comportamento é o nível de energia de falha de empilhamento. Assim, dinamicamente, um material pode ou não sofrer recristalização dinâmica, como será discutido mais adiante [106].

#### **2.4.1 Recuperação estática e dinâmica**

A recuperação se refere a alterações termicamente ativadas ocorridas nos materiais deformados previamente à ocorrência de recristalização. Esta se dá de maneira a restaurar parcialmente as propriedades do material a seus valores prévios à deformação e ocorre devido à alteração na estrutura das discordâncias. Devido à alta mobilidade das discordâncias promovida pela temperatura do processo, as discordâncias tendem a se alinhar em formato celular. As discordâncias de sinais opostos no interior destas células são aniquiladas e as células tornam-se subgrãos que, quando crescem, continuam a reduzir a densidade de discordâncias em seu interior [103].

A facilidade ou dificuldade de o material sofrer recuperação depende muito de suas características. Um bom parâmetro é a Energia de Falha de Empilhamento (EFE), que indica a facilidade com que as discordâncias se dissociam e realizam a escalagem e o deslizamento cruzado. Em materiais de alta EFE, estes mecanismos são facilitados, porém em metais de baixa EFE a escalagem é dificultada e uma pequena recuperação da estrutura de discordâncias será evidenciada antes da ocorrência de recristalização [107].

Átomos em solução sólida também interferem na ocorrência da recuperação devido à sua influência na EFE, já que os átomos de soluto atuam retardando a movimentação de discordâncias, dificultando a recuperação da estrutura.

Dependendo das características de cada material, um tipo de mecanismo de movimentação de discordâncias diferente será o principal responsável pelo amaciamento (escalagem ou deslizamento cruzado), assim como o mecanismo de arranjo e aniquilação das discordâncias (como poligonização, formação de subgrãos e crescimento) [108] e, portanto, diferentes modelos de equações para modelagem do seu comportamento deverão ser usados.

A recuperação estática (SRV) é definida como sendo o mecanismo de amaciamento ocorrido imediatamente após a interrupção do processo de deformação plástica e sua força motriz é a redução da energia armazenada na forma dos defeitos cristalinos gerados durante a deformação, sendo a mesma reduzida por meio dos mecanismos de rearranjo e aniquilação de discordâncias discutidos anteriormente; porém, neste caso não há movimentação de contornos de grão do material, permanecendo os mesmos alongados e alinhados à direção de deformação [104].

Quando os mecanismos de recuperação ocorrem durante a deformação plástica, essa é chamada recuperação dinâmica (DRV). Durante a deformação, a geração de discordâncias, que leva ao encruamento do material, é controlada pela recuperação levando a diferentes comportamentos da taxa de encruamento do material, a depender da densidade de discordâncias [105]. Observa-se na Figura 2.28 uma curva tensão *versus* deformação típica de um material que sofre recuperação dinâmica onde a taxa de geração é equivalente à da eliminação das discordâncias durante a deformação e a tensão alcança um estado estacionário no nível de tensão [104].

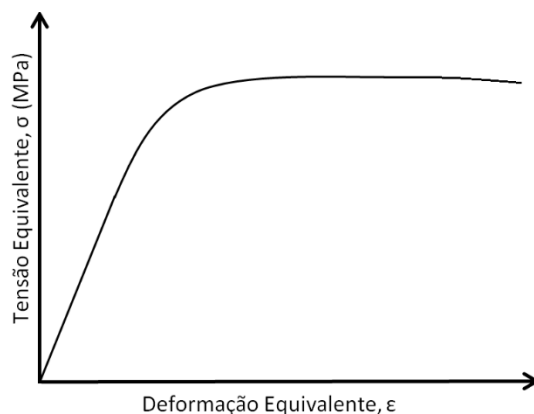


Figura 2.28 Curva de escoamento plástico típica de materiais que somente sofrem recuperação dinâmica.

### 2.4.2 Recristalização estática e dinâmica

Em materiais com baixa e média EFE, a recuperação dinâmica acontece de forma mais lenta devido à baixa mobilidade das discordâncias e maior dificuldade de ocorrência de escalagens e deslizamentos cruzados, dificultando deste modo a ocorrência da aniquilação de discordâncias. Nestes materiais a taxa de eliminação de defeitos não se equilibra com a taxa de geração dos mesmos (o que é promovido pela recuperação dinâmica), elevando a densidade de defeitos no material e gerando um acúmulo de defeitos que são armazenados elevando a energia interna do material [103].

Em dada temperatura, após uma quantidade mínima de defeitos armazenados (valor crítico característico de cada material), inicia-se o processo de recristalização [109]. A recristalização promove a restauração parcial do material, visto que no interior dos novos grãos, a densidade de discordâncias torna-se similar a quantidade existente previamente à deformação plástica. Ela se dá com a nucleação de novos grãos isentos de defeitos, e ocorre preferencialmente em regiões de alta densidade de defeitos tais como: contornos de grãos, bandas de deformação e inclusões. Os novos grãos formados crescem consumindo os grãos altamente deformados ao seu redor, promovendo uma substancial redução na energia interna do material, até que seu crescimento seja cessado devido aos contornos de novos grãos adjacentes encontrarem-se [107,108].

Dependendo do tipo de recristalização ocorrida no material, esta pode não se dar de maneira homogênea e contínua como o ocorrido na recuperação. Se houver alguma região específica com condições energéticas mais favoráveis, novos grãos poderão se formar preferencialmente de maneira localizada ao invés de ocorrer em toda a extensão do material deformado, dando origem deste modo a regiões não recristalizadas. A fração recristalizada (que varia de 0 a 1) exerce influência nos passes de deformação seguintes e deve ser levada em consideração durante a modelagem do fenômeno [112].

A cinética do processo de recristalização é similar ao processo de transformação de fases, onde há a nucleação e o crescimento, porém, devido à heterogeneidade da iniciação do fenômeno, o termo preferencial à nucleação

seria o de iniciação, devido ao fato do mesmo poder ocorrer em diferentes tempos e condições para cada região do material deformado [104]. Uma microestrutura com grãos finos e equiaxiais é preferida para a obtenção de boas propriedades mecânicas, como foi empiricamente equacionado por Hall e Petch; deste modo deve-se controlar o processo de recristalização de maneira a promover uma microestrutura completamente refinada e com baixo crescimento dos grãos.

No caso da recristalização estática (SRX), a ocorrência e extensão do fenômeno dependerão da quantidade de defeitos previamente acumulados, do tamanho de grão inicial e da temperatura em que o material se encontra, sendo três os principais mecanismos propostos para que seu início seja explicado: o crescimento de subgrãos, ou polinização; o coalescimento de subgrãos; e o encurvamento de contorno de grão induzido por deformação [101-110]. Os três mecanismos levam à formação de contornos de alto ângulo, que são capazes de se mover com alta velocidade ao longo do material deformado de maneira a consumi-lo [113]. A movimentação deste contorno dependerá do grau de impurezas do material (soluções sólidas acomodadas na rede), da estrutura dos grãos para o qual o contorno está migrando e também da orientação cristalina entre o novo grão em crescimento e a matriz deformada que está sendo consumida.

A recristalização dinâmica (DRX) ocorre durante a deformação principalmente em materiais de baixa e média EFE, onde a cinética de recuperação dinâmica é lenta e a taxa de eliminação de discordâncias é menor que a taxa de geração das mesmas, propiciando que a densidade de discordâncias alcance o valor energético mínimo para o início do processo de recristalização [114]. Na Figura 2.29 é mostrada uma curva típica tensão x deformação de um material que sofre recristalização dinâmica. Durante a deformação, começa a ocorrer o fenômeno de encruamento, no qual a densidade de discordâncias aumenta com a deformação até que se atinja um valor crítico de deformação ( $\epsilon_c$ ), (energia crítica para iniciar a DRX). A tensão correspondente a esse valor de crítico de deformação é chamada tensão crítica

( $\sigma_c$ ), após a qual ocorre o início da nucleação de novos grãos e subsequente crescimento [115].

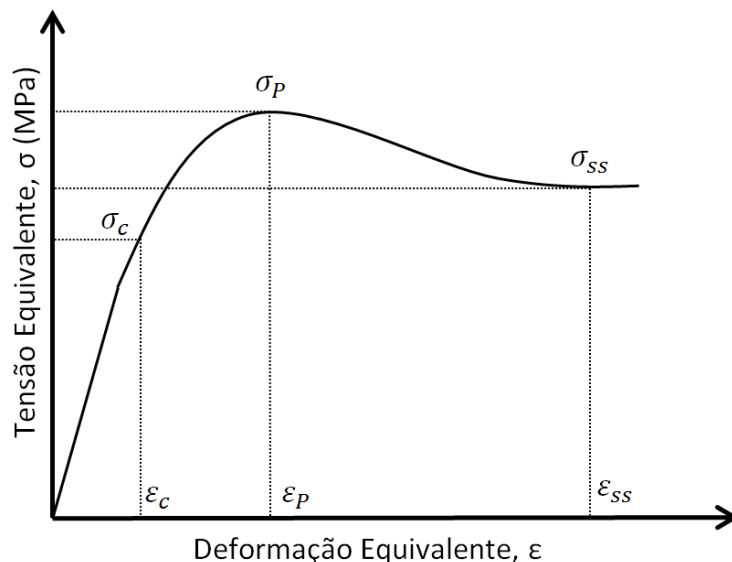


Figura 2.29 Curva de escoamento plástico típica de materiais que sofrem recristalização dinâmica.

Após a recristalização do material, altas taxas de aniquilação de discordâncias são observadas em decorrência da formação de novos grãos ao longo dos contornos pré-existent, que amaciam o material parcialmente enquanto o restante do material continua a encruar, até que um valor máximo de tensão seja alcançado ( $\sigma_p$ ), a partir do qual se segue um amaciamento rápido até que um regime de fluxo de deformação estacionário ocorra ( $\sigma_{ss}$ ), onde a tensão ficará constante com a deformação e o encruamento e amaciamento são equivalentes [112-113]. Os novos grãos originados dos antigos contornos de grão têm sua densidade de discordâncias aumentada continuamente com a continuidade da deformação, reduzindo a força motriz para seu crescimento e bloqueando assim o crescimento dos grãos recristalizados. Em outras palavras, uma vez recristalizados, apesar da deformação continuada, há um equilíbrio entre geração e aniquilação de discordâncias. Assim, o tamanho de grão após o estado estacionário ( $\sigma_{ss}$ ) torna-se constante e seu tamanho será dependente apenas da taxa de deformação e da temperatura [116].

Quanto maior a temperatura de conformação do material, menor é a energia de deformação crítica necessária para início da recristalização, o que ocorre devido à maior facilidade de movimentação das discordâncias por conta

do calor disponível no processo. Os mecanismos de DRX convencionais ocorrem geralmente a altas temperaturas e baixas taxas de deformação (devido ao maior tempo e energia disponíveis para que a cinética de recristalização ocorra) [112,114]. Outros mecanismos de DRX também foram observados para baixas temperaturas e altas taxas de deformação, nos quais ocorrem flutuações nas formas dos contornos de grão previamente deformados (serrilhamento e embojamento), denominado mecanismo colar (*necklace*).

### **2.4.3 Recristalização metadinâmica**

Após a energia de deformação crítica para início da recristalização dinâmica ter sido superada ( $\epsilon_c$ ), núcleos de recristalização estarão presentes no interior do material. Se a deformação é descontinuada, mas o material continua em altas temperaturas, esses núcleos crescerão sem período de incubação dentro da matriz parcialmente recristalizada por DRX e o restante do material será amaciado pelos mecanismos de SRV e SRX [101,115].

### **2.5 Modelagem de curvas de deformação a quente**

A modelagem do comportamento de materiais durante processos de conformação pode permitir previsão das características microestruturais (e conseqüentemente das propriedades mecânicas resultantes), após determinado número de passes de processamento e tratamentos térmicos, por meio da utilização de *softwares* de simulação da conformação termomecânica, desde que sejam dados suficientes para que se descreva o comportamento do material durante as etapas de processamento. Um dos métodos de modelagem matemática que permite prever e descrever as modificações microestruturais ocorridas em determinada liga após seu processamento é a utilização de equações constitutivas. As equações constitutivas por sua vez são obtidas através de uma série de ensaios termomecânicos (também chamados de simulações físicas) nos quais os parâmetros de processamento são precisamente controlados e variados de modo a abranger uma larga faixa de temperaturas e taxas de deformação, de preferência dentro da faixa utilizada permitida pelos processos de conformação industriais [119].

Para que se preveja o comportamento de uma liga durante seu processamento, diversos aspectos devem ser considerados visto que a microestrutura sofrerá alterações microestruturais dependendo da temperatura de deformação, taxa de deformação imposta por passe, intervalo entre passes e ainda da fração deformada não recuperada. Durante os passes ocorrerá uma competição entre os mecanismos de endurecimento (como encruamento e precipitação de fases secundárias) e os mecanismos de amaciamento discutidos anteriormente (recuperação e recristalização), que podem ser estáticos, dinâmicos ou metadinâmicos. Cada condição de processamento poderá levar à predominância de um mecanismo de endurecimento ou amaciamento predominante ou à ocorrência de mais de um fenômeno ao mesmo tempo, deste modo pode-se haver mais de uma equação constitutiva para a mesma liga, a depender da condição de trabalho considerada.

Ning et al. [120] investigaram a competição entre a recuperação e a recristalização dinâmica por meio de ensaios de compressão isotérmicos a quente em uma liga de titânio TC18 (próximo a beta). O mecanismo de deformação a quente da liga TC18 foi identificado pela correspondência dos expoentes de tensão obtidos durante os ensaios e algumas relações já comumente utilizadas para a construção de equações constitutivas foram aplicadas e validadas, correlacionando as curvas obtidas às microestruturas observadas, evolução da densidade e distribuição de discordâncias.

O comportamento da recristalização dinâmica da liga de titânio para aplicações biomédicas Ti-13Nb-13Zr também foi estudado por meio de ensaios de compressão a quente [121], a partir do qual se previu o comportamento termomecânico desta liga considerando a relação exponencial entre a taxa de encruamento ( $\theta$ ) e a tensão. Neste trabalho, um novo modelo matemático foi proposto para que o comportamento da tensão fosse previsto acima de uma deformação crítica, assim como também foi descrita uma equação para a cinética de recristalização dinâmica.

Já o comportamento de ligas de titânio mais tradicionalmente usadas como o a Ti-6Al-4V foram mais exaustivamente estudadas. Chen et al. [122] realizaram uma comparação entre quatro modelos utilizados na construção de

equações constitutivas e curvas obtidas a partir de ensaios de compressão a quente. Os modelos analisados foram o de Johnson Cook (JC), o modelo de Johnson Cook modificado (JCM), o modelo de Khan-Huang-Liang (KHL) e o modelo modificado de Khan-Huang-Liang (MKHL). A partir do trabalho, foi possível concluir que a média de desvio padrão dos quatro modelos foi entre 4 e 13% nos valores da tensão predita pelos modelos, sendo os quatro aceitáveis para que o comportamento da deformação plástica da liga fosse previsto, classificando os dois modificados como melhores para descrição do comportamento da liga em taxas de deformação mais altas (entre 7.500 e 10.000  $s^{-1}$ ).

Já no caso das ligas de titânio metaestáveis, um menor número de trabalhos foi desenvolvido com o intuito de modelar o comportamento dessas ligas sob deformações a quente.

### **2.5.1 Modelagem do comportamento plástico**

O comportamento da tensão durante deformação a quente pode ser extremamente complexo, visto que mecanismos de endurecimento e amaciamento são influenciados por muitos fatores, como a deformação acumulada, taxa de deformação e a temperatura em que o processamento termomecânico é realizado.

A combinação de parâmetros de processamento leva à ocorrência de diferentes fenômenos metalúrgicos (e conseqüente evolução microestrutural) e as alterações microestruturais ocorridas com a evolução da deformação impactam diretamente na alteração do comportamento da tensão, exercendo grande influência nos processos de conformação. Desse modo, torna-se de extrema importância, para que se realize a modelagem ou *design* dos processamentos termomecânicos como forjamento, laminação, extrusão, etc., entender como se dão os padrões de comportamento da tensão em relação à deformação em metais e ligas metálicas, assim como também a cinética das transformações metalúrgicas ocorridas (recristalização estática, dinâmica, metadinâmica, e mecanismos estáticos e dinâmicos de recuperação) [124].



Equações constitutivas são frequentemente utilizadas para descrever o comportamento dos fluxos plásticos de materiais metálicos durante deformação a quente de maneira que possam ser inseridas em códigos computacionais. No *software* DEFORM-3D, por exemplo, é possível escrever sub-rotinas para inserir diferentes modelos de equações constitutivas para que as relações entre a tensão, taxa de deformação, deformação acumulada e temperatura sejam calculadas num modelo onde a simulação das tensões e deformações ocorridas devido à aplicação de cargas, restrições e condições de contorno adicionais são calculadas pelo método dos elementos finitos (MEF) [125]. Porém, a simulação do comportamento mecânico só pode ser realizada de maneira satisfatória quando o modelo constitutivo descreve adequadamente o comportamento do material; deste modo, um grande número de grupos de pesquisa tem se esforçado para desenvolver equações constitutivas que descrevam a evolução do comportamento de diferentes materiais metálicos deformados a quente.

Na grande maioria dos materiais metálicos analisados, o efeito da alteração da temperatura e da taxa de deformação na magnitude da tensão é extremamente significativa. Geralmente, as curvas tensão-deformação exibem um pico inicial em baixas deformações, depois do qual a tensão é reduzida de maneira gradual até atingir um nível estacionário, que continua até altos níveis de deformação, devido à ocorrência de fenômenos de amaciamentos dinâmicos. Os níveis de tensão diminuem com o aumento da temperatura e redução da taxa de deformação, visto que essas condições possibilitam maiores tempos para que o acúmulo de energia ocorra levando a altas mobilidades dos contornos, que podem tanto promover a nucleação e crescimento de grãos dinamicamente recristalizados (no caso de materiais que recristalizam) ou facilitar a ocorrência de mecanismos de recuperação dinâmica que ocorrem por meio da aniquilação de discordâncias.

Um modelo plástico ideal deve, portanto, ser capaz de descrever precisamente as propriedades do material, ou seja, a dependência do comportamento da tensão a todas as variáveis do processo, inclusive às suas propriedades iniciais (histórico de deformação, tamanho de grão, etc.). Entretanto, a completa descrição de todos os fenômenos passíveis de ocorrerem

é extremamente difícil. Deste modo, modificações em alguns dos parâmetros das equações são realizadas nos modelos constitutivos já existentes para que se aumente a precisão da predição e também para adaptar modelos pré-existentes a ligas que apresentam comportamentos diferentes [16].

Geralmente, quando se propõe um modelo de equação constitutiva, sempre existem limitações à sua aplicação, pois o modelo foi originalmente proposto para descrever o comportamento de um determinado material, em uma determinada condição inicial. A partir dos modelos originalmente propostos, pesquisadores propõem modificações nas equações para que estas descrevam com maior precisão o comportamento do fluxo de tensão de outros materiais considerando a ocorrência de efeitos diversos de acordo com os parâmetros de processamento, podendo-se assim desenvolver modelos constitutivos modificados ou estendidos.

Os modelos de equações constitutivas são majoritariamente divididos dentro de três categorias: modelos constitutivos fenomenológicos, modelos constitucionais físicos e modelos de redes neurais artificiais [16,17].

Os modelos constitutivos fenomenológicos fornecem a definição da tensão baseando-se em um conjunto de observações empíricas e consistem em algumas funções matemáticas. Entretanto, estes modelos fenomenológicos não possuem base física, realizando apenas ajustes das observações experimentais aos modelos propostos. Apesar de não serem baseados em fenômenos físicos, estes modelos possuem a qualidade de não necessitarem de uma extensa quantidade de dados experimentais para determinação de constantes do material da equação e são facilmente calibráveis. O ponto negativo do uso deste tipo de modelagem é que, devido às suas características empíricas, geralmente seu uso é limitado a certos campos de aplicação, pois cobre apenas faixas limitadas de taxas de deformação e temperatura, exibindo reduzida flexibilidade.

Já os modelos constitutivos físicos, ou com base física, levam em conta os aspectos físicos do comportamento dos materiais e, em sua grande maioria, envolvem teorias termodinâmicas e movimentação termo ativada e cinética de deslizamento de discordâncias. Comparado ao modelo fenomenológico, os modelos físicos permitem definições mais precisas do comportamento do

material em uma larga faixa de condições de carregamento por meio de algumas suposições físicas e um maior número de constantes do material, sendo portanto mais difíceis de serem obtidas (exigindo maior número de procedimentos experimentais) e podendo ainda ser aplicável apenas à liga estudada [126].

O método dos modelos baseados em redes neurais artificiais (*Artificial Neural Networks*, ANN) é fundamentado em análises de regressões lineares com os resultados experimentais de acordo com os modelos constitucionais fenomenológicos e físicos para que as constantes dos materiais sejam obtidas. Entretanto, a resposta do comportamento da deformação dos materiais sob elevadas temperaturas e altas taxas de deformação são altamente não lineares e muitos fatores que afetam o comportamento do fluxo de tensão também não se comportam de maneira linear, o que torna baixa a precisão da tensão obtida por meio destes modelos e aplicáveis a uma limitada faixa de condições de processamento. O grande atrativo deste método é que ele é o mais adequado para resolver problemas mais dificilmente resolvíveis por métodos computacionais tradicionais e podem fornecer aproximações fundamentalmente diferentes para modelagem de materiais e técnicas de controle de processamento que métodos estatísticos ou numéricos, assim como a vantagem de não ser necessário postular nenhum modelo matemático de início ou identificar seus parâmetros [76].

### **2.5.2 Modelos constitutivos fenomenológicos selecionados**

Existem diversos modelos fenomenológicos que tentam descrever o comportamento de metais ou ligas, como os de Johnson-Cook (JC), Zerilli-Armstrong (ZA), Khan-Huang (KH), Khan-Huang-Liang (KHL), Khan-Liang-Farrokh (KLF), Fields-Backofen (FB), Molinari-Ravichandran (MR), Voce-Kocks (VK), equações de Arrhenius e alguns outros. A principal similaridade entre estes modelos é que eles podem ser expressos como função da temperatura de deformação, taxa e deformação acumulada a fim de considerar os efeitos destes parâmetros de processo na tensão, sendo então  $\sigma = F(\varepsilon, \dot{\varepsilon}, T)$  [124]. Três modelos e suas variações serão aqui discutidos para que se avalie a sua eficácia em prever o comportamento da tensão de ligas beta metaestáveis.

### 2.5.2.1 Modelo de Johnson-Cook

O modelo de JC é o modelo fenomenológico mais conhecido que relaciona a tensão aos parâmetros  $\varepsilon$ ,  $\dot{\varepsilon}$ ,  $T$  e é utilizado com grande eficiência para descrever o comportamento de vários materiais em diferentes faixas de temperatura e taxa de deformação. Assume-se que o material possui endurecimento isotrópico e sua grande utilização reside no fato de ser um modelo simples e possuir muitos parâmetros de materiais utilizados em sua equação disponíveis na literatura.

O equacionamento do modelo de Johnson-Cook foi apresentado em meados de 1985 por Gordon R. Johnson e William H. Cook [127], prevendo as relações de deformação de materiais metálicos sob condições de altas deformações, altas taxas de deformação e altas temperaturas. O modelo proposto buscava considerar o efeito do encruamento, da taxa de deformação e da temperatura de deformação para correlacioná-los ao comportamento dinâmico da tensão observada nas ligas estudadas, assim como também propuseram uma relação para prever a deformação em que a fratura ocorreria, o que não será aqui discutido. Devido à grande simplicidade do modelo proposto, suas relações começaram a ser utilizadas assim que foram propostas. O modelo é descrito como a seguir:

$$\sigma = (A + B\varepsilon^n)(1 + C \ln \dot{\varepsilon}^*)(1 - T^{*m}) \quad (2.8)$$

onde,  $\sigma$  era considerada sendo a tensão de von Mises sob tração,  $\varepsilon$  é a deformação plástica equivalente,  $A$  é a tensão de início de escoamento do material sob diferentes condições de deformação (em Mpa),  $B$  é a constante de encruamento (em MPa),  $n$  é o coeficiente de encruamento,  $C$  é o coeficiente de endurecimento devido à taxa de deformação,  $T$  a temperatura de deformação e  $m$  o coeficiente de amaciamento térmico.

Na expressão do modelo de Johnson-Cook, o termo  $\dot{\varepsilon}^* = \frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_{ref}}$  é a taxa de deformação (adimensional),  $T^* = \frac{T - T_{ref}}{T_m - T_{ref}}$  é a temperatura homóloga,  $T_m$  é a

temperatura de fusão do material  $T_{ref}$  a temperatura de referência e  $T$  é a temperatura de deformação.

Os três itens na expressão, da esquerda para a direita, significam o efeito do encruamento, o efeito da taxa de deformação e o efeito que a temperatura exerce na tensão de deformação. Este modelo foi proposto de maneira que fosse facilmente adaptado à maioria dos códigos computacionais disponíveis na época, desde que o código levasse em consideração a variação das variáveis  $\varepsilon$ ,  $\dot{\varepsilon}^*$  e  $T^*$ , ou seja, a possibilidade de *input* e variação dessas variáveis deveria estar contida nos códigos [127].

No presente trabalho, este modelo não foi aplicado para fins de comparação devido à não obtenção de dados a respeito da temperatura de fusão ( $T_m$ ) da liga TMZF.

### 2.5.2.2 Johnson-Cook modificado

Como mencionado anteriormente, aparentemente o modelo de Johnson-Cook não reflete o efeito do acúmulo de nenhum fator influenciador do comportamento plástico do material, supondo apenas que os três fatores, deformação, taxa de deformação e temperatura, são mutualmente independentes. Essas suposições ajudam a obter os parâmetros necessários rapidamente por meio de poucos experimentos, reduzindo o tempo empregado na construção de um modelo constitutivo. Porém, para levar em consideração o efeito de cada parâmetro de maneira mútua no comportamento plástico dos materiais deformados a quente e suprir as deficiências do modelo de Johnson-Cook, Lin et al. propuseram uma modificação no modelo como se segue [128]:

$$\sigma = (A_1 + B_1\varepsilon + B_2\varepsilon^2)(1 + C_1\ln\dot{\varepsilon}^*)\exp\left[(\lambda_1 + \lambda_2\ln\dot{\varepsilon}^*)(T - T_{ref})\right] \quad (2.9)$$

Onde  $A_1$ ,  $B_1$ ,  $B_2$ ,  $C_1$ ,  $\lambda_1$  e  $\lambda_2$  são constantes do material e o significado das outras constantes são os mesmos que no modelo de Johnson-Cook, apresentados no item anterior. A descrição do método de obtenção das constantes deste modelo será realizada no item 4.8.1.

### 2.5.2.3 Modelo do tipo equação de Arrhenius

A equação de Arrhenius é a mais comumente utilizada para descrever a relação entre a taxa de deformação ( $\dot{\epsilon}$ ), tensão ( $\sigma$ ) e temperatura ( $T$ ) onde a correlação destes, particularmente a altas temperaturas pode ser expressa [129]. Os efeitos da temperatura e taxa de deformação no comportamento da deformação são expressos pelo parâmetro de Zener-Hollomon ( $Z$ ) em uma equação do tipo exponencial [130]. Estas relações são matematicamente expressas como:

$$Z = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (2.10)$$

$$\dot{\epsilon} = AF(\sigma) \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (2.11)$$

onde, a função  $F(\sigma)$  pode ser representada pela lei das potências, pela lei exponencial ou do seno-hiperbólico, como mostrado abaixo:

$$F(\sigma) = \begin{cases} \sigma^{n'} & \alpha\sigma < 0,8 \\ \exp(\beta\sigma) & \alpha\sigma > 1,2 \\ [\sinh(\alpha\sigma)]^n & \text{para todos níveis de } \sigma \end{cases}$$

Aqui,  $R$  é a constante universal dos gases (8,31446 J/mol.K).  $T$  é a temperatura absoluta em Kelvin,  $Q$  é a energia de ativação (kJ/mol).  $A$ ,  $\alpha$  e  $n'$  são constantes do material e  $\alpha \approx \beta/n'$ . O multiplicador da tensão  $\alpha$  é uma constante adicional de ajuste para que o valor de  $\alpha\sigma$  seja deslocado para uma faixa de valores em que as curvas de  $\ln(\dot{\epsilon})$  versus  $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$  se tornem paralelas e lineares com a variação de  $T$  [124]. Apesar de seu valor ser geralmente utilizado como sendo  $\alpha \approx \beta/n'$ , pesquisadores têm usado métodos de regressão não lineares com minimização do erro associado à predição da tensão para realizar uma melhor determinação deste valor; porém, condições de contorno específicas devem ser utilizadas na regressão e sua faixa de variação deve ser previamente conhecida, assim como a faixa de variação da constante  $n$ , já que conforme o valor de  $\alpha$  aumenta,  $n$  é reduzido praticamente de maneira inversa e o valor da inclinação de  $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$  versus  $1/T$  aumenta linearmente.

A lei das potências ( $\dot{\epsilon} = A' \sigma^{n'}$ ) perde sua linearidade em condições de altas tensões já que  $n'$  varia com  $\dot{\epsilon}$ , portanto, geralmente pode ser utilizada quando  $\alpha\sigma < 0,8$ . Já a lei exponencial ( $\dot{\epsilon} = A'' \exp \beta\sigma$ ) perde sua linearidade em baixas tensões, sendo assim utilizada em condições em que  $\alpha\sigma > 1,2$ . A lei do seno-hiperbólico é a que permite descrever o comportamento da tensão em todas as faixas de tensão e, portanto, é a que melhor descreve o comportamento da tensão predita na maior parte das ligas e materiais metálicos.

A lei hiperbólica na equação de Arrhenius fornece melhores aproximações para o parâmetro de Zener-Hollomon e a tensão [126–128].

A equação constitutiva que relaciona a tensão (*flowstress*) e o parâmetro de Zener-Hollomon pode ser então escrita da seguinte maneira (considerando as Equações 2.10 e 2.11):

$$\sigma = \frac{1}{\alpha} \left\{ \left( \frac{Z}{A} \right)^{1/n} + \left[ \left( \frac{Z}{A} \right)^{2/n} + 1 \right]^{1/2} \right\} \quad (2.12)$$

Quanto menor o valor do parâmetro  $Z$ , maior é a extensão do amaciamento da tensão e quanto maior seu valor, menor é a taxa de dissipação de energia. Instabilidades plásticas de fluxo podem ocorrer em altos valores do parâmetro  $Z$ , que se manifestam como regiões de fluxo localizadas.

Essas relações foram utilizadas inicialmente para descrever as tensões de pico ( $\sigma_p$ ) associadas à ocorrência de recristalização dinâmica (DRX), como também para descrever a tensão crítica e de estado estacionário para nucleação e término da recristalização. McQueen e Ryan [133] compararam os valores dos parâmetros das equações de Arrhenius obtidos por diversos pesquisadores para aços inoxidáveis em condições similares e puderam correlacionar os valores obtidos a fenômenos físicos como o efeito de soluções sólidas, precipitação, dispersóides, reforços de matriz e inclusões no modo como as discordâncias se movimentam na rede cristalina. Eles comparam os valores de energia de ativação ( $Q$ ) para início da deformação a quente e o valor da constante  $n$  para diferentes ligas, porém deixam claro haver a necessidade de comparar estes

valores quando o valor de  $\alpha$  é fixo, já que este influencia diretamente no valor de  $n$  obtido pelo método.

Além destas observações, foi relatado que o valor da energia de ativação para deformação a quente de ligas muito diluídas e metais puros se aproxima do valor da energia de ativação para ocorrência de fluência e difusão, o que foi confirmado observando-se os níveis de recuperação pela formação de subgrãos; Quando da ocorrência de DRX, o valor da energia de ativação se comportou sendo 20% acima do valor para ocorrência de DRV e também que a energia de ativação para deformação pode ter seu valor aumentado em 50% devido a adições de átomos de solução sólida (em ligas com grande quantidade de elementos de liga), precipitados, dispersóides, reforços e inclusões, visto que estes atuam retardando de maneira extremamente eficiente o movimento das discordâncias pelos mecanismos usuais de fluência (teoria da qual este método é derivado) no início da deformação.

#### 2.5.2.4 Equação de Arrhenius com compensação de deformação

Recentemente, muitos pesquisadores têm utilizado a equação de Arrhenius para prever o comportamento a quente de muitas ligas durante deformação a quente. Entretanto, relata-se que os efeitos da deformação na tensão não são considerados nas equações de  $Z$  e de  $\dot{\varepsilon}$ . Deste modo, pesquisadores como Lin et al. [124] têm revisado a equação de maneira a propor uma melhor descrição do comportamento de ligas por meio da compensação da deformação e da taxa de deformação. Deste modo, os valores de  $Q$ ,  $A$ ,  $n$  e  $\alpha$  devem ser expressos por meio de funções polinomiais que variam com evolução da deformação. Como exemplificado abaixo:

$$\begin{array}{l} \alpha \\ n \\ Q \\ \ln(A) \end{array} \left| \begin{array}{l} = B_0 + B_1\varepsilon + B_2\varepsilon^2 + B_3\varepsilon^3 + B_4\varepsilon^4 + B_5\varepsilon^5 \\ = C_0 + C_1\varepsilon + C_2\varepsilon^2 + C_3\varepsilon^3 + C_4\varepsilon^4 + C_5\varepsilon^5 \\ = D_0 + D_1\varepsilon + D_2\varepsilon^2 + D_3\varepsilon^3 + D_4\varepsilon^4 + D_5\varepsilon^5 \\ = E_0 + E_1\varepsilon + E_2\varepsilon^2 + E_3\varepsilon^3 + E_4\varepsilon^4 + E_5\varepsilon^5 \end{array} \right.$$



### 2.5.2.5 Modelo de Zerilli e Armstrong (ZA)

O modelo ZA foi desenvolvido baseado em mecanismos de discordâncias, que de fato desempenham um papel central na determinação do comportamento inelástico da tensão em metais sob diferentes condições de carregamento. O efeito do encruamento, do endurecimento pela taxa de deformação e do amaciamento térmico de metais e ligas são considerados neste modelo. Eles dividiram a tensão em duas componentes, térmica e atérmica [129]:

$$\sigma = \sigma_a + \sigma_t \quad (2.13)$$

onde,  $\sigma_a$  é a componente atérmica da tensão e  $\sigma_t$  é a componente térmica.

A componente da tensão térmica é dada por:

$$\sigma_t = \frac{M\Delta G_0}{Ab} e^{-\beta T} \quad (2.14)$$

$$\beta = -C_3 + C_4 \ln \dot{\epsilon} \quad (2.15)$$

onde,  $M$  é o fator de direção,  $\Delta G_0$  é a energia livre de ativação a 0 K,  $A$  é a área de ativação a 0 K,  $b$  é o vetor de Burgers,  $\beta$  é um parâmetro associado à deformação e à taxa de deformação.

Para materiais CCC,  $A$  é constante, enquanto para materiais CFC,  $A$  tem o valor da proporção  $\epsilon^{\frac{1}{2}}$ . Deste modo, as componentes de ativação térmica para esses dois tipos de materiais são dadas por:

$$\sigma_t = C_1 \exp(-C_3 T + C_4 T \ln \dot{\epsilon}) \text{ para materiais CCC} \quad (2.16)$$

$$\sigma_t = C_2 \epsilon^{\frac{1}{2}} (-C_3 T + C_4 T \ln \dot{\epsilon}) \text{ para materiais CFC} \quad (2.17)$$

Entretanto, combinando a ativação térmica ao efeito do limite de escoamento relacionado também ao tamanho de grão em apenas uma componente  $C_0$ , duas relações diferentes para materiais CFC e CCC podem ser obtidas:

$$\sigma = C_0 + C_1 \exp(-C_3 T + C_4 T \ln \dot{\epsilon}) + C_5 \epsilon^n \text{ para materiais CCC} \quad (2.18)$$

$$\sigma = C_0 + C_2 \varepsilon^{\frac{1}{2}} \exp(-C_3 T + C_4 T \ln \dot{\varepsilon}) \text{ para materiais CFC} \quad (2.19)$$

onde,  $C_0$ ,  $C_1$ ,  $C_2$ ,  $C_3$ ,  $C_4$ ,  $C_5$  e  $n$  são constantes do material.

É evidente que a dependência da tensão à deformação não é afetada pela temperatura ou taxa de deformação para os materiais CCC, ao contrário dos materiais CFC, para o qual o efeito da deformação, taxa de deformação e temperatura no fluxo de tensão são sincronicamente considerados e a dependência da deformação é altamente afetada pelas outras duas variáveis. De fato, os efeitos conjuntos da temperatura, deformação e taxa de deformação devem ser considerados em um modelo constitutivo efetivo, portanto, algumas modificações têm sido propostas para o modelo ZA [124].

### 2.5.2.6 Modelo de Zerilli e Armstrong modificado (ZAm)

Samantaray et al. propuseram uma alteração do modelo ZA para modelagem do comportamento de um aço inoxidável austenítico modificado por titânio [129]. O modelo proposto para modelagem do aço foi com base em uma taxa de deformação de referência e temperatura de referência, como no caso do modelo da equação de Johnson-Cook anteriormente apresentada. O modelo apresenta-se da seguinte forma:

$$\sigma = (C_1 + C_2 \varepsilon^n) \exp \{ -(C_3 + C_4 \varepsilon) T^* + (C_5 + C_6 T^*) \ln \dot{\varepsilon}^* \} \quad (2.20)$$

onde,  $T^* = (T - T_{ref})$ , com  $T$  sendo a temperatura testada e  $T_{ref}$  a temperatura de referência,  $\dot{\varepsilon}^*$  é um parâmetro adimensional (dado por  $\dot{\varepsilon}^* = \dot{\varepsilon} / \dot{\varepsilon}_0$ ),  $\dot{\varepsilon}$  a taxa de deformação testada,  $\dot{\varepsilon}_0$  a taxa de referência e  $\varepsilon$  a deformação.  $C_1$ ,  $C_2$ ,  $C_3$ ,  $C_4$ ,  $C_5$ ,  $C_6$  e  $n$  são também constantes do material. Este modelo modificado considera o endurecimento isotrópico, amaciamento térmico, endurecimento devido à taxa de deformação e o efeito conjunto da temperatura e deformação, e da temperatura e taxa de deformação na tensão. O modelo modificado de ZA foi utilizado no presente trabalho para verificação de sua eficácia em descrever o comportamento do fluxo de tensão das ligas estudadas, visto que não necessita

de parâmetros microestruturais e dados provenientes da realização de ensaios a 0 K.

## 2.6 Métodos utilizados na verificação de eficiência de predição

O coeficiente de correlação de Pearson ( $R$ ) indica a relação entre variáveis lineares e seus valores indicam a correlação (se positiva ou negativa) e a intensidade da correlação entre os valores. Esse coeficiente será utilizado em vários ajustes lineares realizados no presente trabalho. Sua fórmula é a seguinte [132]:

$$R = \frac{\sum_{i=1}^n (\sigma_{e_i} - \bar{\sigma}_e)(\sigma_{p_i} - \bar{\sigma}_p)}{\sqrt{\sum_{i=1}^n (\sigma_{e_i} - \bar{\sigma}_e)^2} \sqrt{\sum_{i=1}^n (\sigma_{p_i} - \bar{\sigma}_p)^2}} \quad (2.21)$$

onde,  $n$  é o número de observações,  $\sigma_{e_i}$  o valor observado (experimental),  $\bar{\sigma}_e$  é o valor médio das tensões experimentais,  $\sigma_{p_i}$  é o valor previsto (calculado) e  $\bar{\sigma}_p$  é a média dos valores preditos.

Utilizou-se o valor de  $R$  ao quadrado ( $R^2$ ) já que a verificação do tipo de correlação entre as tensões experimentais e preditas (se positiva ou negativa) não é relevante.

Já em ajustes polinomiais (regressões lineares), utilizou-se a relação de  $R$ -quadrado ajustado, que relaciona os valores ajustados por meio de regressões lineares. Esse valor é uma medida descritiva da qualidade do ajuste obtido na regressão linear. Este método ajustado foi utilizado ao invés do  $R$ -quadrado convencional, pois o último tem seu valor aumentado com o aumento da quantidade de variáveis incluída no modelo. Deste modo, a equação torna-se:

$$R^2 = 1 - \frac{(1-R^2)(N-1)}{N-p-1} \quad (2.22)$$

onde,  $R^2$  é a maneira convencional de cálculo do coeficiente de relação (apresentada abaixo),  $p$  é o número de variáveis independentes na equação de regressão utilizada e  $N$  é o total de dados da amostra.

$$R^2 = 1 - \frac{\sum_{i=1}^n (\sigma_e - \sigma_{p_i})^2}{\sum_{i=1}^n (\sigma_e - \bar{\sigma}_e)^2} = 1 - \frac{SQ_{residual}}{SQ_{total}} \quad (2.23)$$

onde,  $n$  é o número de observações,  $\sigma_{e_i}$  o valor observado (experimental),  $\bar{\sigma}_e$  é a média de observações e  $\sigma_{p_i}$  é o valor previsto (calculado).

O valor do erro absoluto médio percentual (*EAMP*) é um parâmetro estatístico universal que também pode ser utilizado para avaliar a previsibilidade do presente modelo numérico. O parâmetro pode ser calculado da seguinte maneira [132]:

$$EAMP = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^{i=N} \left| \frac{\sigma_e^i - \sigma_p^i}{\sigma_e^i} \right| \times 100 \quad (2.24)$$

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

O esquema geral das etapas experimentais e caracterizações realizadas no presente trabalho é apresentado na Figura 3.1.

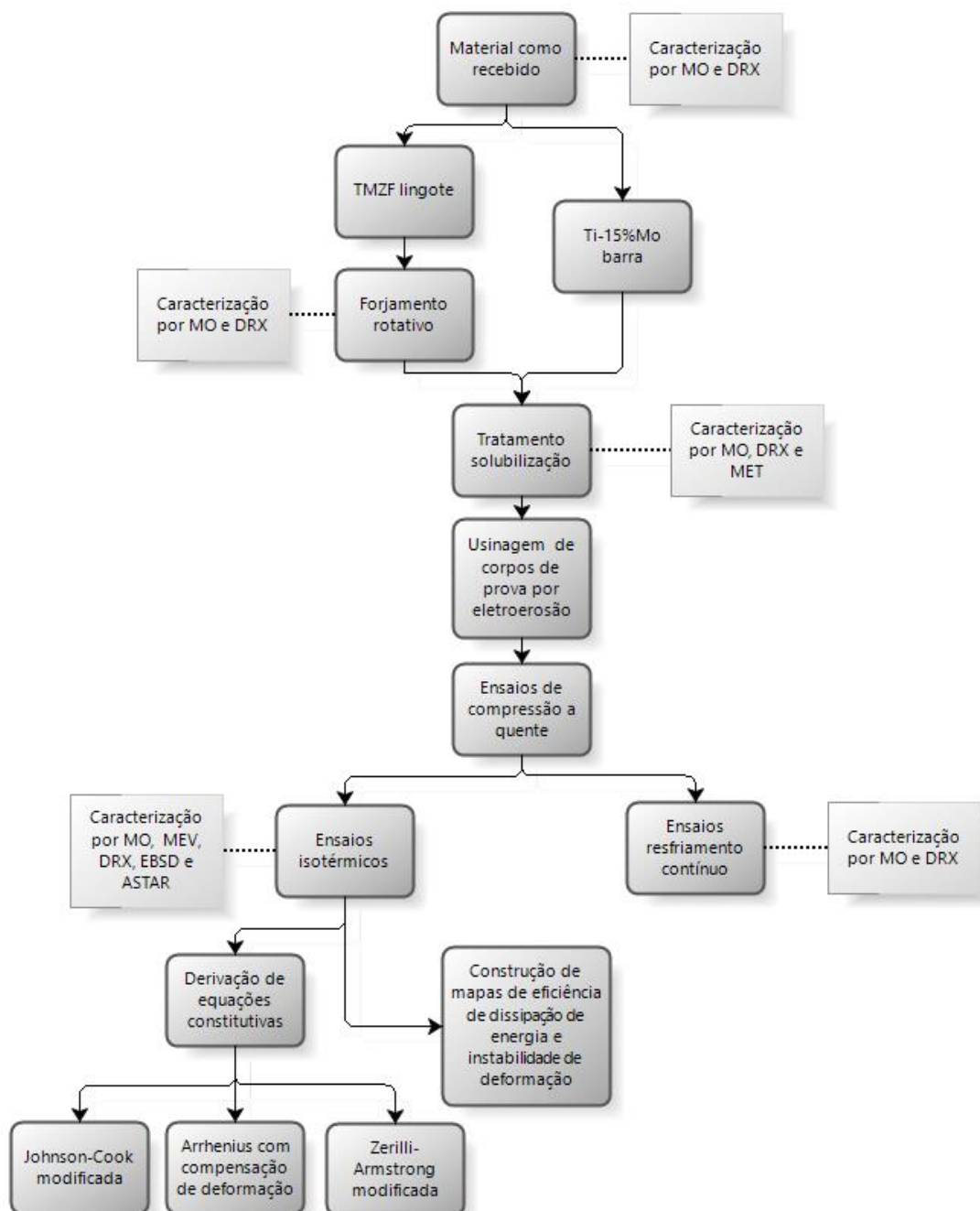


Figura 3.1 Fluxograma experimental de etapas e caracterizações realizadas no presente trabalho (MO - microscopia óptica, DRX - difratometria de raios-X, MET - microscopia eletrônica de transmissão, EBSD - análise por difração de elétrons retro-espalhados, A-Star - mapeamento de orientação cristalográfica por indexação automática).

Ambas as ligas estudadas passaram pelos mesmos procedimentos experimentais, porém a liga TMZF passou por um processo adicional de forjamento rotativo, visto que foi recebida na forma de lingotes.

### 3.1 Caracterização das ligas de titânio

#### 3.1.1 Liga Ti-12Mo-6Zr-2Fe (TMZF)

A liga metaestável TMZF foi importada da empresa ERCATA GmbH – Germany, tendo sido recebida na forma de lingotes. A liga não fazia parte do catálogo de produtos da empresa e foi elaborada especialmente para que fosse enviada para o grupo de pesquisa, razão pela qual não se conseguiu obter algumas de suas propriedades, como temperatura de fusão, por exemplo. A liga foi elaborada de acordo com a norma de especificação ASTM F1813 – *Standard Specification for Wrought Titanium–12 Molybdenum–6 Zirconium–2 Iron Alloy for Surgical Implant (UNS R58120)* [134], que contém as especificações de composição química, propriedades mecânicas e microestrutura. Sua temperatura de transição é reportada como sendo 743 °C [16]. Uma parte do lingote pode ser vista na Figura 3.2.



Figura 3.2 Parte do lingote da liga TMZF como recebida.

A partir do lingote foram cortadas barras retangulares de seção de 20x30 mm para que se pudesse forjar o material por meio de forjamento rotativo a quente. O esquema de corte realizado no tarugo pode ser visto na Figura 3.3.

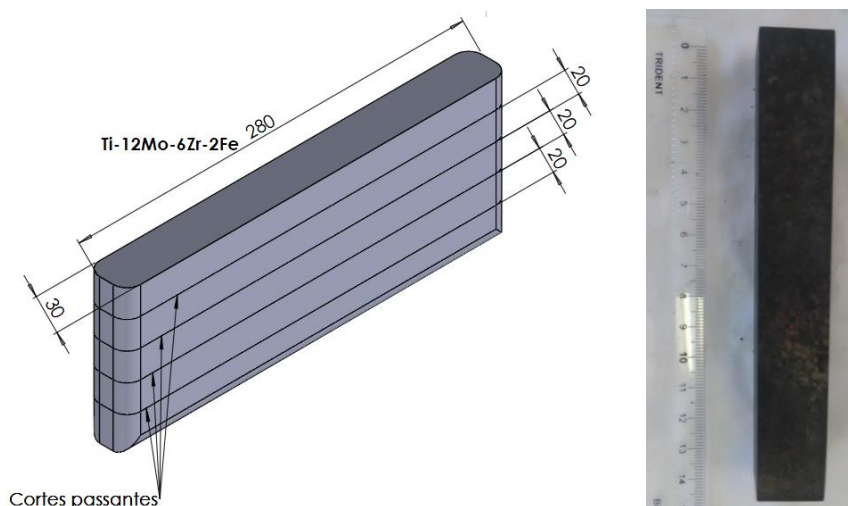


Figura 3.3 Esquema de corte de tarugo de TMZF para forjamento rotativo à esquerda e um dos tarugos cortados à direita (dimensões em mm).

O equipamento utilizado no forjamento das barras foi uma forja rotativa de quatro martelos da marca FENN modelo 4F, a forja está situada no Laboratório de Conformação Mecânica (LACOM), no Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA).

O forjamento rotativo é um processo de conformação preciso que produz tubos, barras ou fios, pertencendo ao grupo de processos de conformação *near-net-shape*. Os martelos de forjamento (ou matrizes) ficam arranjados concentricamente ao redor da barra a ser forjada. Os martelos de forjamento realizam um movimento radial de alta frequência com marteladas curtas. Após um passe de redução ser realizado, as matrizes são trocadas por outras de diâmetro menor e assim subsequentemente até que o diâmetro desejado seja alcançado.

Para realizar o forjamento, as barras foram aquecidas em forno situado no mesmo laboratório por cerca de 1 hora a 1000 °C com o intuito de que apenas a fase  $\beta$  estivesse presente durante forjamento. A cada passe de deformação as barras foram reaquentadas para que a deformação no campo de fase beta fosse mantida durante todo o processo de forjamento, e também para que se

conformasse o material com maior facilidade, evitando o trincamento das barras ou danificação dos martelos de forjamento.

O forno utilizado para aquecimento das barras foi um forno elétrico da marca Hevi-Duty, Tipo G 8125-Cu, Nº 69119, com capacidade de aquecimento máxima de 1200 °C. A Figura 3.3 a) mostra a máquina de forjamento utilizada na redução das barras e na Figura 3.4 b) pode-se observar o forno elétrico utilizado.

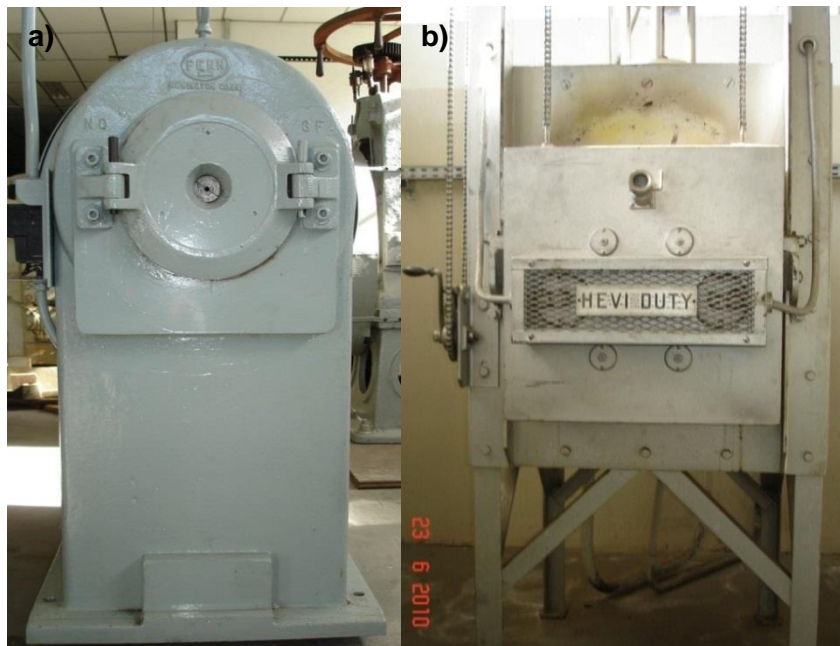


Figura 3.4 Equipamentos utilizados no forjamento: a) forja rotativa e b) forno elétrico situados no LACOM-ITA- imagens cedidas pelo ITA.

Para a realização dos passes de redução do diâmetro da forja, as matrizes de forjamento foram sucessivamente trocadas até que a barra tivesse seu diâmetro reduzido a 16,0 mm. A sequência dos passes de redução utilizados é apresentada na Tabela 3.1.

Tabela 3.1 Sequência de matrizes de forjamento utilizadas no forjamento rotativo.

Passes	Redução	Diâmetro da matriz (fim do curso)	
		(Pol.)	(mm)
0	1,31	1' 19/64	33,02
1	1,125	1' 1/8	28,575
2	0,97	31/32	24,638
3	0,84	27/32	21,336
4	0,73	93/128	18,542
5	0,63	81/128	16,002



Após o último passe de deformação, as barras foram resfriadas em água para que se mantivesse a estrutura da fase beta e para que o crescimento dos grãos fosse evitado. Algumas das barras obtidas após o forjamento podem ser vistas na Figura 3.5.



Figura 3.5 Barras da liga TMZF obtidas por forjamento rotativo.

O forno utilizado para aquecimento das barras não possuía controle de atmosfera e, portanto, a contaminação do material por elementos como oxigênio, nitrogênio e hidrogênio era possível de ocorrer e, portanto, a composição da liga foi checada novamente após tratamento térmico para que a entrada desses elementos fosse avaliada.

### 3.1.2 Liga Ti-15%Mo

As barras da liga comercial Ti-15%Mo beta metaestável foram produzidas pela *Allegheny Technologies Incorporated* (ATI Metals) e foram recebidas na condição recozida a 800 °C. Uma das barras é mostrada na Figura 3.6. A liga foi elaborada de acordo com a norma de especificação ASTM F2066 - *Standard Specification for Wrought Titanium-15 Molybdenum Alloy for Surgical Implant Applications (UNS R58150)* [135], que contém as especificações de composição química, propriedades mecânicas e microestrutura. A temperatura de transição da fase beta é reportada pelo fabricante como sendo de  $774 \pm 14$  °C [136].



Figura 3.6 Barra de liga Ti-15%Mo como recebida.

### 3.2 Análise química

As quantidades dos elementos de liga presentes no lingote da liga TMZF e na barra da liga Ti-15%Mo como recebidas foram determinadas por meio de Espectrometria de Emissão Óptica com Plasma Acoplado Indutivamente num equipamento ICP-OES da marca VARIAN, modelo Vista – AX, localizado no Centro de Caracterização e Desenvolvimento de Materiais (CCDM/UFSCar) para que se verificasse se as ligas correspondiam às composições especificadas na norma ASTM F1813 para a liga de TMZF e na ASTM F2066 para a liga Ti-15%Mo, as quais se encontram descritas nas Tabelas 3.2 e 3.3, respectivamente.

Tabela 3.2 Composição química especificada para liga TMZF pela norma ASTM F1813 e análise química realizada por ICP-OES.

Elementos	Composição ASTM F1813 (% massa/massa)		Análise química lingote (como recebido) (% massa/massa)
	Mín	Máx	
Nitrogênio	-	0,05	0,01
Carbono	-	0,05	0,02
Hidrogênio	-	0,02	0,002
Ferro	1,5	2,5	2,3
Oxigênio	0,008	0,28	0,15
Molibdênio	10,0	13,0	11,0
Zircônio	5,0	7,0	5,8
Titânio	Balanço		Balanço

Tabela 3.3 Composição química especificada para liga Ti-15%Mo pela norma ASTM F2066 e análise química realizada por ICP-OES.

Elementos	Composição ASTM F2066 (% massa/massa)		Análise química barra (como recebida) (% massa/massa)
	Mín	Máx	
Nitrogênio	-	0,05	0,00004
Carbono	-	0,10	0,009
Hidrogênio	-	0,015	0,0002
Ferro	-	0,1	0,04
Oxigênio	-	0,2	0,15
Molibdênio	14,0	16,0	15,07
Titânio	Balanço		Balanço

A determinação dos elementos O, N e H foi realizada em um equipamento analisador LECO ONH-836 modelo 632.100.300, localizado no CCDM/UFSCar, por diferença de termocondutividade para o elemento N e por absorção de

radiação no infravermelho para os elementos O e H. A composição química dos materiais recebidos mostrou-se dentro dos limites especificados em suas respectivas normas e os materiais foram considerados adequados para que o presente estudo fosse realizado.

### 3.3 Análise de Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC)

A liga TMZF como recebida (lingote) foi ensaiada em um calorímetro diferencial de varredura da marca NETZSCH modelo DSC 404 localizado no CCDM/UFSCar para analisar a existência de possíveis picos endotérmicos/exotérmicos associados a transformações de fases como transformação reversa de martensita  $\alpha''$  para fase  $\beta$ , ou a precipitação da fase  $\omega$  ocorrida em tratamentos de envelhecimento. O ensaio foi realizado em um cadinho de alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) sob atmosfera de argônio. A taxa de resfriamento utilizada foi de 25 °C/min.

### 3.4 Módulo de elasticidade via excitação por impulso

O módulo elástico da liga TMZF como forjada e Ti-15%Mo como recebida foi avaliado por meio de um analisador via excitação por impulso de acordo com a norma ASTM E1876:2015, que tem como principais vantagens ser um ensaio rápido e não destrutivo. Foi utilizado um equipamento ATPC Sonoelastic (localizado no DEMa/UFSCar), cujo sinal foi processado através de um software da própria fabricante, por meio de um computador dedicado exclusivamente a esse fim. O modelo do equipamento utilizado pode ser visto na Figura 3.7 abaixo, retirada do site do fabricante.



Figura 3.7 Ilustração de tipo de equipamento utilizado na determinação de módulo elástico via excitação por impulso, ATPC Sonoelastic [137].

Ambas as amostras utilizadas para obtenção do módulo elástico possuíam formato cilíndrico. A amostra da liga TMZF foi considerada como tendo formato de disco com  $\varnothing = 15,9$  mm,  $h = 2,4$  mm e massa de 2,55 g; A amostra de Ti15%Mo foi considerada como uma barra de  $\varnothing = 12,09$  mm,  $h = 80,08$  mm e massa de 50,538 g.

### 3.5 Análise de fases por difratometria de raios-X (DRX)

As análises de difração de raios-X foram realizadas em um equipamento Bruker D8 Advance ECO (Figura 3.8), a temperatura de 25 °C, varredura de 5 a 90°, passo de 0,02°, tempo de integração de 0,5 s, tubo Cu- $k\alpha$  (0,15406 nm) e utilizando-se a geometria de Bragg-Brentano. Uma varredura em menores faixas de ângulo de difração foi realizada em regiões específicas por maior tempo para que a presença de fase ômega fosse verificada.



Figura 3.8 Equipamento analisador de difração de raios-X Bruker D8 Advance ECO localizado no Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE-DEMa) [138].

### 3.6 Caracterização microestrutural

As amostras do lingote e barra forjada da liga TMZF e da barra de Ti-15%Mo como recebida foram preparadas para análise por microscopia óptica inicialmente por meio de lixamento com a seguinte sequência de granulometria de lixas d'água: 80, 240, 400, 600 e 2000. Após o lixamento as amostras foram

polidas em suspensão de diamante de 6,0  $\mu\text{m}$  seguido de polimento em suspensão de sílica ou alumina coloidal. Em seguida as amostras foram atacadas por imersão em reagente do tipo Kroll (30%  $\text{HNO}_3$ , 5% HF e 65%  $\text{H}_2\text{O}$ ) por tempo suficiente para que os contornos de grão fossem revelados.

Já as amostras após os ensaios mecânicos foram lixadas manualmente (para evitar qualquer deformação da superfície da amostra e influência nas análises a serem realizadas) pelas lixas 80, 120, 240, 320, 400, 600, 1200, 1500, 2000 e 2500, seguido por polimento em solução constituída de 3% de HF, 3% de  $\text{HNO}_3$  e 94% de alumina 0,3  $\mu\text{m}$  em suspensão. A suspensão de polimento, por conter ácidos, atuou como ataque, revelando os contornos de grão sem necessidade de ataque químico por reagente Kroll. As micrografias por microscopia ótica (MO) foram registradas utilizando-se uma câmera AxioCam ERc 5s acoplada a um microscópio da marca Leitz, modelo Laborlux 12 ME (localizado no CCDM/UFSCar), e por microscopia de varredura eletrônica (MEV), utilizando-se um microscópio Philips XL-30 FEG (localizado no LCE/DEMa/UFSCar).

A análise do tamanho de grãos médio foi realizada pelo método descrito na norma ASTM E112-12 - *Standard Test Methods for Determining Average Grain Size* [139].

Após os procedimentos acima descritos, as amostras ensaiadas foram polidas em uma politriz vibratória da marca Buhler, modelo VibroMet 2 em uma solução de sílica coloidal 0,05  $\mu\text{m}$  utilizando um peso de amostras seguido de polimento em politriz Minimet 1000 (Figura 3.9 (a) e (b), respectivamente), para que as amostras tivessem o ataque removido para análise por difração de elétrons retro-espalhados (Electron Back Scattered Diffraction – EBSD) com o intuito de realizar o mapeamento de fases e de orientação.

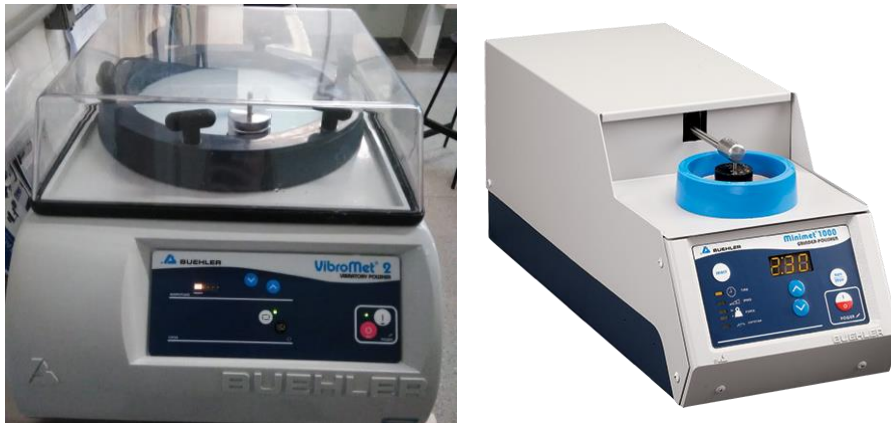


Figura 3.9 Politriz vibratória Buhler localizada no Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE-DEMa) em (a) e em (b) modelo de politriz Minimet [140] utilizadas para preparo de amostras para análise por EBSD.

As análises de orientação foram realizadas em um MEV FEI Inspect S50 com filamento de tungstênio, ao qual o analisador EBSD está acoplado (Figura 3.10) utilizado sob baixo vácuo. As análises de orientação por alto contraste (MEV) também foram realizadas neste equipamento.



Figura 3.10 MEV FEI Inspect S50 com analisador de EBSD acoplado localizado no Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE-DEMa) [138].

Os padrões de difração obtidos na análise por EBSD foram indexados, através da utilização de bases de dados inseridas no *software* do equipamento utilizando-se arquivos CIF (*Crystallographic Information File*) obtidos no banco de dados internacional ICSD (*Inorganic Crystal Structure Database*) das fases possíveis de serem detectadas. Os arquivos de informações cristalográficas utilizados foram os seguintes: ICSD *collection code* 52521 para fase ômega ( $\omega$ ),

5475 para fase beta ( $\beta$ ), 105246 para fase alfa ( $\alpha$ ) e 105248 para fase martensítica ( $\alpha'$ ).

O preparo das amostras para análise por microscopia eletrônica de transmissão (MET) foi realizado por lixamento manual até que se obtivesse uma espessura de 0,045 mm e a redução suplementar necessária na espessura foi realizada por um Sistema de Polimento Iônico de Precisão (PIPS) da marca Gatan modelo 691, como pode ser visto na Figura 3.11.



Figura 3.11 Sistema de Polimento Iônico de Precisão (PIPS), Gatan modelo 691 localizado no Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE-DEMa) [138].

As análises de difração de fases foram realizadas em um microscópio de transmissão eletrônica FEI Tecnai G<sup>2</sup> F20 com filamento FEG operado a 200 kV (Figura 3.12). Neste equipamento foram obtidas de imagens de campo claro, campo escuro e difração, assim como de alta resolução (HRTEM).



Figura 3.12 Microscópio de transmissão eletrônica FEI Tecnai G<sup>2</sup> F20 localizado no Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE-DEMa) [138].

As análises de mapeamento de orientação cristalográfica por microscopia de transmissão foram realizadas em um equipamento FEI TECNAI 52 S-TWIN (Figura 3.13) que é um MET com filamento de LaB<sub>6</sub>. Esse equipamento, além da realização de imagens de MET convencional e de alta resolução, possui um sistema A-Star (da *Nanomegas*) acoplado, permitindo o mapeamento de fases e orientação cristalográfica automática através da coleta de padrões de difração e elétrons e indexação automática por meio da correlação dos padrões coletados com os padrões teóricos das fases analisadas. Os CIFS utilizados para indexação foram os mesmos utilizados na análise por EBSD no MEV Inspect S50.





Figura 3.13 Microscópio de transmissão eletrônico FEI TECNAI 52 S-TWIN localizado no Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE-DEMa) [138].

### 3.7 Indexação de picos de difração

Os dados obtidos pela varredura de raios-X realizados pelo equipamento Bruker D8 nas amostras de Ti-15%Mo e TMZF foram analisados com o *software* X'Pert HighScore Plus versão 3.0 da fabricante PANalytical. Os resultados foram tratados e indexados com os CIF's anteriormente citados. Já os padrões de difração obtidos no MET FEI G-20 foram indexados para analisar correspondência dos padrões de difração com os respectivos CIF's com o *software* JEMS para Windows7 versão 4.8731U2020b19, cuja licença foi gentilmente cedida pelo seu desenvolvedor Sr. Pierre Stadelmann da Suíça.

### 3.8 Ensaios de compressão a quente

As barras forjadas da liga TMZF e a barra de Ti-15%Mo foram tratadas para completa homogeneização da microestrutura. As barras forjadas da liga TMZF foram solubilizadas a 1000 °C por 30 minutos e a barra de Ti-15%Mo foi tratada a 900 °C por 2 horas para dissolução da estrutura maclada em forno sem controle de atmosfera, seguido por resfriamento em água em ambos os casos. Ambas as ligas foram posteriormente usinadas por eletroerosão a fio (na

empresa Supraform Usinagem em São Carlos/SP) para a obtenção de corpos de prova a serem utilizados no ensaio de compressão a quente. A geometria utilizada na confecção dos corpos de prova pode ser vista na Figura 3.14. Uma parte dos corpos de prova usinados pode ser vista na Figura 3.15.

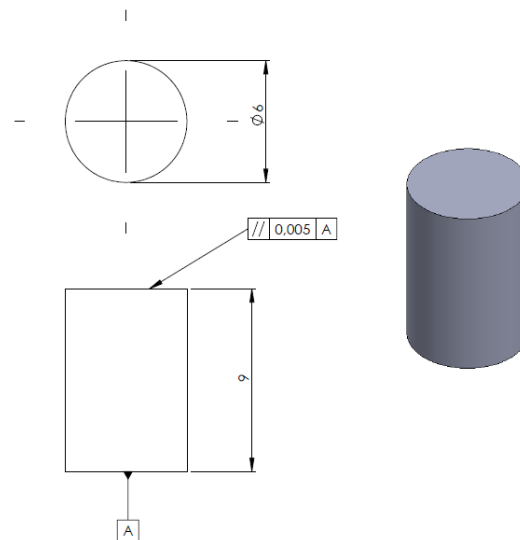


Figura 3.14 Geometria dos corpos de prova para ensaios de compressão a quente, dimensões em mm.

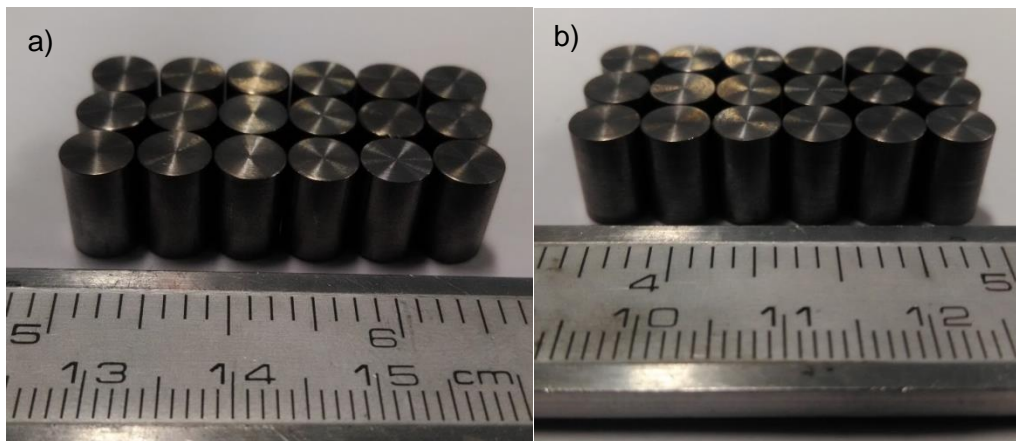


Figura 3.15 Corpos de prova da liga TMZF (a) e em (b) Ti-15%Mo usinados para ensaio de compressão a quente.

Foram usinados 27 corpos de prova a partir das barras forjadas de TMZF e 27 a partir das barras de Ti-15%Mo para que os ensaios de compressão a quente fossem realizados.

Os ensaios foram realizados em um equipamento Gleeble 3800 – Simulador termomecânico convencional, situado nas dependências do laboratório LLNano (Laboratório Nacional Brasileiro de Nanotecnologia), que faz

parte do CNPEM (Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais) e fica localizado em Campinas/SP. O equipamento pode ser visto na Figura 3.16.



Figura 3.16 Equipamento utilizado nos ensaios termomecânicos Gleeble 3800, situado no LLNano/CNPEM em Campinas/SP.

O simulador termomecânico utilizado possui capacidade de força em compressão de 200 kN com resolução de 0,1 kN e a taxa de deslocamento máxima alcança até 2.000 mm/s. A câmara onde os ensaios são realizados pode ser mantida sob vácuo durante os ensaios ou em atmosfera de argônio. O aquecimento das amostras é realizado por efeito Joule, que promove taxas de aquecimento de até 10.000 K/s. Para o resfriamento, uma parte das garras é usinada em cobre favorecendo o resfriamento acelerado e podem ser usados acessórios acoplados à máquina que injetam água, gás inerte ou nitrogênio líquido para que maiores taxas de resfriamento sejam alcançadas. No presente trabalho, como será discutido na apresentação de resultados, foi utilizado resfriamento por jato de água apenas em algumas amostras dos ensaios de resfriamento contínuo, tendo o restante das amostras sido resfriado pelo próprio sistema de resfriamento automático das garras, já que a taxa de resfriamento foi alta o suficiente para que a microestrutura fosse congelada para posterior análise (500 °C/s).

As temperaturas das amostras podem ser aferidas de duas maneiras: por termopares do tipo K e S ou pirômetros. Os termopares utilizados no presente

foram do tipo S (SP10R-008) e dois tipos de isolamento para diferenciar as polaridades dos fios: isolamento preto (TF-BK-30) e isolamento branca (TF-W-30), que foram adquiridos da empresa ECIL – Piedade/SP. Os termopares foram soldados aos corpos de prova a cada ensaio por meio de um equipamento de solda por resistência e impacto disponibilizado nas instalações do LLNano.

Para reduzir as restrições de fluxo de material em contato com as garras da máquina de compressão, lâminas de nióbio de espessura de 0,127 mm foram cortadas em formato de discos de 15 mm de diâmetro por meio de um estampador e foram colocadas nas regiões de interface entre os corpos de prova e as garras. A lâmina utilizada e as especificações do fabricante podem ser visualizadas nas Figuras 3.17 (a) e (b), respectivamente.

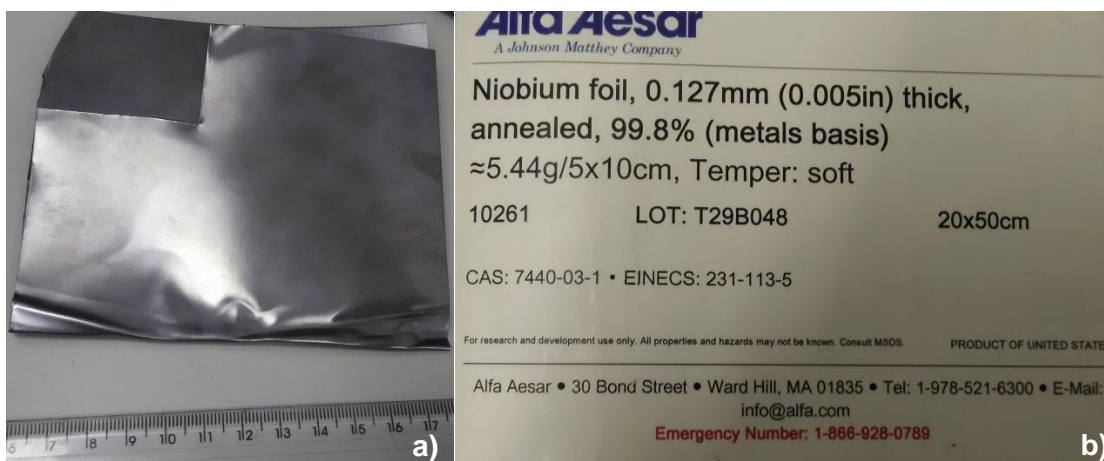


Figura 3.17 Em (a) folha de nióbio utilizada para redução de atrito entre amostras e garras do equipamento Gleeble durante ensaios de compressão e em (b) sua especificação.

Adicionalmente, um lubrificante antigripante para altas temperaturas (suporta temperaturas até 1427 °C) da marca Thred Gard, composto de níquel e grafite foi utilizado entre as lâminas de nióbio e os corpos de prova a serem ensaiados.

O posicionamento do corpo de prova e dos termopares durante ensaio de compressão a quente pode ser visto na Figura 3.18.

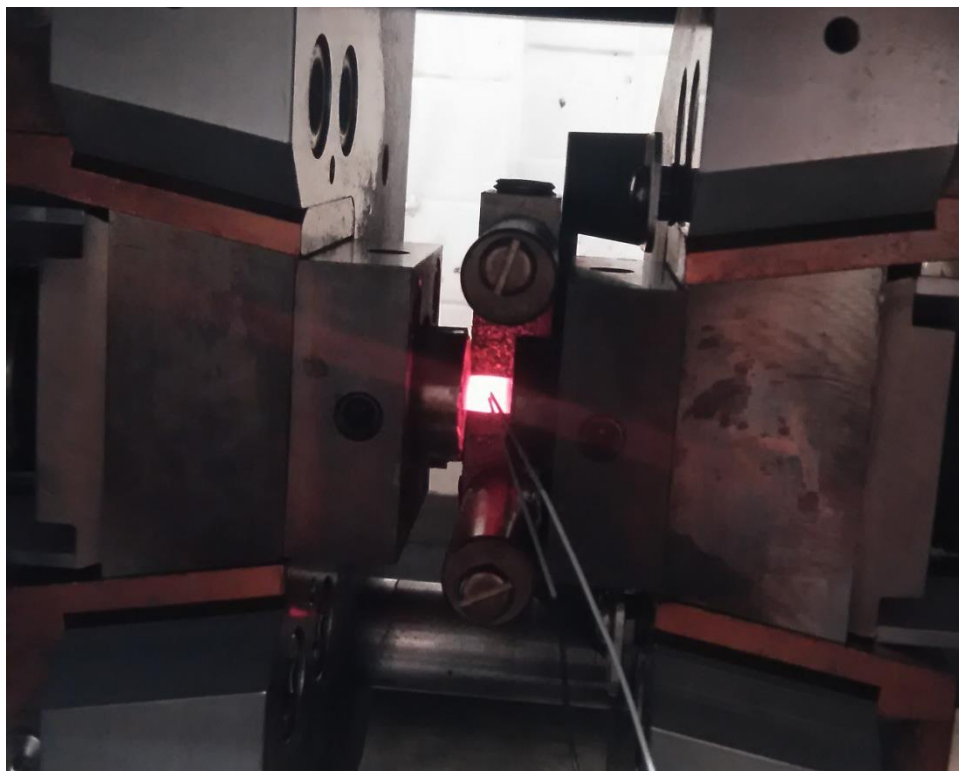


Figura 3.18 Corpo de prova e posicionamento de termopares durante ensaio de compressão a quente no simulador Gleeble 3800.

### 3.9 Configuração e setup de ensaios de compressão isotérmicos

Os ensaios de deformação isotérmicos foram realizados em 3 taxas de deformação, 0,172; 1,72 e 17,2 s<sup>-1</sup> e em 6 temperaturas de deformação, partindo de 650 °C, aumentando-se a temperatura em 50 °C até 900 °C. As amostras foram aquecidas da temperatura ambiente até a temperatura de encharque a uma taxa de aquecimento de 100 °C/s até de 900 °C e foram mantidas por um tempo de 30 segundos para completa homogeneização da amostra. Após esse tempo, a temperatura foi reduzida até a temperatura de ensaio a uma taxa de resfriamento de 50 °C/s e as amostras foram deformadas até 1,2 de deformação total. Foi ensaiado um total de 18 amostras por liga.

O equipamento não estava com os acessórios de resfriamento forçado (fora o mecanismo da garra) e, portanto, as amostras não sofreram *quenching* após o término do ensaio. Porém os dados de temperatura extraídos do ensaio da Gleeble mostram que a queda de temperatura das amostras após término da deformação total foi da ordem de 500 °C/s, a depender das configurações do ensaio, portanto, considera-se que a alteração microestrutural foi mínima após o

término do ensaio. Os esquemas de ensaio empregados na realização das análises para as diferentes taxas de deformação empregadas podem ser vistos nas Figuras de 3.19 a 3.21.

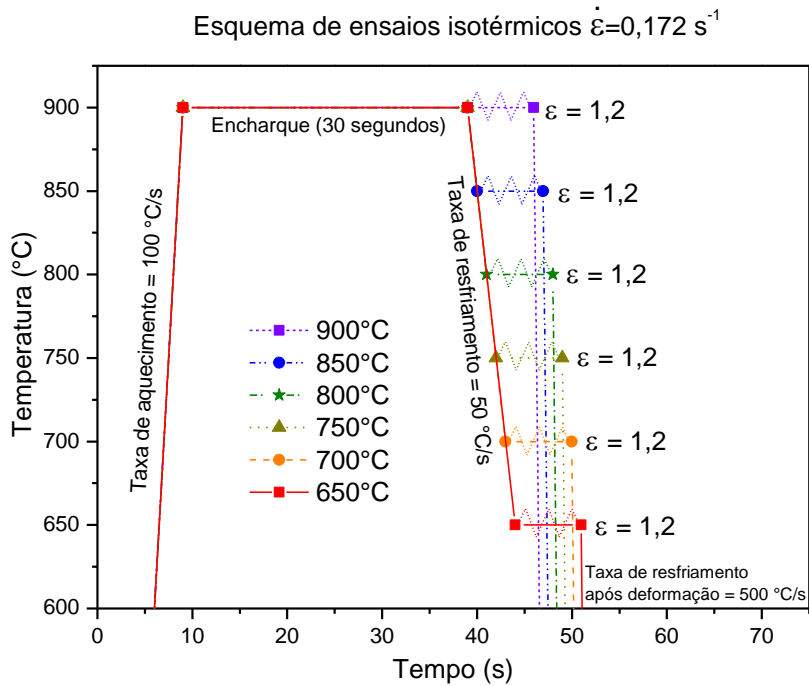


Figura 3.19 Esquema de ensaios de compressão a quente isotérmicos em taxas de deformação de  $0,172 \text{ s}^{-1}$ .

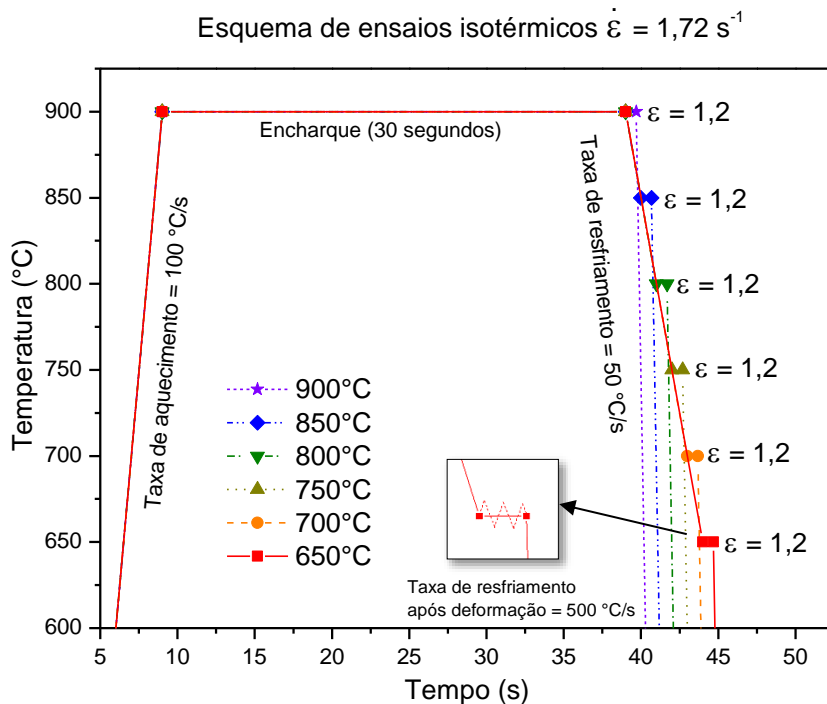


Figura 3.20 Esquema de ensaios de compressão a quente isotérmicos em taxas de deformação de  $1,72 \text{ s}^{-1}$ .

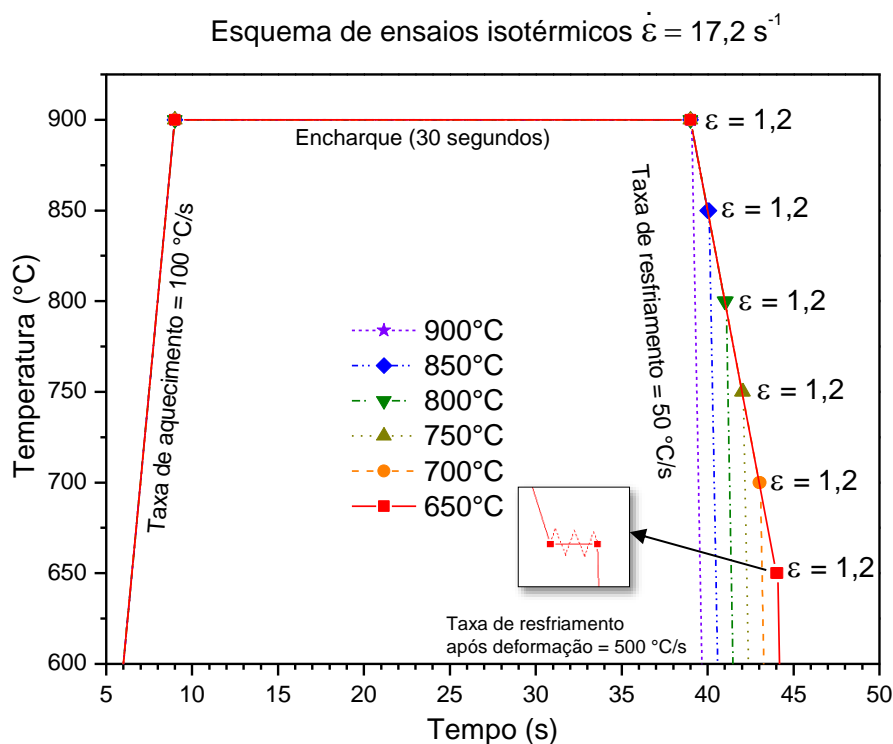


Figura 3.21 Esquema de ensaios de compressão a quente isotérmicos em taxas de deformação de  $17,2 \text{ s}^{-1}$ .

### 3.10 Configuração e setup de ensaios de resfriamento contínuo

As amostras do ensaio de resfriamento contínuo foram ensaiadas com os parâmetros descritos nas Tabelas 3.4, 3.5 e 3.6 e na Figura 3.22. Os corpos de prova foram aquecidos a uma taxa de  $100 \text{ °C/s}$  partindo da temperatura ambiente até a temperatura de encharque, também definida como  $900 \text{ °C}$  e foram mantidos por 30 segundos para completa homogeneização. A temperatura foi reduzida para  $800 \text{ °C}$  a uma taxa de resfriamento de  $50 \text{ °C/s}$  para início do primeiro passe de deformação para todos os intervalos entre passes analisados.

Os ensaios foram realizados em três diferentes intervalos entre passes de deformação, sendo utilizados 05, 20 e 50 segundos entre deformações, utilizando taxas de resfriamento de 4; 1,0 e  $0,4 \text{ °C/s}$ , respectivamente. As deformações foram realizadas a uma taxa de deformação de  $1,0 \text{ s}^{-1}$  em todos os ensaios realizados, sendo a deformação total de 0,3 em cada passe de deformação de um total de 10 passes.

Tabela 3.4 Configuração de passes de deformação para ensaio sob resfriamento contínuo nas amostras de TMZF e Ti-15%Mo com intervalo entre passes de 5 segundos.

Tempo entre passes de 5 segundos								
Etapa	Temperatura inicial (°C)	Temperatura final (°C)	Taxa de resfriamento (°C/s)	$\Delta T$ (°C)	Tempo (s)	Deformação (mm/mm)	Taxa de deformação (s <sup>-1</sup> )	Deformação verdadeira
<b>Encharque</b>	900	900	0	0	30	0	0	0
Descida para temperatura de início	900	800	50	-100	2	0	0	0
<b>Passe 1</b>	800	798,8	4	-1,2	0,3	0,3	1	0,3
Intervalo 1	798,8	778,8	4	-20	5	0	0	0,3
<b>Passe 2</b>	778,8	777,6	4	-1,2	0,3	0,3	1	0,6
Intervalo 2	777,6	757,6	4	-20	5	0	0	0,6
<b>Passe 3</b>	757,6	756,4	4	-1,2	0,3	0,3	1	0,9
Intervalo 3	756,4	736,4	4	-20	5	0	0	0,9
<b>Passe 4</b>	736,4	735,2	4	-1,2	0,3	0,3	1	1,2
Intervalo 4	735,2	715,2	4	-20	5	0	0	1,2
<b>Passe 5</b>	715,2	714	4	-1,2	0,3	0,3	1	1,5
Intervalo 5	714	694	4	-20	5	0	0	1,5
<b>Passe 6</b>	694	692,8	4	-1,2	0,3	0,3	1	1,8
Intervalo 6	692,8	672,8	4	-20	5	0	0	1,8
<b>Passe 7</b>	672,8	671,6	4	-1,2	0,3	0,3	1	2,1
Intervalo 7	671,6	651,6	4	-20	5	0	0	2,1
<b>Passe 8</b>	651,6	650,4	4	-1,2	0,3	0,3	1	2,4
Intervalo 8	650,4	630,4	4	-20	5	0	0	2,4
<b>Passe 9</b>	630,4	629,2	4	-1,2	0,3	0,3	1	2,7
Intervalo 9	629,2	609,2	4	-20	5	0	0	2,7
<b>Passe 10</b>	609,2	608	4	-1,2	0,3	0,3	1	3



Tabela 3.5 Configuração de passes de deformação para ensaio sob resfriamento contínuo nas amostras de TMZF e Ti-15%Mo com intervalo entre passes de 20 segundos.

Tempo entre passes de 20 segundos								
Etapa	Temperatura inicial (°C)	Temperatura final (°C)	Taxa de resfriamento (°C/s)	$\Delta T$ (°C)	Tempo (s)	Deformação (mm/mm)	Taxa de deformação (s <sup>-1</sup> )	Deformação verdadeira
<b>Encharque</b>	900	900	0	0	30	0	0	0
Descida para temperatura de início	900	800	50	-100	2	0	0	0
<b>Passe 1</b>	800	799,7	1	-0,3	0,3	0,3	1	0,3
Intervalo 1	799,7	779,7	1	-20	20	0	0	0,3
<b>Passe 2</b>	779,7	779,4	1	-0,3	0,3	0,3	1	0,6
Intervalo 2	779,4	759,4	1	-20	20	0	0	0,6
<b>Passe 3</b>	759,4	759,1	1	-0,3	0,3	0,3	1	0,9
Intervalo 3	759,1	739,1	1	-20	20	0	0	0,9
<b>Passe 4</b>	739,1	738,8	1	-0,3	0,3	0,3	1	1,2
Intervalo 4	738,8	718,8	1	-20	20	0	0	1,2
<b>Passe 5</b>	718,8	718,5	1	-0,3	0,3	0,3	1	1,5
Intervalo 5	718,5	698,5	1	-20	20	0	0	1,5
<b>Passe 6</b>	698,5	698,2	1	-0,3	0,3	0,3	1	1,8
Intervalo 6	698,2	678,2	1	-20	20	0	0	1,8
<b>Passe 7</b>	678,2	677,9	1	-0,3	0,3	0,3	1	2,1
Intervalo 7	677,9	657,9	1	-20	20	0	0	2,1
<b>Passe 8</b>	657,9	657,6	1	-0,3	0,3	0,3	1	2,4
Intervalo 8	657,6	637,6	1	-20	20	0	0	2,4
<b>Passe 9</b>	637,6	637,3	1	-0,3	0,3	0,3	1	2,7
Intervalo 9	637,3	617,3	1	-20	20	0	0	2,7
<b>Passe 10</b>	617,3	617	1	-0,3	0,3	0,3	1	3

Tabela 3.6 Configuração de passes de deformação para ensaio sob resfriamento contínuo nas amostras de TMZF e Ti-15%Mo com intervalo entre passes de 50 segundos.

Tempo entre passes de 50 segundos								
Etapa	Temperatura inicial (°C)	Temperatura final (°C)	Taxa de resfriamento (°C/s)	$\Delta T$ (°C)	Tempo (s)	Deformação (mm/mm)	Taxa de deformação (s <sup>-1</sup> )	Deformação verdadeira
<b>Encharque</b>	900	900	0	0	30	0	0	0
Descida para temperatura de início	900	800	50	-100	2	0	0	0
<b>Passe 1</b>	800	799,88	0,4	-0,12	0,3	0,3	1	0,3
Intervalo 1	799,88	779,88	0,4	-20	50	0	0	0,3
<b>Passe 2</b>	779,88	779,76	0,4	-0,12	0,3	0,3	1	0,6
Intervalo 2	779,76	759,76	0,4	-20	50	0	0	0,6
<b>Passe 3</b>	759,76	759,64	0,4	-0,12	0,3	0,3	1	0,9
Intervalo 3	759,64	739,64	0,4	-20	50	0	0	0,9
<b>Passe 4</b>	739,64	739,52	0,4	-0,12	0,3	0,3	1	1,2
Intervalo 4	739,52	719,52	0,4	-20	50	0	0	1,2
<b>Passe 5</b>	719,52	719,4	0,4	-0,12	0,3	0,3	1	1,5
Intervalo 5	719,4	699,4	0,4	-20	50	0	0	1,5
<b>Passe 6</b>	699,4	699,28	0,4	-0,12	0,3	0,3	1	1,8
Intervalo 6	699,28	679,28	0,4	-20	50	0	0	1,8
<b>Passe 7</b>	679,28	679,16	0,4	-0,12	0,3	0,3	1	2,1
Intervalo 7	679,16	659,16	0,4	-20	50	0	0	2,1
<b>Passe 8</b>	659,16	659,04	0,4	-0,12	0,3	0,3	1	2,4
Intervalo 8	659,04	639,04	0,4	-20	50	0	0	2,4
<b>Passe 9</b>	639,04	638,92	0,4	-0,12	0,3	0,3	1	2,7
Intervalo 9	638,92	618,92	0,4	-20	50	0	0	2,7
<b>Passe 10</b>	618,92	618,8	0,4	-0,12	0,3	0,3	1	3

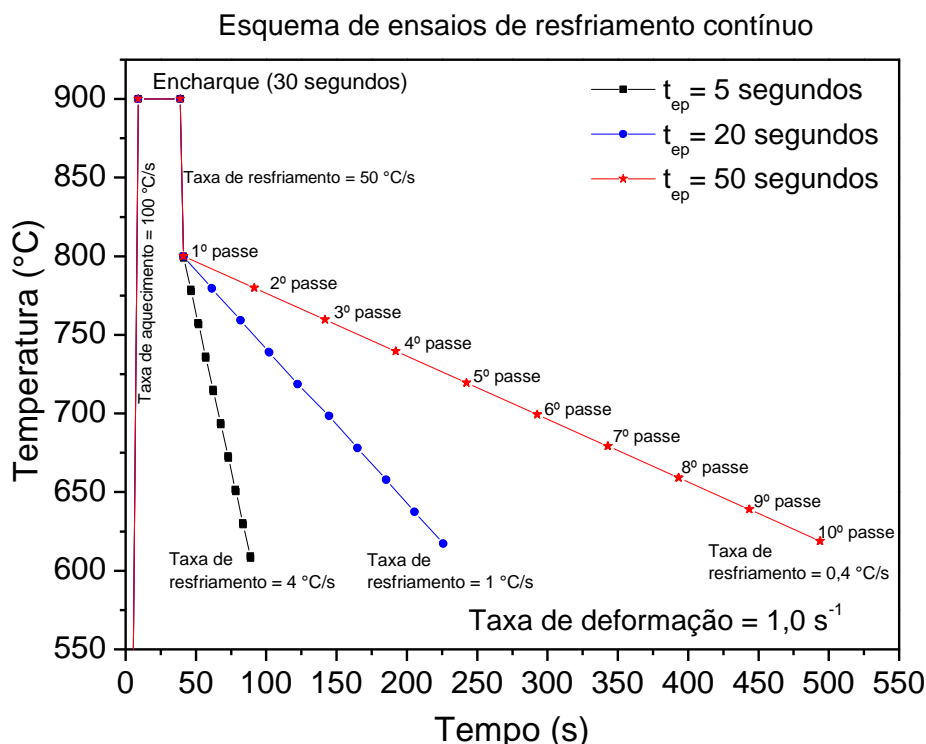


Figura 3.22 Esquema de ensaios de deformação sob resfriamento contínuo por compressão a quente com intervalo entre passes ( $t_{ep}$ ) de 5, 20 e 50 segundos.

Houve ligeira diferença entre temperaturas para a mesma quantidade de passes (para cada tipo de ensaio ou intervalo entre passes), isso será discutido na apresentação dos resultados.

Durante o ensaio de compressão a quente, as amostras sofrem embarilhamento, levando a erros nas tensões calculadas pelo software do equipamento, deste modo, os valores devem ser corrigidos. O método utilizado na correção das curvas é apresentado no item 3.11.

### 3.11 Relações tensão-deformação e correção de embarilhamento

As curvas obtidas a partir do ensaio de compressão no equipamento Gleeble, foram obtidas por meio das Equações 3.1 e 3.2, de tensão e deformação axial verdadeira ( $\varepsilon_z$  e  $\sigma_z$ , respectivamente), utilizando o sistema de extensômetro axial do próprio equipamento para obter a altura do cilindro, considerando que o volume da amostra permaneceu constante (área de seção instantânea ideal):

$$\varepsilon_z = \ln \left( \frac{h_0 + \Delta h}{h_0} \right) \quad (3.1)$$

e

$$\sigma_z = \frac{F}{\left[ \frac{\pi \cdot (d_0)^2 \cdot h_0}{4 \cdot (h_0 + \Delta h)} \right]} \quad (3.2)$$

onde,  $h_0$  é a altura inicial,  $d_0$  o diâmetro inicial do corpo de prova e  $F$  a força aplicada e medida pelo equipamento.

No forjamento axial de cilindros, como no ensaio de compressão a quente, para calcularmos a distribuição de tensões e deformações, assumindo que o material é perfeitamente plástico e ausência de atrito, a tensão efetiva é igual à resistência ao escoamento uniaxial (em  $z$ ) do corpo de prova (condição de compressão ideal), ou seja:

$$\bar{\sigma} = \sigma_z = \frac{4F}{\pi d^2} \quad (3.3)$$

$$\sigma_r = \sigma_\theta = 0 \quad (3.4)$$

onde,  $\sigma_z$ ,  $\sigma_r$  e  $\sigma_\theta$  são as componentes de tensões principais axial, radial e circunferencial, respectivamente e  $d$  = diâmetro instantâneo, em condições de compressão ideal, sem atrito.

Considerando que há isotropia inicial no material, a deformação axial verdadeira ( $\varepsilon_z$ ) pode ser calculada, a qualquer momento do ensaio por:

$$\varepsilon_z = \ln\left(\frac{h}{h_0}\right) \quad (3.5)$$

$$\varepsilon_r = \varepsilon_\theta = -\frac{\varepsilon_z}{2} \quad (3.6)$$

e a deformação efetiva:

$$\bar{\varepsilon} = -\varepsilon_z = \ln\left(\frac{h_0}{h}\right) \quad (3.7)$$

onde,  $\varepsilon_z$ ,  $\varepsilon_r$  e  $\varepsilon_\theta$  são as componentes de deformações principais axial, radial e circunferencial, respectivamente e  $h$  = altura instantânea do corpo de prova.

Entretanto, durante o ensaio de compressão, não podemos utilizar diretamente as relações descritas acima para calcularmos a tensão efetiva, visto que há a existência de atrito entre a garra do equipamento e o corpo de prova, o que leva à ocorrência de um embarrilhamento do corpo de prova. Vários

pesquisadores desenvolveram métodos e aproximações para resolver esse problema por meio de medidas de coeficientes de fricção, porém o que será utilizado no presente trabalho será um desenvolvido por Ettouney e Hardt [141], no qual multiplicando-se a tensão axial verdadeira ( $\sigma_z$ ) por um fator de correção de Bridgman's, que é obtido por meio de medidas realizadas durante o processo de deformação pelo equipamento de ensaio e medidas dos corpos de prova após deformação, determina-se a tensão efetiva. Deste modo, temos a seguinte relação:

$$\bar{\sigma} = (\sigma_z)_{méd} \left\{ \left[ 1 - \frac{2R}{d_2} \right] \ln \left[ 1 - \frac{d_2}{2R} \right] \right\}^{-1} \quad (3.8)$$

onde,

$$\sigma_{z\,méd} = \frac{4L}{\pi \cdot d_2^2} \quad (3.9)$$

e o fator de correção  $C'$  (fator de correção de Bridgman's), que leva em consideração a presença de atrito, é dado por:

$$C' = \left\{ \left[ 1 - \frac{2R}{d_2} \right] \ln \left[ 1 - \frac{d_2}{2R} \right] \right\}^{-1} \quad (3.10)$$

onde,  $R$  é chamada curvatura de Bulge, que relaciona o raio de curvatura formado entre o menor diâmetro do corpo de prova ( $d_1$ ) e o maior ( $d_2$ ), sendo dado por:

$$R = \frac{h^2 + (d_2 - d_1)^2}{4(d_2 - d_1)} \quad (3.11)$$

As medidas  $d_1$ ,  $d_2$  e  $h$  (Figura 3.23) foram realizadas no corpo de prova após o término dos ensaios de deformação sob resfriamento contínuo e foi feita uma média de 3 leituras consecutivas de cada uma dessas dimensões diretamente no corpo de prova, sendo que esses dados foram usados para construir, por meio de interpolação, uma equação polinomial de 3ª ou 4ª ordem que descrevesse o comportamento da de  $h$ ,  $d_1$  e  $d_2$  com a deformação. Cabe aqui ressaltar que a contração proveniente do resfriamento do corpo de prova até a temperatura ambiente, assim como sua recuperação elástica, somado a

erros de calibração do equipamento de medida, pode levar a desvios da medida real ocorrida durante o ensaio.

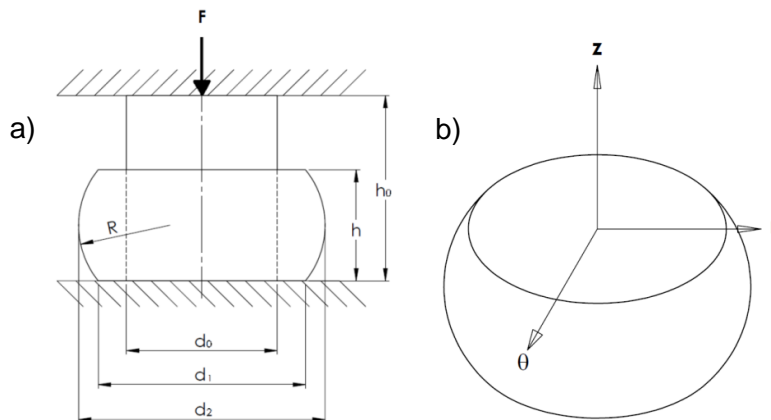


Figura 3.23 (a) Geometria de corpo de prova de ensaio de compressão comum antes e após deformação; (b) três direções principais ( $z$ ,  $r$  e  $\theta$ ), adaptado de Ettouney [141].

As equações utilizadas para realizar a correção da deformação obtida nos ensaios de compressão a quente e as curvas de correção correspondentes às equações geradas para cada material derivadas da leitura da geometria das amostras deformadas podem ser vistas nas Figuras 3.24 e 3.25 para as ligas TMZF e Ti-15%Mo, respectivamente.

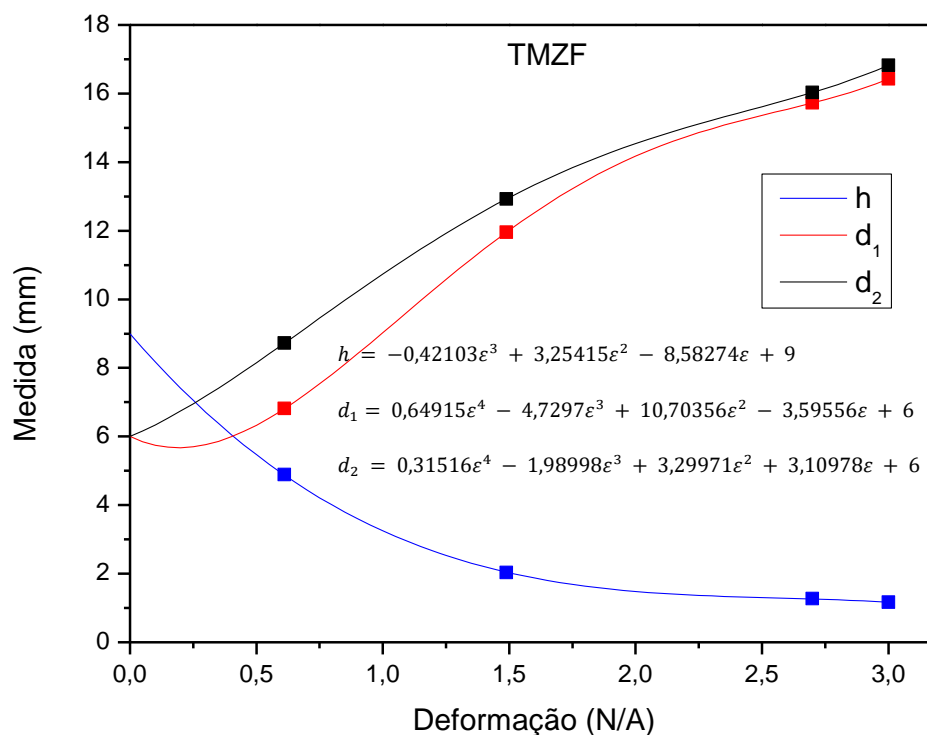


Figura 3.24 Curvas de correção de embaralhamento das amostras da liga TMZF obtidas por meio de equações polinomiais de 3ª e 4ª ordem descritas a partir das medidas realizadas nas amostras deformadas.

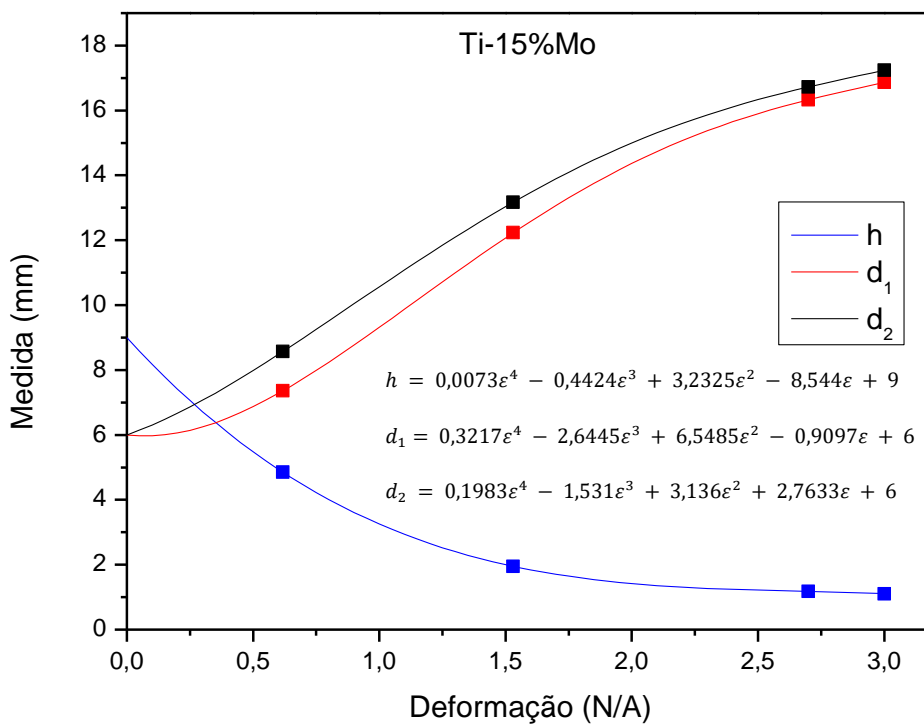


Figura 3.25 Curvas de correção de embarilhamento das amostras da liga Ti-15%Mo obtidas por meio de equações polinomiais de 4ª ordem descritas a partir das medidas realizadas nas amostras deformadas.





## 4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 4.1 Análise química

As Tabelas 4.1 e 4.2 apresentam os valores (% em massa) das análises químicas e a faixa de tolerância de desvio do especificado para as ligas utilizadas no trabalho, na condição especificada pela norma e após a realização dos tratamentos de homogeneização realizados na barra de TMZF forjada (1000 °C por 30 min) e na barra de Ti-15%Mo (900 °C por 2 horas). Os tratamentos térmicos não foram realizados em atmosfera controlada e, portanto, a entrada de elementos leves (O, N e H) foi detectada em pequena quantidade.

Tabela 4.1 Faixa de composição química especificada pela norma ASTM F1813 para a liga TMZF e resultados obtidos nas análises químicas.

Elemento	F1813 (% em massa)	Lingote (como recebido)	Forjado e solubilizado
O	0,008 – 0,28	0,150 ± 0,00347	0,131 ± 0,001
N	0,05 máx	0,0127 ± 0,00186	0,014667 ± 0,0006
H	0,02 máx	0,00183 ± 0,000562	0,014667 ± 0,0009

Tabela 4.2 Faixa de composição química especificada pela norma ASTM F2066 para a liga Ti-15%Mo e resultados obtidos nas análises químicas.

Elemento	F2066 (% em massa)	Barra (como recebida)	Barra solubilizada
O	0,2 máx	0,161 ± 0,0039	0,169 ± 0,005
N	0,05 máx	0,00408 ± 0,000562	0,0142 ± 0,0006
H	0,015 máx	0,012 ± 0,00264	0,0176 ± 0,00115

Pela Tabela 4.1 é possível verificar que, para o material na condição forjado e solubilizado, todos os elementos analisados encontram-se dentro dos limites estabelecidos pela norma ASTM F1813. Já para a liga Ti-15%Mo (Tabela 4.2), houve maior contaminação da liga pelo elemento H e sua concentração se apresentou acima do valor máximo especificado pela norma ASTM F2066. O efeito da entrada deste elemento na liga Ti-15%Mo será avaliado pelas análises de raios-X. A quantidade do elemento O na liga TMZF (Tabela 4.1) provavelmente se apresentou reduzida em relação ao lingote devido à usinagem prévia do material utilizado para análise (barra forjada solubilizada), o que promoveu a remoção de possíveis óxidos superficiais e causou a redução deste quando comparado à liga no estado como recebido.

## 4.2 Microestrutura inicial

### 4.2.1 Caracterização inicial da liga TMZF

A microestrutura da liga TMZF na condição como recebida, ou seja, na condição de lingote, pode ser visualizada na Figura 4.1.

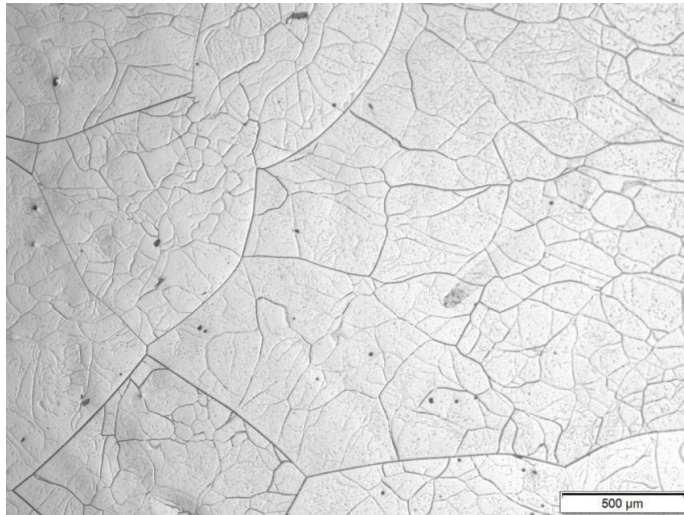


Figura 4.1 Microestrutura do lingote de TMZF como recebido obtida por MO, mostrando estrutura grosseira de fase beta com subestruturas provenientes do resfriamento lento.

É possível observar que a microestrutura do lingote possui grãos acentuadamente grandes (acima de 1,0 mm) constituídos por fase beta, com subestruturas internas provenientes de processos de recuperação, formados provavelmente durante resfriamento lento do lingote. Não foi observada a presença de fase alfa na microestrutura analisada. A microestrutura da liga após forjamento rotativo a quente pode ser vista na Figura 4.2.

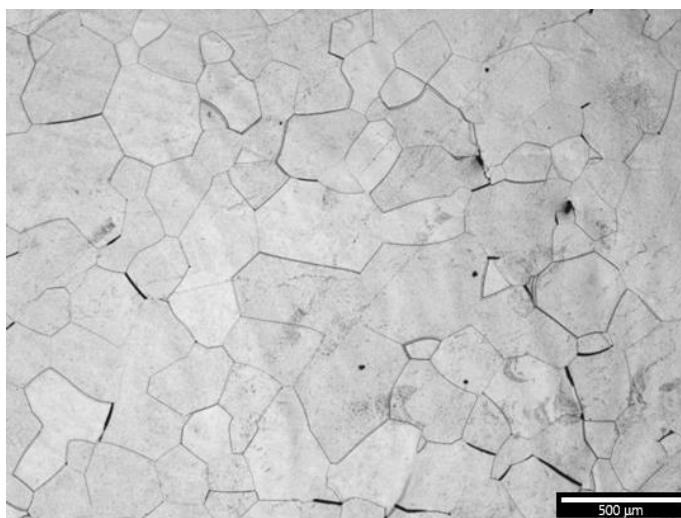


Figura 4.2 Microestrutura de seção transversal da barra como forjada da liga TMZF em região central.

Pela análise da microestrutura do material TMZF como forjado foi possível observar a ocorrência de um refino na microestrutura promovido por processos de recristalização ocorridos durante o forjamento. A microestrutura se apresenta com grãos equiaxiais e a média da distribuição do tamanho de grãos medida foi de  $243 \pm 13 \mu\text{m}$ . Novamente foi observada apenas a presença de fase beta. O módulo elástico medido para a liga nesta condição é apresentado na Tabela 4.3.

Tabela 4.3 Módulo elástico da liga TMZF após forjamento (obtido via excitação por impulso).

<b>Condição</b>	<b>E (GPa)</b>
<b>Forjado</b>	$70 \pm 3$

O valor medido de módulo elástico da barra forjada de TMZF, obtido pelo método de excitação por impulso, foi ligeiramente abaixo do esperado para a liga TMZF [142], que seria da ordem de 74 GPa. Quando, porém, consideramos o valor do desvio padrão podemos considerar que o resultado está dentro do erro experimental das medidas, uma vez que o valor da literatura, de 74 GPa, também apresenta um desvio padrão e podem também ser justificados pelas diferentes metodologias empregadas aqui quando comparadas com a literatura.

A microestrutura da barra forjada da liga TMZF após tratamento de homogeneização pode ser vista na Figura 4.3.

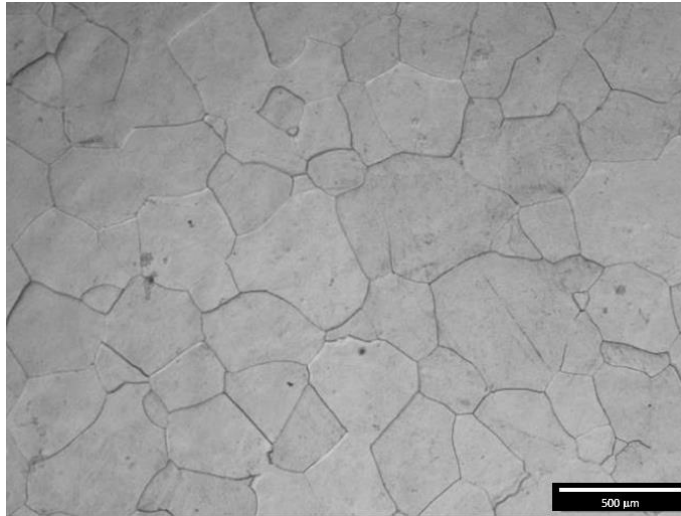


Figura 4.3 Microestrutura de seção transversal da barra forjada da liga TMZF tratada a 1000 °C por 30 min em região central.

Após o tratamento de solubilização realizado na liga TMZF, a distribuição média do tamanho de grão observada foi de  $257 \pm 27 \mu\text{m}$ . Houve ligeiro aumento do tamanho de grão com maior variação do desvio visto que, provavelmente os grãos maiores já presentes anteriormente ao tratamento cresceram em detrimento da redução dos menores durante o tempo em temperatura elevada.

#### 4.2.2 Caracterização inicial da liga Ti-15%Mo

A microestrutura da barra de Ti-15%Mo como recebida pode ser visualizada na Figura 4.4.

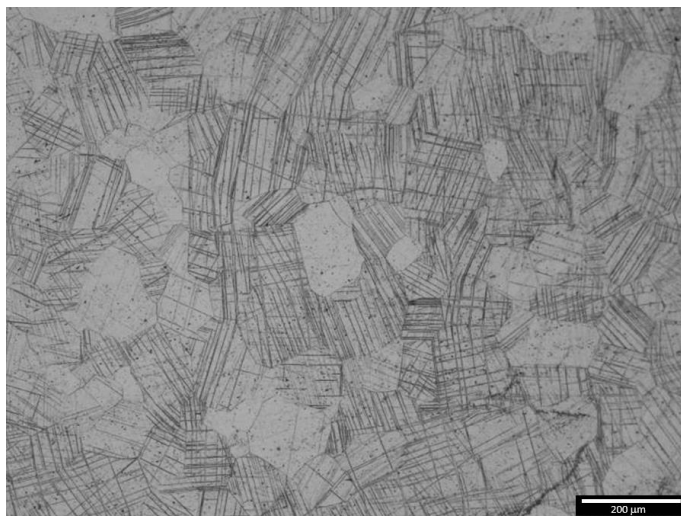


Figura 4.4 Microestrutura da seção transversal da barra de Ti-15%Mo como recebida, região central.

A microestrutura do material Ti-15%Mo como recebido apresentou grãos equiaxiais com média de tamanho de grãos de  $115 \pm 15 \mu\text{m}$  contendo alta quantidade de maclas de deformação com formato lenticular, as quais foram formadas durante processamento mecânico das barras da liga. A microestrutura da liga após tratamento térmico pode ser vista na Figura 4.5.

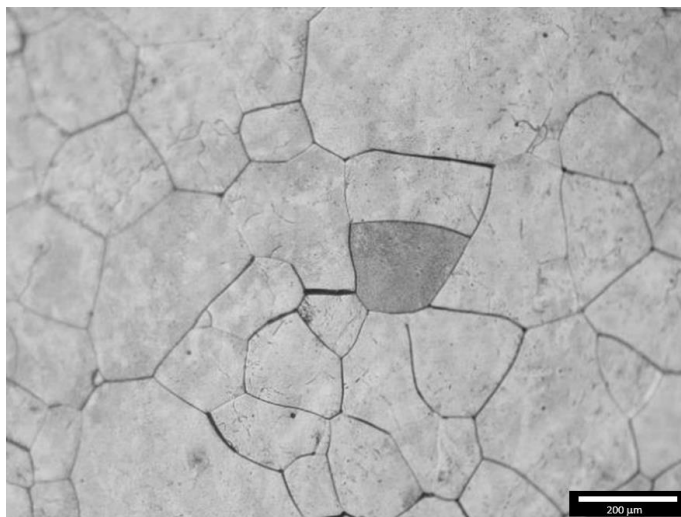


Figura 4.5 Microestrutura de seção transversal da barra de Ti-15%Mo tratada a  $900 \text{ }^\circ\text{C}$  por 2 horas, região central.

A média da distribuição de tamanhos de grão da liga Ti-15%Mo solubilizada foi de  $183 \pm 23 \mu\text{m}$ , o que revela ter havido crescimento de grãos durante tratamento térmico em temperaturas elevadas de maneira mais acentuada que para a liga TMZF. A diferença observada no crescimento de grãos entre as ligas se deve ao maior tempo em que a liga Ti-15%Mo foi mantida em tratamento para remoção da estrutura maclada. As propriedades mecânicas, obtidas por meio de ensaio de tração de acordo com norma ASTM E8/E8M, foram obtidas em trabalhos anteriores do grupo de pesquisa [136] utilizando a mesma liga (do mesmo lote), são apresentadas na Tabela 4.4.

Tabela 4.4 Propriedades mecânicas da liga Ti-15%Mo (barra) [136].

Condição	E (GPa)	LE (MPa)	LRT (MPa)	AL%	RA%
Como recebido	$70 \pm 1$	$843 \pm 32$	$967 \pm 2$	$17,2 \pm 0,1$	$71 \pm 2$

O módulo elástico apresentado pela liga Ti-15%Mo (obtido via ensaio de tração uniaxial) foi abaixo do valor geralmente apresentado na literatura para esta liga, de aproximadamente 83 GPa [143], porém o módulo elástico foi medido

novamente via excitação por impulso (Tabela 4.5) e se mostrou estar de acordo com o valor relatado na literatura.

Tabela 4.5 Módulo elástico da liga Ti-15%Mo (barra) obtido via excitação por impulso.

Condição	E (GPa)
Como recebido	$82 \pm 2$

### 4.3 Análise de DSC

A curva de DSC da análise realizada na liga TMZF (condição lingote como recebido é mostrada na Figura 4.6.

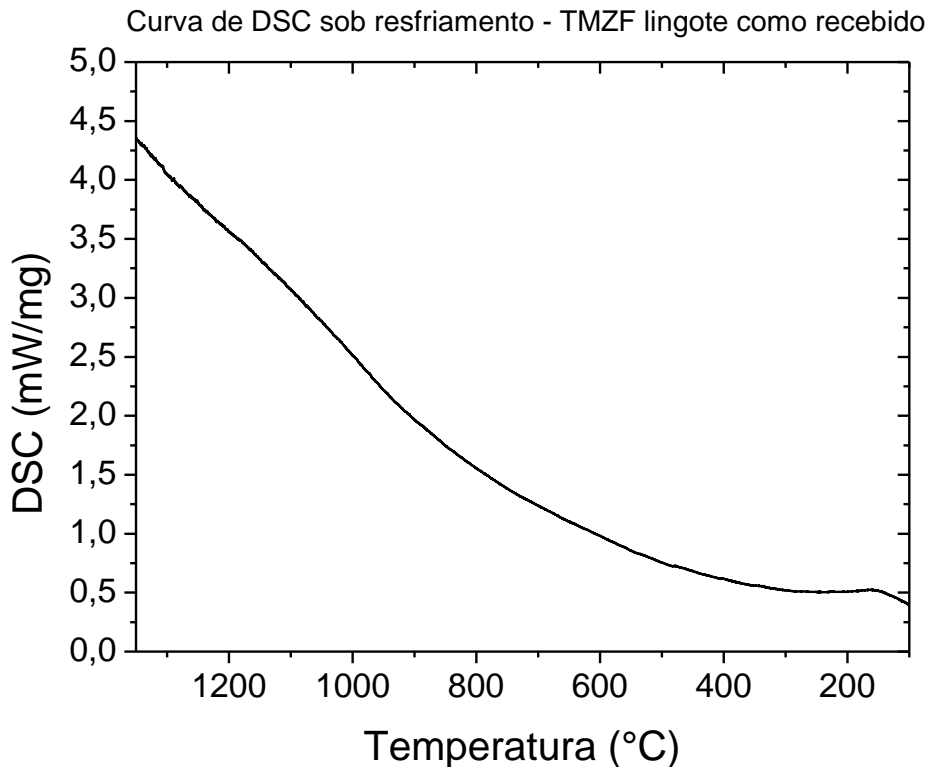


Figura 4.6 Curva obtida em análise de DSC de liga TMZF na condição como recebido (lingote).

Não foi observada nenhuma característica relacionada a mudanças de fase na faixa de temperatura analisada no ensaio de DSC. Tentou-se realizar análises de DSC em faixas de temperatura mais próximas à temperatura de fusão, porém devido à temperatura de fusão de ligas de titânio ser muito elevada, não houve equipamento adequado para a realização de tais análises, assim como não foi possível realizar a mesma análise na liga Ti-15%Mo, visto que esta

foi adicionada ao escopo do presente trabalho após a análise na liga TMZF ter sido realizada.

#### 4.4 Amostras deformadas após ensaio de compressão

Algumas amostras representativas que foram ensaiadas por meio de compressão a quente podem ser observadas nas Figuras de 4.7 a 4.10. A ocorrência de embarilhamento devido a condições de atrito durante o ensaio mecânico pôde ser observada em todas as amostras, de maneira mais evidente naquelas ensaiadas sob resfriamento contínuo (Figuras 4.8 e 4.10), onde as amostras deformadas apenas por dois passes de deformação apresentam suas laterais abauladas e extremidades (que estiveram em contato com as garras do equipamento) reduzidas. Pela superfície das amostras, pôde-se observar a ocorrência de oxidação superficial, apesar do controle de atmosfera (argônio) ter sido realizado durante o ensaio. É também possível observar que as lâminas de nióbio permaneceram aderidas às superfícies da amostra em contato com as garras de carvão do equipamento. O restante das amostras após ensaio de compressão a quente é apresentado no Apêndice I.



Figura 4.7 Amostras da liga TMZF após ensaio isotérmico de compressão a quente a 650 °C, com 0,172; 1,72 e 17,2 s<sup>-1</sup>, da esquerda para a direita, respectivamente.



Figura 4.8 Amostras da liga TMZF após ensaio de deformação sob resfriamento contínuo por compressão a quente com intervalo entre passes de 5 segundos, da esquerda para a direita, 2 passes, 5 passes, 9 passes e 10 passes de deformação, respectivamente.

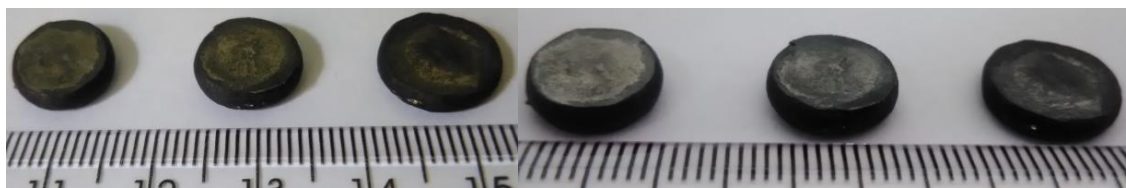


Figura 4.9 Amostras da liga Ti-15%Mo após ensaio isotérmico de compressão a quente a 650 °C, com 0,172; 1,72 e 17,2 s<sup>-1</sup>, da esquerda para a direita, respectivamente.

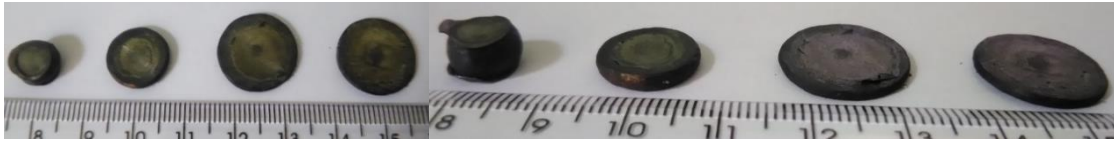


Figura 4.10 Amostras da liga Ti-15%Mo após ensaio de deformação sob resfriamento contínuo por compressão a quente com intervalo entre passes de 5 segundos, da esquerda para a direita, 2 passes, 5 passes e 10 passes de deformação, respectivamente.

Outro fato importante de ser observado nas amostras deformadas é que a lâmina de nióbio foi bastante deformada durante o ensaio e que, com altos níveis de deformação, seu tamanho (diâmetro do disco) não foi o suficiente para evitar que o titânio deformado tivesse contato com a garra do equipamento. Isso pode ter levado a um aumento da ocorrência de atrito durante os ensaios. A camada de nióbio aderida à superfície foi completamente removida por lixamento para que as análises das microestruturas pudessem ser realizadas.

#### 4.5 Variação da temperatura devido ao aquecimento adiabático

A seguir é apresentada a variação da temperatura da superfície das amostras deformadas a quente nos ensaios isotérmicos. A variação da temperatura foi registrada por termopares soldados à superfície dos corpos de prova e os dados são automaticamente inseridos nos arquivos de saída de resultados do equipamento Gleeble. As variações de temperatura devido ao aquecimento adiabático nos ensaios de deformação sob resfriamento contínuo foram consideradas e utilizadas para correção dos valores de tensão, como detalhado a seguir.

##### 4.5.1 Ensaios de compressão isotérmicos da liga TMZF

Como discutido no item 2.3.2 da revisão bibliográfica, a ocorrência de aquecimento adiabático durante a deformação em altas taxas de deformação poderia ocorrer, visto que esse fenômeno foi relatado para ligas de titânio beta em condições de ensaio semelhantes. Deste modo, verificou-se o comportamento da variação de temperatura e seu respectivo desvio em relação



à temperatura de ensaio isotérmico para que as curvas tensão *versus* deformação pudessem ser corrigidas de acordo com as Equações 2.4 e 2.5.

A correção das curvas tensão *versus* deformação foi realizada considerando para a liga TMZF  $\rho = 4.98 \text{ g/cm}^3$  [144]. O valor da capacidade térmica da liga TMZF não foi encontrado na literatura e assumiu-se o mesmo valor do  $C_p$  da liga Ti-15%Mo, de  $500 \text{ J/K.kg}$ . A temperatura de transição para a liga TMZF é reportada como sendo de  $T_\beta = 743 \text{ }^\circ\text{C}$  [16], valor próximo à temperatura de transição para a liga Ti-15%Mo e, portanto, com comportamento similar da variação da temperatura para as amostras deformadas acima e abaixo da temperatura de transição. A variação de temperatura com a deformação registrada no equipamento Gleeble é mostrada na Figura 4.11 para a liga TMZF para as diferentes temperaturas e taxas de deformação de ensaio.

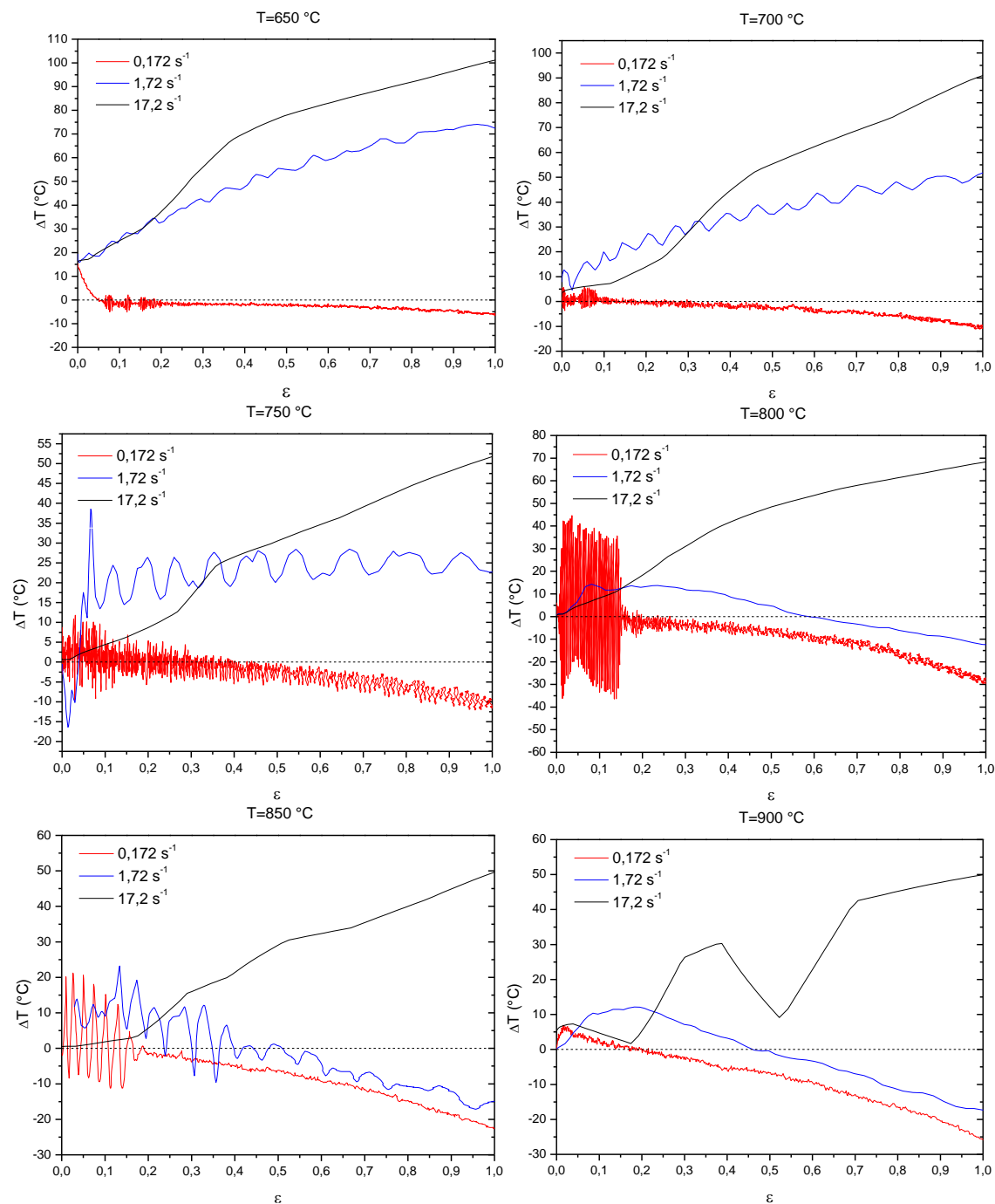


Figura 4.11 Variação de temperatura de acordo com deformação registrada por termopar na superfície dos corpos de prova da liga TMZF durante ensaio de compressão a quente isotérmico para diferentes taxas de deformação e temperaturas de ensaio.

Pelas curvas é possível observar que as amostras deformadas em menores taxas de deformação apresentaram maior oscilação de temperatura, sendo constituídas de variações positivas no estágio inicial da deformação, seguido de uma crescente redução na temperatura de ensaio para as temperaturas isotérmicas acima de  $750\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Essa variação pode estar ligada ao

fato de estes ensaios terem ocorrido em temperatura próximas ou acima da transição de fases beta ( $T_\beta = 743 \text{ °C}$  [16]), porém a razão da ocorrência deste comportamento não foi foco de estudo no presente trabalho. Observou-se também que a variação da temperatura para os ensaios realizados a  $17,2 \text{ s}^{-1}$  foi aumentada conforme a temperatura do ensaio foi reduzida, o que era de se esperar devido à necessidade de maiores tensões para deformar o material em menores temperaturas, aumentando a quantidade de trabalho mecânico aplicada ao corpo de prova e conseqüentemente o aquecimento adiabático ocorrido, uma vez observada a relação de proporcionalidade entre estes fatores.

#### **4.5.2 Ensaio de compressão isotérmica da liga Ti-15%Mo**

O comportamento da variação da temperatura durante ensaios de compressão a quente para as amostras de Ti-15%Mo ensaiadas isotermicamente (Figura 4.12) foi semelhante ao apresentado pela liga TMZF exposto no item anterior; porém, verificou-se que os aumentos de temperatura ocorridos durante deformação a  $17,2 \text{ s}^{-1}$  foram menores em relação à liga TMZF, o que era de se esperar visto a maior resistência mecânica da liga TMZF e conseqüente necessidade de realização de maior trabalho mecânico para promover sua deformação. Para a correção das curvas de acordo com as equações para a liga Ti-15%Mo, utilizou-se os valores de  $C_p = 500 \text{ J/K.kg}$  e  $\rho = 5,4 \text{ g/cm}^3$  [145]. A variação da temperatura durante ensaios para as diferentes temperaturas e taxas de deformação dos ensaios isotérmicos para esta liga pode ser visualizada na Figura 4.12.

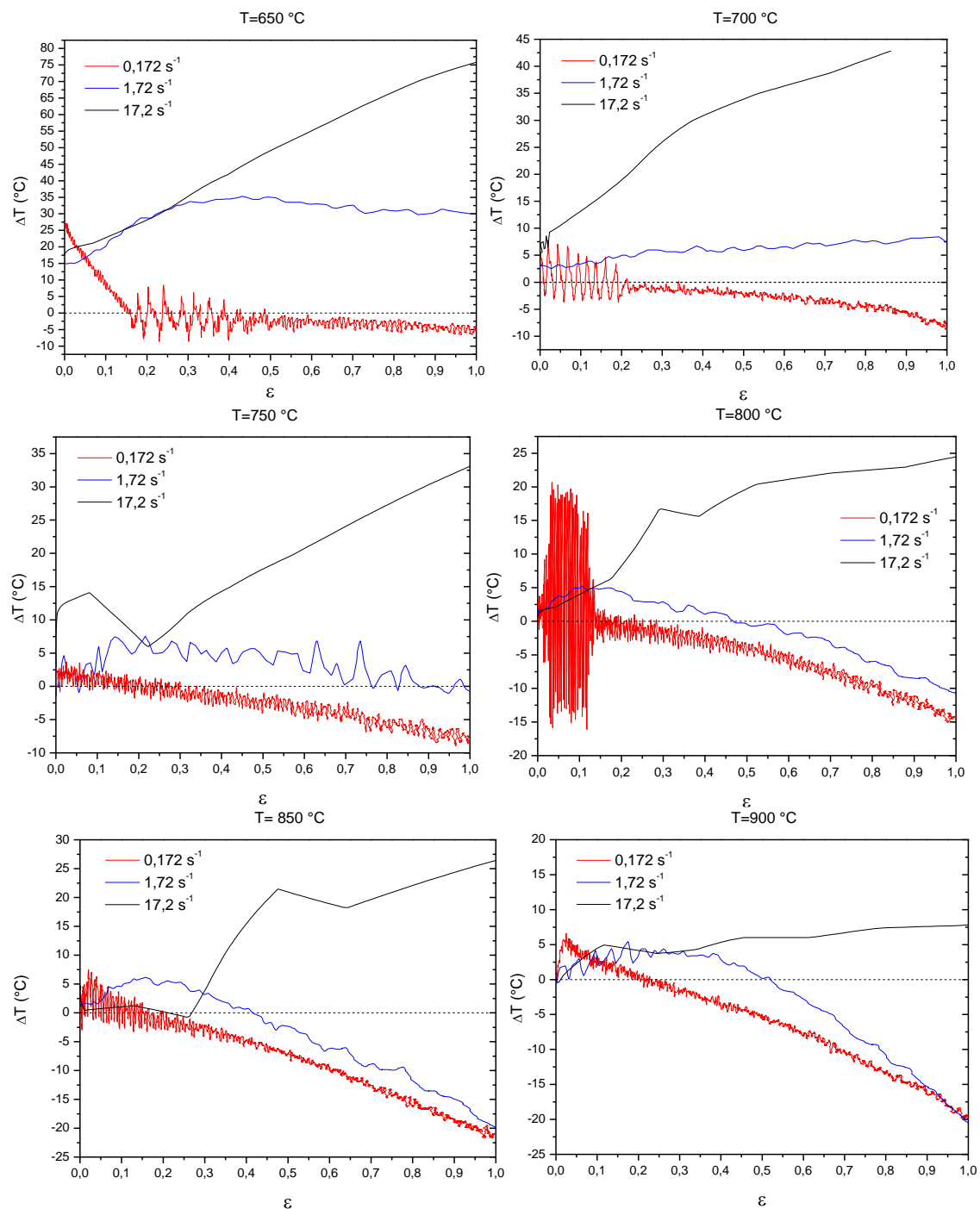


Figura 4.12 Variação de temperatura de acordo com deformação registrada por termopar na superfície dos corpos de prova da liga Ti-15%Mo durante ensaio de compressão a quente isotérmico para diferentes taxas de deformação e temperaturas de ensaio.

## **4.6 Curvas tensão versus deformação corrigidas e equações**

A seguir, são apresentadas as curvas construídas com os dados originais obtidos no equipamento de ensaio e uma curva média obtida por meio de suavização por um filtro digital denominado Savitzky-Golay construído através da realização de sucessivas convoluções de polinômios (em preto). Este filtro foi utilizado para suavizar os ruídos do sinal do equipamento de maneira a não distorcer a tendência das curvas (como fariam as médias adjacentes entre pontos), perdendo informações importantes sobre o início da deformação plástica.

### **4.6.1 Curvas de ensaios de compressão isotérmicos da liga TMZF**

As curvas já corrigidas para embarrilhamento e variação de temperatura obtidas do ensaio de compressão a quente à taxa de deformação de  $0,172 \text{ s}^{-1}$  para as diferentes temperaturas de ensaio, são mostradas na Figura 4.13. É possível observar uma grande quantidade de ruídos nas curvas; porém, com o ajuste de uma curva média (como descrito anteriormente), é possível verificar a presença de escoamento descontínuo para a maioria das temperaturas ensaiadas, ficando menos pronunciado em temperaturas acima da temperatura de transição ( $743 \text{ }^\circ\text{C}$ ) e não estando presente a  $900 \text{ }^\circ\text{C}$ . O fenômeno do escoamento descontínuo, como discutido no item 2.3.1, tem sido relacionado à rápida geração de discordâncias móveis a partir de contornos de grãos e sua magnitude tende a ser reduzida com o aumento da temperatura de deformação, o que foi confirmado pelas curvas obtidas em maiores temperaturas. Também é interessante notar que a ocorrência deste fenômeno se deu, para esta taxa de deformação, em temperaturas abaixo da temperatura de transição de fase beta, indicando uma possível influência do campo de equilíbrio em que a liga é deformada na ocorrência e acentuação deste fenômeno.

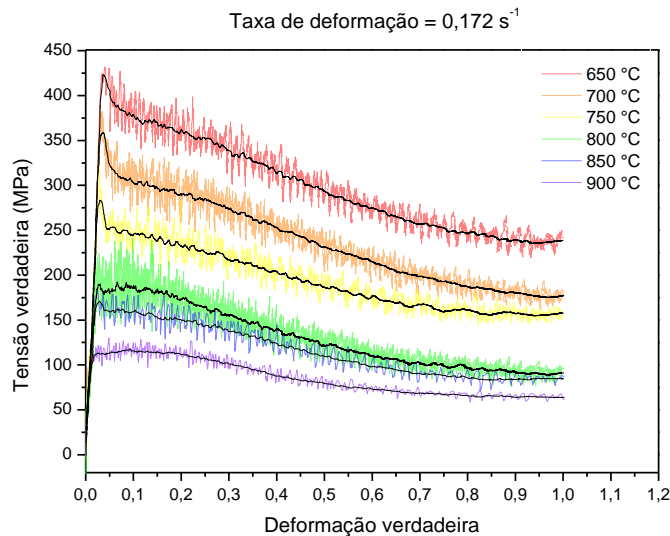


Figura 4.13 Curvas obtidas no ensaio de compressão a quente isotérmico das amostras de liga TMZF em taxa de deformação de  $0,172 \text{ s}^{-1}$  e suavização dos pontos por meio de filtro digital (em preto).

Adicionalmente, pode ser verificado que apenas a curva referente ao ensaio realizado a  $900 \text{ °C}$  alcançou um estado estacionário bem definido de tensão em menores níveis de deformação, sendo esta a curva com formato mais similar ao de materiais que sofrem recristalização dinâmica. Para o restante das temperaturas analisadas, a liga foi continuamente amaciada conforme a deformação foi aplicada, indicando que os fenômenos de amaciamento operantes na liga até a deformação de  $0,8$  resultaram em uma taxa de encruamento negativa, ou seja, que a contribuição do termo de amaciamento na tensão resultante foi maior que o endurecimento causado pelo encruamento.

A curva referente ao ensaio realizado a  $800 \text{ °C}$  (em verde) apresentou uma tensão muito próxima aos valores obtidos no ensaio realizado a  $850 \text{ °C}$  para a mesma taxa de deformação; porém, com formato ligeiramente distinto, visto que a tensão de pico foi deslocada para maiores valores de deformação, se assemelhando ao formato de uma curva típica de ocorrência de recristalização dinâmica a partir desta temperatura de ensaio. Podemos afirmar que a  $850 \text{ °C}$  e  $0,172 \text{ s}^{-1}$  há a ocorrência de um fenômeno de endurecimento dinâmico, visto que os valores de tensão foram elevados a níveis próximos aos apresentados pela amostra ensaiada em temperatura de  $800 \text{ °C}$ .

Pela análise das curvas obtidas nas taxas de deformação de  $1,72$  e  $17,2 \text{ s}^{-1}$  (Figuras 4.14 e 4.15, respectivamente), onde é observado que o

comportamento das curvas de ensaio a 850 e 900 °C não ocorre de maneira semelhante ao esperado devido à redução da temperatura, supõe-se também que a ocorrência de fenômenos metalúrgicos influenciados pela temperatura possam ter sido ativados a partir de 800°C. Pelas análises microestruturais realizadas, não foi observada a ocorrência de nenhuma alteração que explicasse o fenômeno observado e não houve quantidade remanescente de corpos de prova disponíveis para realização dos ensaios em duplicata. Deste modo, o comportamento das curvas obtidas nessa faixa de temperaturas pode estar associado à ocorrência de precipitação adicional de fase  $\omega$  ou dissolução de fase  $\beta'$  (formada por decomposição espinodal), o que será discutido adiante nas análises de raios-X realizadas, o mesmo comportamento é evidenciado na liga Ti-15%Mo, na qual é sabida a ocorrência deste tipo de fenômeno. A ocorrência desses desvios não pôde ser avaliada em maior profundidade por meio de análises de microscopia de transmissão devido à falta de tempo necessário à realização na etapa de caracterização do presente trabalho e interrupção de análises devido ao COVID-19. As curvas obtidas referentes à taxa de deformação de  $1,72 \text{ s}^{-1}$  são mostradas na Figura 4.14.

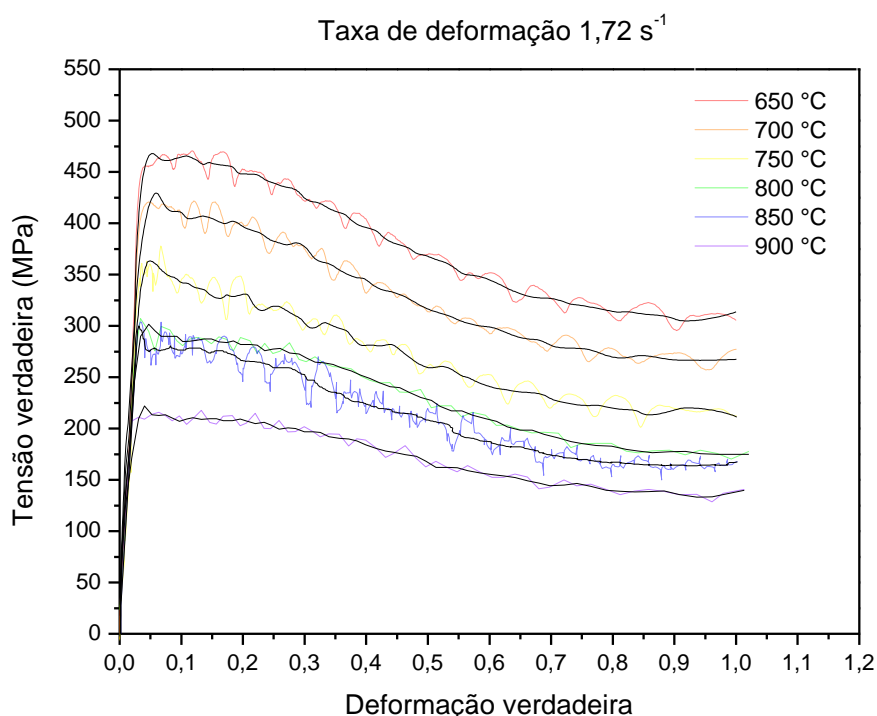


Figura 4.14 Curvas obtidas no ensaio de compressão a quente isotérmico das amostras de liga TMZF em taxa de deformação de  $1,72 \text{ s}^{-1}$  e suavização dos pontos por meio de filtro digital (em preto).

Analisando-se as curvas mostradas na Figura 4.14 é possível observar o desaparecimento do fenômeno de escoamento descontínuo, porém ficam evidentes flutuações na magnitude da tensão de pico muito semelhantes a flutuações ocorridas em ligas que sofrem um tipo de escoamento chamado Portevin-Le Chatelier (PLC). Entretanto, a ocorrência de PLC nessa faixa de taxas de deformação não foi encontrada na literatura analisada, ao contrário do verificado em baixas taxas de deformação (menores que  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ), onde esse efeito é facilmente verificado em ligas beta devido a interações entre discordâncias e a fase ômega dispersa na matriz beta [146], e portanto, as flutuações nos níveis de tensão foram atribuídas apenas à ocorrência de ruídos de aquisição de sinal.

O comportamento das curvas apresentadas na Figura 4.14 foi semelhante ao observado nas deformações realizadas em taxa de deformação  $0,172 \text{ s}^{-1}$ , em que se verificou um aumento da tensão associada à deformação para todas as temperaturas testadas, o que era esperado devido aumento da taxa de deformação. Nesta taxa de deformação, não foi alcançado um estado estacionário de tensão em nenhuma das temperaturas analisadas.

As curvas mostradas na Figura 4.15 são referentes aos ensaios realizados com taxa de deformação de  $17,2 \text{ s}^{-1}$ . É possível observar uma queda de aproximadamente 25 MPa na magnitude da tensão nos estágios iniciais de deformação em temperatura de  $800 \text{ }^\circ\text{C}$  e quedas de menor magnitude nas amostras ensaiadas a  $850$  e  $900 \text{ }^\circ\text{C}$ . Essas quedas podem estar associadas à ocorrência de bandas de cisalhamento ou de deformação advindas de aquecimento adiabático em regiões da amostra. Não foi observada a ocorrência de escoamento descontínuo em nenhuma das curvas analisadas a esta taxa de deformação.



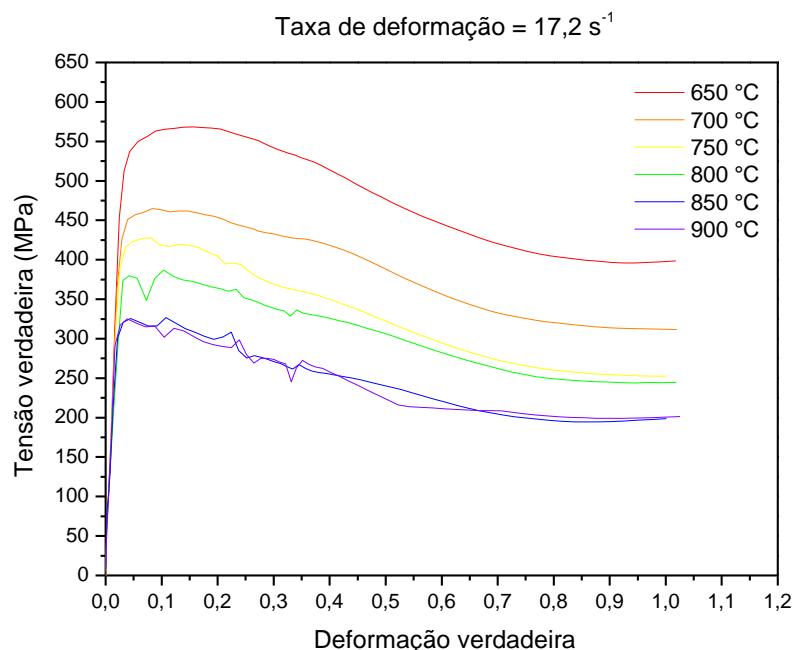


Figura 4.15 Curvas obtidas no ensaio de compressão a quente isotérmico das amostras de liga TMZF em taxa de deformação de  $17,2 \text{ s}^{-1}$ .

As curvas tensão versus deformação das amostras ensaiadas nas temperaturas de 850 e 900 °C se interceptaram em vários pontos ao longo da deformação aplicada. Pelo comportamento das curvas ensaiadas a 850 °C em outras taxas de deformação parece haver a tendência de aumento da tensão associada à temperatura de deformação de 850 °C para as taxas de deformação de 0,172 e  $1,72 \text{ s}^{-1}$ . Já para a taxa de deformação de  $17,2 \text{ s}^{-1}$ , a temperatura em que o aumento da tensão foi observado foi de 900 °C.

Um outro aspecto importante a ser comentado é o forte encruamento inicial verificado em todas as curvas e para todas as condições. Como será discutido mais adiante, precipitados da fase ômega já estavam presentes antes dos ensaios, assim, um encruamento mais intenso é esperado devido à interação entre discordâncias e precipitados. Há que se comentar também que há a possibilidade de ter ocorrido precipitação adicional durante a deformação, o que favoreceria ainda mais tal comportamento (será discutido no item 4.8). No aspecto amaciamento, de forma geral, observa-se uma forte tendência da liga a se recuperar, ou seja, a recristalização dinâmica está sendo atrasada muito provavelmente pelo efeito de soluto nesta liga.

Devido à grande irregularidade das curvas proveniente dos ruídos de sinal do software, mesmo com aplicação do filtro digital anteriormente citado,

equações polinomiais de 9º ordem que descrevessem o comportamento médio das curvas experimentais a partir de 0,02 de deformação até 0,8 foram descritas a partir dos dados através de regressões não lineares pelo método dos mínimos quadrados no *software* Origin 8.5. Os dados referentes às deformações acima de 0,8 foram excluídos da análise, visto que ocasionavam maior erro às equações utilizadas para descrever o comportamento da tensão.

Na Tabela 4.6 é possível observar as equações obtidas para descrição do comportamento da tensão de acordo com a deformação para a liga TMZF. Em seguida, são apresentadas as plotagens das equações apresentadas na Tabela 4.6 junto às curvas originais obtidas no ensaio de compressão a quente (Figuras 4.16 a 4.18), já corrigidas para os efeitos de embarrilhamento e aquecimento adiabático.

Tabela 4.6 Equações polinomiais de 9ª ordem utilizadas para descrição da tensão da liga TMZF de acordo com deformação (para deformações de 0,02 a 0,8).

Temperatura	Taxa de deformação	Equação (MPa)
650 °C	0,172 s <sup>-1</sup>	$\sigma = 481,96904 - 2602,06152. \varepsilon + 26028,86388. \varepsilon^2 - 143968,75415. \varepsilon^3 + 461958,59598. \varepsilon^4 - 911228,14105. \varepsilon^5 + 1117600. \varepsilon^6 - 826120,1824. \varepsilon^7 + 334589,28211. \varepsilon^8 - 56495,00132. \varepsilon^9$
	1,72 s <sup>-1</sup>	$\sigma = 410,67188 + 1615,42769. \varepsilon - 18776,41024. \varepsilon^2 + 111926,07199. \varepsilon^3 - 408943,19501. \varepsilon^4 + 927203,98528. \varepsilon^5 - 1308490. \varepsilon^6 + 1120260. \varepsilon^7 - 533325,3666. \varepsilon^8 + 108430,56113. \varepsilon^9$
	17,2 s <sup>-1</sup>	$\sigma = 441,25426 + 3217,63508. \varepsilon - 32899,54884. \varepsilon^2 + 183412,22832. \varepsilon^3 - 626599,17458. \varepsilon^4 + 1334740. \varepsilon^5 - 1779570. \varepsilon^6 + 1445120. \varepsilon^7 - 653903,00737. \varepsilon^8 + 126427,42596. \varepsilon^9$
700 °C	0,172 s <sup>-1</sup>	$\sigma = 436,33401 - 3702,69442. \varepsilon + 41526,01064. \varepsilon^2 - 250586,78643. \varepsilon^3 + 883543,74007. \varepsilon^4 - 1927610. \varepsilon^5 + 2635110. \varepsilon^6 - 2195540. \varepsilon^7 + 1018700. \varepsilon^8 - 201701,40997. \varepsilon^9$
	1,72 s <sup>-1</sup>	$\sigma = 382,97903 + 1484,29867. \varepsilon - 24402,38623. \varepsilon^2 + 188376,61673. \varepsilon^3 - 830657,66663. \varepsilon^4 + 2181260. \varepsilon^5 - 3474180. \varepsilon^6 + 3292540. \varepsilon^7 - 1707370. \varepsilon^8 + 372850,73878. \varepsilon^9$
	17,2 s <sup>-1</sup>	$\sigma = 389,66892 + 1977,15874. \varepsilon - 17911,61156. \varepsilon^2 + 69390,13006. \varepsilon^3 - 117524,28239. \varepsilon^4 + 5270,27578. \varepsilon^5 + 283349,43286. \varepsilon^6 - 429581,88009. \varepsilon^7 + 268185,69482. \varepsilon^8 - 63232,46156. \varepsilon^9$
750 °C	0,172 s <sup>-1</sup>	$\sigma = 330,85038 - 2690,39667. \varepsilon + 34056,06401. \varepsilon^2 - 228907,74266. \varepsilon^3 + 883422,33157. \varepsilon^4 - 2078690. \varepsilon^5 + 3029200. \varepsilon^6 - 2666100. \varepsilon^7 + 1297450. \varepsilon^8 - 267923,18459. \varepsilon^9$
	1,72 s <sup>-1</sup>	$\sigma = 317,97528 + 1545,68373. \varepsilon - 24446,35955. \varepsilon^2 + 169978,96748. \varepsilon^3 - 662738,3198. \varepsilon^4 + 1542950. \varepsilon^5 - 2192630. \varepsilon^6 + 1864500. \varepsilon^7 - 871154,94521. \varepsilon^8 + 171889,85022. \varepsilon^9$
	17,2 s <sup>-1</sup>	$\sigma = 356,95656 + 2092,32172. \varepsilon - 22341,53811. \varepsilon^2 + 112329,46918. \varepsilon^3 - 342765,15206. \varepsilon^4 + 678362,12125. \varepsilon^5 - 886851,26069. \varepsilon^6 + 742203,13911. \varepsilon^7 - 358849,01931. \varepsilon^8 + 75716,05224. \varepsilon^9$

800 °C	0,172 s <sup>-1</sup>	$\sigma = 183,59547 - 85,57771 \cdot \epsilon + 3646,62777 \cdot \epsilon^2 - 40917,65068 \cdot \epsilon^3 + 190538,62832 \cdot \epsilon^4 - 484787,466 \cdot \epsilon^5 + 724397,62795 \cdot \epsilon^6 - 632911,03768 \cdot \epsilon^7 + 298835,40632 \cdot \epsilon^8 - 58809,13372 \cdot \epsilon^9$
	1,72 s <sup>-1</sup>	$\sigma = 253,83221 + 1567,93131 \cdot \epsilon - 23940,75848 \cdot \epsilon^2 + 175855,76807 \cdot \epsilon^3 - 728182,27154 \cdot \epsilon^4 + 1792500 \cdot \epsilon^5 - 2683790 \cdot \epsilon^6 + 2399500 \cdot \epsilon^7 - 1177600 \cdot \epsilon^8 + 244008,20417 \cdot \epsilon^9$
	17,2 s <sup>-1</sup>	$\sigma = 273,02771 + 3308,61099 \cdot \epsilon - 38350,90514 \cdot \epsilon^2 + 225025,2875 \cdot \epsilon^3 - 794300,39048 \cdot \epsilon^4 + 1770140 \cdot \epsilon^5 - 2505880 \cdot \epsilon^6 + 2179100 \cdot \epsilon^7 - 1058160 \cdot \epsilon^8 + 219076,33891 \cdot \epsilon^9$
850 °C	0,172 s <sup>-1</sup>	$\sigma = 165,91742 - 50,94372 \cdot \epsilon - 774,72063 \cdot \epsilon^2 + 8310,43879 \cdot \epsilon^3 - 42897,16871 \cdot \epsilon^4 + 113537,75378 \cdot \epsilon^5 - 167105,01082 \cdot \epsilon^6 + 138759,14285 \cdot \epsilon^7 - 60626,20507 \cdot \epsilon^8 + 10765,74786 \cdot \epsilon^9$
	1,72 s <sup>-1</sup>	$\sigma = 287,03803 - 225,10996 \cdot \epsilon + 3673,25218 \cdot \epsilon^2 - 31306,08341 \cdot \epsilon^3 + 127419,13771 \cdot \epsilon^4 - 304133,5407 \cdot \epsilon^5 + 447298,97839 \cdot \epsilon^6 - 397711,7725 \cdot \epsilon^7 + 195755,03226 \cdot \epsilon^8 - 40890,09064 \cdot \epsilon^9$
	17,2 s <sup>-1</sup>	$\sigma = 295,79794 + 724,74486 \cdot \epsilon - 5607,29794 \cdot \epsilon^2 + 7859,38629 \cdot \epsilon^3 + 31881,92517 \cdot \epsilon^4 - 133158,35967 \cdot \epsilon^5 + 196902,53892 \cdot \epsilon^6 - 133439,65497 \cdot \epsilon^7 + 34695,24542 \cdot \epsilon^8 + 44,74252 \cdot \epsilon^9$
900 °C	0,172 s <sup>-1</sup>	$\sigma = 102,57557 + 422,52995 \cdot \epsilon - 5506,59068 \cdot \epsilon^2 + 38888,46784 \cdot \epsilon^3 - 169775,56599 \cdot \epsilon^4 + 445380,82087 \cdot \epsilon^5 - 702488,09768 \cdot \epsilon^6 + 653039,29407 \cdot \epsilon^7 - 329810,23639 \cdot \epsilon^8 + 69811,08538 \cdot \epsilon^9$
	1,72 s <sup>-1</sup>	$\sigma = 200,98842 + 472,52852 \cdot \epsilon - 7516,01543 \cdot \epsilon^2 + 56914,24002 \cdot \epsilon^3 - 244220,94872 \cdot \epsilon^4 + 617695,28077 \cdot \epsilon^5 - 947291,98689 \cdot \epsilon^6 + 869331,52123 \cdot \epsilon^7 - 439918,86969 \cdot \epsilon^8 + 94470,03041 \cdot \epsilon^9$
	17,2 s <sup>-1</sup>	$\sigma = 279,11201 + 1609,11367 \cdot \epsilon - 21451,5675 \cdot \epsilon^2 + 120991,95517 \cdot \epsilon^3 - 363127,57242 \cdot \epsilon^4 + 595471,17654 \cdot \epsilon^5 - 498390,27371 \cdot \epsilon^6 + 138950,51135 \cdot \epsilon^7 + 61655,62185 \cdot \epsilon^8 - 35785,72709 \cdot \epsilon^9$

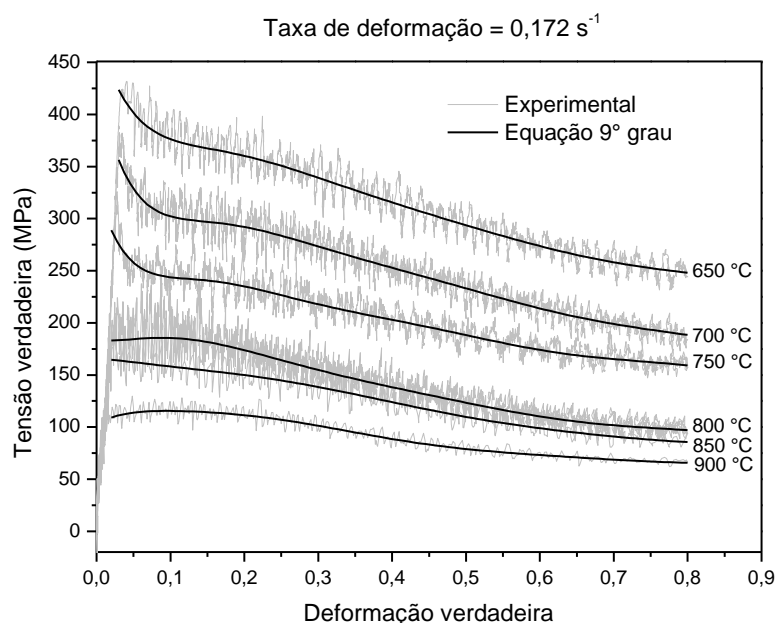


Figura 4.16 Curvas obtidas no ensaio de compressão a quente isotérmico das amostras de liga TMZF em taxa de deformação de 0,172 s<sup>-1</sup> (em cinza) e curvas derivadas por equações polinomiais apresentadas na Tabela 4.6 (em preto).

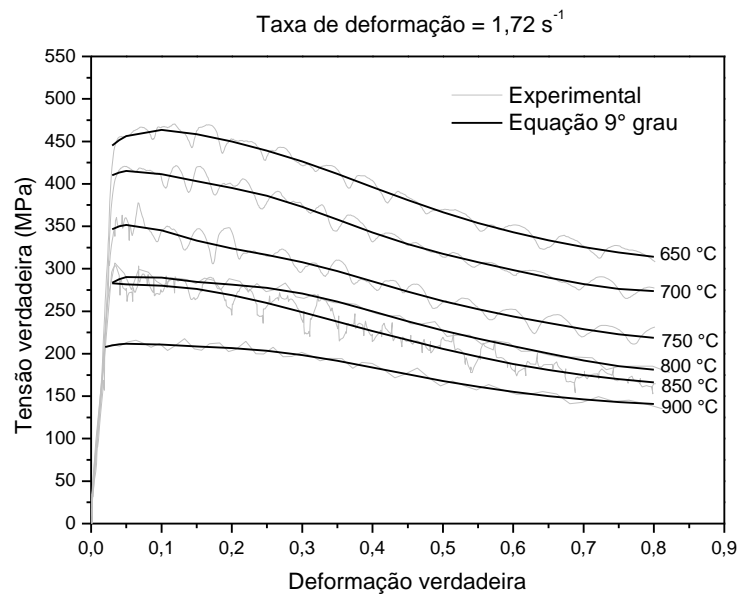


Figura 4.17 Curvas obtidas no ensaio de compressão a quente isotérmico das amostras de liga TMZF em taxa de deformação de  $1,72 \text{ s}^{-1}$  (em cinza) e curvas derivadas por equações polinomiais apresentadas na Tabela 4.6 (em preto).

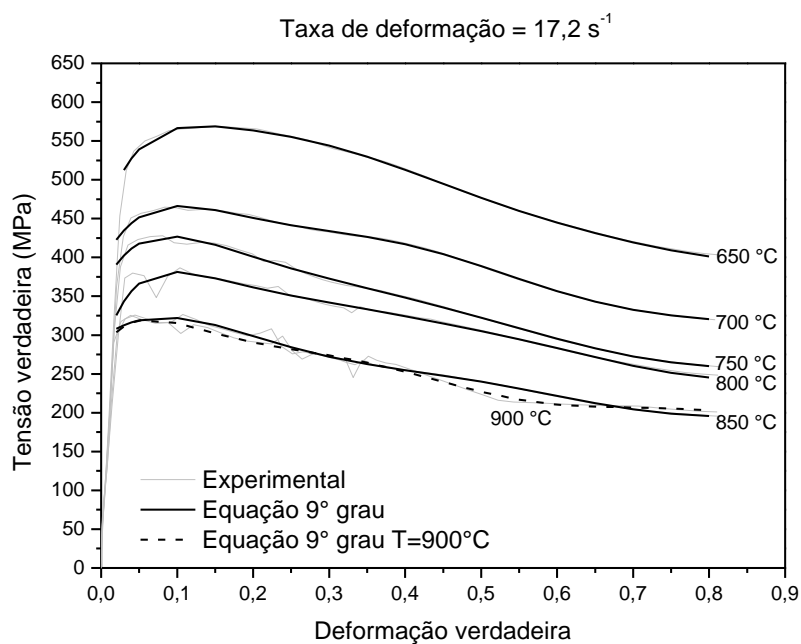


Figura 4.18 Curvas obtidas no ensaio de compressão a quente isotérmico das amostras de liga TMZF em taxa de deformação de  $17,2 \text{ s}^{-1}$  (em cinza) e curvas derivadas por equações polinomiais apresentadas na Tabela 4.6 (em preto).

As curvas obtidas pelas regressões (apresentadas em preto nas Figuras de 4.16 a 4.18) descreveram adequadamente o comportamento das curvas, representando todas as tendências relacionadas à alteração na taxa de encruamento ocorridas ao longo dos ensaios e foram posteriormente utilizadas para derivação das equações constitutivas fenomenológicas avaliadas.

#### 4.6.2 Curvas de ensaios de compressão isotérmicos da liga Ti-15%Mo

Os mesmos procedimentos para análise das curvas obtidas nos ensaios de compressão a quente das amostras da liga TMZF foram adotados para as curvas da liga Ti-15%Mo. Pelas curvas analisadas na Figura 4.19, referentes aos ensaios realizados à taxa de deformação de  $0,172 \text{ s}^{-1}$ , pode-se observar a mesma quantidade de ruídos nas curvas obtidas. Um aumento no nível da tensão das amostras ensaiadas à temperatura de  $850 \text{ °C}$  foi igualmente observado. Nenhuma curva apresentou características de escoamento descontínuo, e todas apresentaram redução na taxa de encruamento após escoamento até uma tensão máxima de pico, a partir da qual o material apresentou amaciamento linear. Não foi observada a ocorrência de um estado estacionário da tensão na maioria das curvas analisadas (com exceção à temperatura de  $850 \text{ °C}$ ), assim como as curvas não apresentaram formatos que indicassem a ocorrência de recristalização dinâmica.

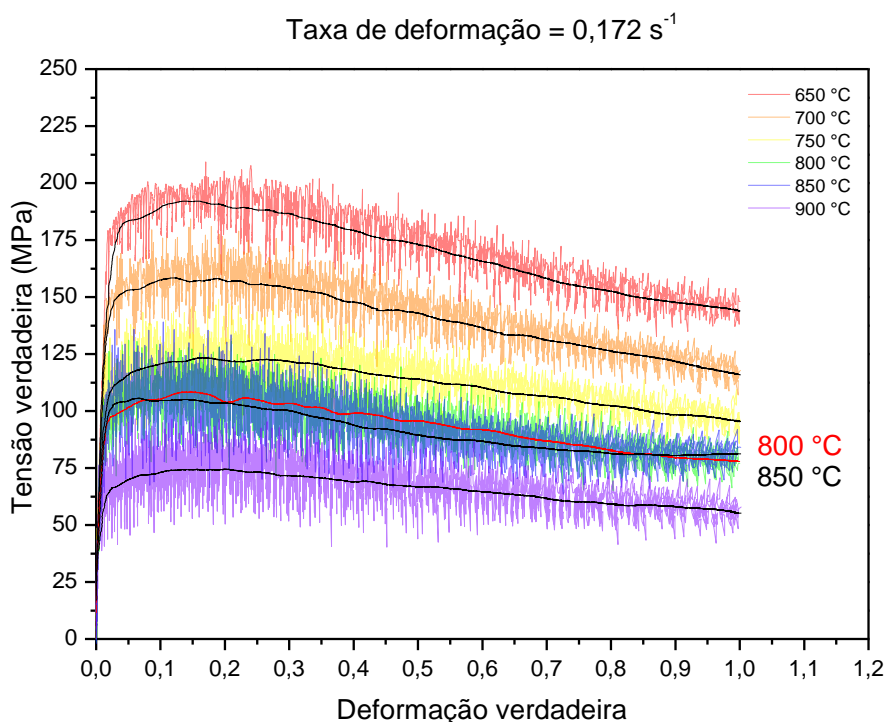


Figura 4.19 Curvas obtidas no ensaio de compressão a quente isotérmico das amostras de liga Ti-15%Mo em taxa de deformação de  $0,172 \text{ s}^{-1}$  e suavização dos pontos por meio de filtro digital (em preto e vermelho para a temperatura de  $800 \text{ °C}$ ).

Avaliando as curvas obtidas nos ensaios realizados em taxa de deformação de  $1,72 \text{ s}^{-1}$  (Figura 4.20), pode-se observar um comportamento

muito semelhante às amostras ensaiadas a  $0,172 \text{ s}^{-1}$ , porém nesta taxa, as curvas que se interceptaram foram as referentes aos ensaios realizados nas temperaturas de 750 e 800 °C. Novamente pode-se observar a ocorrência de flutuações periódicas nos valores da tensão em menores temperaturas de ensaio isotérmico.

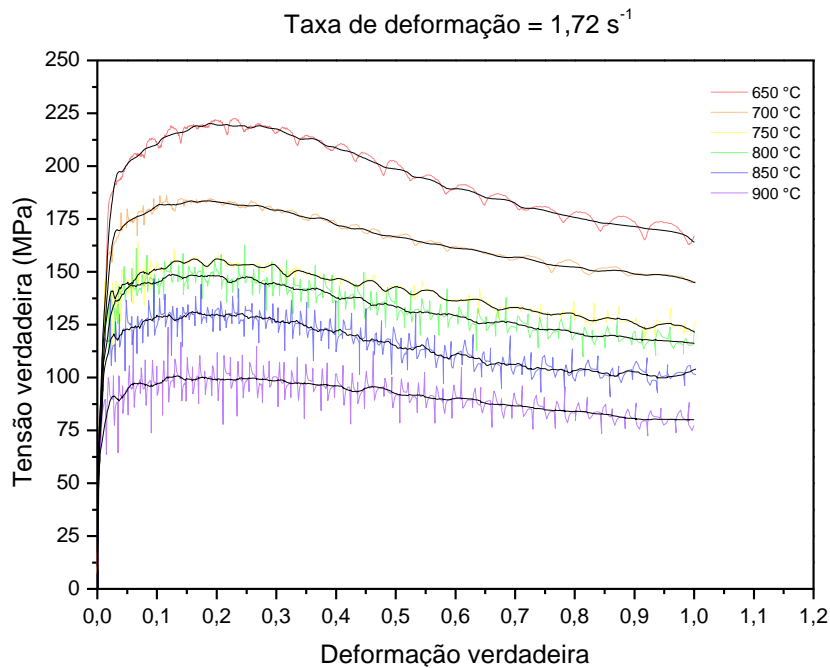


Figura 4.20 Curvas obtidas no ensaio de compressão a quente isotérmico das amostras de liga Ti-15%Mo em taxa de deformação de  $1,72 \text{ s}^{-1}$  e suavização dos pontos por meio de filtro digital (em preto).

As curvas referentes aos ensaios realizados em taxa de deformação de  $17,2 \text{ s}^{-1}$  podem ser visualizadas na Figura 4.21. As tensões associadas ao ensaio realizado a 650 °C se mostraram mais elevadas proporcionalmente em relação ao comportamento das tensões ocorridas nas taxas de deformação de  $0,172$  e  $1,72 \text{ s}^{-1}$ . Flutuações no valor das tensões ocorreram nas amostras ensaiadas nas temperaturas de 800, 850 e 900 °C, que podem estar relacionadas à ocorrência de bandas de deformação ou a ruídos na aquisição dos dados relacionados ao ensaio. As amostras ensaiadas a 850 e 900 °C apresentaram níveis de tensão muito semelhantes até aproximadamente 0,3 de deformação, a partir da qual a magnitude da tensão da amostra ensaiada a 900 °C foi reduzida.

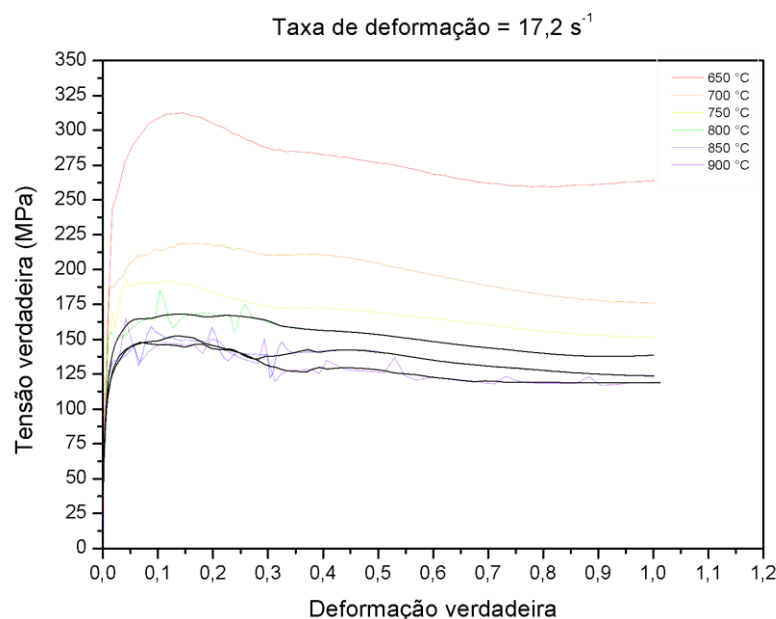


Figura 4.21 Curvas obtidas no ensaio de compressão a quente isotérmico das amostras de liga Ti-15%Mo em taxa de deformação de  $17,2 \text{ s}^{-1}$  e suavização dos pontos por meio de filtro digital (em preto).

Pelas curvas analisadas foi possível verificar que as mesmas apresentam comportamentos distintos depois de alcançada a temperatura de transição, o que poderia ser associado a uma possível precipitação de fase ômega isotérmica induzida por deformação ou à possível dissolução da ômega atérmica. Porém, isso não pôde ser verificado, uma vez que o equipamento de ensaio não estava acoplado ao feixe do CNPEM e, deste modo, a realização de análises de raios-X durante a deformação não pôde ser realizada para se detectar mudanças de fases durante a deformação. As análises de raios-X realizadas nas amostras deformadas serão discutidas no item 4.8.

Aqui há que se comentar que o encruamento inicial, apesar de menor que na liga anterior, também foi intenso. Como discutido anteriormente para a liga TMZF e acima, precipitados da fase ômega já estavam presentes antes dos ensaios, assim, um encruamento mais intenso é esperado devido à interação entre discordâncias e precipitados. Uma possibilidade para que o encruamento tenha sido menos acentuado no caso da liga Ti-15%Mo é a presença de menor quantidade de precipitados presentes no início da deformação. Também, assim como no caso da liga TMZF, de uma forma geral o amaciamento por recuperação foi o preponderante e a recristalização dinâmica atrasada muito provavelmente também pelo efeito de soluto nesta liga.

As equações utilizadas para descrever os valores da tensão da liga Ti-15%Mo durante deformação a quente em diferentes temperaturas e taxas de deformação podem ser vistas na Tabela 4.7:

Tabela 4.7 Equações polinomiais de 9ª ordem utilizadas para descrição da tensão da liga Ti-15%Mo de acordo com deformação (para deformações de 0,02 a 0,8).

Temperatura	Taxa de deformação	Equação (MPa)
650 °C	0,172 s <sup>-1</sup>	$\sigma = 171,58136 + 278,41317 \cdot \varepsilon - 1001,21991 \cdot \varepsilon^2 - 1373,47545 \cdot \varepsilon^3 + 15418,60743 \cdot \varepsilon^4 - 40662,69475 \cdot \varepsilon^5 + 54050,02892 \cdot \varepsilon^6 - 39289,79983 \cdot \varepsilon^7 + 14800,35247 \cdot \varepsilon^8 - 2247,47875 \cdot \varepsilon^9$
	1,72 s <sup>-1</sup>	$\sigma = 170,89285 + 821,19808 \cdot \varepsilon - 6420,8307 \cdot \varepsilon^2 + 30797,96904 \cdot \varepsilon^3 - 93473,61012 \cdot \varepsilon^4 + 168665,39919 \cdot \varepsilon^5 - 169929,17831 \cdot \varepsilon^6 + 80672,81448 \cdot \varepsilon^7 - 5074,17665 \cdot \varepsilon^8 - 6066,74214 \cdot \varepsilon^9$
	17,2 s <sup>-1</sup>	$\sigma = 211,46023 + 2078,50617 \cdot \varepsilon - 14886,41827 \cdot \varepsilon^2 + 44298,56505 \cdot \varepsilon^3 - 49024,43792 \cdot \varepsilon^4 - 33536,33855 \cdot \varepsilon^5 + 138876,9846 \cdot \varepsilon^6 - 130461,04228 \cdot \varepsilon^7 + 45299,57455 \cdot \varepsilon^8 - 2567,35047 \cdot \varepsilon^9$
700 °C	0,172 s <sup>-1</sup>	$\sigma = 137,50071 + 498,78735 \cdot \varepsilon - 5330,56926 \cdot \varepsilon^2 + 32834,22731 \cdot \varepsilon^3 - 126569,36517 \cdot \varepsilon^4 + 304356,26814 \cdot \varepsilon^5 - 455153,36026 \cdot \varepsilon^6 + 410937,26182 \cdot \varepsilon^7 - 204847,23477 \cdot \varepsilon^8 + 43252,76152 \cdot \varepsilon^9$
	1,72 s <sup>-1</sup>	$\sigma = 143,7618 + 938,3186 \cdot \varepsilon - 9829,87622 \cdot \varepsilon^2 + 58908,53139 \cdot \varepsilon^3 - 217439,18739 \cdot \varepsilon^4 + 497892,95692 \cdot \varepsilon^5 - 705722,6067 \cdot \varepsilon^6 + 600976,61711 \cdot \varepsilon^7 - 281214,33133 \cdot \varepsilon^8 + 55491,08977 \cdot \varepsilon^9$
	17,2 s <sup>-1</sup>	$\sigma = 178,67111 + 529,4028 \cdot \varepsilon - 171,00819 \cdot \varepsilon^2 - 28646,41424 \cdot \varepsilon^3 + 184566,14876 \cdot \varepsilon^4 - 547058,7022 \cdot \varepsilon^5 + 900694,70966 \cdot \varepsilon^6 - 847881,31472 \cdot \varepsilon^7 + 427944,70221 \cdot \varepsilon^8 - 89980,23904 \cdot \varepsilon^9$
750 °C	0,172 s <sup>-1</sup>	$\sigma = 98,81398 + 551,54913 \cdot \varepsilon - 5671,69078 \cdot \varepsilon^2 + 33103,52255 \cdot \varepsilon^3 - 116826,80508 \cdot \varepsilon^4 + 252442,88034 \cdot \varepsilon^5 - 334922,88983 \cdot \varepsilon^6 + 265337,45626 \cdot \varepsilon^7 - 114849,9228 \cdot \varepsilon^8 + 20832,61151 \cdot \varepsilon^9$
	1,72 s <sup>-1</sup>	$\sigma = 128,63768 + 408,90709 \cdot \varepsilon - 2393,45651 \cdot \varepsilon^2 + 7417,58917 \cdot \varepsilon^3 - 17367,20429 \cdot \varepsilon^4 + 35560,60407 \cdot \varepsilon^5 - 57690,75615 \cdot \varepsilon^6 + 61352,00934 \cdot \varepsilon^7 - 36110,16325 \cdot \varepsilon^8 + 8816,91903 \cdot \varepsilon^9$
	17,2 s <sup>-1</sup>	$\sigma = 148,98264 + 1222,81347 \cdot \varepsilon - 12314,90986 \cdot \varepsilon^2 + 58472,22955 \cdot \varepsilon^3 - 161490,20809 \cdot \varepsilon^4 + 281852,71348 \cdot \varepsilon^5 - 320078,72042 \cdot \varepsilon^6 + 231828,62002 \cdot \varepsilon^7 - 97783,95087 \cdot \varepsilon^8 + 18294,01735 \cdot \varepsilon^9$
800 °C	0,172 s <sup>-1</sup>	$\sigma = 85,12054 + 523,0227 \cdot \varepsilon - 5005,32883 \cdot \varepsilon^2 + 26199,67702 \cdot \varepsilon^3 - 86513,21854 \cdot \varepsilon^4 + 184136,25998 \cdot \varepsilon^5 - 250577,42371 \cdot \varepsilon^6 + 209523,37662 \cdot \varepsilon^7 - 97692,82975 \cdot \varepsilon^8 + 19399,39188 \cdot \varepsilon^9$
	1,72 s <sup>-1</sup>	$\sigma = 112,09348 + 989,94822 \cdot \varepsilon - 11551,60492 \cdot \varepsilon^2 + 73602,80814 \cdot \varepsilon^3 - 280128,8578 \cdot \varepsilon^4 + 654552,79689 \cdot \varepsilon^5 - 945802,54045 \cdot \varepsilon^6 + 823465,53724 \cdot \varepsilon^7 - 395755,27057 \cdot \varepsilon^8 + 80631,81879 \cdot \varepsilon^9$
	17,2 s <sup>-1</sup>	$\sigma = 145,92992 + 279,46167 \cdot \varepsilon - 292,97792 \cdot \varepsilon^2 - 8607,55211 \cdot \varepsilon^3 + 46279,53991 \cdot \varepsilon^4 - 110744,45436 \cdot \varepsilon^5 + 146453,59166 \cdot \varepsilon^6 - 110477,54318 \cdot \varepsilon^7 + 44544,04518 \cdot \varepsilon^8 - 7441,43044 \cdot \varepsilon^9$
850 °C	0,172 s <sup>-1</sup>	$\sigma = 98,0082 + 260,80736 \cdot \varepsilon - 3733,78479 \cdot \varepsilon^2 + 27540,64873 \cdot \varepsilon^3 - 119003,52852 \cdot \varepsilon^4 + 306690,66975 \cdot \varepsilon^5 - 477960,36523 \cdot \varepsilon^6 + 442077,58454 \cdot \varepsilon^7 - 223447,29185 \cdot \varepsilon^8 + 47559,81448 \cdot \varepsilon^9$
	1,72 s <sup>-1</sup>	$\sigma = 96,41899 + 978,78111 \cdot \varepsilon - 12569,49047 \cdot \varepsilon^2 + 87966,32281 \cdot \varepsilon^3 - 361505,23066 \cdot \varepsilon^4 + 900996,43353 \cdot \varepsilon^5 - 1378860 \cdot \varepsilon^6 + 1265880 \cdot \varepsilon^7 - 639426,01248 \cdot \varepsilon^8 + 136547,73552 \cdot \varepsilon^9$
	17,2 s <sup>-1</sup>	$\sigma = 109,72411 + 934,81468 \cdot \varepsilon - 6044,90436 \cdot \varepsilon^2 + 3515,76206 \cdot \varepsilon^3 + 91615,81515 \cdot \varepsilon^4 - 384204,45321 \cdot \varepsilon^5 + 716765,56165 \cdot \varepsilon^6 - 712870,144 \cdot \varepsilon^7 + 368043,56717 \cdot \varepsilon^8 - 77741,57927 \cdot \varepsilon^9$



900 °C	0,172 s <sup>-1</sup>	$\sigma = 55,45329 + 493,31257 \cdot \varepsilon - 5662,86267 \cdot \varepsilon^2 + 37008,73169 \cdot \varepsilon^3 - 148755,11093 \cdot \varepsilon^4 + 371377,38433 \cdot \varepsilon^5 - 573753,24442 \cdot \varepsilon^6 + 531589,17626 \cdot \varepsilon^7 - 270020,25261 \cdot \varepsilon^8 + 57723,40629 \cdot \varepsilon^9$
	1,72 s <sup>-1</sup>	$\sigma = 72,91843 + 735,30238 \cdot \varepsilon - 8687,91547 \cdot \varepsilon^2 + 56073,75053 \cdot \varepsilon^3 - 215052,03243 \cdot \varepsilon^4 + 506733,96906 \cdot \varepsilon^5 - 740311,20908 \cdot \varepsilon^6 + 653309,55577 \cdot \varepsilon^7 - 318877,95638 \cdot \varepsilon^8 + 66084,38606 \cdot \varepsilon^9$
	17,2 s <sup>-1</sup>	$\sigma = 111,95594 + 981,4418 \cdot \varepsilon - 9153,20799 \cdot \varepsilon^2 + 39295,01656 \cdot \varepsilon^3 - 95421,08916 \cdot \varepsilon^4 + 139700,21667 \cdot \varepsilon^5 - 123332,63144 \cdot \varepsilon^6 + 60954,51825 \cdot \varepsilon^7 - 13019,42313 \cdot \varepsilon^8$

As curvas obtidas pela utilização das equações descritas acima podem ser visualizadas nas Figuras de 4.22 a 4.24 para a liga Ti-15%Mo em diferentes taxas de deformação, onde as curvas originais estão representadas em cinza e as descritas pelas equações são apresentadas em preto.

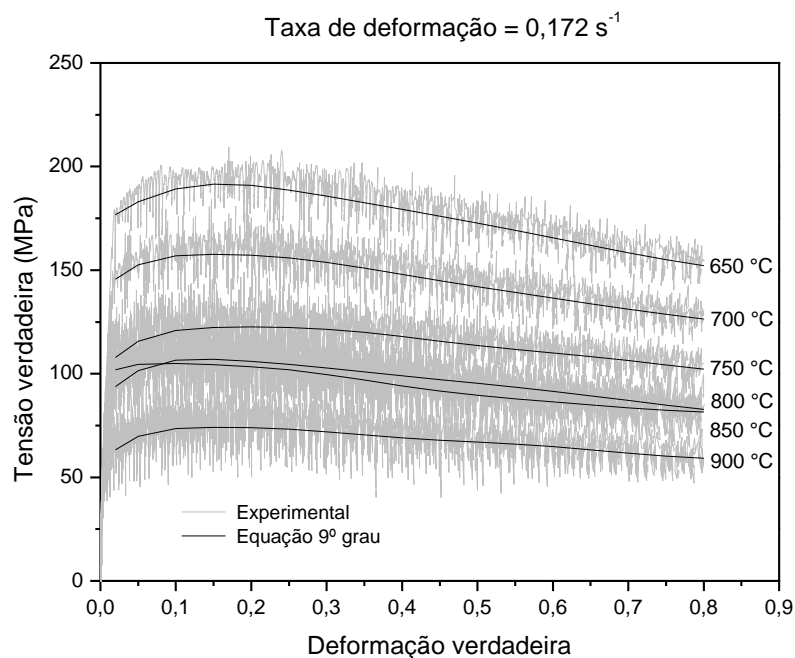


Figura 4.22 Plotagem de curvas obtidas no ensaio de compressão a quente isotérmico das amostras de liga Ti-15%Mo em taxa de deformação de 0,172 s<sup>-1</sup> (em cinza) e curvas derivadas por equações polinomiais apresentadas na Tabela 4.7 (em preto).

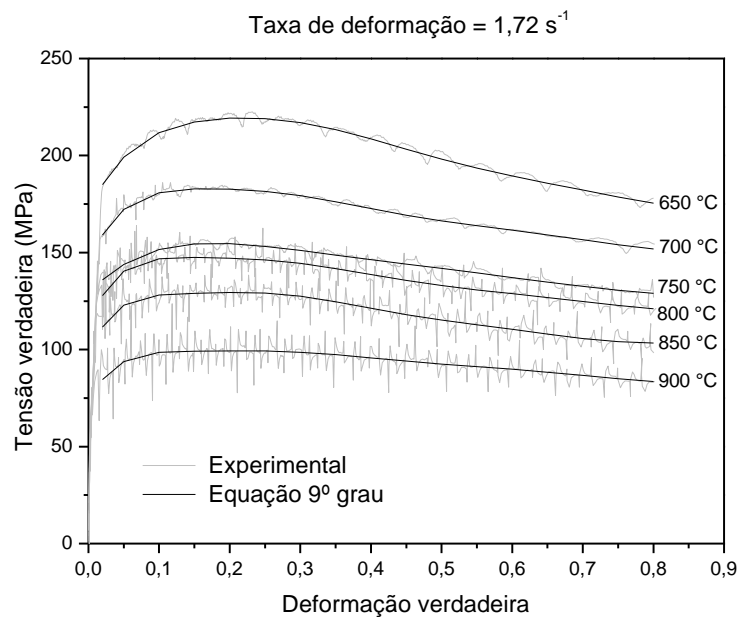


Figura 4.23 Plotagem de curvas obtidas no ensaio de compressão a quente isotérmico das amostras de liga Ti-15%Mo em taxa de deformação de  $1,72 \text{ s}^{-1}$  (em cinza) e curvas derivadas por equações polinomiais apresentadas na Tabela 4.7 (em preto).

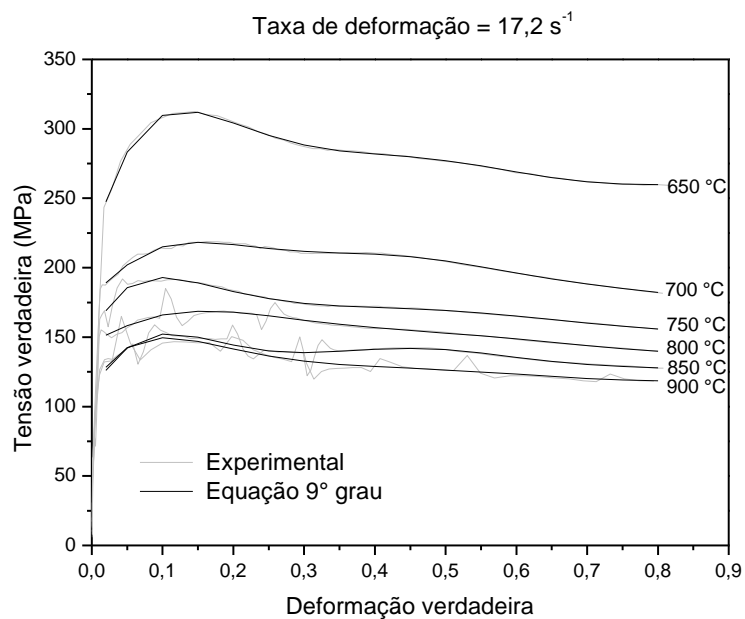


Figura 4.24 Plotagem de curvas obtidas no ensaio de compressão a quente isotérmico das amostras de liga Ti-15%Mo em taxa de deformação de  $17,2 \text{ s}^{-1}$  (em cinza) e curvas derivadas por equações polinomiais apresentadas na Tabela 4.7 (em preto).

As curvas obtidas pelas regressões (apresentadas em preto nas Figuras de 4.22 a 4.24) descreveram adequadamente o comportamento das curvas para também para a liga Ti-15%Mo, representando todas as tendências do comportamento da tensão e foram posteriormente utilizadas para derivação das equações constitutivas fenomenológicas.

### 4.6.3 Ensaios de deformação sob resfriamento contínuo da liga TMZF

As curvas obtidas nos ensaios de compressão em resfriamento contínuo da liga TMZF, após correção de embarilhamento de acordo com o procedimento descrito no item 3.11, podem ser visualizadas na Figura 4.25 para os diferentes tempos de intervalo entre passes de deformação ( $t_{ep}$ ). Todos os passes de deformação foram realizados a uma taxa de deformação de  $1,0 \text{ s}^{-1}$  e a temperatura de cada passe para os diferentes intervalos entre passes pode ser verificada nas Tabelas 3.4 a 3.6.

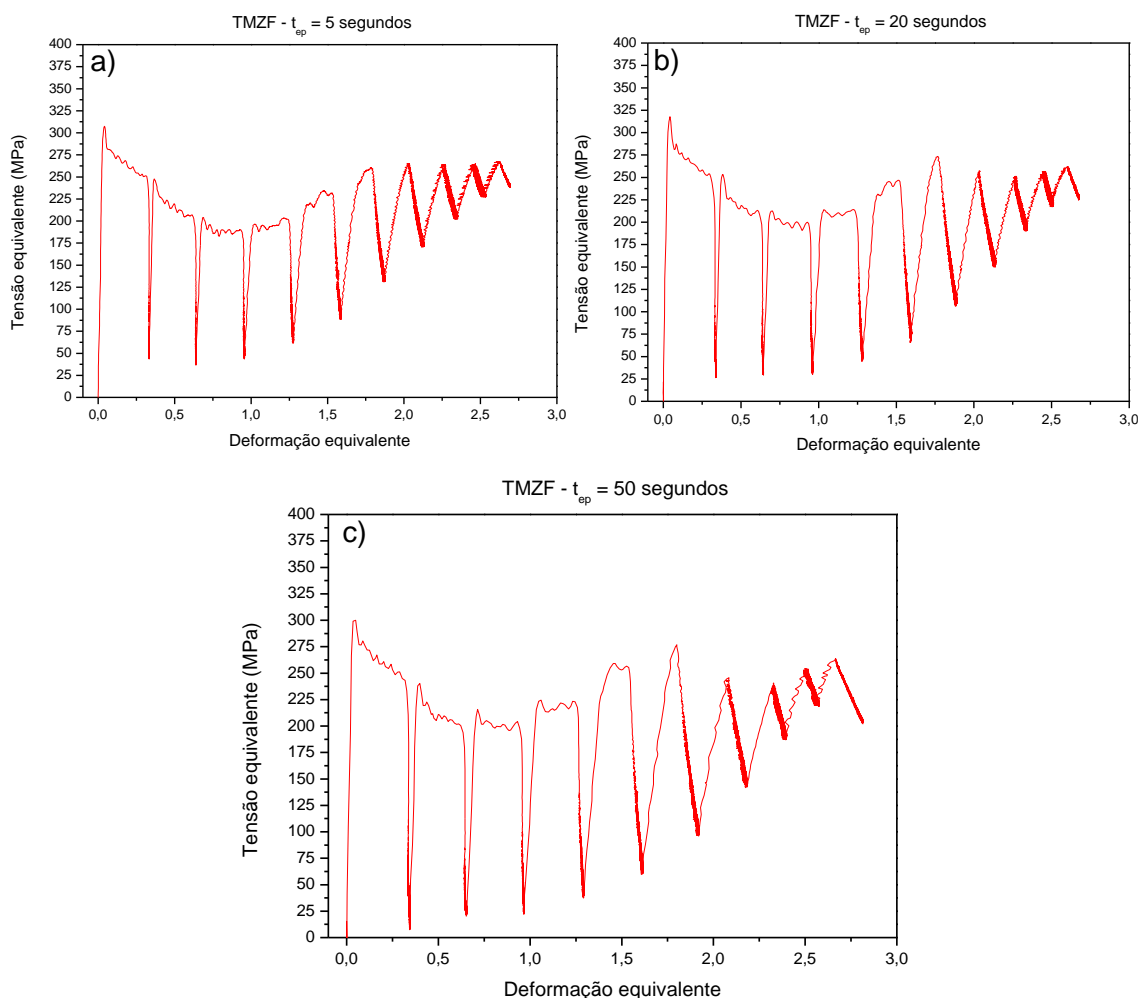


Figura 4.25 Curvas obtidas no ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo das amostras de liga TMZF em a)  $t_{ep} = 5$  segundos, em b)  $t_{ep} = 20$  segundos e em c)  $t_{ep} = 50$  segundos.

Foi possível observar a ocorrência de escoamento descontínuo nos dois passes iniciais para todos os intervalos analisados. A tensão foi gradualmente

reduzida até a deformação equivalente de aproximadamente 1,0, após a qual a tensão apresentou gradual aumento até aproximadamente 1,75. A tensão, após 1,75 de deformação, apresentou redução no valor máximo a cada passe de deformação. Pode-se observar que a partir de 1,0 de deformação o comportamento da tensão referente ao início da aplicação de carga à amostra não se comportou de maneira linear nas regiões onde apresentaria um comportamento elástico, como nos passes iniciais. O comportamento das curvas do 4º passe em diante pode ter se dado desta maneira devido à amostra estar com espessura extremamente reduzida e com grande área de contato entre as garras do equipamento, aumentando muito o efeito do atrito.

A tensão média equivalente TME (que é dada pela integral da área abaixo da curva tensão *versus* deformação e dividida pela deformação do passe) para cada passe de deformação foi calculada e plotada contra o inverso da temperatura em que o passe foi realizado para que a tensão nos diferentes tempos de intervalo entre passes pudesse ser comparada. O comportamento da tensão média equivalente para as diferentes condições ensaiadas pode ser visto na Figura 4.26.

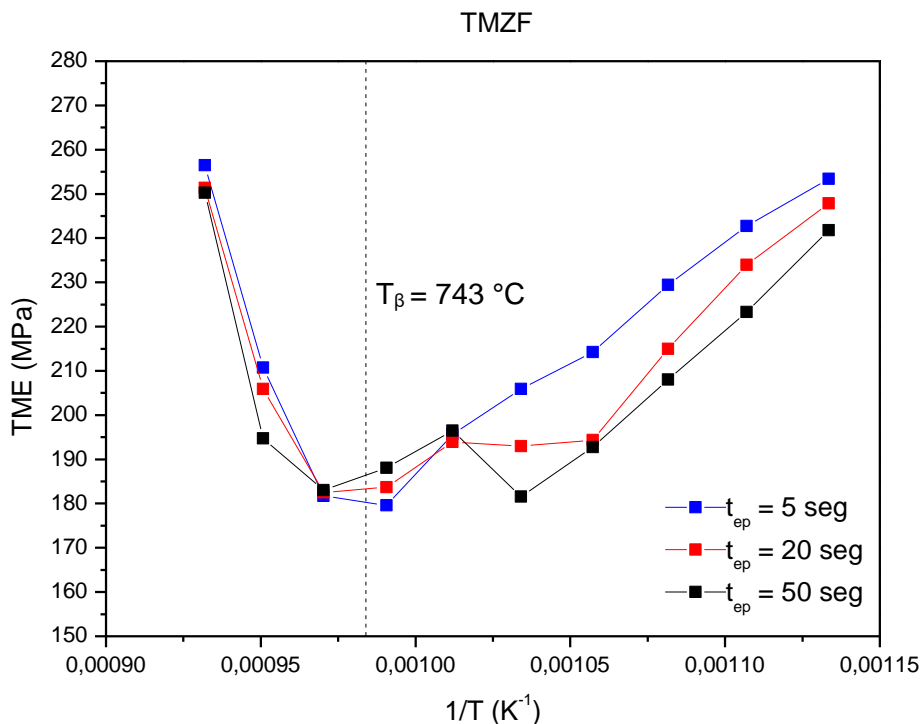


Figura 4.26 TME obtidas no ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo das amostras de liga TMZF em para  $t_{ep} = 5, 20$  e  $50$  segundos.

Apesar da temperatura dos passes ter sofrido pequena variação para os diferentes  $t_{ep}$  analisados (Tabelas 3.1, 3.2 e 3.3), para fins de comparação foi considerado que a temperatura de cada passe foi a mesma a que as amostras referentes aos ensaios com  $t_{ep} = 5$  segundos se encontravam no momento da realização do passe. No gráfico apresentado na Figura 4.26, a temperatura é reduzida da esquerda para a direita, e a linha tracejada representa a temperatura de transição da liga TMZF. Pode-se perceber que de maneira geral ocorre um amaciamento bem pronunciado nos primeiros três passes de deformação. Do quarto passe em diante o material começa a apresentar aumento na resistência à deformação para as amostras deformadas com intervalo entre passes de 20 e 50 segundos, apresentando queda no 6º passe e em seguida volta a aumentar nos próximos passes. Esse comportamento não foi observado para as amostras deformadas com intervalo entre passes de 5 segundos, visto que após o terceiro passe a tensão só tendeu a aumentar com a aplicação dos próximos passes de deformação. De maneira geral, pode-se afirmar que os passes realizados acima da temperatura de transição sofreram um amaciamento dinâmico muito mais efetivo que os realizados abaixo desta temperatura e conforme a temperatura foi reduzida, menor foi a eficiência dos mecanismos de amaciamento em relação ao encruamento gerado pela deformação. Era esperado que os passes subsequentes tivessem tensões cada vez maiores devido à gradual redução da temperatura.

Pode-se também observar que o efeito da temperatura entre passes tendeu a causar um amaciamento no material conforme o tempo foi aumentado, ficando claro o efeito de mecanismos difusionais (de recuperação) dependentes do tempo agindo de maneira a favorecer o amaciamento do material.

#### **4.6.4 Ensaios de deformação sob resfriamento contínuo da liga Ti-15%Mo**

As curvas obtidas nos ensaios de compressão sob resfriamento contínuo realizados para a liga Ti-15%Mo podem ser visualizadas na Figura 4.27 para os diferentes intervalos entre passos analisados.

Como no caso dos ensaios de resfriamento contínuo para a liga TMZF, observa-se que a região de início de deformação de cada passe não se

comportou de maneira linear. Não foi observada a ocorrência de escoamento descontínuo e nem de evidências de ocorrência de bandas de deformação causadas por aquecimento adiabático. Os três intervalos entre passes analisados apresentaram a mesma tendência no comportamento da tensão.

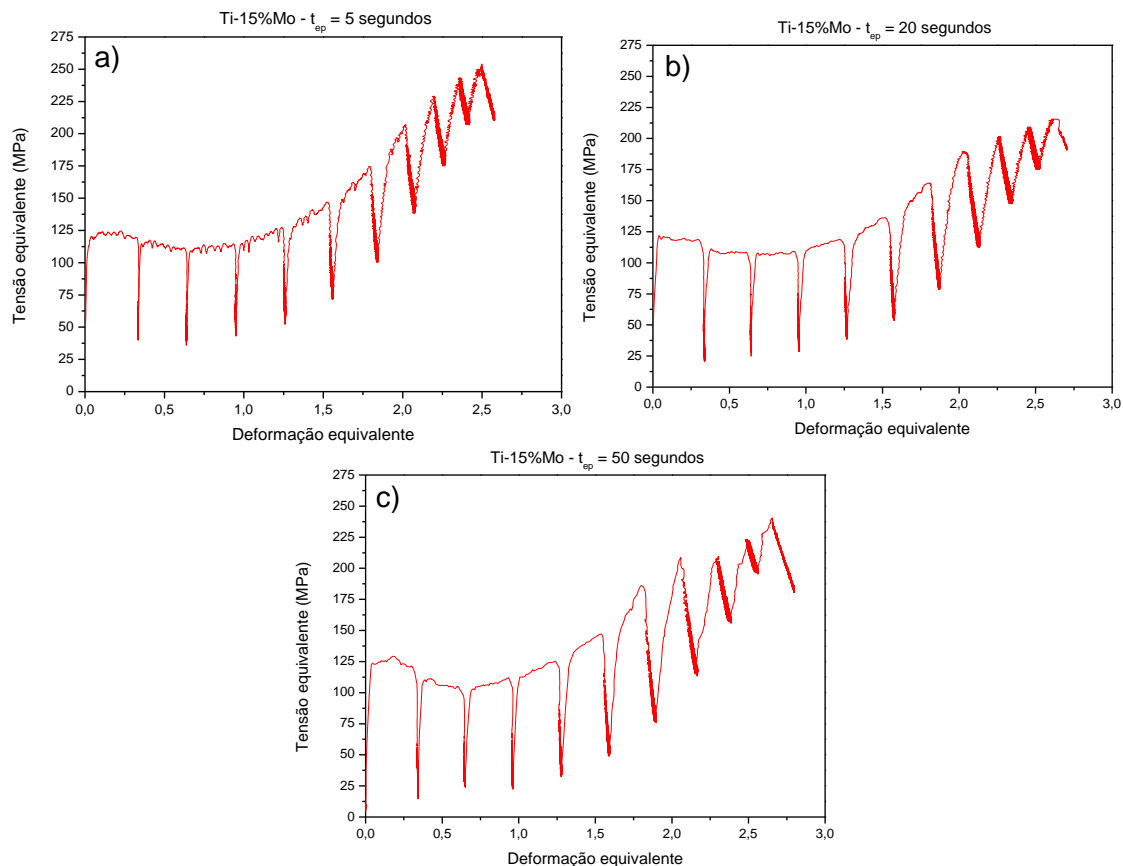


Figura 4.27 Curvas obtidas no ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo das amostras de liga Ti-15%Mo em a)  $t_{ep} = 5$  segundos, em b)  $t_{ep} = 20$  segundos e em c)  $t_{ep} = 50$  segundos.

A TME é apresentada em função do inverso da temperatura na Figura 4.28 para a liga Ti-15%Mo e diferentes intervalos entre passes. Pode-se observar que, diferentemente do comportamento apresentado pela liga TMZF, um amaciamento mais acentuado ocorreu até o segundo passe de deformação, após o qual o material apresentou endurecimento contínuo praticamente linear devido à redução da temperatura, o que ocorreu em temperaturas próximas à temperatura de transição da fase beta para esta liga ( $\approx 774$  °C).

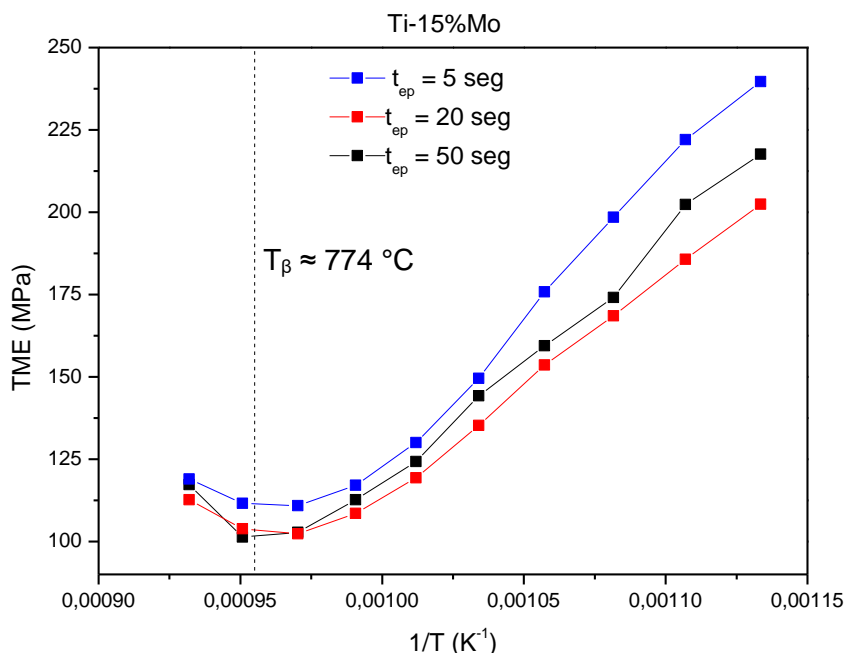


Figura 4.28 TME obtidas no ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo das amostras de liga Ti-15%Mo em para  $t_{ep} = 5, 20$  e 50 segundos.

O efeito do tempo entre passes para esta liga não apresentou o mesmo comportamento da liga TMZF, visto que para o tempo entre passes de 20 segundos o material apresentou um amaciamento maior que para o intervalo de 50 segundos. Esse comportamento pode ter ocorrido devido a um provável crescimento da fase ômega previamente presente na liga (ou precipitação de fase ômega induzida por deformação, como será discutido adiante), devido ao maior tempo de exposição na faixa de temperaturas entre o terceiro e quarto passes, levando a uma maior efetividade no ancoramento de discordâncias móveis e consequentemente levando a um aumento da tensão média.

## 4.7 Caracterização microestrutural

### 4.7.1 Liga TMZF

Na Figura 4.29 pode-se observar o padrão de difração obtido por microscopia eletrônica de transmissão em análise realizada na liga de titânio TMZF, na condição prévia à realização dos ensaios de compressão. Pela indexação realizada, é possível observar o eixo de zona [110] da fase beta paralelo ao eixo de zona [10 $\bar{1}$ 2] da fase ômega e seus respectivos pontos de difração. Como discutido, a fase ômega pode se formar durante o resfriamento

rápido a partir de altas temperaturas ( $\omega_{at}$ ) e em envelhecimentos entre as temperaturas de 100 a 500 °C ( $\omega_{iso}$ ), porém a última se forma a partir da presença da ômega atérmica (que não é o caso desta amostra).

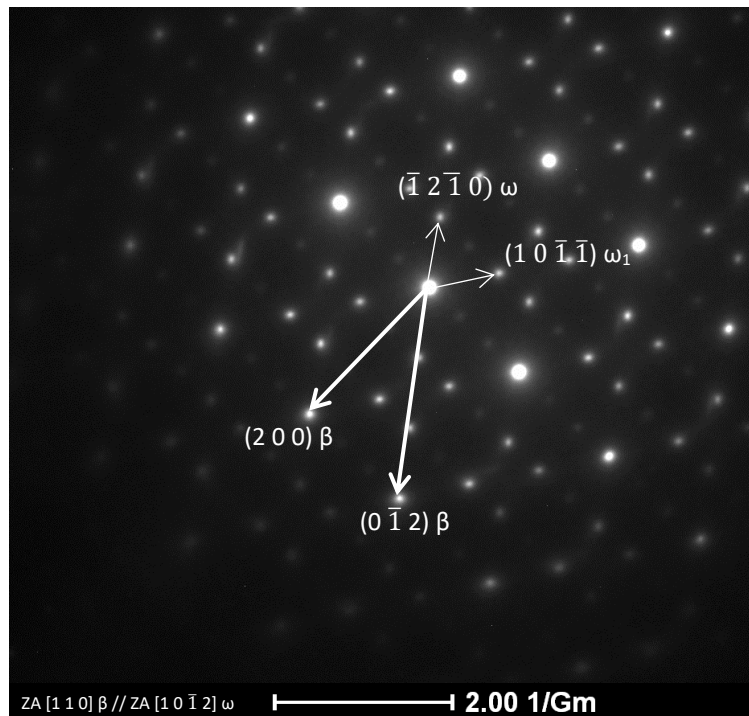


Figura 4.29 Padrão de difração do eixo de zona  $[110]$  da fase beta obtido por MET em liga TMZF na condição prévia aos ensaios de compressão a quente (forjado e tratado). Na imagem é possível ver as reflexões características da fase ômega.

A Figura 4.30 apresenta imagens de campo escuro obtidas através da seleção dos pontos de difração das fases beta e ômega da imagem anterior, onde é possível observar em (a) elevada quantidade da fase ômega homogeneamente distribuída na matriz beta, mostrada em (b). Não foi possível observar a morfologia dos precipitados da fase ômega.



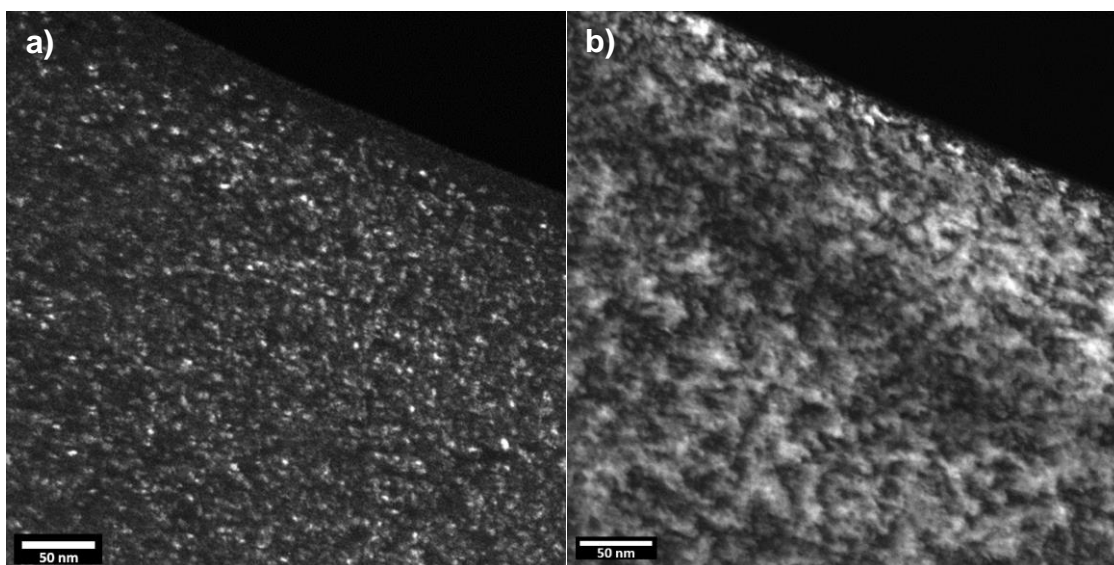


Figura 4.30 Imagem em campo escuro em a) fase ômega e em b) fase beta em liga TMZF na condição forjado e tratado.

Apesar de não ser reportado na literatura o aumento da quantidade ou crescimento da fase ômega em tratamentos térmicos dentro da faixa de temperaturas utilizada nos ensaios de compressão a quente aqui realizados, a formação de fase ômega induzida por deformação é reportada para amostras de ligas de titânio beta-metaestáveis a temperatura ambiente, portanto acredita-se que houve alteração na quantidade dessa fase devido às condições de deformação a que esta foi submetida. Isto será discutido mais adiante com a análise dos difratogramas de raios-X realizada nas amostras após deformação a quente.

A seguir serão apresentadas as imagens obtidas por microscopia óptica da liga TMZF após os ensaios de deformação isotérmicos.

#### 4.7.1.1 Ensaios isotérmicos

As microestruturas a seguir (Figuras 4.31 a 4.36) referem-se aos corpos de prova ensaiados na menor taxa de deformação, ou seja,  $\dot{\epsilon} = 0,172 \text{ s}^{-1}$ , apresentadas em ordem crescente de temperatura de ensaio. A localização da imagem obtida por microscopia óptica ao longo do corpo de prova deformado é mostrada esquematicamente na região inferior esquerda de cada imagem.

Todas as micrografias aqui apresentadas são referentes à seção transversal ao eixo de compressão das amostras. Essa seção foi escolhida visto

que as amostras foram bastante deformadas, apresentando altura final de aproximadamente 3 mm (para as amostras deformadas isotermicamente) e, portanto, assumindo-se que a deformação foi homogênea, a microestrutura observada nessa seção seria representativa de todo o volume de material.

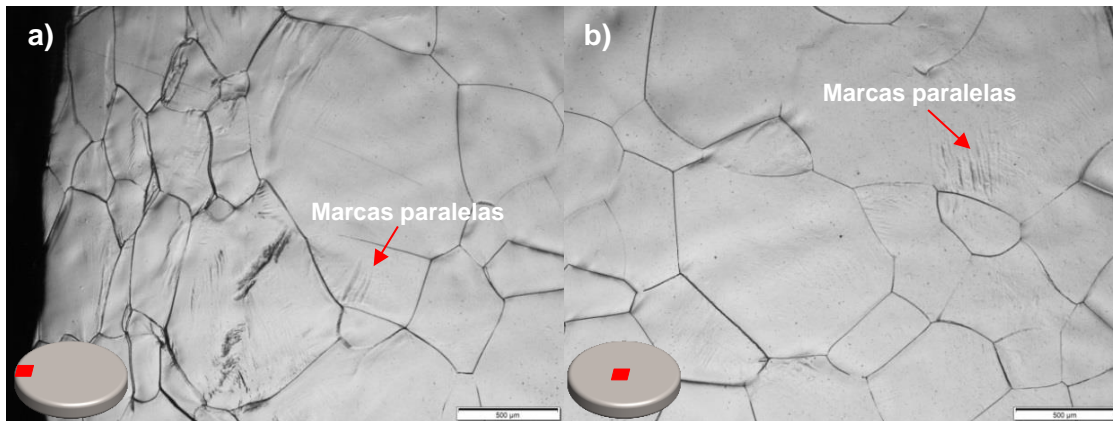


Figura 4.31 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão isotérmico a **650 °C** e taxa de deformação de **0,172 s<sup>-1</sup>**. É possível observar marcas paralelas similares a listras no interior dos grãos em ambas as regiões analisadas.

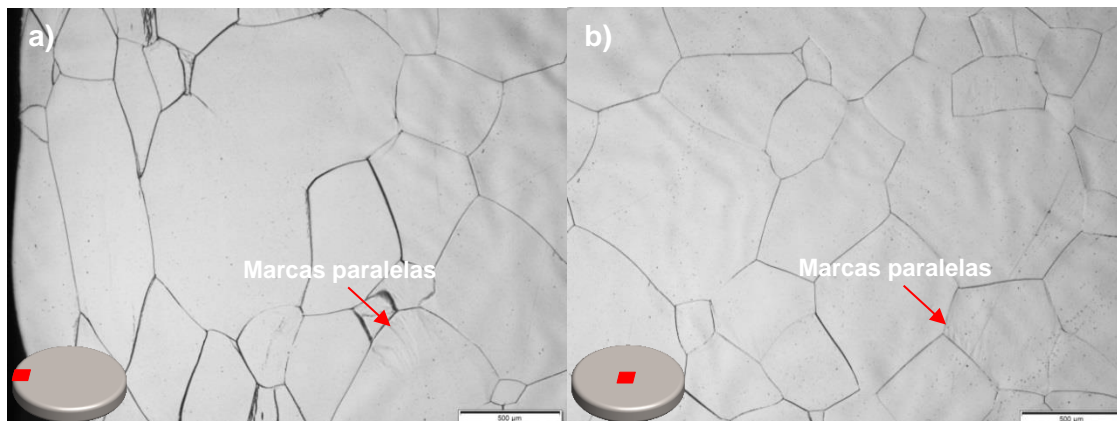


Figura 4.32 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão isotérmico a **700 °C** e taxa de deformação de **0,172 s<sup>-1</sup>**. Em (a) borda da amostra e em (b) região central. Marcas paralelas podem ser vistas em ambas as regiões analisadas.

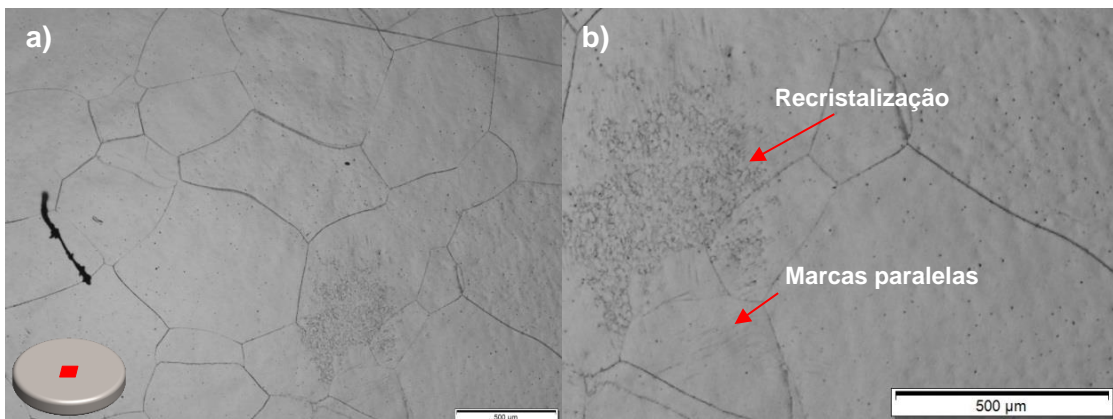


Figura 4.33 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a **750 °C** e taxa de deformação de **0,172 s<sup>-1</sup>**. Em (a) região central da amostra e em (b) mesma região em maior aumento evidenciando região recristalizada.

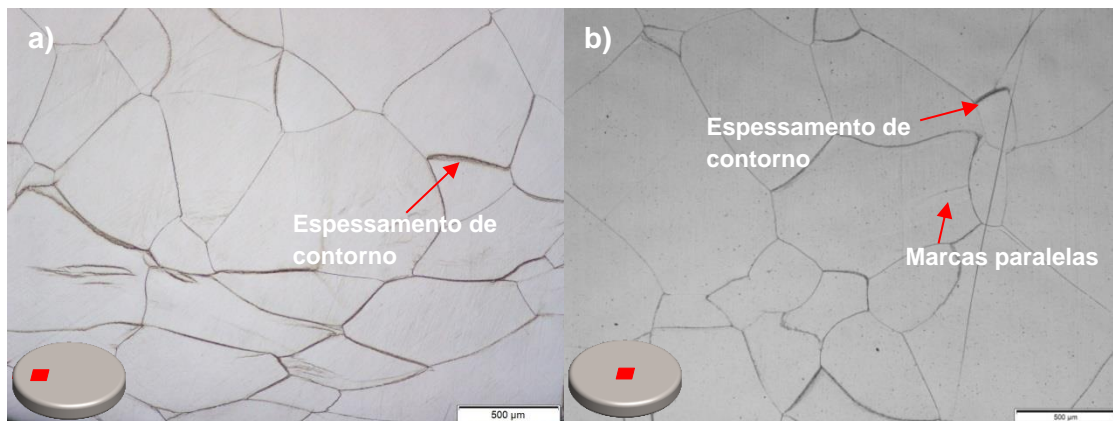


Figura 4.34 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão isotérmico a **800 °C** e taxa de deformação de **0,172 s<sup>-1</sup>**. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central evidenciando espessamento de contornos de grão.

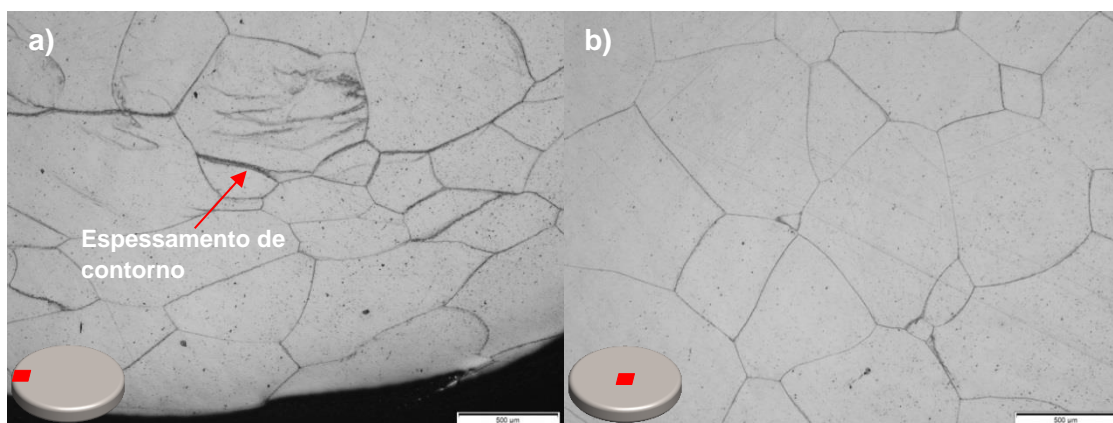


Figura 4.35 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a **850 °C** e taxa de deformação de **0,172 s<sup>-1</sup>**. Em (a) borda da amostra, onde pode-se observar espessamento de contornos e em (b) região central.

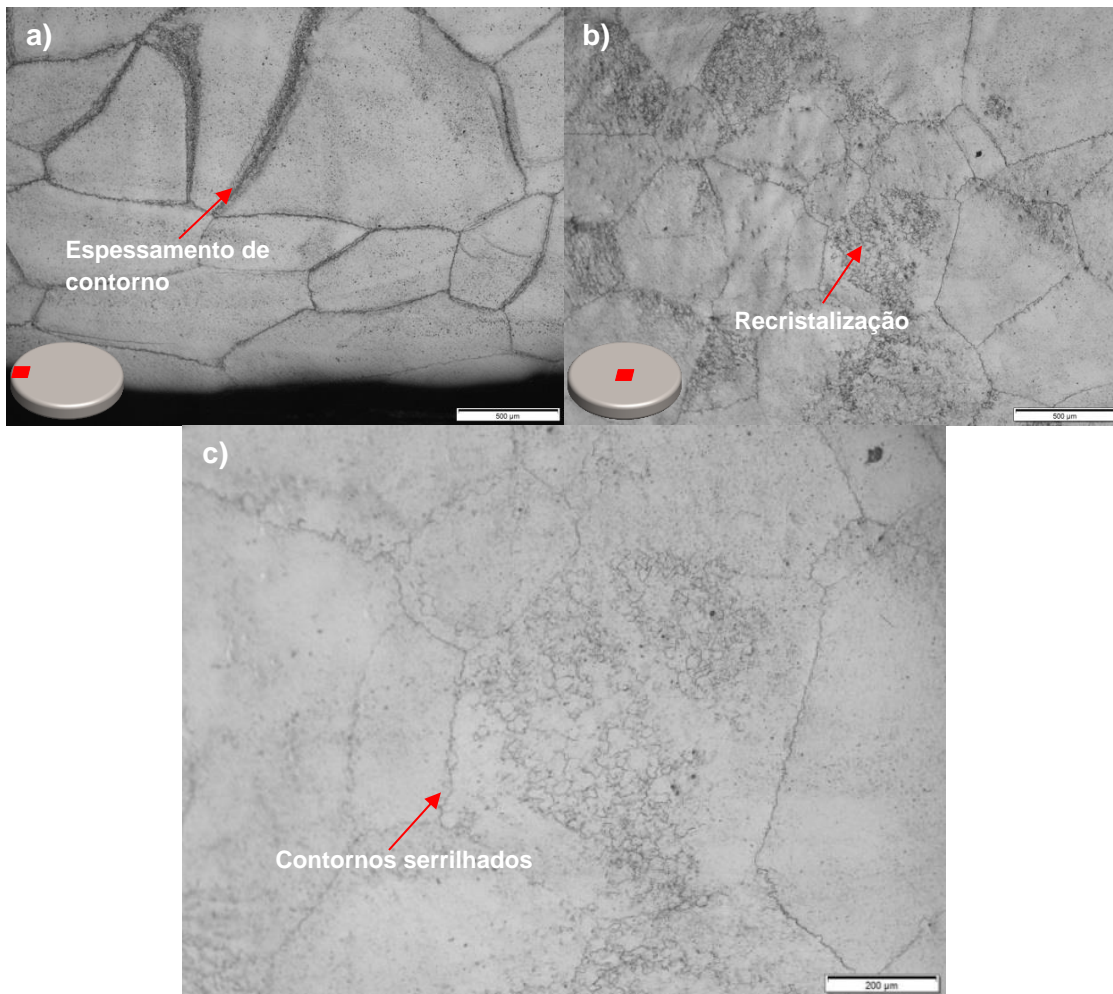


Figura 4.36 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a **900 °C** e taxa de deformação de **0,172 s<sup>-1</sup>**. Em (a) borda da amostra, onde pode-se observar espessamento de contornos, em (b) região central e em (c) mesma região mostrada em (b) em maior aumento, onde é possível observar ocorrência de recristalização e contornos serrilhados.

As amostras ensaiadas em temperaturas de 650 e 700 °C não apresentaram sinais de recristalização nas regiões analisadas. Já a amostra deformada a 750 °C apresentou uma pequena região com ocorrência de recristalização (Figura 4.33 (b)), e apenas a amostra a 900 °C apresentou ocorrência de recristalização parcial de maneira acentuada.

A partir de temperaturas de ensaio de 800 °C é possível observar um espessamento de regiões de contornos de grãos, o que corrobora com as teorias citadas na revisão bibliográfica a respeito de ligas beta sobre a deformação se dar a partir de regiões de contornos para o interior dos grãos e também com a ocorrência de estruturas não homogêneas formadas nas regiões adjacentes aos contornos, como mostrado na Figura 2.16.

Marcas paralelas semelhantes a listras em várias direções no interior dos grãos puderam ser notadas, porém não se apresentaram com as mesmas características de maclas mecânicas convencionais. Essas marcas foram observadas em todas as amostras ensaiadas sob esta taxa de deformação, com exceção da amostra ensaiada à temperatura de 900 °C, que apresentou contornos de grão serrilhados (ou embojamento) e recristalização em seu interior. Para avaliar se estas listras realmente poderiam representar a formação de maclas nanométricas, realizou-se um mapeamento de fases e orientação cristalográfica automática num equipamento A-Star na amostra ensaiada a 650 °C e  $0,172 \text{ s}^{-1}$ , visto que esta foi a amostra que apresentou maior intensidade destas marcas. O mapeamento e indexação para orientação da fase beta obtido pode ser visualizado na Figura 4.37.

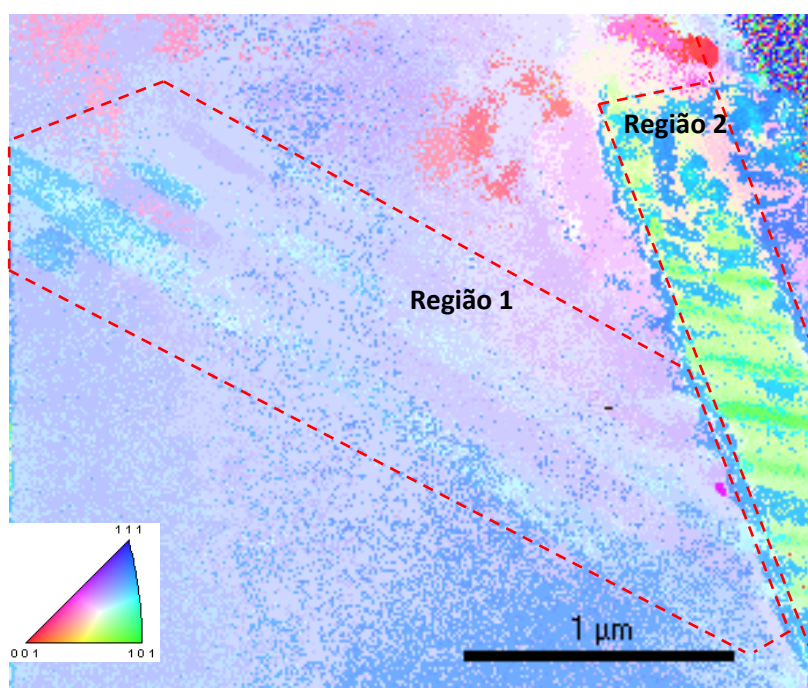


Figura 4.37 Mapa de orientação da fase beta de liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a **650 °C** e taxa de deformação de **0,172 s<sup>-1</sup>** mostrando diferentes regiões com marcas paralelas produzidas por mudança de orientação cristalina.

Na imagem é possível observar duas regiões distintas, sendo que na primeira (região 1) é possível distinguir marcas na diagonal central da imagem em azul mais claro, em contraste com o interior do grão orientado em regiões entre 001 e 111 que são evidenciadas no interior de um grão (visto que essa amostra não sofreu recristalização, os grãos continuaram da ordem de 500 μm).

A região 2, localizada na lateral direita da imagem, em verde, pode-se ver marcas horizontais orientadas na direção 101, em contraste com as regiões adjacentes orientadas próximas à 111. As mesmas listras podem ser visualizadas com maior resolução na Figura 4.38, onde são apresentadas imagens de campo claro e escuro da mesma região da Figura 4.37, respectivamente.

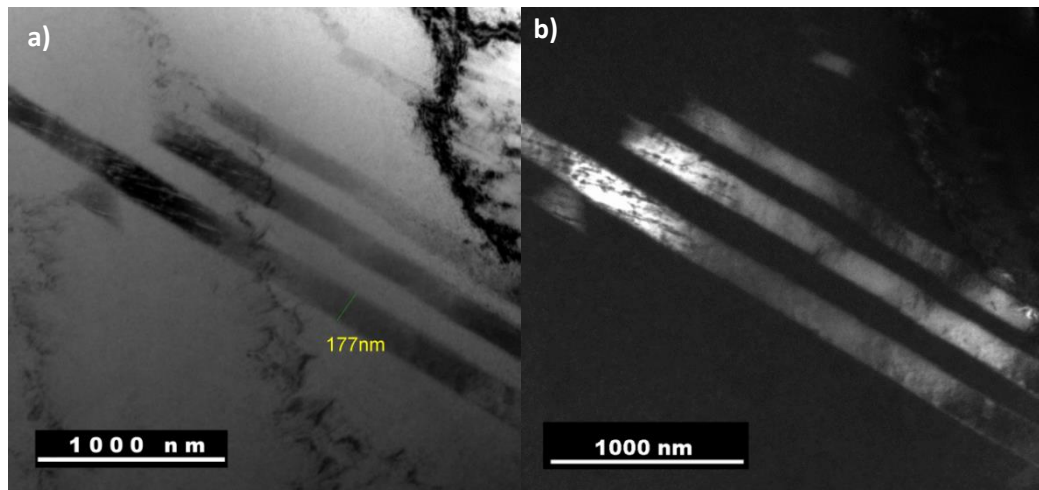


Figura 4.38 Imagens obtidas por microscopia de transmissão eletrônica de liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a **650 °C** e taxa de deformação de **0,172 s<sup>-1</sup>** de região com marcas paralelas. Em a) campo claro e em b) campo escuro.

A espessura da maior marca observada na região denominada como 1 foi de 177 nm, sendo uma forte evidência da ocorrência de maclas da ordem de nanômetros nesta liga. Para confirmar a hipótese, foram realizadas medições da desorientação cristalina através das marcas. A Figura 4.39, que mostra uma imagem de campo claro virtual da imagem da Figura 4.38, apresenta a linha utilizada para a localização da medição realizada nas possíveis nanomaclas maiores (região 1) em (a), e em (b) é possível observar a alteração da orientação cristalina através da linha analisada.

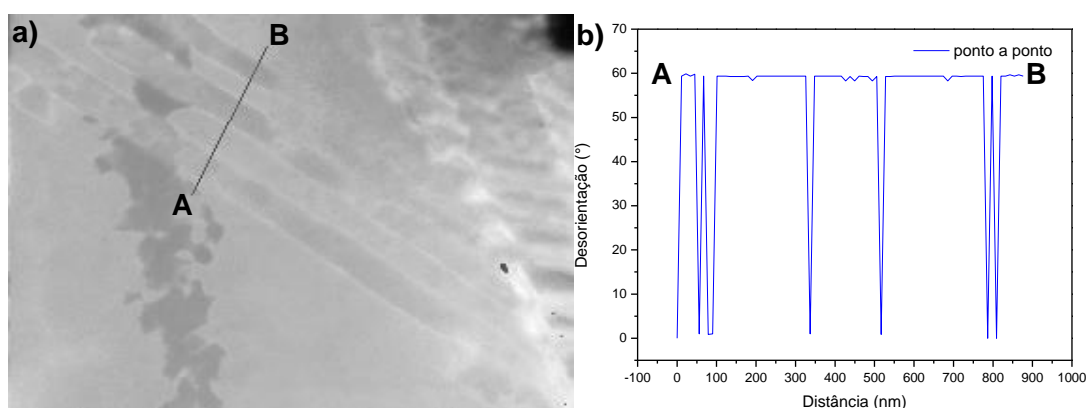


Figura 4.39 Análise de região 1 da liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a **650 °C** e taxa de deformação de **0,172 s<sup>-1</sup>**. Em a) localização dos pontos medidos linearmente de A a B e em b) orientação cristalográfica ao longo da linha A-B analisada.

Como se pôde observar na Figura 4.39, as mudanças de orientação ao longo da região linear analisada foram da ordem de 60°. Maclas correspondem a regiões com lados relativamente retos e paralelos com diferentes contrastes visuais em relação às regiões não macladas no interior dos grãos em que residem. Estas possuem uma simetria de rede espelhada, nas quais os átomos de um lado do contorno da macla encontram-se posicionados em posições de imagem espelhadas com o outro lado do contorno. As maclas podem ser resultado de deslocamentos atômicos produzidos por forças cisalhantes aplicadas e também durante tratamentos térmicos de recozimento após deformação (que não é o caso no presente trabalho). Estas ocorrem em planos cristalográficos definidos, como discutido na sessão de revisão bibliográfica.

A deformação por maclagem difere da deformação por escorregamento em vários aspectos, porém o principal é que no caso do escorregamento, a orientação cristalográfica acima e abaixo do plano de escorregamento é a mesma; para maclagem, há uma reorientação ao longo do plano de maclagem [147]. As maclas mecânicas são caracterizadas por uma rotação de aproximadamente 60° em relação à direção cristalina <111> [148]. Deste modo, pela análise conjunta da Figura 4.37 e 4.39 podemos afirmar que as marcas realmente se tratam de maclas com dimensões de no máximo 300 nm. A região 2 foi analisada da mesma forma e apresentou também maclas da ordem de nanômetros ainda menores, como pode ser visto na Figura 4.40.

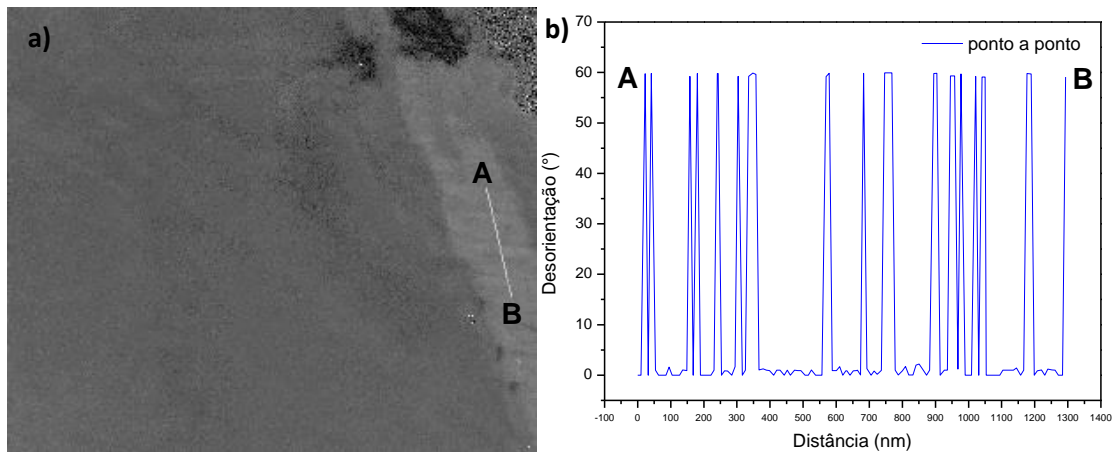


Figura 4.40 Análise de região 2 da liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a **650 °C** e taxa de deformação de **0,172 s<sup>-1</sup>**. Em a) localização dos pontos medidos linearmente de A a B e em b) orientação cristalográfica ao longo da linha A-B analisada.

Conclui-se deste modo, pela análise dos mapeamentos realizados, que houve a ocorrência de maclas não detectáveis por meio de microscopia óptica convencional. Na Figura 4.41 é mostrado o resultado de um mapeamento de contornos realizado na mesma região da Figura 4.37. Nela é possível observar a ocorrência de sítios de coincidência de rede  $\Sigma 3$ , associados à diferença de orientação de  $60^\circ$  em relação à direção  $\langle 111 \rangle$  em preto (CSL – *Coincidence Site Lattice*), confirmando novamente que as marcas são referentes à presença de maclas [149]. Mais informações a respeito de análises relacionadas à interpretação de sítios de coincidência de rede podem ser encontradas em [150].

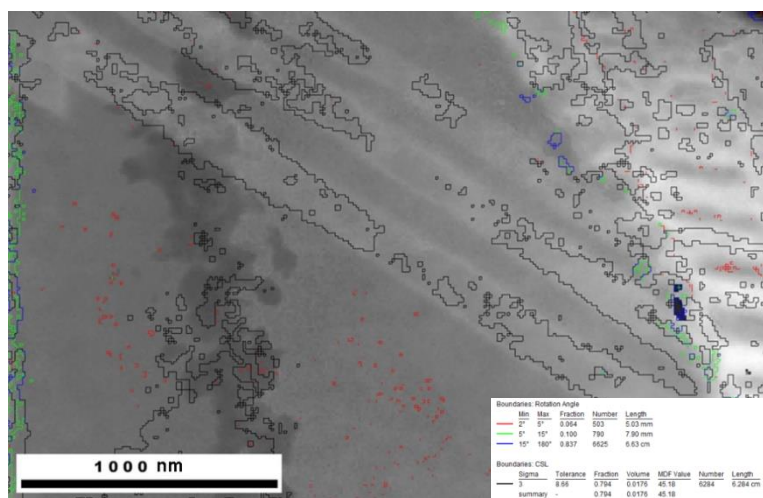


Figura 4.41 Análise de orientação de contornos de ângulo de região da liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a **650 °C** e taxa de deformação de **0,172 s<sup>-1</sup>** mostrando sítios de coincidência de rede  $\Sigma 3$  associados à mudança de orientação de  $60^\circ$  (em preto).



Como apresentado na revisão bibliográfica (item 2.3.1), a literatura reporta que uma fina e densa estrutura de discordâncias se desenvolve nas regiões de contornos de grão. Desta forma, conforme visualizado nas Figuras 4.36 (a) e (b), estas regiões são locais preferenciais para nucleação de novos grãos, porém a recristalização também se deu de maneira efetiva no interior dos grãos, como pode ser visto na Figura 4.36 (c).

De maneira geral, pode-se notar que houve um atraso na ocorrência da recristalização e esta ocorreu de maneira heterogênea em algumas amostras ensaiadas nas maiores temperaturas testadas (750 °C e 900 °C), tendo sido a recuperação dinâmica o mecanismo de amaciamento predominante na maior parte das temperaturas utilizadas nos ensaios.

A ocorrência do retardo do início da recristalização observado para essa liga pode ser explicada pela alta concentração de elementos de liga presentes, sendo que estes elementos (Mo, Zr e Fe), devido a seus tamanhos atômicos serem similares ao do titânio, encontram-se em solução sólida na matriz beta. O efeito mais comum de solutos é o de agir impedindo a recristalização. O efeito quantitativo de um soluto no comportamento da recristalização é dependente do par solvente/soluto específico, agindo em altas concentrações de maneira a retardar a ocorrência da recristalização, elevando a temperatura na qual esta ocorre. Os átomos em solução sólida podem retardar tanto o início da nucleação quanto a taxa de crescimento dos grãos recristalizados. O efeito dos átomos em solução sólida em ligas multielementares não foi quantificado, entretanto a maioria dos trabalhos experimentais sugere que a influência principal dos solutos se dá na mobilidade dos contornos de grão [104].

Riontino et al. [151] estudaram o efeito da adição de elementos de transição substitucionais no comportamento da recristalização e energia armazenada em ligas binárias de cobre, e concluíram que pequenas adições atuam de maneira a aumentar a ocorrência da taxa de recristalização e quantidade de energia acumulada ou força motriz para sua ocorrência (a depender do volume atômico do elemento – interações elásticas), porém em altas concentrações, sempre atuam de maneira a retardar a recristalização, enquanto a energia armazenada pode ser aumentada ou diminuída, a depender

do tipo de soluto. Neste caso, o feito de retardo depende da energia de ligação do soluto com o contorno. O primeiro modelo quantitativo descrevendo a influência do arrasto de soluto na taxa de migração de contornos de grão foi proposto por Lücke e Detert [152] e é baseado na ideia de que um contorno em movimento arrasta um campo de tensão elástico gerado por átomos em solução sólida que exercem uma força que o retarda. Considera-se que a força de arrasto depende principalmente da energia de interação entre o contorno de grão e o átomo de soluto, e também da taxa de difusão dos solutos nas regiões interiores e próximas ao contorno de grão.

O modelo proposto, posteriormente modificado por Cahn [153], relaciona a força motriz para migração do contorno de grão a fatores como a taxa de migração, a mobilidade dos contornos de grão no metal puro, a fração atômica do soluto e ainda alguns parâmetros dependentes da energia de interação entre o soluto e os contornos de grão e da difusividade do soluto nas vizinhanças dos mesmos.

Apesar do modelo de Cahn ter sido proposto considerando uma concentração de elementos em solução da ordem de partes por milhão (ppm) para elementos em soluções sólidas intersticiais, ou seja, soluções diluídas, o efeito da concentração de soluto no retardo da ocorrência de recristalização é também geralmente atribuído ao efeito de arraste de soluto mesmo em ligas com alta concentração de elementos de liga em solução sólida substitucional.

Trump [154], relata em sua tese que o estudo da cinética de recristalização para o caso de aços sob efeito de soluto é muito comum, mas para o caso do titânio, estudos que quantificam esses efeitos são muito limitados. Deste modo, a pesquisadora realizou um estudo sobre o impacto na cinética de recristalização estática da adição de alumínio ao titânio. Seu estudo reporta que, variando a concentração de 0 para 7% em peso de alumínio, o tempo para ocorrência de 50% de recristalização da liga passou de menos de 1 minuto para 1240 minutos, ficando claro o efeito do soluto na cinética de recristalização da liga. A pesquisadora discute ainda que o modelo desenvolvido por Cahn para predição da relação entre a concentração de soluto e a mobilidade de contornos de grão prevê um comportamento linearmente inverso, porém para o sistema Ti-Al

estudado, é observado que o tempo para ocorrência de 50% de recristalização aumenta exponencialmente com a concentração de soluto, relatando haver outros fatores reduzindo a cinética de recristalização adicionalmente ao arraste de soluto. A autora verificou que, com o aumento da concentração de alumínio, as diferenças entre o limite de escoamento e tensão estacionária diminuem rapidamente, relacionando este efeito à menor densidade de discordâncias e redução da força motriz para ocorrência de recristalização e ainda, relaciona este fenômeno à redução da taxa de encruamento durante a deformação com o aumento do elemento Al, o que foi atribuído à redução da ocorrência de maclagem mecânica (visto que sua redução reduz a taxa de encruamento). Neste ponto a autora enfatiza que o efeito combinado dos átomos em solução na redução da mobilidade dos contornos e na redução da força motriz para recristalização (advindo da redução do encruamento) tem um impacto significativo no retardo da cinética de recristalização destas ligas. A Figura 4.42 (a) mostra a variação da força motriz para ocorrência de recristalização e em (b) é mostrada a mobilidade de contornos com o aumento da concentração de Al ao titânio puro.

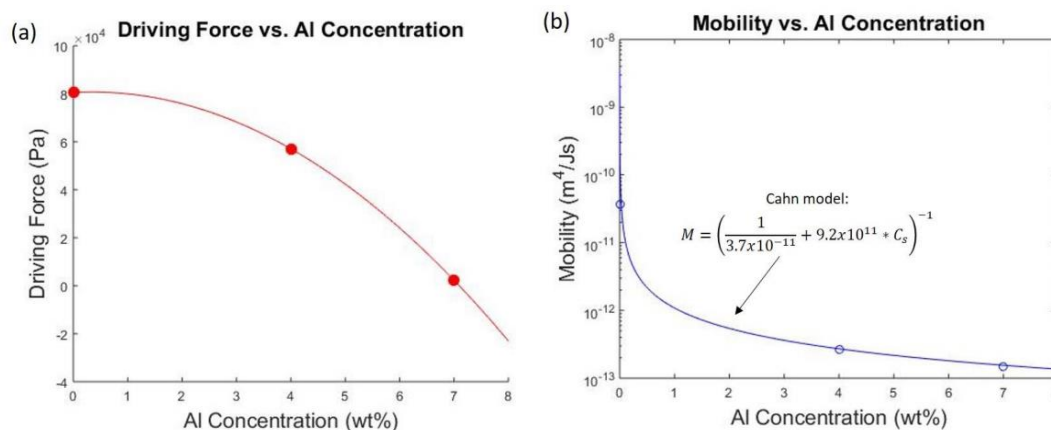


Figura 4.42 Estudo realizado estudando o impacto do aumento da concentração de alumínio em titânio com base no modelo de Cahn para relacionar a mobilidade de contornos de grão à concentração de soluto (arraste de soluto). O estudo revela que o aumento da concentração de alumínio reduz a força motriz para ocorrência de recristalização (a) e em (b) a mobilidade dos contornos é reduzida pelo aumento da concentração do elemento em solução [154].

Além de estudar a cinética de recristalização do sistema Ti-Al, Trump ainda discute a causa da redução da mobilidade de contornos de grão observada. Visto que o retardo da cinética de crescimento de grãos com o aumento da

concentração de solutos é geralmente atribuído ao efeito de arraste de soluto, a maioria das pesquisas realizadas explica esse fenômeno assumindo que os solutos segregam nos contornos de grão causando seu retardo pelo arraste, entretanto, essa segregação é raramente confirmada experimentalmente, sendo observada via microscopia apenas em ligas com concentrações diluídas de soluto, o que é explicado via mecanismos cinéticos e termodinâmicos. O efeito cinético é baseado na diferença de difusividade dos átomos de soluto e dos átomos da matriz, assumindo-se que os átomos em solução localizados nos contornos de grão possuem uma menor difusividade na matriz que os átomos do solvente e, deste modo, os contornos de grão devem arrastar estes átomos em solução para se movimentar, reduzindo assim a mobilidade do contorno. Já o efeito termodinâmico é baseado na redução da energia do contorno devido aos átomos de soluto segregarem nos contornos e reduzirem a força motriz para o crescimento de grãos. Tendo em vista estes dois mecanismos, seria esperado que quanto maior a concentração de soluto na liga, maior seria a concentração de elementos nos contornos de grão e maior seria o efeito de arraste de soluto na cinética de crescimento de grãos, porém este fato não foi observado no trabalho por meio de técnicas de microscopia eletrônica de transmissão e espectroscopia de energia dispersiva (EDS). Após discutir as interações e teorias existentes para explicar a não ocorrência de segregação na liga Ti-Al, a autora chega à conclusão que a interação entre os átomos de soluto para ligas com alta concentração deve ser levada em consideração, já que em soluções com solutos em concentrações próximas ao limite de solubilidade, torna-se energeticamente favorável que os átomos em solução fiquem próximos uns aos outros e somente haverá precipitação se o limite de solubilidade for ultrapassado. Desta forma, átomos de solutos são atraídos uns aos outros de maneira crescente, a segregação torna-se energeticamente desfavorável nas regiões dos contornos de grão e os átomos em solução repelem os contornos ao invés de serem atraídos para os mesmos, ou seja, a energia de segregação torna-se positiva em vez de negativa (o que causaria sua ocorrência). Deste modo, o efeito dos átomos em solução na redução da mobilidade dos contornos de grão é atribuído ao fato que os contornos devem empurrar ou repelir os átomos de

soluto para que possam se movimentar [154].

Relacionando o trabalho citado no parágrafo anterior ao caso das ligas estudadas no presente trabalho, convém observar que a grande quantidade de elementos em solução, principalmente o molibdênio, o qual já foi demonstrado causar uma redução na cinética de crescimento de grãos em ligas de titânio beta [155], o argumento sobre a ocorrência de energia de segregação positiva para explicar o retardo da ocorrência de recristalização dinâmica nessas ligas torna-se extremamente plausível para entender o comportamento destas ligas sob deformação a quente.

Analisando-se a ocorrência do atraso da recristalização pelo ponto de vista da cinética da movimentação dos contornos, visto que a migração dos contornos é dependente da taxa de difusão do soluto nas regiões dos contornos, dois fatores devem ser levados em consideração para a análise das ligas do presente trabalho: 1) a frequência de ocorrência da difusão substitucional é cerca de 1/6 da frequência de ocorrência da intersticial, uma vez que é necessária a existência de vacâncias e outros defeitos de rede nas vizinhanças dos contornos de grão para onde o soluto migrará, além de haver energia térmica suficiente para que a energia de ativação seja vencida e a difusão ocorra; 2) o elemento Mo (em maior concentração em ambas as ligas aqui analisadas) possui o menor coeficiente de difusão na fase beta entre todos os elementos  $\beta$ -estabilizadores [156], o que corrobora com a teoria apresentada por Trump, visto que a segregação desse elemento em regiões de contornos é dificultada pela baixa mobilidade do elemento através da rede cristalina.

O atraso na ocorrência da recristalização foi também justificado em outros trabalhos pela alta energia de falha de empilhamento da fase beta e facilitação de mecanismos de recuperação [112,113], sugerindo que grãos recristalizados formam-se gradualmente a partir de subgrãos por um mecanismo contínuo e não pelo mecanismo clássico de recristalização descontínua. Este mecanismo descreve um fenômeno de recuperação muito acentuado e foi observado em ligas como a Beta-CEZ [16]. A razão aceita para explicação do desenvolvimento das estruturas de discordâncias densas nas regiões de contornos de grãos é o fato de haver uma maior quantidade de sistemas de escorregamento ativos nas

regiões próximas aos contornos em comparação ao interior dos grãos, como um resultado da incompatibilidade na acomodação de deformação entre a vizinhança dos grãos durante a deformação. Deste modo, as regiões de contornos tendem a apresentar uma maior densidade de discordâncias que resultam em uma maior tendência de ocorrência de recuperação dinâmica e recristalização.

O tamanho dos grãos recristalizados nessas regiões tem sido relatado como de mesma magnitude dos subgrãos encontrados (aproximadamente 20  $\mu\text{m}$ ) [158]. Entretanto, por meio de microscopia de varredura de alto contraste utilizando detector de elétrons retroespalhados (BSE – *Backscattered Electron*), foi possível observar estruturas de grãos e subgrãos ainda menores nas regiões de contornos analisados, não sendo possível, por meio desta técnica, verificar se as estruturas observadas tratam-se de subgrãos ou grãos formados por recristalização.

As Figuras 4.43 e 4.44 apresentam a análise por microscopia de alto contraste da amostra de TMZF deformada a 900 °C e 0,172 s<sup>-1</sup> em menor e maior aumento, respectivamente. Pela análise destas imagens observa-se a ocorrência de recristalização nas regiões de contornos (que foram inclusive observados por meio de MO na Figura 4.36, confirmando se tratar de recristalização devido ao ataque dos contornos), assim como em algumas regiões no interior dos grãos. Na Figura 4.44 podem-se observar com maior clareza marcas paralelas bem definidas nas regiões do interior do grão que não foram recristalizadas. Provavelmente estas marcas também se tratam de maclas micro ou nanométricas, que podem ter funcionado como locais preferenciais para nucleação e crescimento de grãos recristalizados em regiões internas dos grãos. Estas marcas serão melhor visualizadas nas imagens de MEV por contraste apresentadas a seguir.

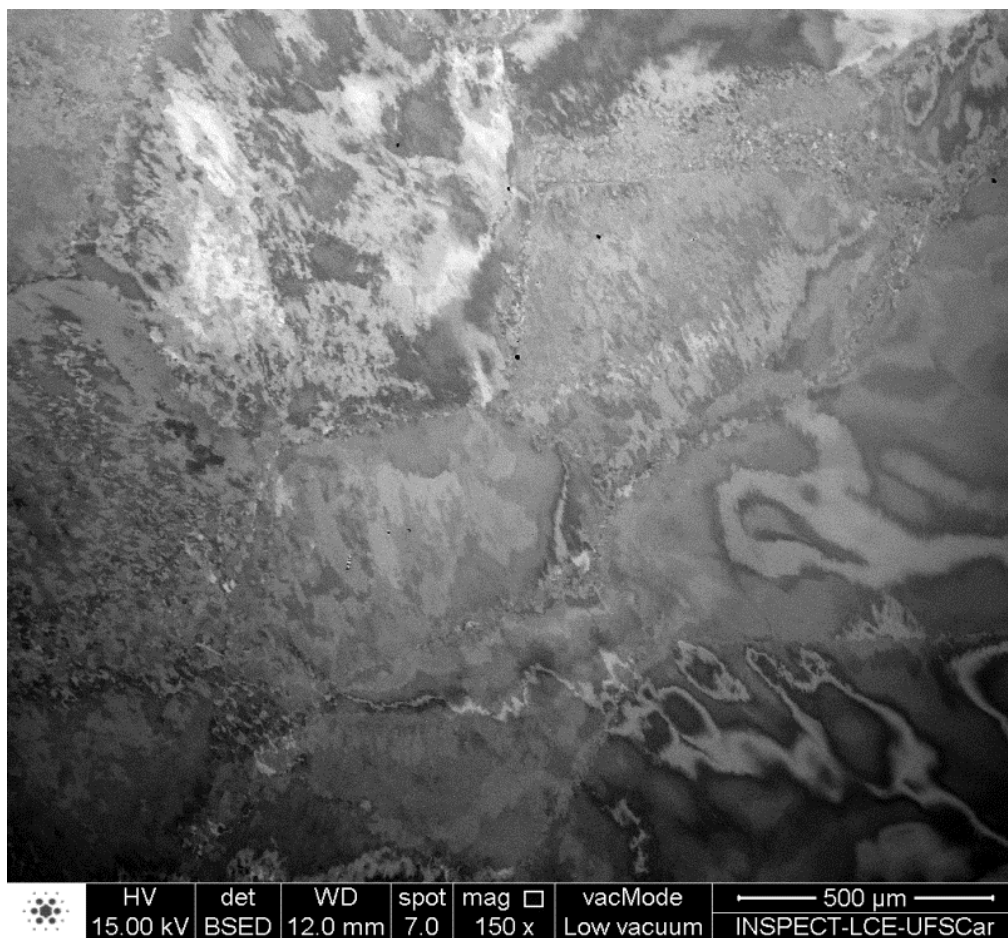


Figura 4.43 MEV por contraste de região da liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a **900 °C** e taxa de deformação de **0,172 s<sup>-1</sup>** mostrando a ocorrência de recristalização em regiões próximas aos contornos de grão originais e em regiões internas aos grãos.

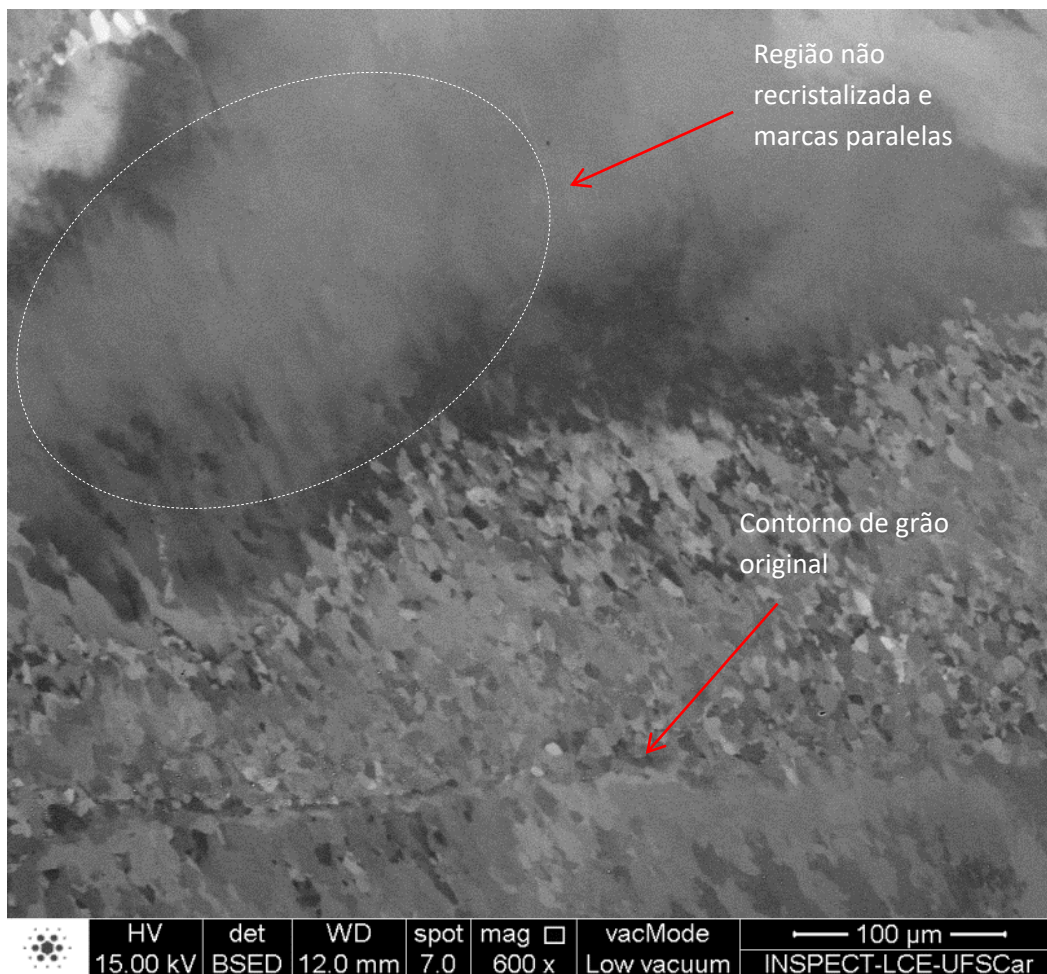


Figura 4.44 MEV por contraste de região da liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a **900 °C** e taxa de deformação de **0,172 s<sup>-1</sup>** em maior aumento mostrando grãos recristalizados formados nas vizinhanças dos contornos de grão original e regiões não recristalizadas com marcas paralelas.

A distribuição de orientação dos grãos em uma região próxima à da Figura 4.44 pode ser observada na Figura 4.45; apesar da baixa qualidade de sinal obtido na varredura, nela é possível observar o embojamento das regiões de contornos de grãos e a orientação similar dos subgrãos no contorno de grão à direita em orientações próximas à direção [001], evidenciando o mecanismo de recristalização precedido por forte recuperação (como citado anteriormente) e grãos recristalizados com orientações aleatórias no interior do grão.



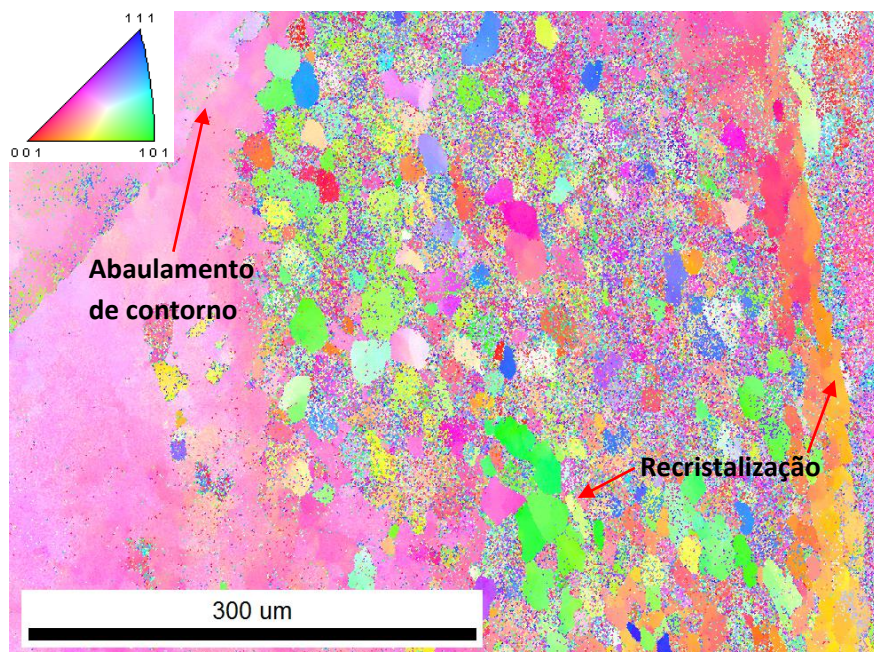


Figura 4.45 Mapeamento de orientação por EBSD de região da liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a **900 °C** e taxa de deformação de **0,172 s<sup>-1</sup>** evidenciando recristalização e abaulamento de regiões de contornos de grão (bulging).

As Figuras de 4.46 a 4.51 apresentam as microestruturas das amostras deformadas com a taxa de  $1,72 \text{ s}^{-1}$ , obtidas por microscopia óptica. Não foi observada a ocorrência de recristalização em nenhuma das amostras ensaiadas nesta taxa de deformação. As mesmas marcas paralelas como listras no interior dos grãos foram observadas para as amostras ensaiadas em temperatura de 650 e 700°C e com o aumento da temperatura de deformação houve contínuo espessamento de regiões de contornos de grãos. Uma maior densidade de deformação foi observada nos contornos de grão da amostra deformada a 900 °C (evidenciada pelo espessamento dos contornos), porém não foi possível, por meio deste método de caracterização, identificar a presença de subgrãos e grãos recristalizados nestas regiões ou se o espessamento foi causado apenas por maior densidade de discordâncias presentes nas vizinhanças dos contornos. Devido ao grande volume de amostras, optou-se por realizar análises de MEV apenas nas amostras deformadas nas maiores e menores temperaturas e maior e menor taxa de deformação.

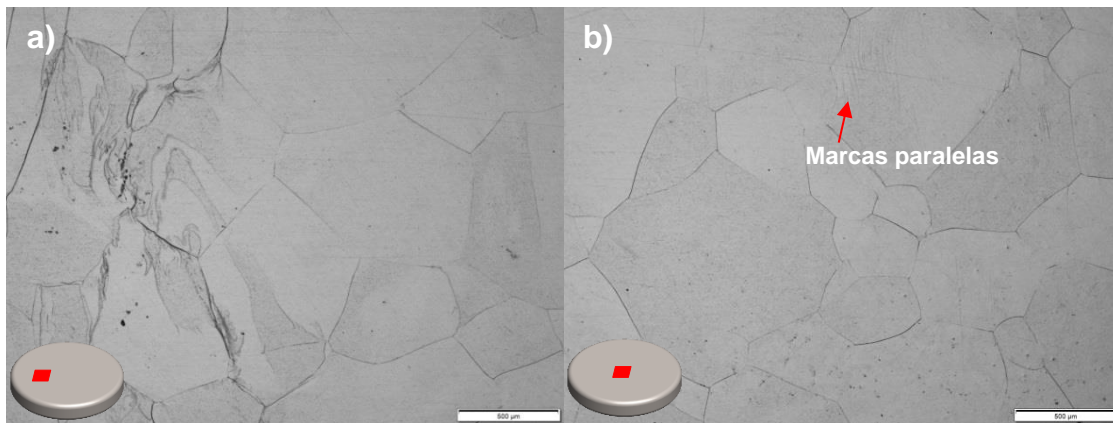


Figura 4.46 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a **650 °C** e taxa de deformação de **1,72 s<sup>-1</sup>**. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central mostrando marcas paralelas.

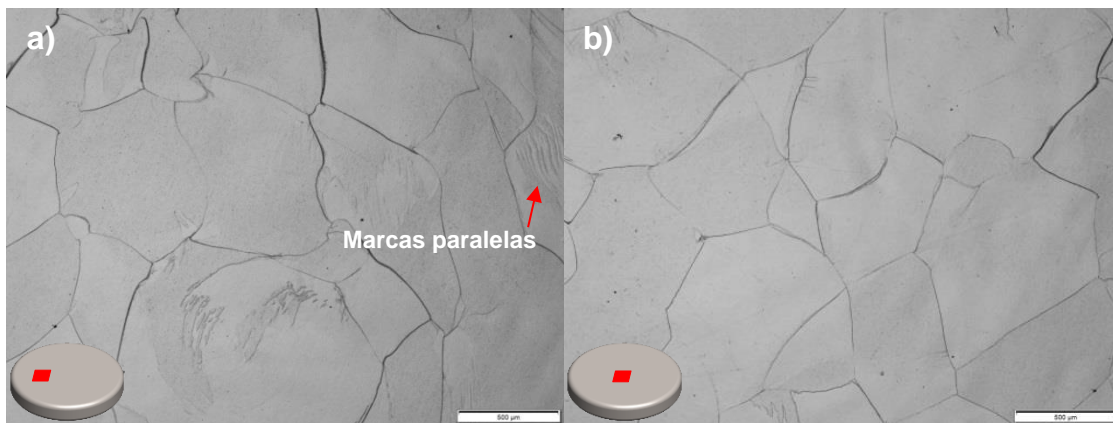


Figura 4.47 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a **700 °C** e taxa de deformação de **1,72 s<sup>-1</sup>**. Em (a) região intermediária da amostra mostrando marcas paralelas e em (b) região central.

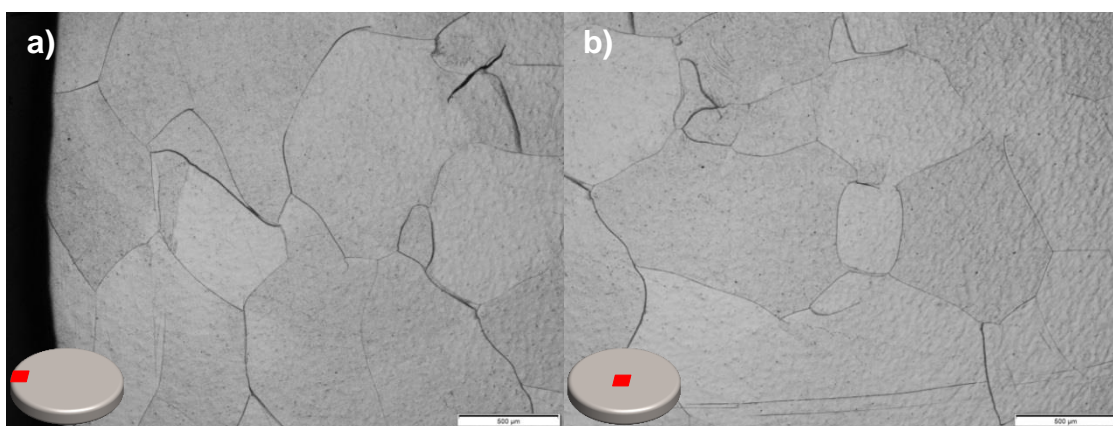


Figura 4.48 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a **750 °C** e taxa de deformação de **1,72 s<sup>-1</sup>**. Em (a) borda da amostra e em (b) região central.

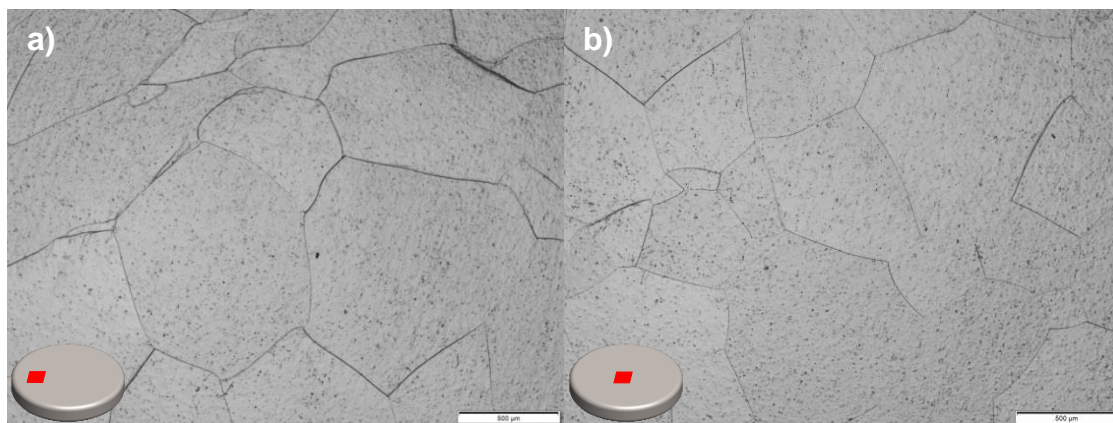


Figura 4.49 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a **800 °C** e taxa de deformação de **1,72 s<sup>-1</sup>**. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central.

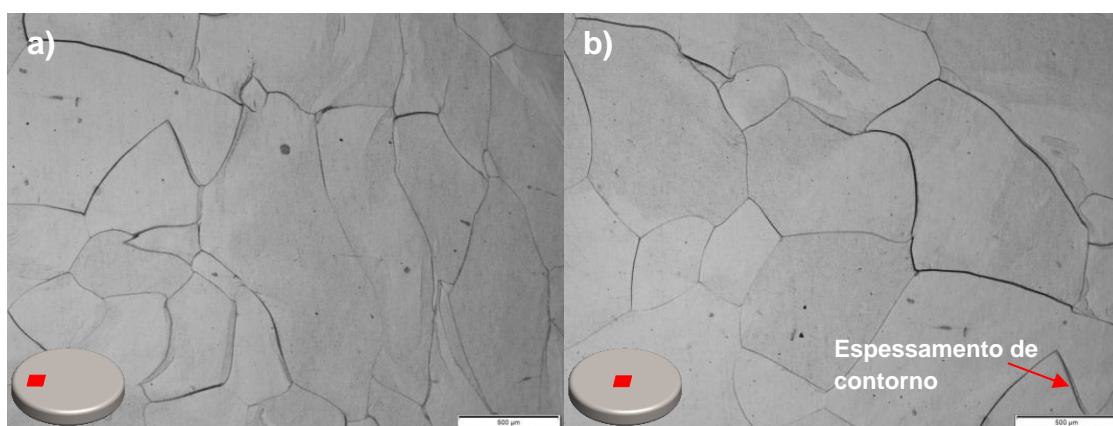


Figura 4.50 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a **850 °C** e taxa de deformação de **1,72 s<sup>-1</sup>**. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central, evidenciando espessamento de contorno de grão.

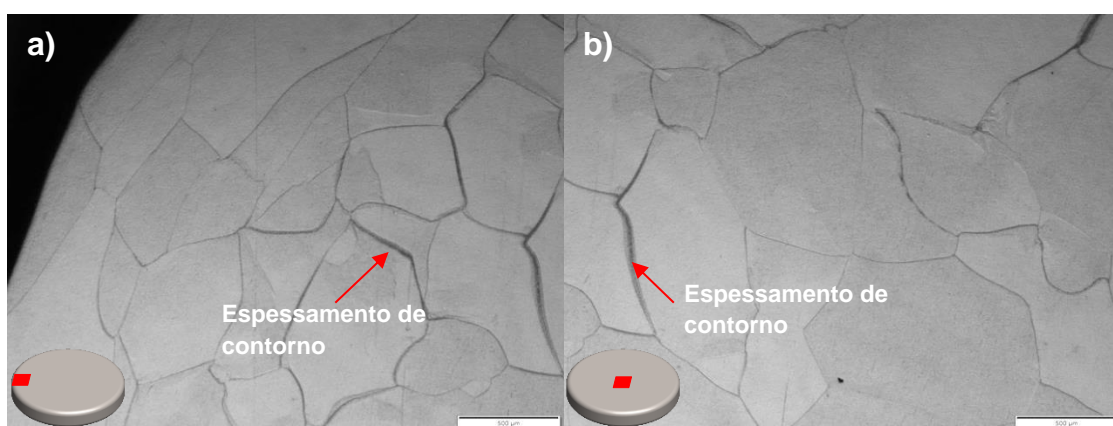


Figura 4.51 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a **900 °C** e taxa de deformação de **1,72 s<sup>-1</sup>**. Em (a) borda da amostra e em (b) região central, ambas evidenciam espessamento de regiões de contornos de grão.

As Figuras 4.52 a 4.57 apresentam as microestruturas das amostras de TMZF deformadas à taxa de deformação de  $17,2 \text{ s}^{-1}$ . Não foi observada a

ocorrência de recristalização para esta taxa de deformação, porém as marcas paralelas semelhantes a listras estiveram presentes na superfície das amostras em todas as temperaturas ensaiadas. Para melhor caracterizar estas marcas, foram realizadas análises por microscopia de varredura eletrônica por alto contraste, que serão apresentadas após as imagens obtidas por MO.

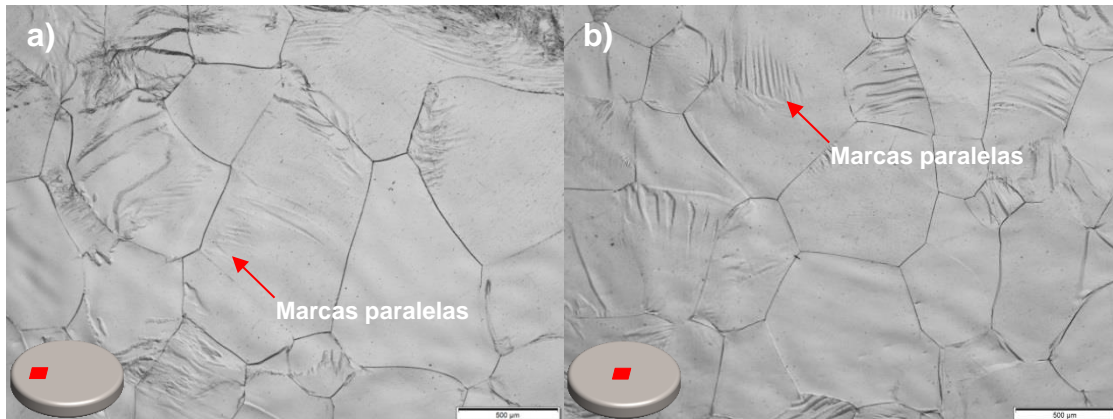


Figura 4.52 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a **650 °C** e taxa de deformação de **17,2 s<sup>-1</sup>**. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central. Em ambas é evidente a presença de marcas paralelas.

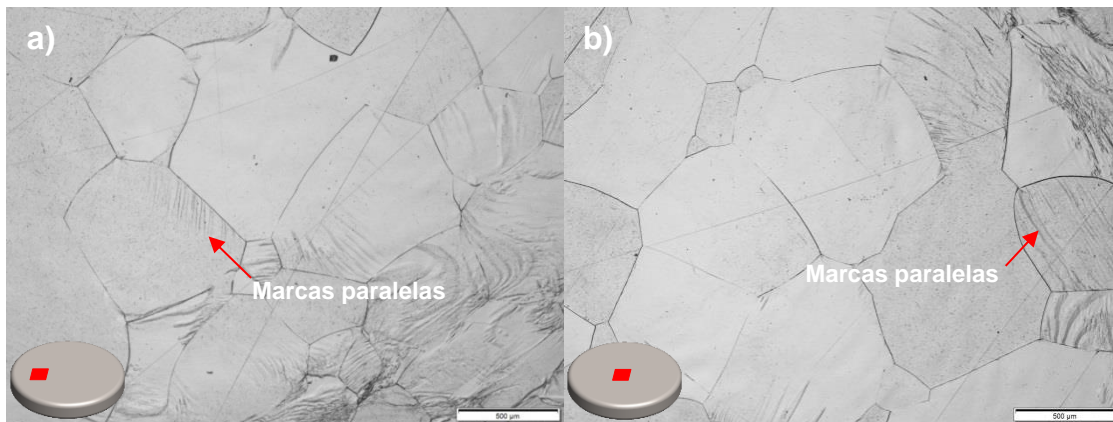


Figura 4.53 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a **700 °C** e taxa de deformação de **17,2 s<sup>-1</sup>**. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central. Em ambas é evidente a presença de marcas paralelas.

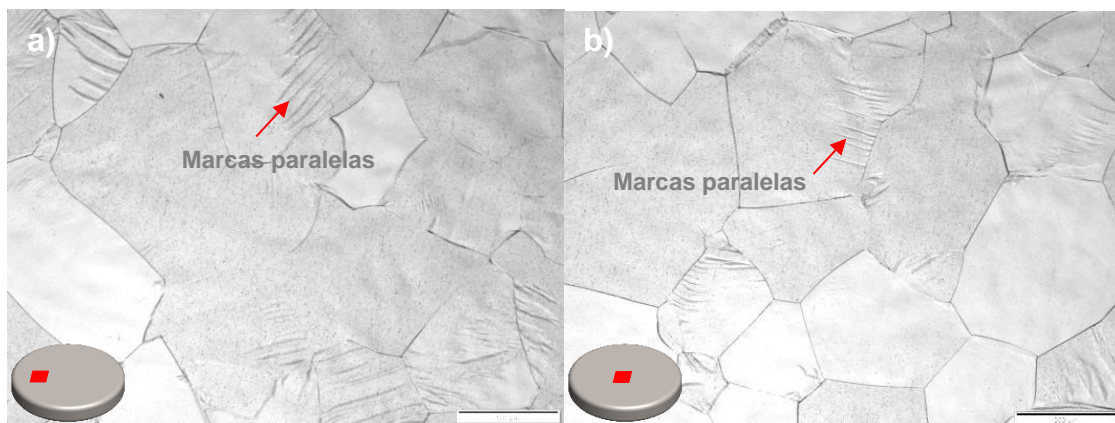


Figura 4.54 Microestrutura liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a **750 °C** e taxa de deformação de **17,2 s<sup>-1</sup>**. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central. Em ambas é evidente a presença de marcas paralelas.

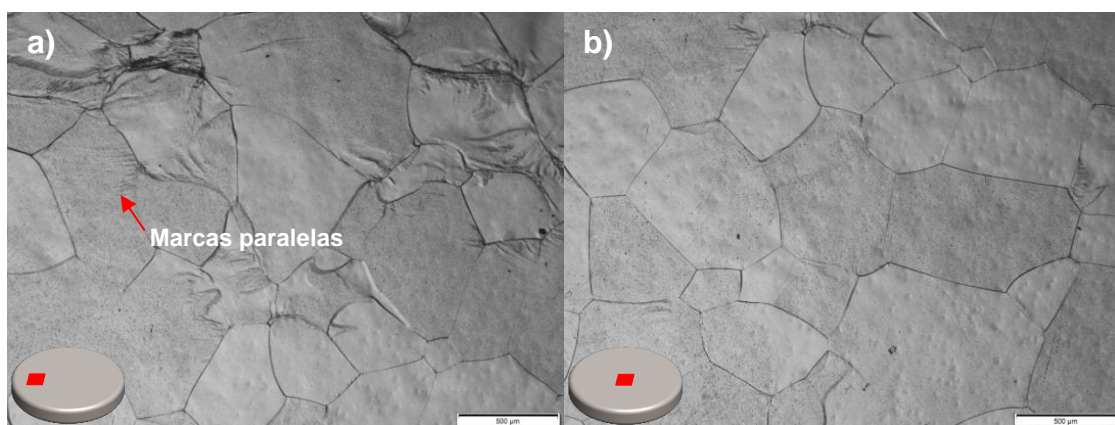


Figura 4.55 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a **800 °C** e taxa de deformação de **17,2 s<sup>-1</sup>**. Em (a) região intermediária da amostra com marcas paralelas e em (b) região central.

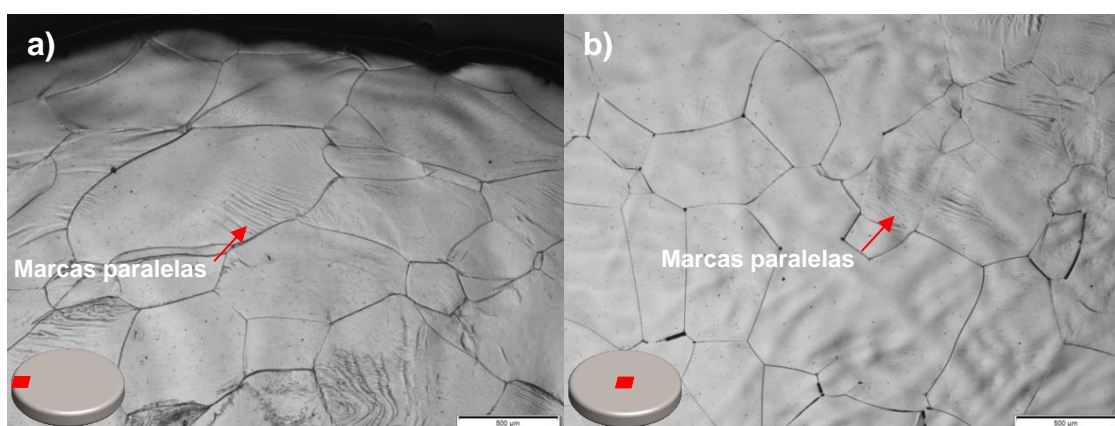


Figura 4.56 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a **850 °C** e taxa de deformação de **17,2 s<sup>-1</sup>**. Em (a) borda da amostra e em (b) região central. Em ambas é evidente a presença de marcas paralelas.

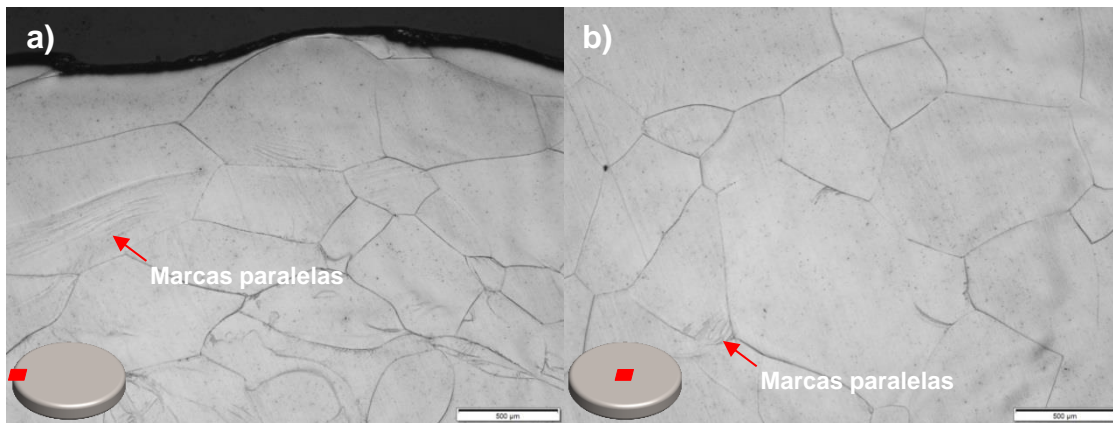


Figura 4.57 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a  $900\text{ °C}$  e taxa de deformação de  $17,2\text{ s}^{-1}$ . Em (a) borda da amostra e em (b) região central. Em ambas é evidente a presença de marcas paralelas.

As Figuras 4.58 e 4.59 apresentam regiões a microestrutura da liga TMZF deformada a  $650\text{ °C}$  obtidas por meio de microscopia eletrônica de varredura por alto contraste (detector de elétrons retroespehados - BSED). Pode-se observar pelas imagens de alto contraste que as marcas vistas nas superfícies das amostras por microscopia óptica possuem constante mudança de orientação. Visto que através dessa análise é possível observar qualitativamente a orientação da superfície analisada, observam-se padrões de alteração de tonalidades paralelos e diferentes direções ao longo do interior dos grãos. Nas Figuras 4.58 (a) e (b) é possível observar estas marcas em maior magnificação, evidenciando a ocorrência das maclas anteriormente discutidas, assim como sua reduzida espessura.

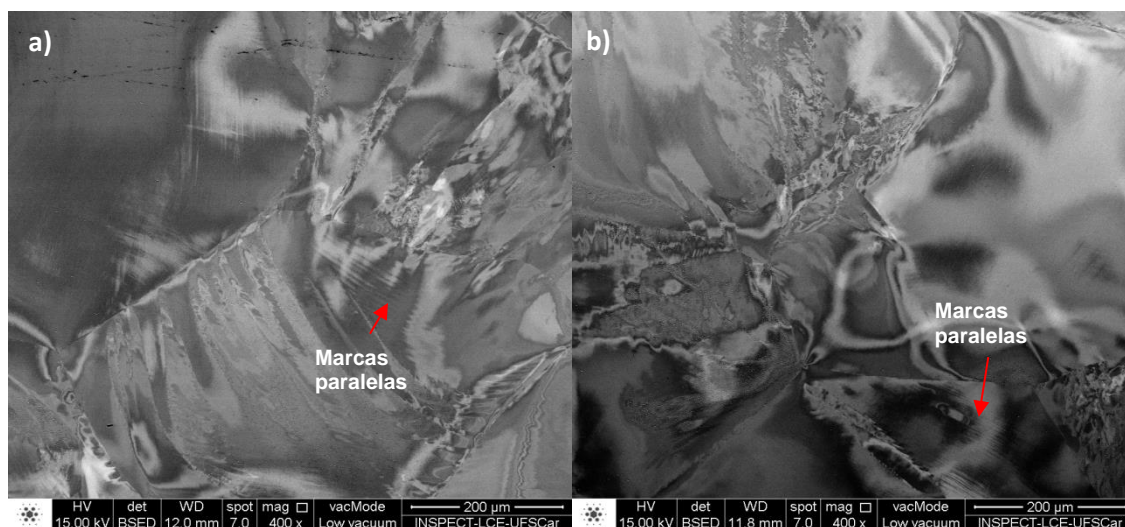


Figura 4.58 MEV por contraste de duas regiões distintas de amostra da liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a  $650\text{ °C}$  e taxa de deformação de  $17,2\text{ s}^{-1}$ .

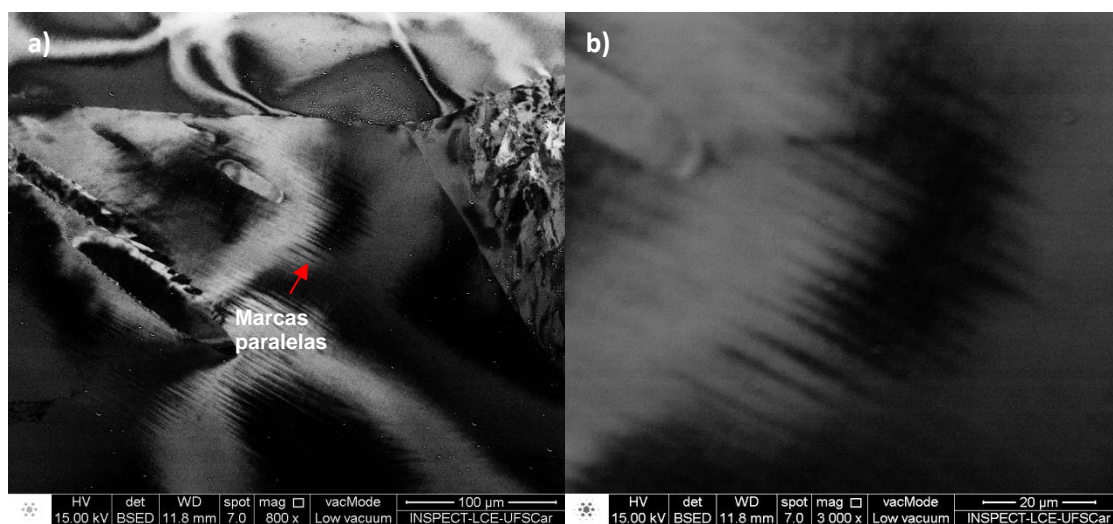


Figura 4.59 MEV por contraste de região da liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a  $650\text{ °C}$  e taxa de deformação de  $17,2\text{ s}^{-1}$ . Em (a) região contida na Figura 4.58 (b) em magnificação de 800x e em (b) mesma região em magnificação de 3000x.

Com o aumento da temperatura de deformação é possível observar (comparando a Figura 4.59 de  $T=650\text{ °C}$  às Figuras 4.60 e 4.61 de  $T=900\text{ °C}$ ), pelo espessamento dos contornos de grão, que a densidade de discordâncias nestas regiões é aumentada com o aumento da temperatura de deformação. O efeito do aumento da temperatura no espessamento dos contornos pode ser verificado nas Figuras 4.60 e 4.61. A presença das marcas paralelas citadas também é observada em ambas as temperaturas de deformação mostradas nas imagens obtidas por MEV de alto contraste.

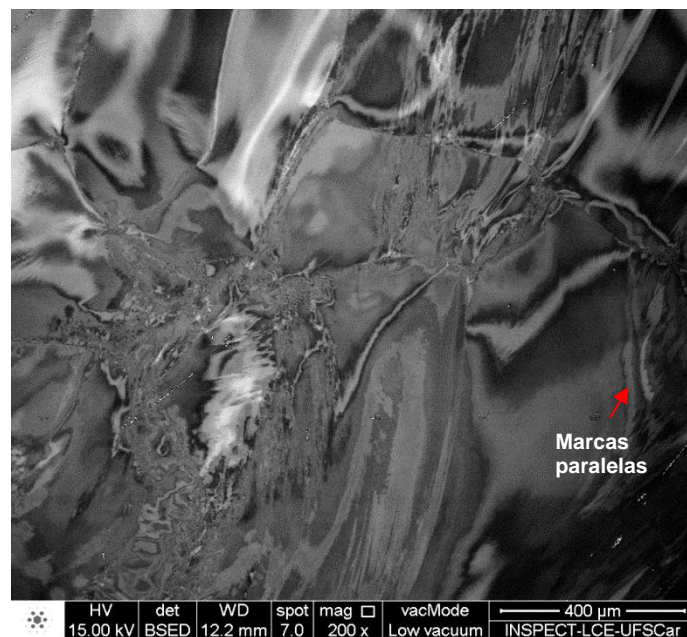


Figura 4.60 MEV por contraste de região da liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a **900 °C** e taxa de deformação de **17,2 s<sup>-1</sup>**.

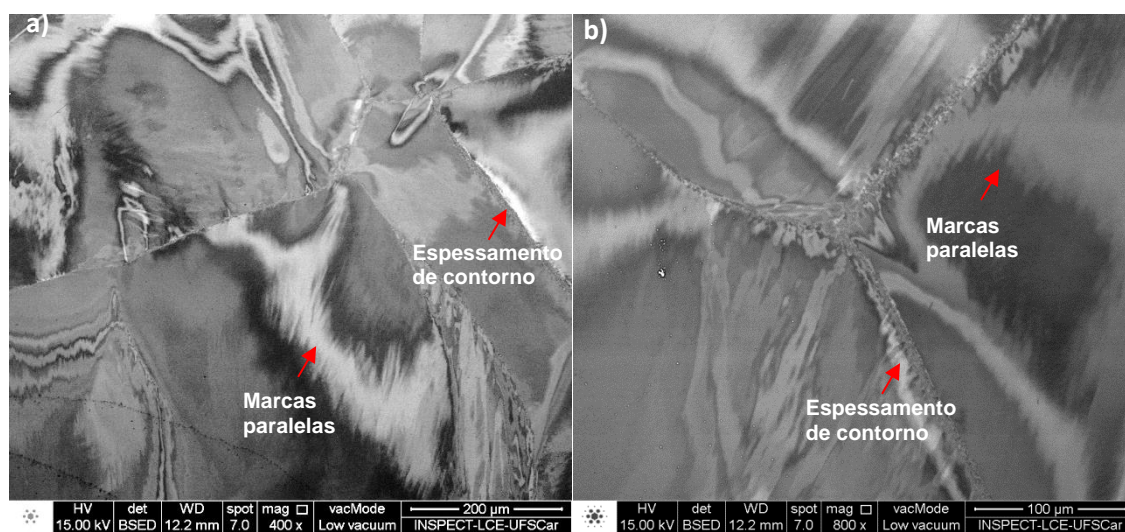


Figura 4.61 MEV por contraste de região da liga TMZF após ensaio de compressão a quente isotérmico a **900 °C** e taxa de deformação de **17,2 s<sup>-1</sup>** em diferentes aumentos.

A Tabela 4.8 apresenta um resumo das características que puderam ser observadas nas microestruturas analisadas das amostras dos ensaios isotérmicos.

Tabela 4.8 Resumo das características observadas nas microestruturas das amostras dos ensaios a quente isotérmicos da liga TMZF das Figuras de 4.31 a 4.36 e 4.46 a 4.57.

T (°C)	$\dot{\epsilon}$ (s <sup>-1</sup> )	Listras na superfície	Embojamento	Recristalização
650	0,172	x		
	1,72	x		
	17,2	x		



700	0,172	x		
	1,72	x		
	17,2	x		
750	0,172	x		x
	1,72	x		
	17,2	x		
800	0,172	x		
	1,72			
	17,2	x		
850	0,172	x		
	1,72	x		
	17,2	x		
900	0,172	x	x	x
	1,72			
	17,2	x		

#### 4.7.1.2 Ensaios de deformação sob resfriamento contínuo

As microestruturas resultantes dos ensaios de compressão sob resfriamento contínuo da liga TMZF são mostradas nas Figuras de 4.62 a 4.70. A Tabela 4.9 traz um resumo das características observadas. A única amostra que apresentou indícios de recristalização nas regiões de contornos de grão foi aquela com 10 passes de deformação e ensaiada com intervalo de tempo entre passes de 50 segundos. Como discutido anteriormente, a recristalização nesta liga se dá por meio de forte recuperação prévia e as regiões de contornos são as que possuem elevada densidade de defeitos; portanto, são as regiões onde é possível observar maior ocorrência de fenômenos de recristalização, como apresentado na Figura 4.69 (a).

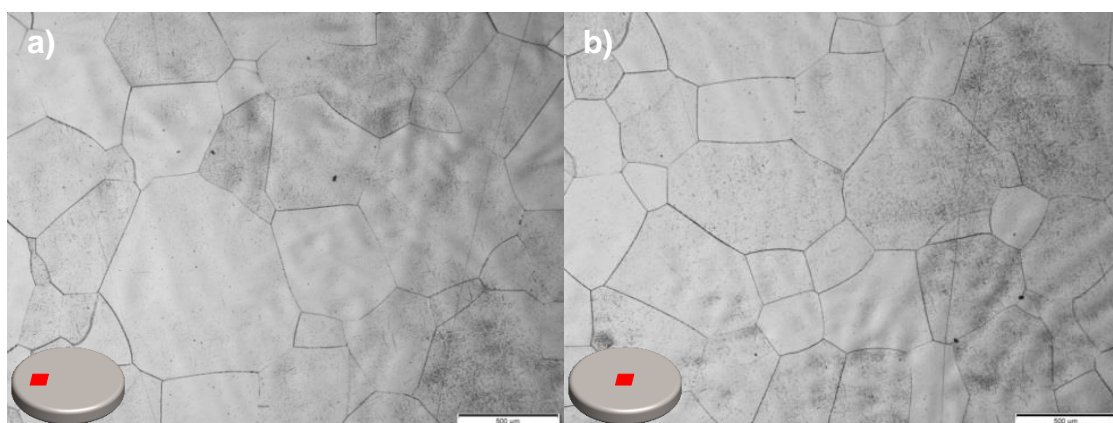


Figura 4.62 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de **5 segundos** após **2 passes** de deformação. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central.

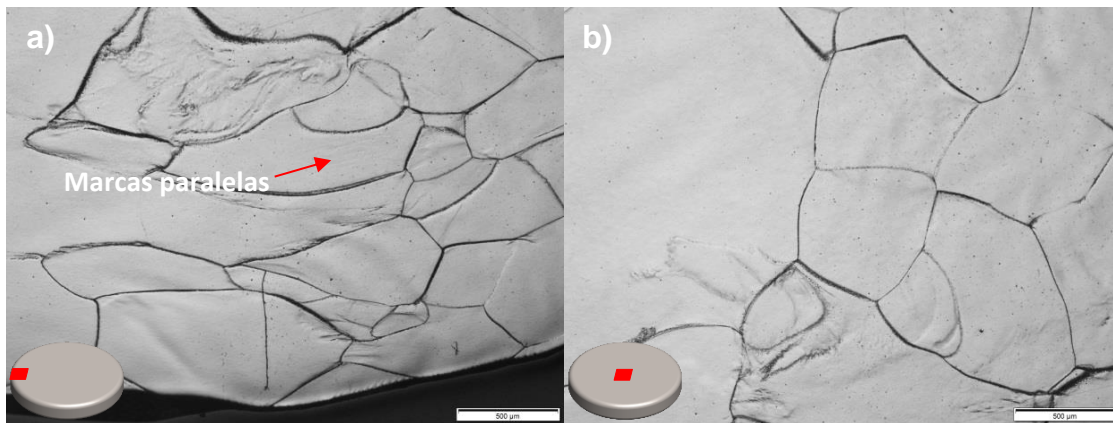


Figura 4.63 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de **5 segundos** após **5 passes** de deformação. Em (a) borda da amostra e em (b) região central.

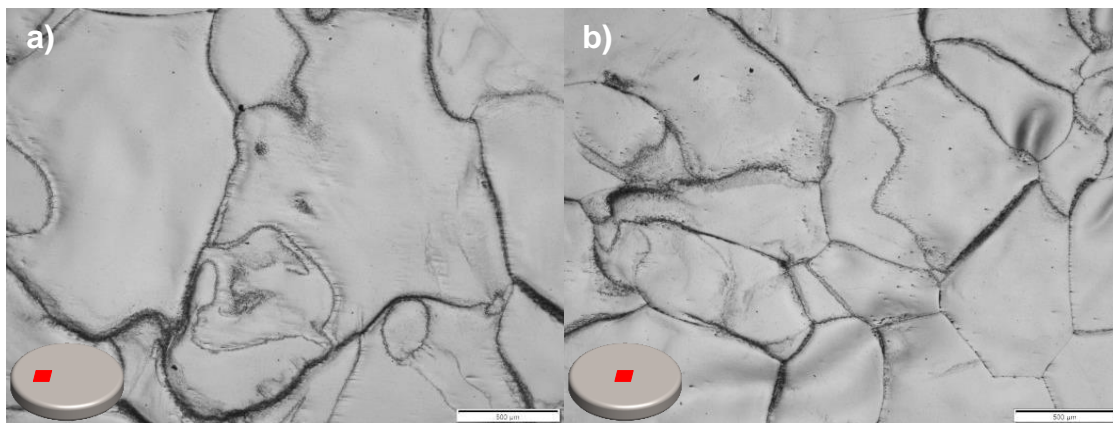


Figura 4.64 Microestrutura óptica de liga TMZF após ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de **5 segundos** após **10 passes** de deformação. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central.

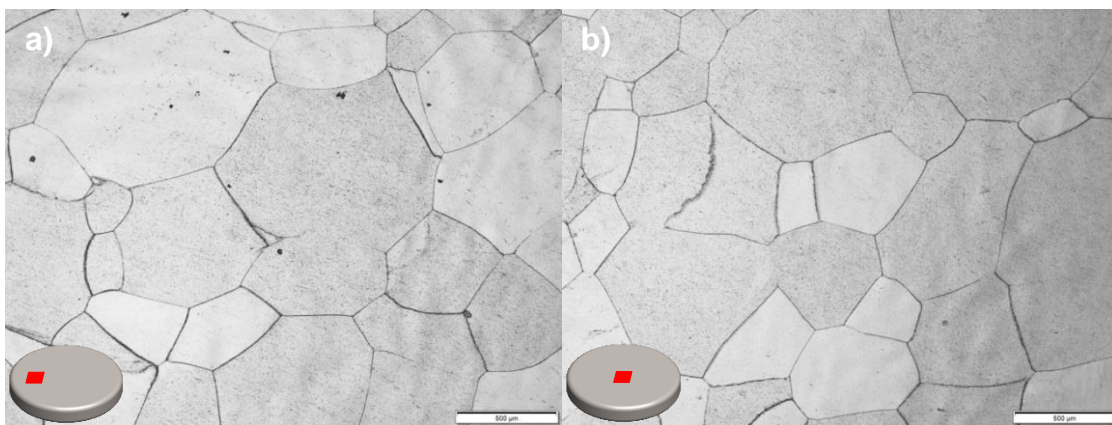


Figura 4.65 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de **20 segundos** após **2 passes** de deformação. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central.

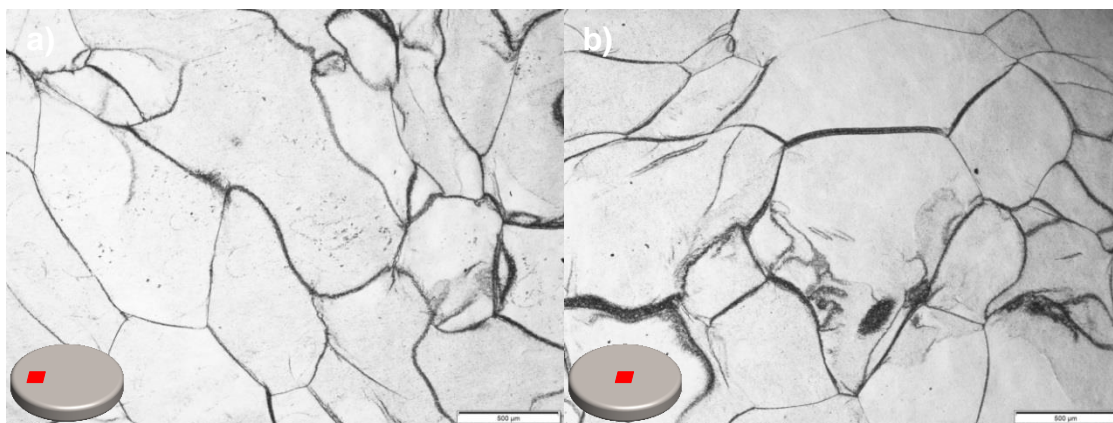


Figura 4.66 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de **20 segundos** após **5 passes** de deformação. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central.

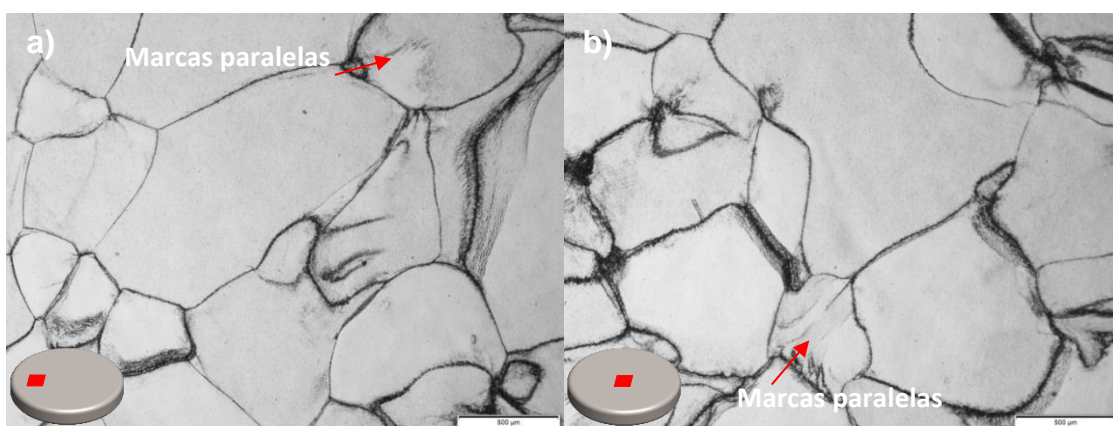


Figura 4.67 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de **20 segundos** após **10 passes** de deformação. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central.

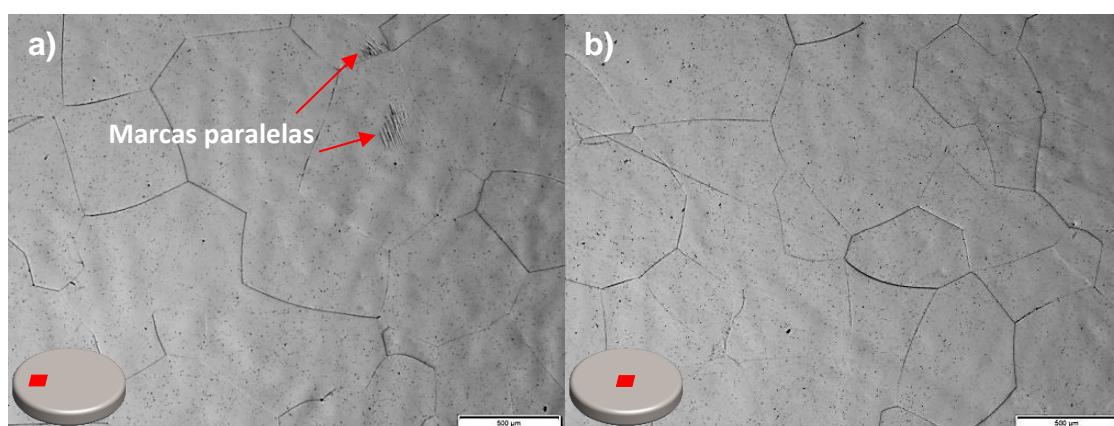


Figura 4.68 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de **50 segundos** após **2 passes** de deformação. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central.

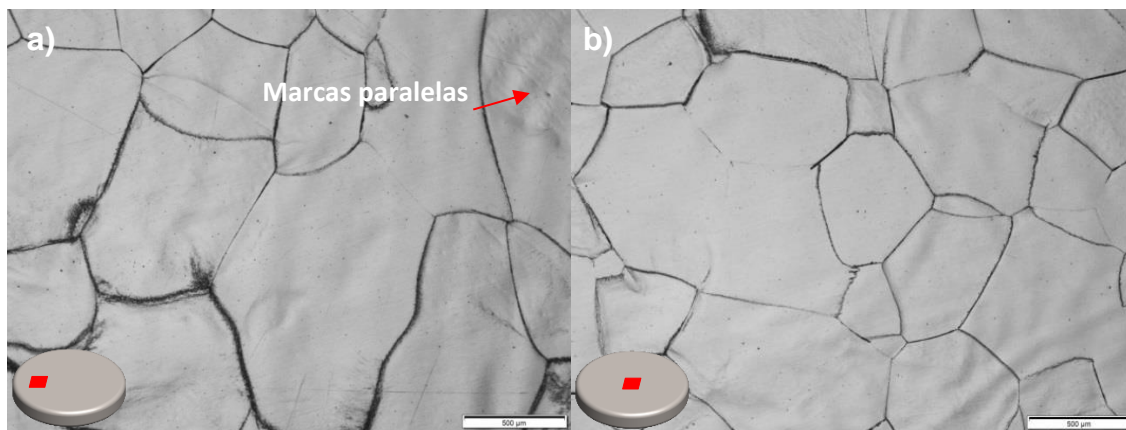


Figura 4.69 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de **50 segundos** após **5 passes** de deformação. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central.

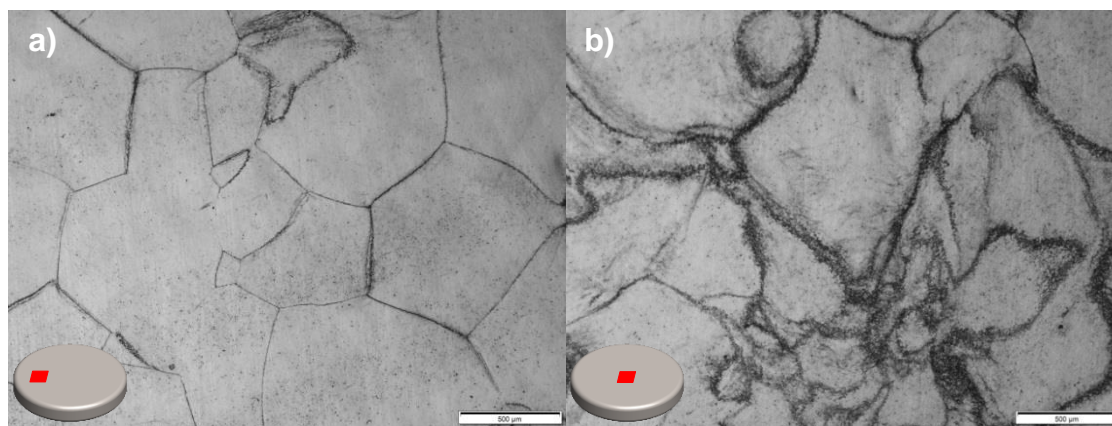


Figura 4.70 Microestrutura de liga TMZF após ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de **50 segundos** após **10 passes** de deformação. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central.

Tabela 4.9 Resumo das características observadas nas microestruturas das amostras de resfriamento contínuo da liga TMZF das Figuras de 4.62 a 4.70.

$t_{ep}$ (s)	Quantidade de passes	Listras na superfície	Recristalização
	2		
5	5	x	
	10		
20	2		
	5		
	10	x	
50	2	x	
	5	x	
	10		x*

\* Indício de recristalização

Pela análise das microestruturas das amostras deformadas sob resfriamento contínuo é possível observar que com o aumento da quantidade de passes de deformação os contornos de grão se tornam cada vez mais espessos, o que era esperado devido ao acúmulo crescente de deformação nas regiões de contornos, como observado nas amostras deformadas isotermicamente. O mesmo efeito é observado para o aumento do tempo de intervalo entre passes, o que, pela análise da Figura 4.70 (b) em comparação com as demais microestruturas, torna evidente que o aumento do intervalo entre passes e aumento do nível de deformação favorece a ocorrência de mecanismos de recuperação difusionais em regiões de contornos com alta quantidade de deformação acumulada. As marcas paralelas na superfície das amostras foram observadas em menor grau que para as amostras ensaiadas de maneira isotérmica para todas as amostras analisadas, o que pode ser um indício para redução da ocorrência de maclagem para a taxa de deformação utilizada nos ensaios sob resfriamento contínuo (de  $1,0 \text{ s}^{-1}$ ), visto que para os ensaios isotérmicos realizados, a taxa de deformação com menor evidência de marcas na superfície foi a de  $1,72 \text{ s}^{-1}$ , sendo estas taxas muito próximas.

#### **4.7.2 Liga Ti-15%Mo**

Na Figura 4.71 pode-se ver o padrão de difração obtido por microscopia eletrônica de transmissão da liga Ti-15%Mo na condição prévia à realização dos ensaios de compressão. Pela indexação realizada, é possível observar o eixo de zona  $[110]$  da fase beta paralelo ao eixo de zona  $[10\bar{1}2]$  da fase ômega e seus respectivos planos de difração. Como previamente discutido, a fase ômega certamente se formou durante o resfriamento rápido a partir de altas temperaturas ( $\omega_{at}$ ), após o tratamento de solubilização a  $900 \text{ }^\circ\text{C}$  realizado para remoção das maclas mecânicas.

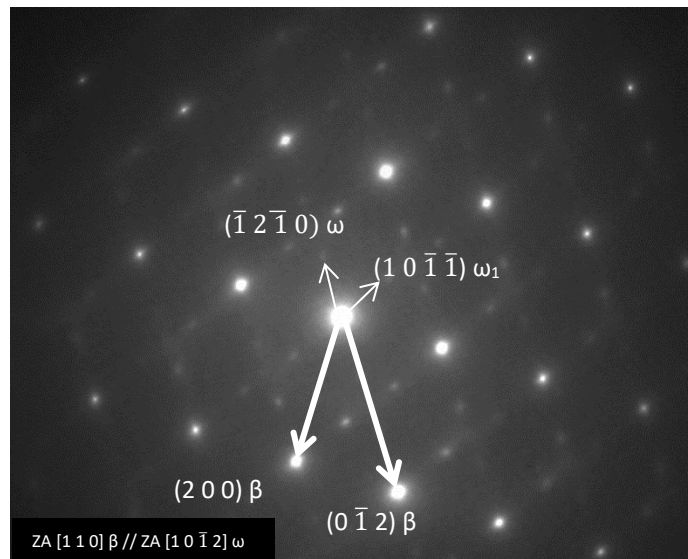


Figura 4.71 Padrão de difração obtido por MET de liga Ti-15%Mo na condição prévia aos ensaios de compressão a quente (solubilizado).

Como no caso da liga TMZF, a fase ômega já se encontrava presente na liga Ti-15%Mo nos corpos de prova ensaiados sob compressão a quente, o que provavelmente exerceu influência em seu comportamento mecânico, visto que a fase ômega atua retardando e bloqueando a movimentação das discordâncias de maneira muito efetiva. As Figuras 4.72 (a) e (b) apresentam imagens de campo escuro obtidas por MET, onde é possível observar as distribuições da fase ômega e da fase beta, respectivamente. Comparando-se a Figura 4.72 com a Figura 4.30, é possível inferir que a quantidade de precipitados na liga Ti-15%Mo é também bastante elevada e dispersa como no caso da liga TMZF (não sendo possível afirmar que está presente em menor quantidade que na liga TMZF, visto que a espessura da amostra analisada exerce influência na quantidade de partículas detectadas), com tamanhos aproximadamente iguais e, da mesma forma, não foi possível determinar a morfologia de tais precipitados.

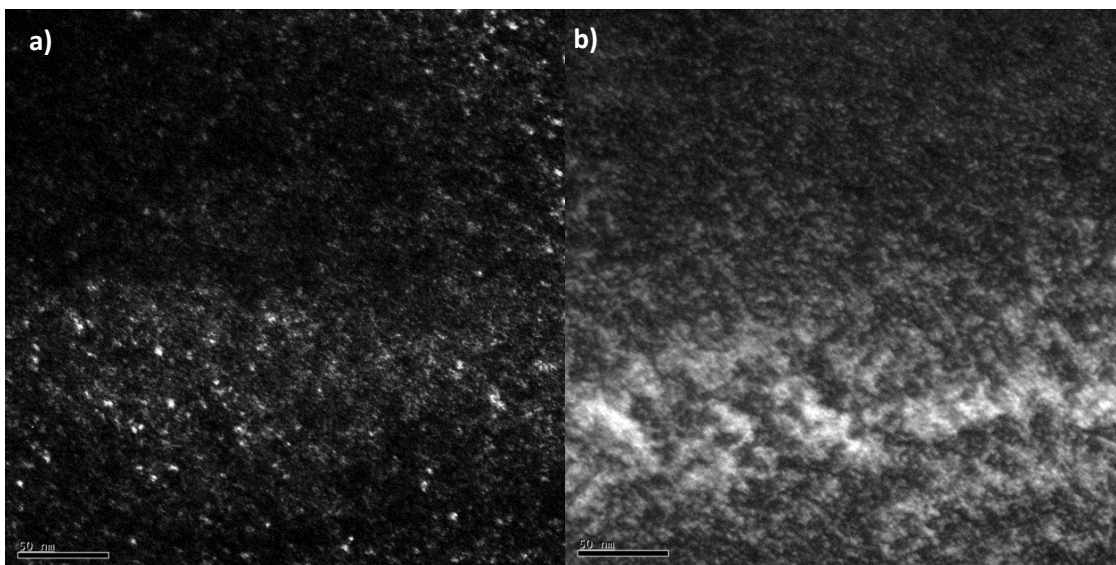


Figura 4.72 Imagem em campo escuro em a) fase ômega e em b) fase beta em liga Ti-15%Mo na condição após homogeneização e resfriamento em água.

#### 4.7.2.1 Ensaio isotérmicos

A seguir serão apresentadas as imagens obtidas por microscopia óptica da liga Ti-15%Mo após os ensaios de compressão isotérmicos com taxa de deformação de  $0,172 \text{ s}^{-1}$ . Para esta taxa de deformação, foi detectada uma alta quantidade de maclas mecânicas na maior parte das amostras analisadas, vide Figuras 4.73 a 4.78. A ocorrência de maclagem pareceu sofrer influência da temperatura de transição, visto que em temperaturas imediatamente abaixo da mesma a quantidade de maclas observada foi bem pequena e aumentou com a redução da temperatura. Já imediatamente acima da beta *transus* (a  $800 \text{ }^\circ\text{C}$ ), também não foi observada grande quantidade de maclas, porém a  $900 \text{ }^\circ\text{C}$  a maclagem foi acentuada e a  $850 \text{ }^\circ\text{C}$  ainda mais, a qual apresentou ainda crescimento dos contornos de maclas e evidências de ocorrência de recristalização.

A amostra deformada a  $900 \text{ }^\circ\text{C}$  apresentou claramente uma região de ocorrência de recristalização dinâmica, e esta ocorreu em regiões com elevada quantidade de maclas, funcionando como local preferencial para iniciação dos novos grãos, como pode ser visualizado na Figura 4.78 (c).

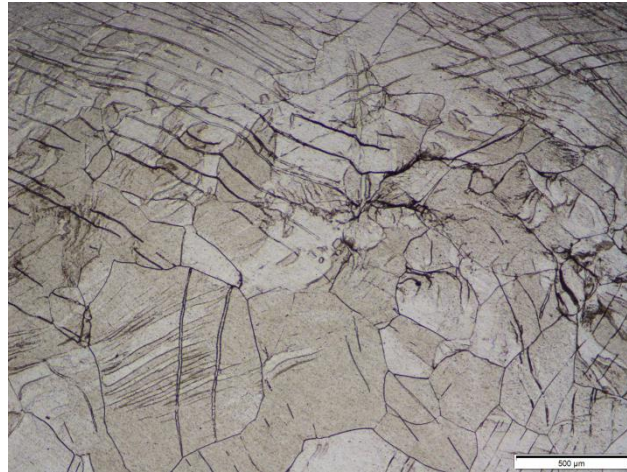


Figura 4.73 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a **650 °C** e taxa de deformação de **0,172 s<sup>-1</sup>**. Região central da amostra.

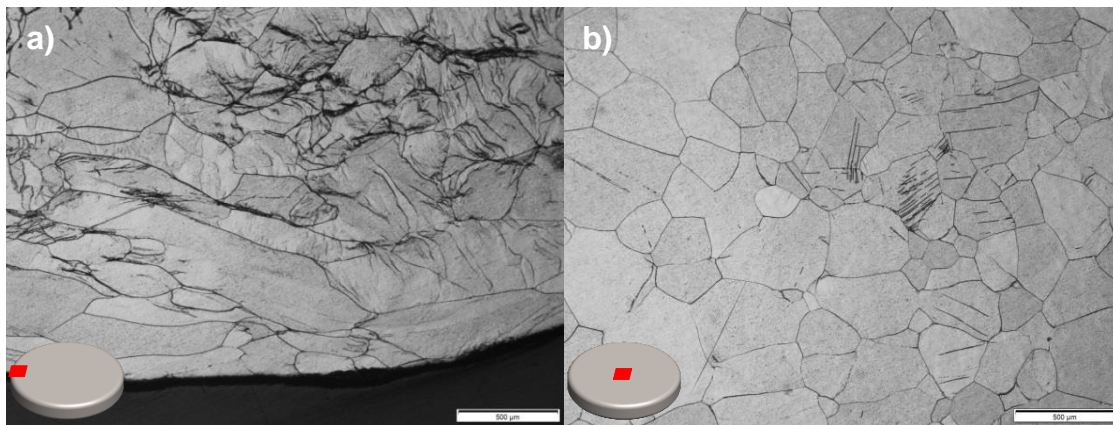


Figura 4.74 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a **700 °C** e taxa de deformação de **0,172 s<sup>-1</sup>**. Em (a) borda da amostra e em (b) região central.

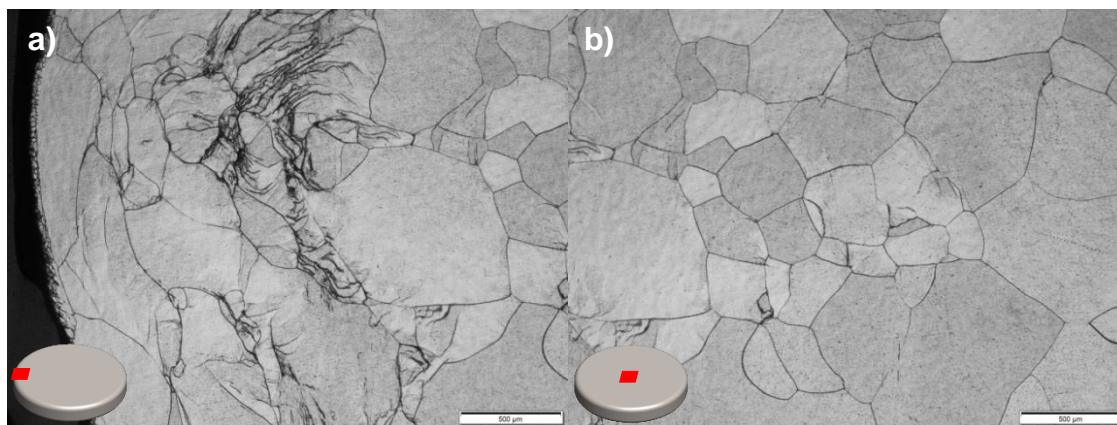


Figura 4.75 Microestrutura óptica de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a **750 °C** e taxa de deformação de **0,172 s<sup>-1</sup>**. Em (a) borda da amostra e em (b) região central.



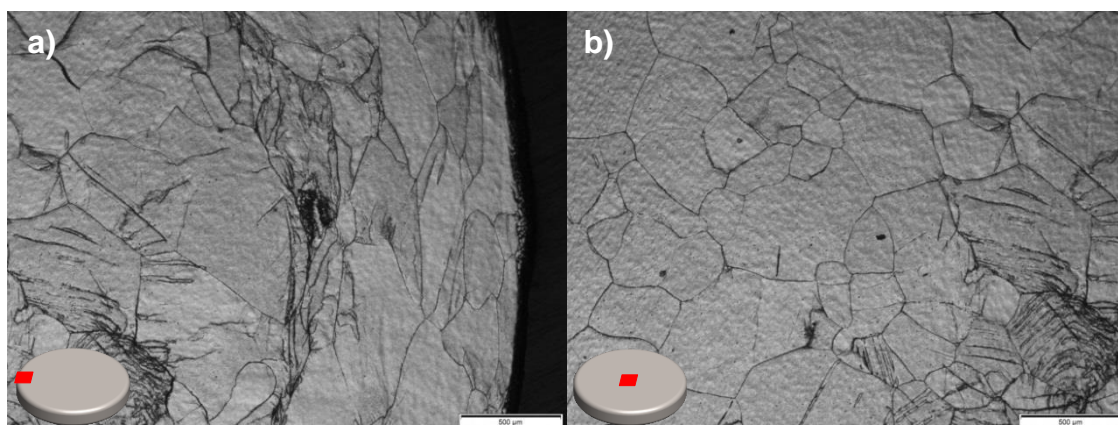


Figura 4.76 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a **800 °C** e taxa de deformação de **0,172 s<sup>-1</sup>**. Em (a) borda da amostra e em (b) região central.

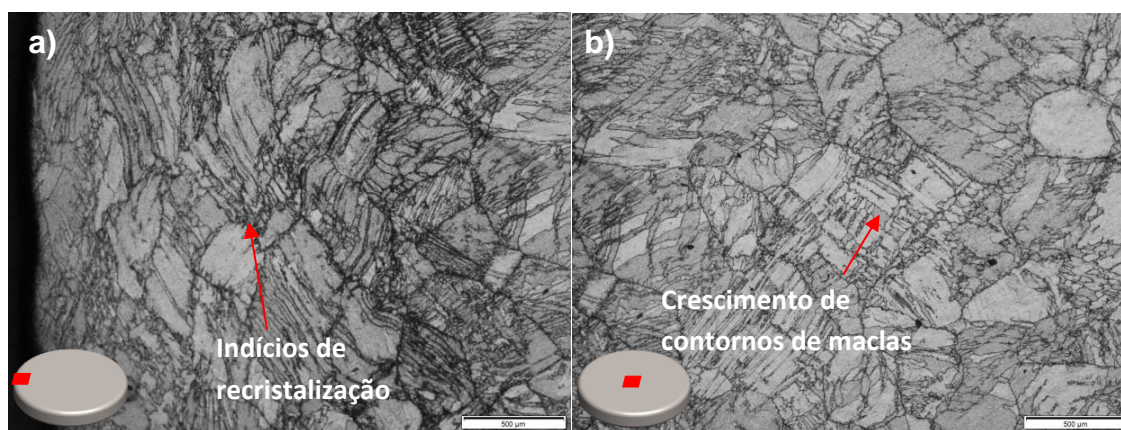


Figura 4.77 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a **850 °C** e taxa de deformação de **0,172 s<sup>-1</sup>**. Em (a) borda da amostra e em (b) região central.

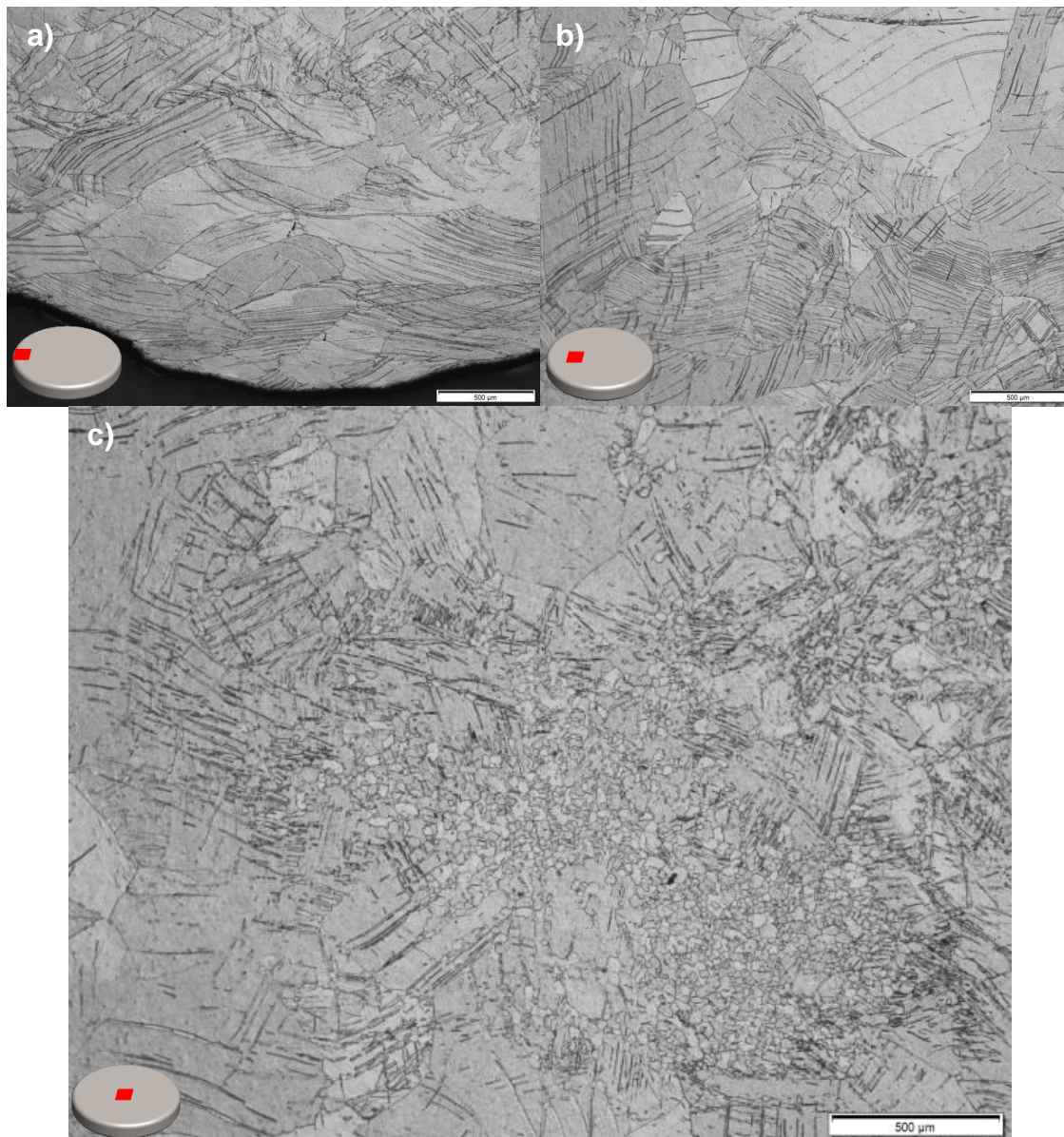


Figura 4.78 Microestrutura liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a **900 °C** e taxa de deformação de **0,172 s<sup>-1</sup>**. Em (a) borda da amostra em (b) região intermediária da amostra e em (c) região central.

Na Figura 4.77 e 4.78 é possível observar a ocorrência de recristalização parcial em regiões de alta quantidade de maclas. A análise de MEV de alto contraste mostrada na Figura 4.79 confirma a presença de maclas conforme Figura 4.73.

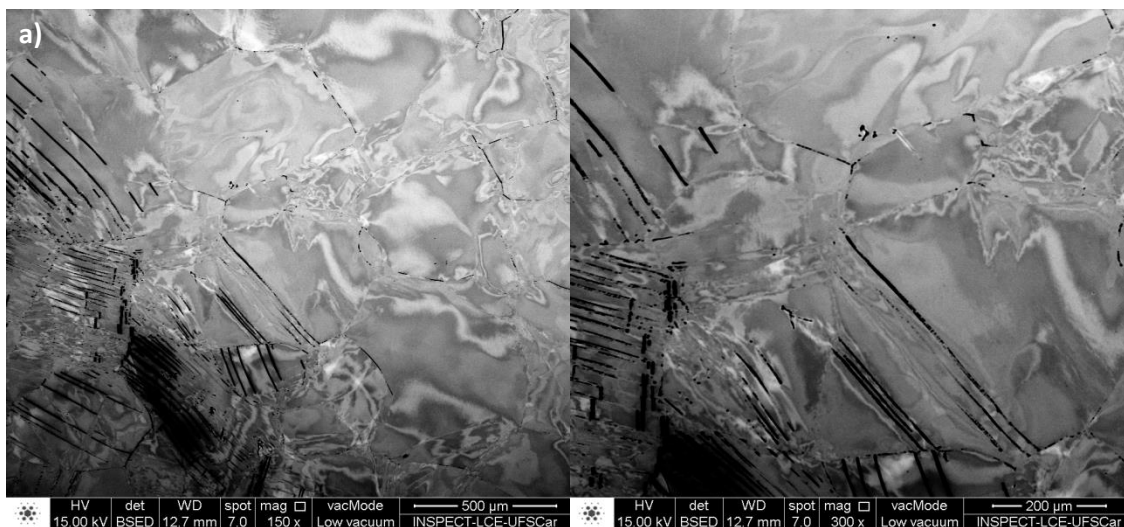


Figura 4.79 MEV por contraste de região da liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a **650 °C** e taxa de deformação de **0,172 s<sup>-1</sup>**. Em (a) magnificação de 150x e em (b) 300x.

Na imagem da Figura 4.78 é evidente a ocorrência de recristalização dinâmica na amostra deformada a 900 °C e taxa de deformação de 0,172 s<sup>-1</sup>. Não é possível observar pela MO em qual região a recristalização foi iniciada. Para avaliar a ocorrência da recristalização e de recuperação dinâmica, utilizou-se novamente o método de aquisição de imagem por MEV em alto contraste com detector de elétrons secundários nesta amostra e as imagens obtidas podem ser visualizadas nas Figuras 4.80 e 4.81. É possível observar a formação de estruturas similares a subgrãos preferencialmente em regiões de contornos de grãos. Também é possível observar marcas paralelas que apontam para a ocorrência de maclas.

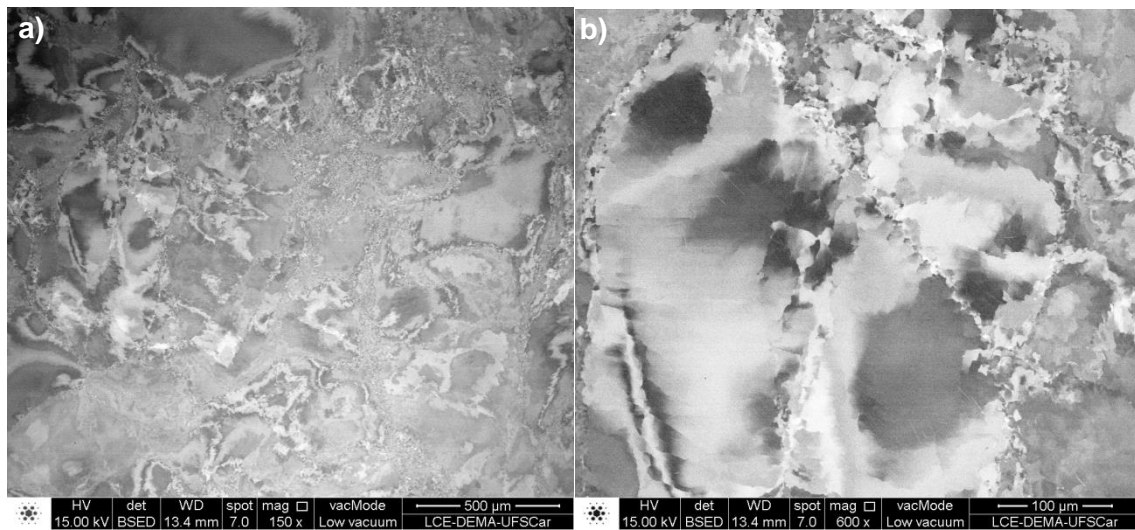


Figura 4.80 MEV por contraste de região da liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a **900 °C** e taxa de deformação de **0,172 s<sup>-1</sup>**. Em (a) magnificação de 150x e em (b) 600x.

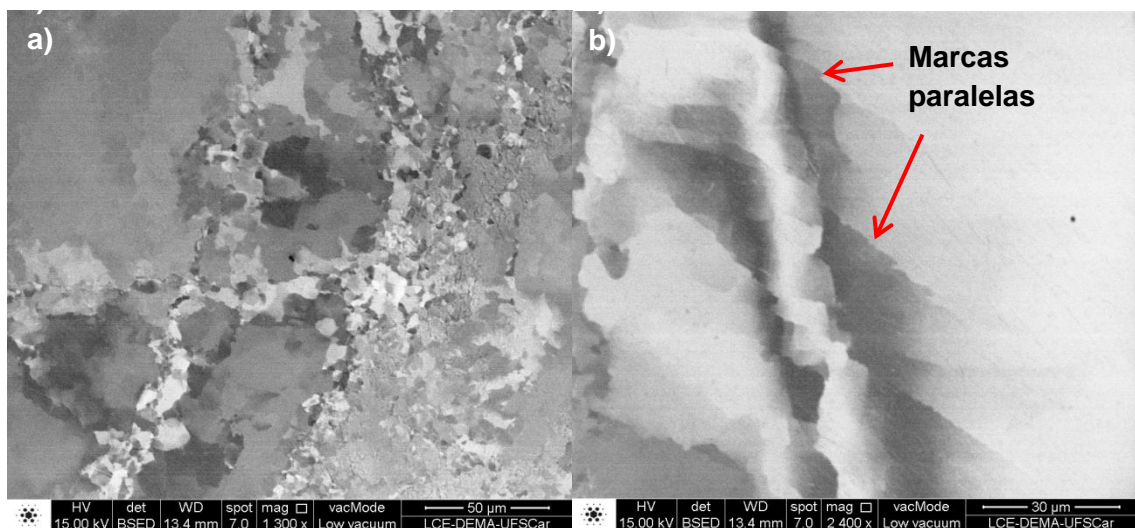


Figura 4.81 MEV por contraste de região da liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a **900 °C** e taxa de deformação de **0,172 s<sup>-1</sup>**. Em (a) magnificação de 1300x e em (b) 2400x.

Na Figura 4.82 (a) é mostrada uma imagem obtida por EBSD de uma região da amostra deformada a 900 °C e 0,172 s<sup>-1</sup>. Nela é possível observar a presença de regiões recristalizadas em meio a ruídos de aquisição do EBSD. Uma vez que o EBSD é extremamente sensível à deformação na superfície, tal ruído é também uma confirmação da alta densidade de discordâncias ancoradas no contorno de grão. Em (b) é possível observar o resultado de uma medida de desorientação realizada dentro de um grão (região mostrada em (a)), confirmando a presença de uma macla macroscópica, já que a variação da

orientação ao longo da região linear analisada apresenta mudança de  $60^\circ$  ao longo da varredura.

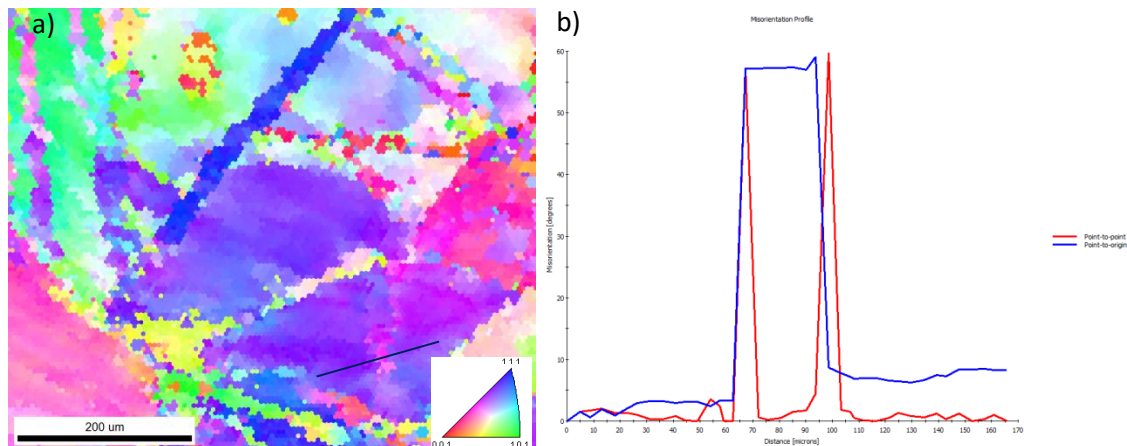


Figura 4.82 Mapeamento de orientação por EBSD região da liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a  $900^\circ\text{C}$  e taxa de deformação de  $0,172\text{ s}^{-1}$ . Em a) localização dos pontos medidos linearmente e em b) orientação cristalográfica ao longo da linha analisada.

As Figuras 4.83 a 4.88 apresentam as microestruturas das amostras de Ti-15%Mo, obtidas através de microscopia óptica, ensaiadas a  $1,72\text{ s}^{-1}$ . A única amostra em que foi possível observar a ocorrência de recristalização pela técnica de MO foi a deformada à temperatura de  $650^\circ\text{C}$ . Fica claro pela análise da imagem que regiões onde há ocorrência de maclagem excessiva tornam-se propícias para a ocorrência de recristalização, como já observado na amostra da Figura 4.78. Em todas as temperaturas ensaiadas foi possível observar a presença de maclas e, novamente nota-se a influência da temperatura de transição na ocorrência e frequência observada de maclas.

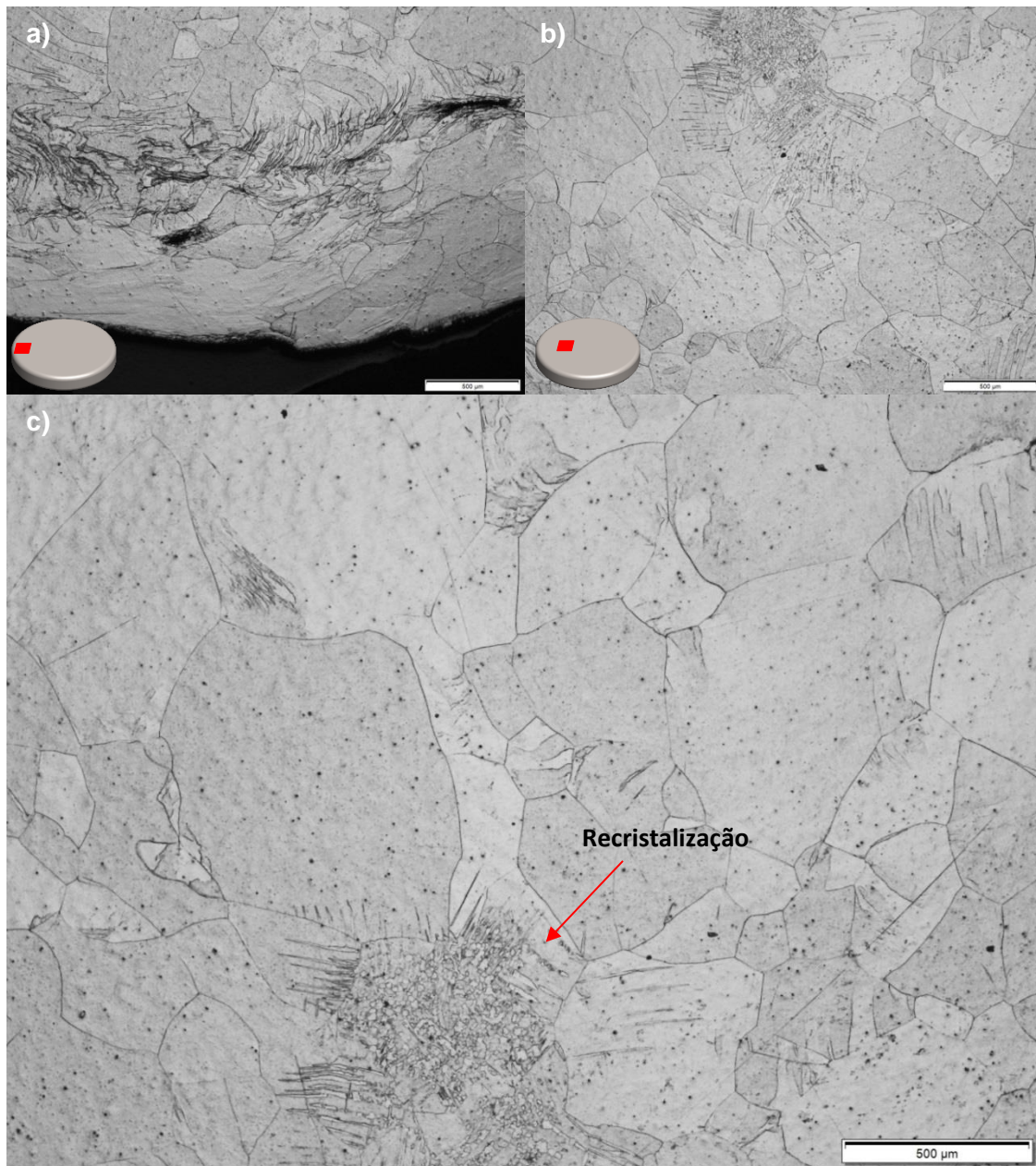


Figura 4.83 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a **650 °C** e taxa de deformação de **1,72 s<sup>-1</sup>**. Em (a) borda da amostra em (b) região intermediária da amostra e em (c) região central.

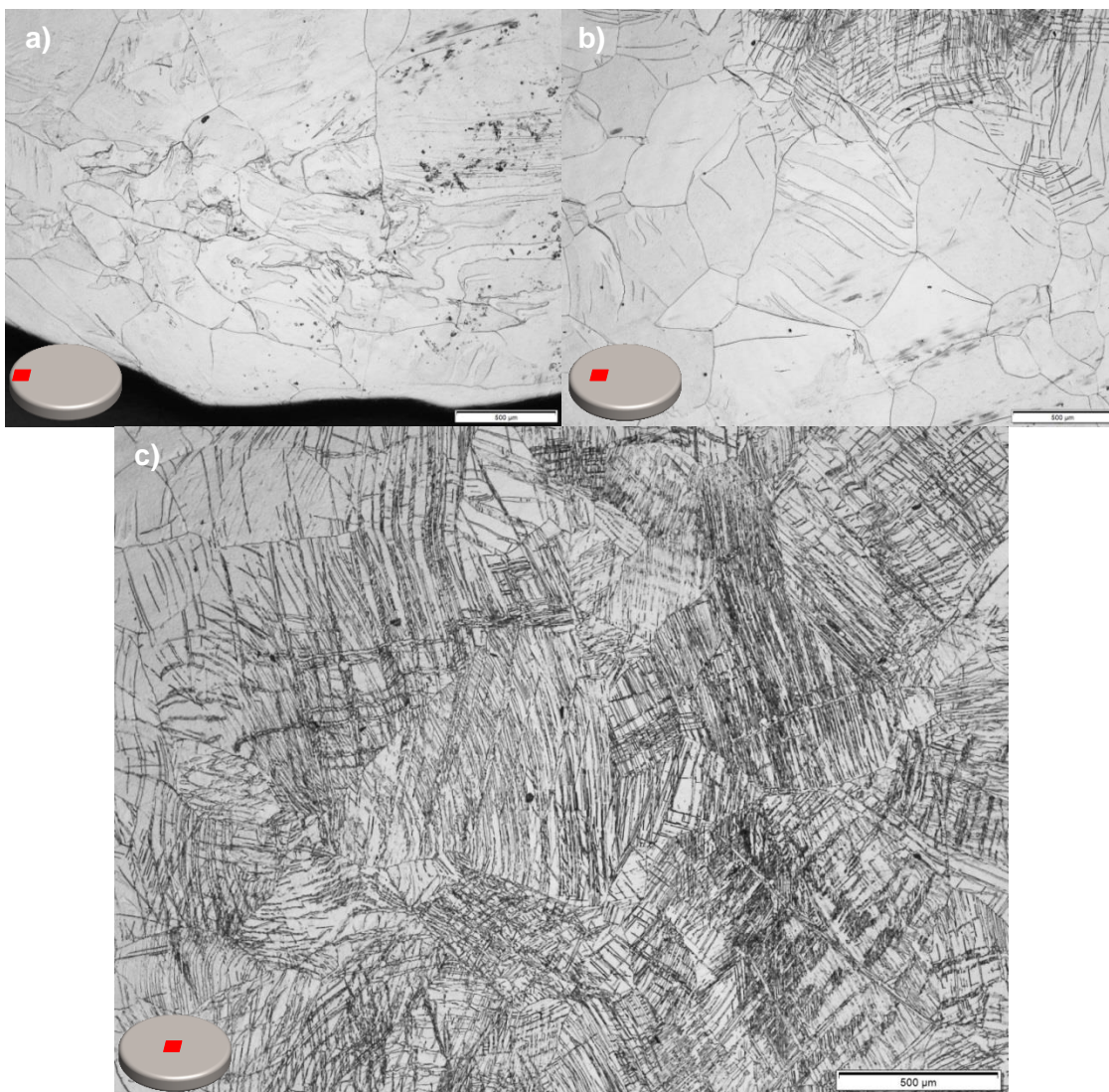


Figura 4.84 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a **700 °C** e taxa de deformação de **1,72 s<sup>-1</sup>**. Em (a) borda da amostra em (b) região intermediária da amostra e em (c) região central.

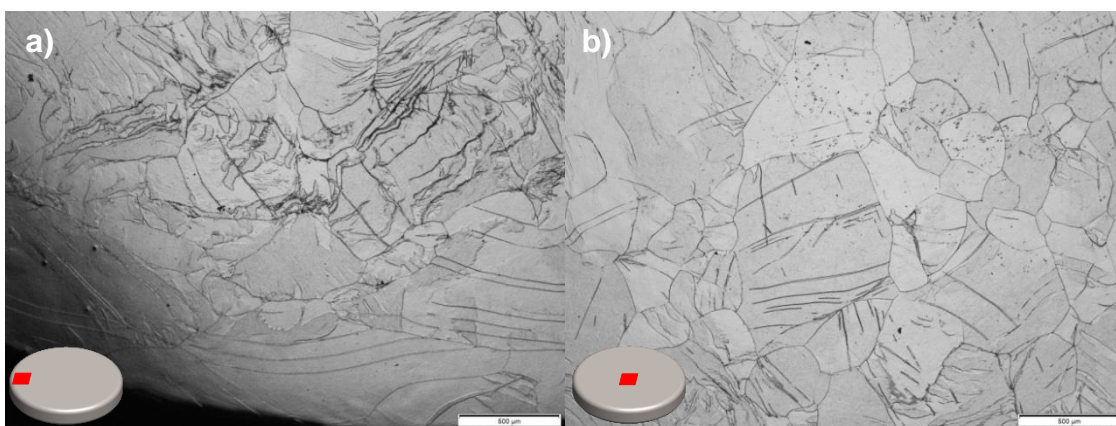


Figura 4.85 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a **750 °C** e taxa de deformação de **1,72 s<sup>-1</sup>**. Em (a) borda da amostra em (b) região central.

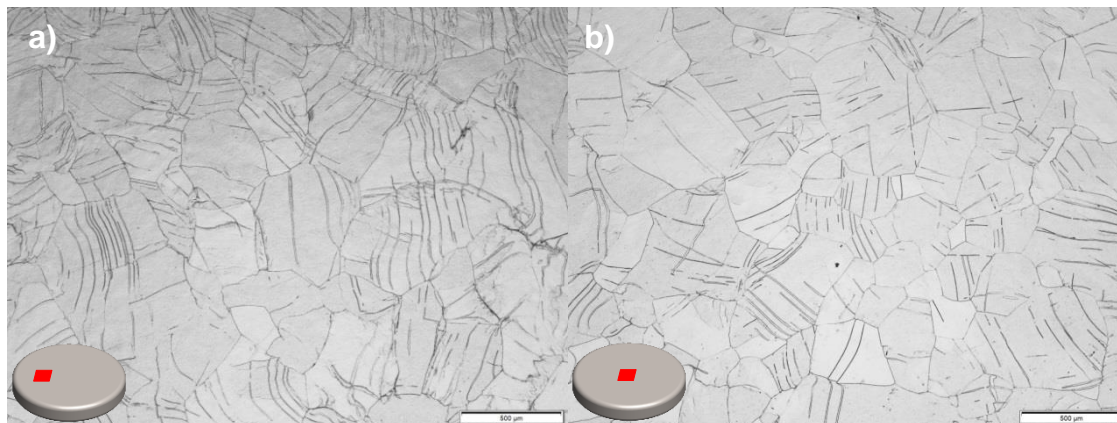


Figura 4.86 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a **800 °C** e taxa de deformação de **1,72 s<sup>-1</sup>**. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central.

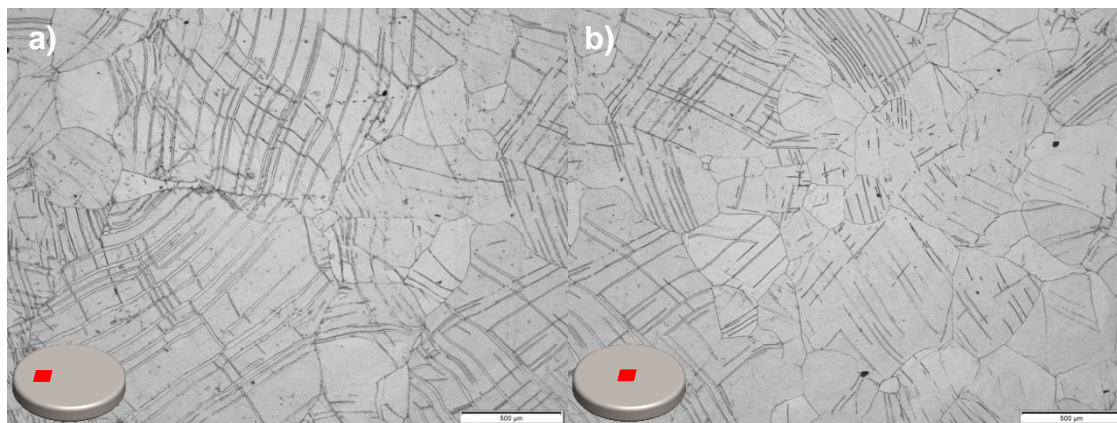


Figura 4.87 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a **850 °C** e taxa de deformação de **1,72 s<sup>-1</sup>**. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central.

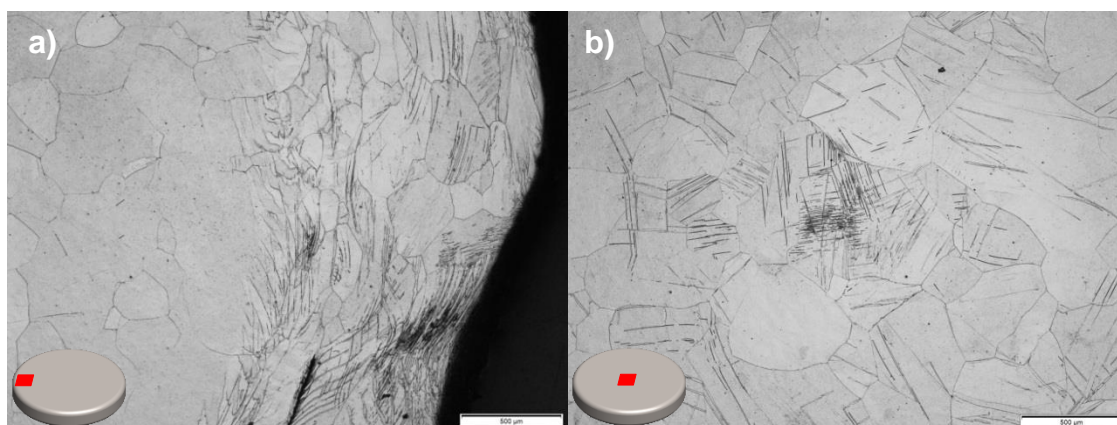


Figura 4.88 Microestrutura óptica de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a **900 °C** e taxa de deformação de **1,72 s<sup>-1</sup>**. Em (a) borda da amostra e em (b) região central.

As Figuras 4.89 a 4.94 apresentam imagens das microestruturas das amostras ensaiadas na taxa de deformação de  $17,2 \text{ s}^{-1}$ . Não foi evidenciada a



presença de regiões recristalizadas em nenhuma das temperaturas ensaiadas sob a taxa de deformação de  $17,2 \text{ s}^{-1}$ . Na amostra deformada na temperatura de  $900 \text{ }^\circ\text{C}$ , pôde-se observar que houve crescimento de regiões macladas, como ocorrido na amostra deformada a  $850^\circ\text{C}$  e  $0,172 \text{ s}^{-1}$  (Figura 4.77). Novamente a quantidade de maclas teve influência da temperatura de transição e teve sua quantidade aumentada conforme redução da temperatura abaixo da temperatura de transição, porém em temperaturas próximas à de transição, a ocorrência de maclas foi extremamente reduzida, tornando-se novamente mais evidente em temperaturas acima de  $T_\beta$ .

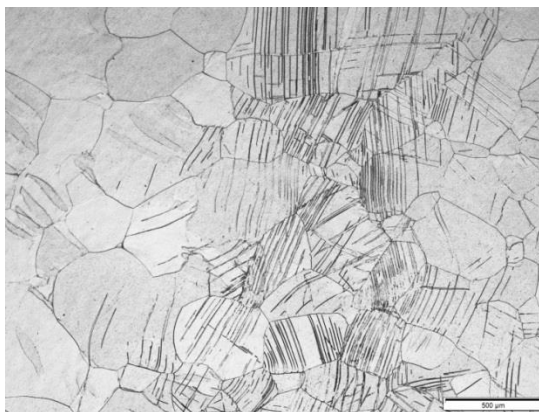


Figura 4.89 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a  $650 \text{ }^\circ\text{C}$  e taxa de deformação de  $17,2 \text{ s}^{-1}$ . Região central da amostra.

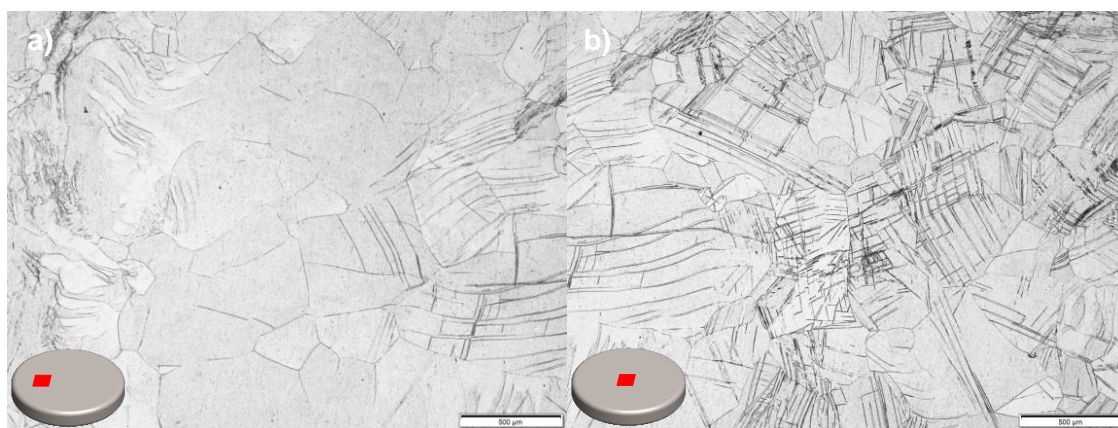


Figura 4.90 Microestrutura óptica de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a  $700 \text{ }^\circ\text{C}$  e taxa de deformação de  $17,2 \text{ s}^{-1}$ . Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central.

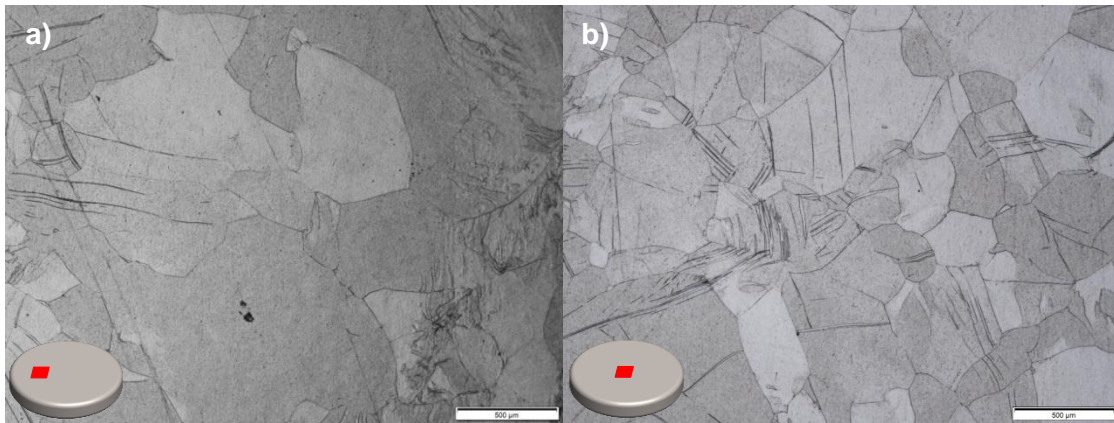


Figura 4.91 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a **750 °C** e taxa de deformação de **17,2 s<sup>-1</sup>**. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central.

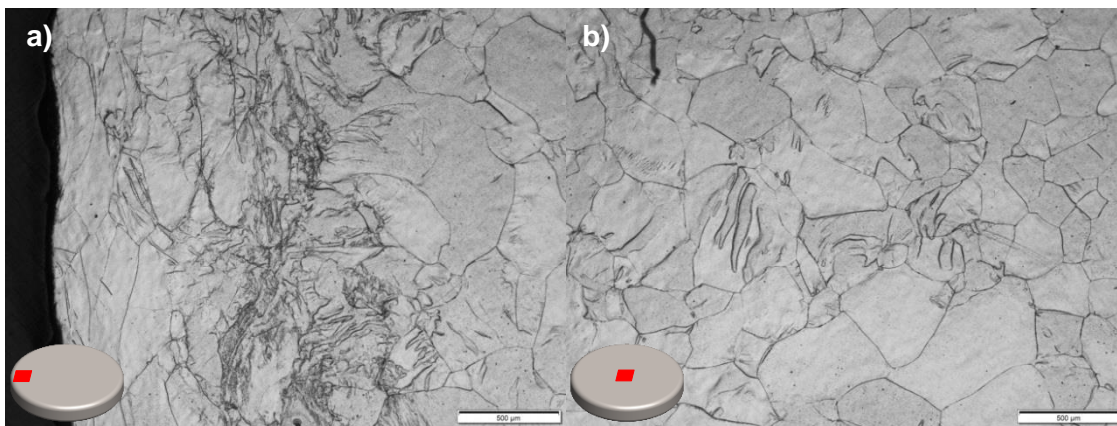


Figura 4.92 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a **800 °C** e taxa de deformação de **17,2 s<sup>-1</sup>**. Em (a) borda da amostra e em (b) região central.

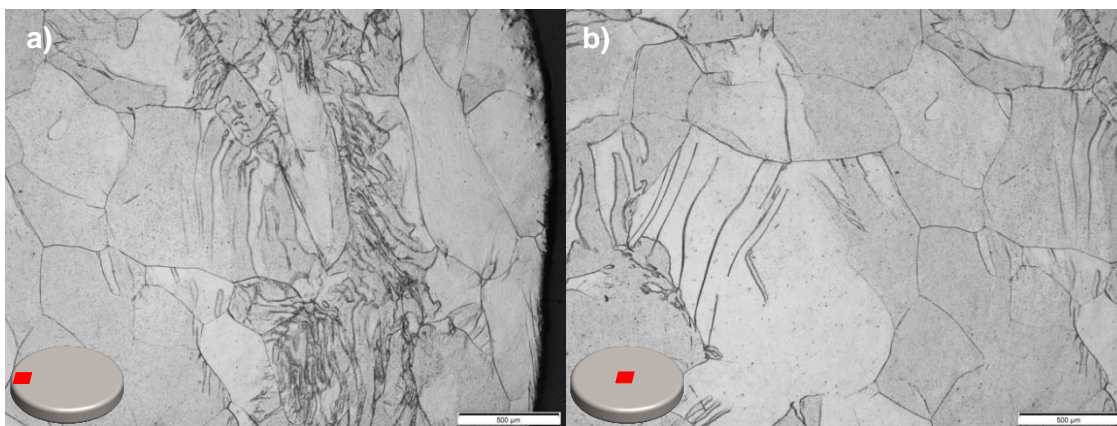


Figura 4.93 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a **850 °C** e taxa de deformação de **17,2 s<sup>-1</sup>**. Em (a) borda da amostra e em (b) região central.

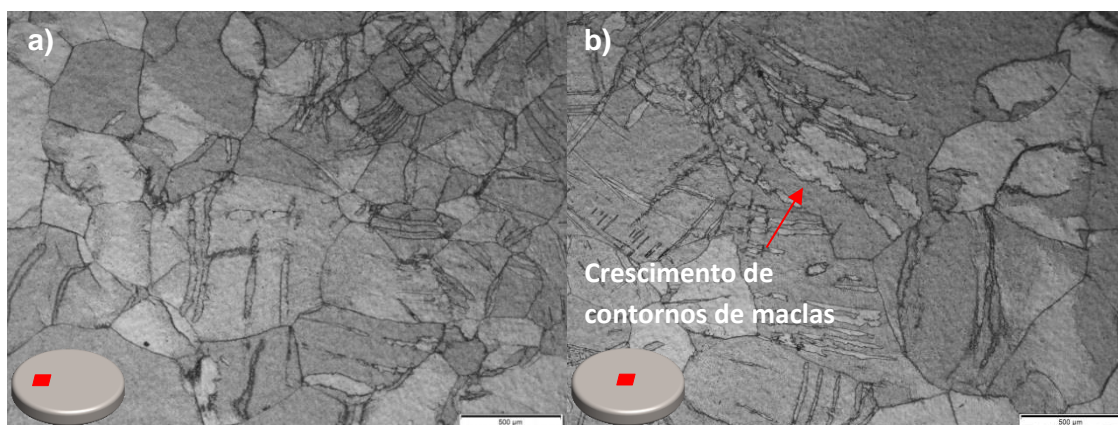


Figura 4.94 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente isotérmico a **900 °C** e taxa de deformação de **17,2 s<sup>-1</sup>**. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central.

A Tabela 4.9 traz um resumo das características observadas nas amostras de Ti-15%Mo ensaiadas em compressão isotérmica a quente.

Tabela 4.10 Resumo das características observadas nas microestruturas das amostras dos ensaios a quente isotérmicos da liga Ti-15% das Figuras de 4.73 a 4.78 e 4.83 a 4.94.

T (°C)	$\dot{\epsilon}$ (s <sup>-1</sup> )	Maclas	Recristalização
650	0,172		
	1,72	x	x
	17,2	x	
700	0,172	x	
	1,72	x	
	17,2	x	
750	0,172		
	1,72	x	
	17,2	x	
800	0,172	x	
	1,72	x	
	17,2	x	
850	0,172	x	x
	1,72	x	
	17,2	x	
900	0,172	x	x
	1,72	x	
	17,2	x	

#### 4.7.2.2 Ensaios de deformação sob resfriamento contínuo

As Figuras 4.95 a 4.103 apresentam imagens das amostras da liga Ti-15%Mo ensaiadas por compressão a quente sob resfriamento contínuo e a

Tabela 4.11 apresenta um resumo das características observadas nas microestruturas das figuras.

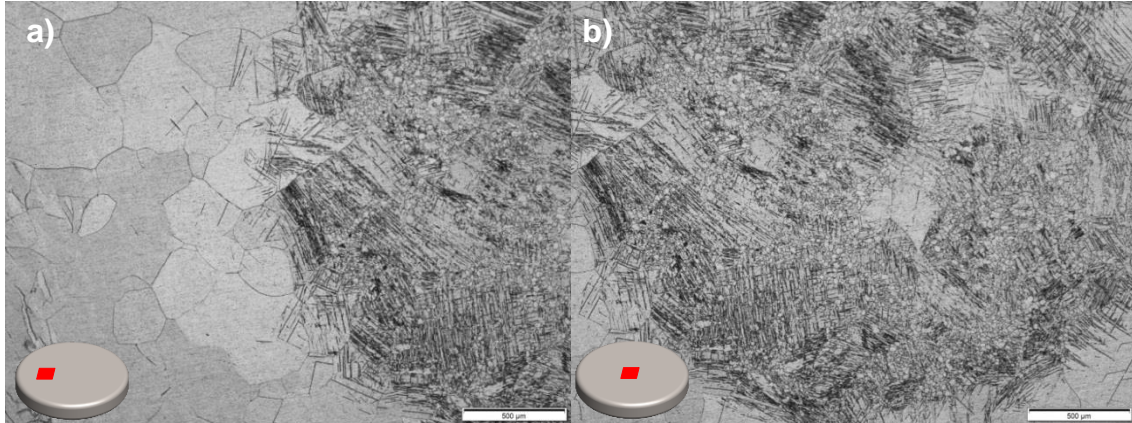


Figura 4.95 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de **05 segundos** após **2 passes** de deformação. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central.



Figura 4.96 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de **05 segundos** após **5 passes** de deformação. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central.



Figura 4.97 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de **05 segundos** após **9 passes** de deformação. Em (a) borda da amostra e em (b) região central.

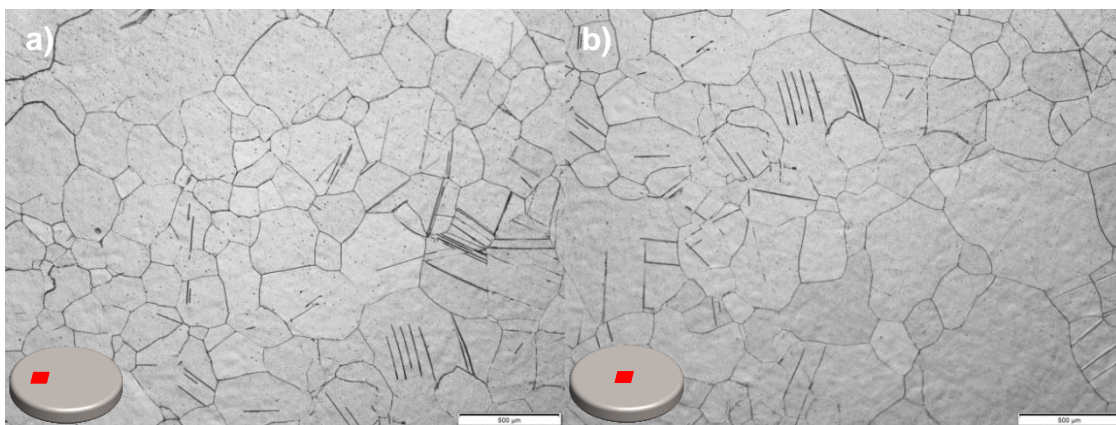


Figura 4.98 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de **20 segundos** após **2 passes** de deformação. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central.

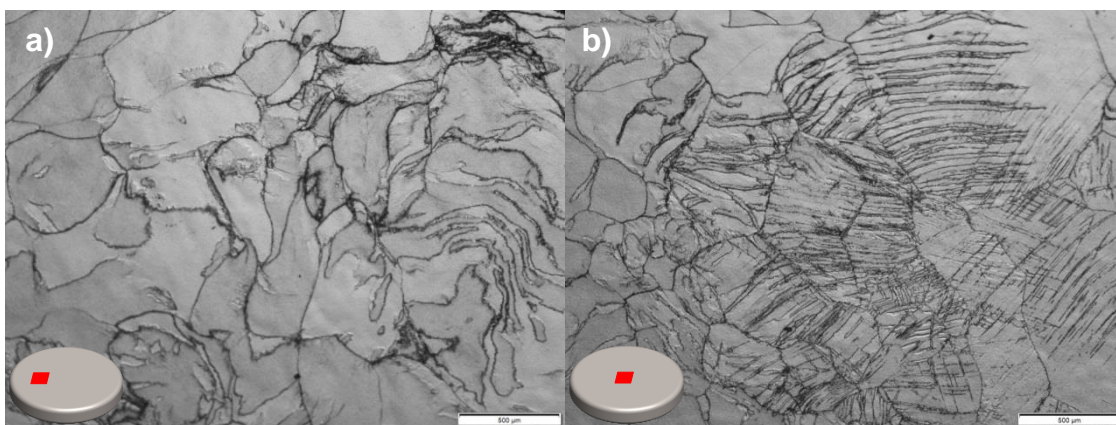


Figura 4.99 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de **20 segundos** após **5 passes** de deformação. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central.

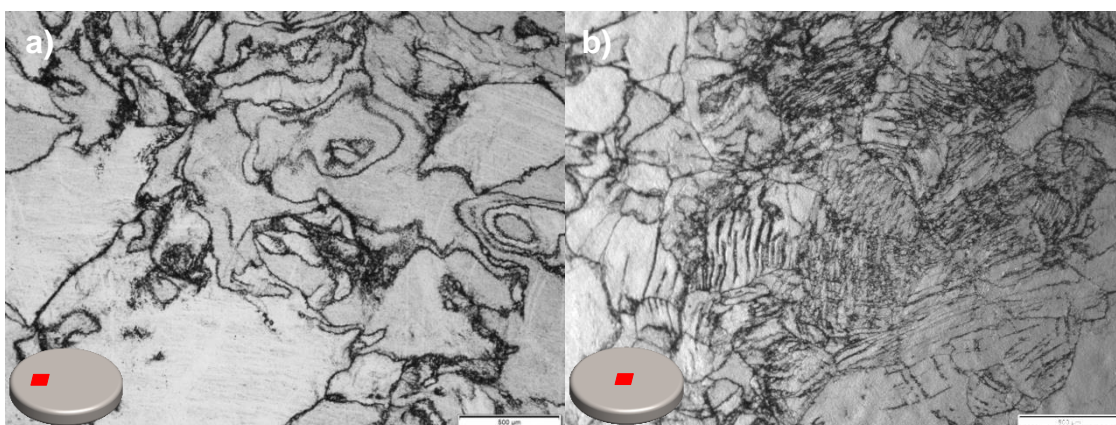


Figura 4.100 Microestrutura óptica de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de **20 segundos** após **9 passes** de deformação. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central.

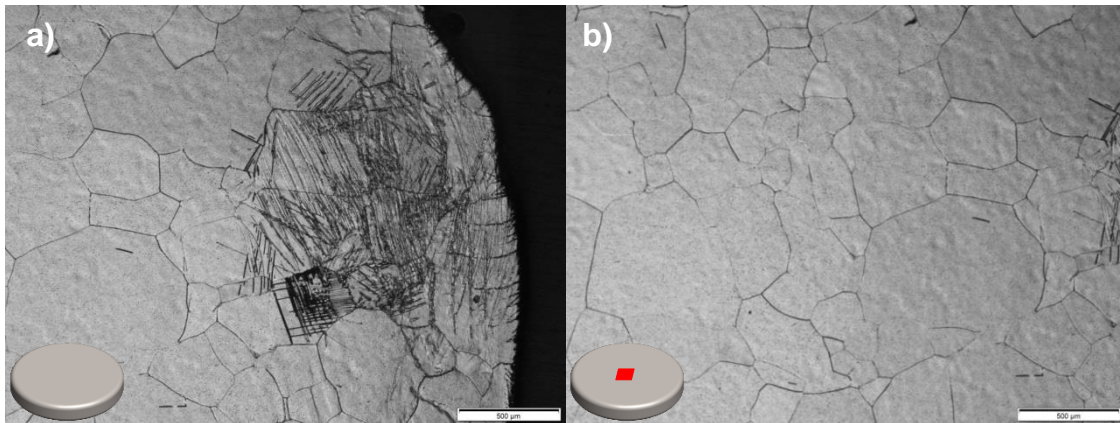


Figura 4.101 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de **50 segundos** após **2 passes** de deformação. Em (a) borda da amostra e em (b) região central.

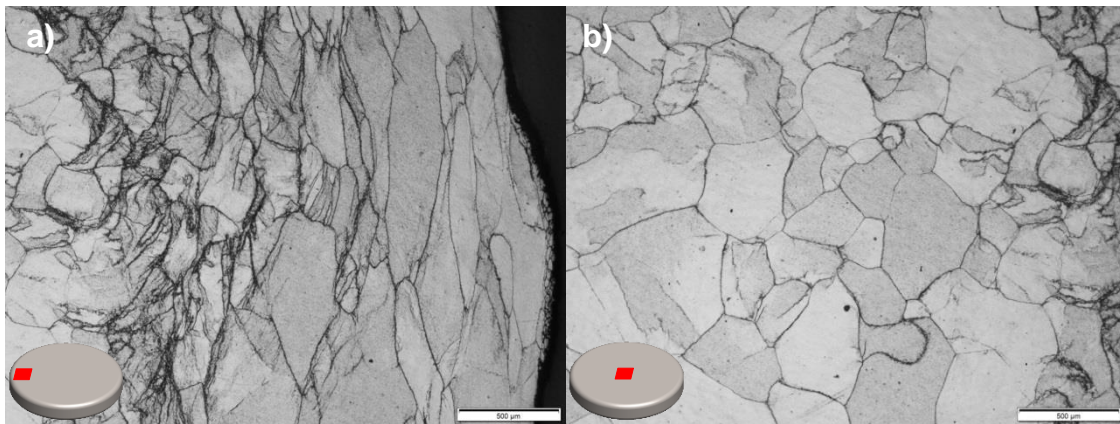


Figura 4.102 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de **50 segundos** após **5 passes** de deformação. Em (a) borda da amostra e em (b) região central.

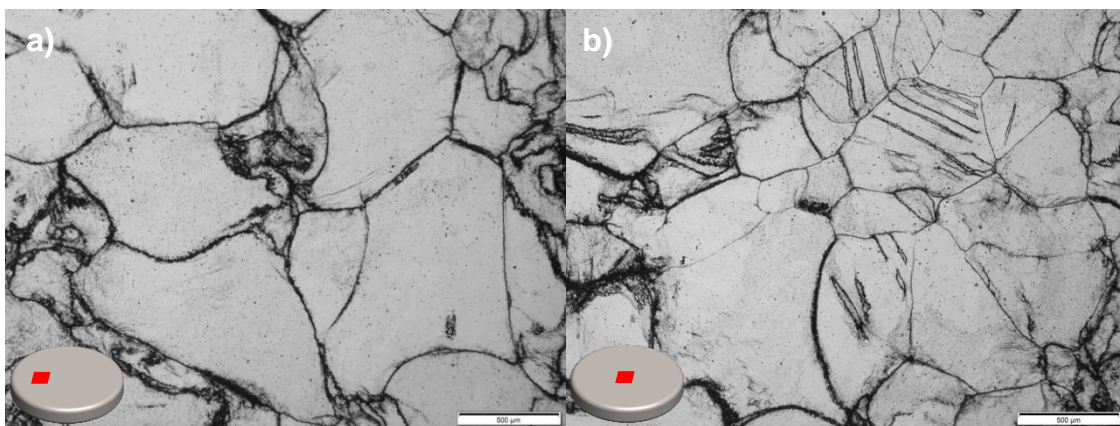


Figura 4.103 Microestrutura de liga Ti-15%Mo após ensaio de compressão a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de **50 segundos** após **9 passes** de deformação. Em (a) região intermediária da amostra e em (b) região central.

A partir das imagens e observando-se as características resumidas na Tabela 4.11, é possível notar que a ocorrência de recristalização dinâmica foi

encontrada em amostras com os menores intervalos de tempos entre passes de deformação. Isso pode ser um indicativo de que mecanismos de recuperação operantes sob maiores intervalos entre passes são eficientes para promover a redução da energia acumulada no passe de forma suficiente para que a energia crítica para o início da recristalização não fosse alcançada. Maiores quantidades de maclas mecânicas foram observadas nas amostras com intervalos entre passes de 20 segundos e, para este intervalo entre passes, apenas após 10 passes de deformação foram encontradas estruturas com indícios de ocorrência de recristalização em regiões altamente macladas.

Tabela 4.11 Resumo das características observadas nas microestruturas das amostras dos ensaios sob resfriamento contínuo da liga Ti-15%Mo das Figuras de 4.95 a 4.103.

$t_{ep}$ (s)	Quantidade de passes	Maclas	Recristalização
5	2	x	x
	5	x	x
	9	x	
20	2	x	
	5	x	
	9	x	x
50	2	x	
	5	x	
	9	x	

#### 4.8 Análises de difração de raios-X

A seguir serão apresentados difratogramas de raios-X para as ligas TMZF e Ti-15%Mo. As varreduras foram realizadas nas amostras em diferentes condições prévias aos ensaios de compressão (como recebido e após tratamento), nas amostras deformadas em resfriamento contínuo e finalmente nas amostras deformadas isotermicamente. As análises foram realizadas no plano normal à direção de forjamento das barras forjadas e, nas amostras deformadas a quente, na direção normal ao eixo de compressão. Os picos

característicos de difração da fase beta, ômega e alfa são apresentados na parte inferior de todas as figuras dos difratogramas em linhas verticais em preto negrito, roxo e verde, respectivamente. Apenas os planos com maior intensidade de difração foram indexados para evitar a poluição visual dos gráficos.

Para que os difratogramas pudessem ser comparados, todas as curvas foram normalizadas de maneira que a intensidade do maior pico observado correspondesse a 100% de intensidade, o que foi realizado após remoção da função de radiação de fundo pelo software *X'Pert HighScore Plus* (função de background).

É importante salientar que todos os picos relacionados à reflexão dos planos característicos da fase beta encontram-se deslocados para a direita (maiores ângulos) em relação ao padrão de reflexão utilizado na identificação dos picos (CIF). Esse deslocamento provavelmente está associado a diferenças entre o CIF utilizado (picos teóricos) e ao material propriamente dito. O mesmo efeito é esperado para as reflexões características da fase ômega e alfa. Para as amostras dos ensaios isotérmicos, as posições de reflexão das fases usadas na indexação não são representadas para reduzir quantidade de informações nos gráficos apresentados.

É reportado que fase ômega pode precipitar de maneira induzida pela deformação em ligas beta-metaestáveis durante a deformação a frio [159], ou seja, pode ocorrer um aumento da fração volumétrica da fase ômega durante a deformação, entretanto, para efeitos de comparação, não foram encontrados trabalhos que analisassem a quantificação da fase ômega em ligas beta-metaestáveis sob deformação a quente. Adicionalmente, é reportada uma correlação próxima entre a deformação por maclagem e a transformação da fase ômega, uma fina camada de fase ômega, chamada fase ômega de contorno de macla interfacial (fase ômega de CMI) é encontrada ao longo dos contornos de maclas da família de planos  $\{332\}_\beta$  ou  $\{112\}_\beta$  em ligas Ti-15Mo-5Zr e Ti-Nb. Essa fase de contorno surge em ligas que já possuíam fase ômega atômica previamente à deformação. Dois mecanismos possíveis são propostos para ocorrência da transformação de fase ômega induzida por deformação, a transformação reversa  $\omega \rightarrow \beta$  e a reorientação das variantes da fase ômega de



$\omega_1 \rightarrow \omega_2$ . Deste modo, a ocorrência de maclas pode vir a reduzir a fração da fase ômega. Wu et al. [160] propuseram que as maclas do tipo  $\{112\} \langle 111 \rangle$  são nucleadas no interior de partículas de fase ômega nanométricas e que a ocorrência de maclagem é dependente da transformação reversa de  $\omega \rightarrow \beta$ , sendo a força motriz para ocorrência da maclagem atribuída à instabilidade da fase precursora instável ômega. Também é reportado que a fase ômega se forma, durante tratamentos térmicos em ligas Ti-Mo que sofreram decomposição espinodal da fase beta, a partir da fase pobre em soluto devido à maior similaridade de parâmetros de rede, sendo esta fase precursora da formação da fase ômega [161]. Observados estes pontos (precipitação de fase ômega induzida por deformação, decomposição espinodal e transformação reversa por maclagem) e ainda que maclas fossem observadas nas amostras após deformação a quente, seria esperado que houvesse uma concorrência entre estes fenômenos durante deformação a quente. Entretanto, a relação entre a ocorrência de decomposição espinodal da fase beta e entre os mecanismos de formação e de dissolução da fase ômega e maclagem não foi explorada na literatura, principalmente sob deformação a quente, visto que a ocorrência concomitante de todos os fenômenos citados e sua relação é extremamente complicada.

Estudos realizados em liga Ti-15%Mo resfriadas rapidamente a partir de temperaturas no campo de equilíbrio beta, mostraram que as reflexões características da ocorrência de decomposição espinodal da fase beta são reflexões permitidas na família de planos  $\{002\}_\beta$ , sendo os padrões de reflexão da fase decorrente da decomposição muito próximos aos da fase ômega [161]. Deste modo, os picos duplos observados nos difratogramas das amostras deformadas que se seguem podem estar associados à ocorrência tanto de decomposição espinodal, quanto presença de fase ômega isotérmica, assim como a acentuação do pico referente ao plano  $(002)_\beta$  correspondente ao plano de maclagem.

#### 4.8.1 Análise de raios-X da liga TMZF

Os difratogramas obtidos pelas análises de raios-X realizadas na liga TMZF são mostrados na Figura 4.104 para as condições prévias ao ensaio de compressão a quente, ou seja, no material na condição como recebido (lingote), para a barra forjada e para a barra forjada e tratada (solubilizada/homogeneizada). Todas as condições analisadas apresentam um pico mais acentuado da fase  $\beta$  referente ao plano  $(110)_\beta$ . De acordo com o CIF utilizado para análise dos padrões de difração, o plano  $(110)_\beta$  é o que possui maior intensidade de reflexão (100%), e os próximos 3 picos aparecem com 12%  $(002)_\beta$ , 17%  $(112)_\beta$  e 4%  $(022)_\beta$ , portanto utilizaremos estes valores como base para avaliar o comportamento dos picos.

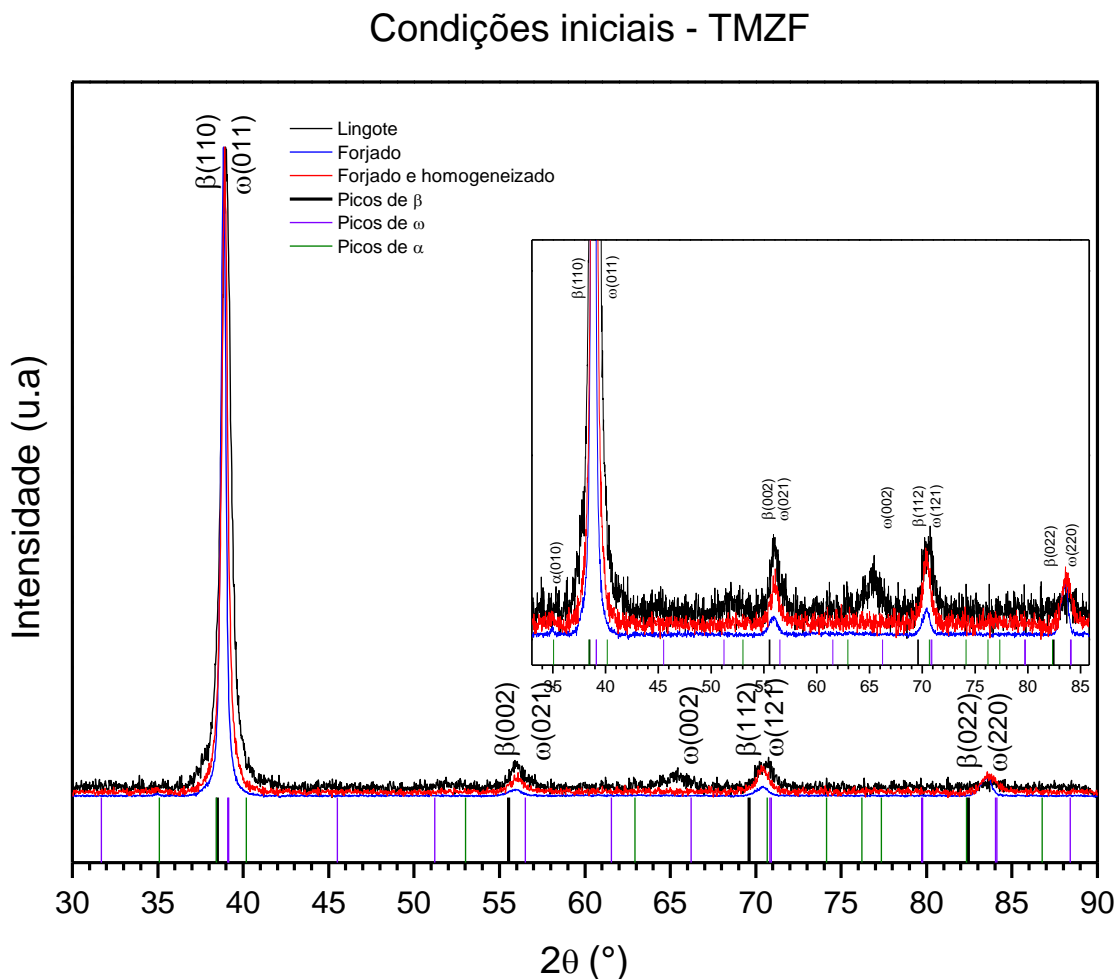


Figura 4.104 Difratogramas de raios-X da liga TMZF como recebido, como forjado e forjado e homogeneizado.

É também possível observar a ocorrência de um pico característico associado à reflexão da fase ômega no plano  $(002)_\omega$  ( $(0002)_\omega$ ) no material como recebido, o qual desapareceu após forjamento. Por meio da análise do difratograma do material forjado/homogeneizado, é possível observar que não há nenhum pico isolado referente à fase ômega. Como a presença da fase citada foi confirmada nesta amostra por meio de análise por microscopia de transmissão, podemos inferir que sua fração volumétrica nesta condição foi reduzida substancialmente pelo processo de forjamento e homogeneização, porém ainda se encontra dispersa na matriz, como observado nas análises de MET.

Para a condição “como forjado”, observou-se o pico mais pronunciado da intensidade de reflexão no plano  $(110)_\beta$  e pequena redução nos picos de maior angulação, indicando uma provável preferência cristalográfica (textura) nessa direção, porém por meio deste tipo de análise (difratogramas de raios-X) essa afirmação é extremamente difícil de ser comprovada. Como observado nas análises realizadas no microscópio de transmissão utilizando o sistema A-Star na amostra deformada a  $650^\circ\text{C}$ , a ocorrência de maclas da ordem de micro ou nanômetros (não observáveis via microscopia óptica) pode também ter ocorrido durante o forjamento do material. Entretanto, o método de análise de raios-X não é adequado para discutir a presença e extensão desse tipo de fenômeno, visto que a presença de maclas é associada com deslocamento lateral da posição dos picos e alargamento de suas bases [162].

### **Ensaio sob resfriamento contínuo**

Após deformação em resfriamento contínuo com 5 segundos de intervalo entre passes (Figura 4.105), foi observado um aumento crescente na intensidade dos picos relativos ao plano  $(002)_\beta$  e redução de  $(112)_\beta$  e  $(110)_\beta$  conforme a quantidade de passes de deformação foi aumentada. Isto pode evidenciar uma texturização crescente na direção  $(002)_\beta$ . Também se observa que os picos em ângulos maiores começam a se dividir, indicando a possibilidade de decomposição espinodal da fase beta. Nota-se também que os picos se movimentaram para ângulos maiores indicando fortemente a existência de

maclagem após a deformação [162]. A maioria das amostras não apresentou recristalização, o que é confirmado pela não alteração da largura à meia altura dos picos. Recristalização, ainda que em pequena quantidade, ocorreu em condições específicas e foi determinada por microscopia. Entretanto, não foi o suficiente para que aparecesse nos padrões de difração.

Os picos duplos mais pronunciados ocorrem na posição do plano  $(002)_\beta$ . Pelas análises realizadas por MET, a presença de fase ômega já havia sido confirmada na condição prévia ao ensaio em pequena quantidade, conforme comentado na discussão da Figura 4.104. Durante tratamentos térmicos em baixas temperaturas, esta fase é precursora para a mesma fase isotérmica. Apesar da formação da fase ômega isotérmica se dar em tratamentos de envelhecimento em temperaturas baixas, como sabemos que a fase ômega induzida por deformação ocorre à temperatura ambiente, supõe-se que essa fase seja passível de se formar sob deformação dentro das temperaturas alcançadas durante ensaio em resfriamento contínuo (de 900 a aproximadamente 600 °C).

Entretanto, a duplicidade de picos nestas posições também é um forte indicativo [159, 160] da ocorrência de decomposição espinodal da fase beta, como um modo de reduzir sua energia livre. A ocorrência da decomposição espinodal é influenciada pelo aumento da quantidade de elementos beta-estabilizadores em ligas titânio beta-metaestáveis e já foi observada em trabalhos anteriores do grupo de pesquisa em ligas de titânio com alta concentração de elementos de liga, como a liga Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr [163], em ligas de Ti-15%Mo [161] e Ti-Zr-Ta [164].

Como a formação de fase ômega é também influenciada pela formação da fase espinodal pobre em soluto  $\beta_1$ , a duplicidade observada pode ser uma soma das contribuições da reflexão da fase espinodal  $\beta_1$  e da fase ômega. A localização da fase espinodal (pobre em soluto) fica deslocada para a direita de  $\beta_2$ , visto seu menor parâmetro de rede e ângulo de difração maior. Esta fase pobre em soluto, como já citado, pode atuar como fase precursora da precipitação de fase ômega, visto sua grande similaridade de parâmetros de rede, deste modo, é esperada uma interferência construtiva no pico de difração

de ambas as fases, aumentando a intensidade do pico localizado à direita dos picos observados.

Deste modo, o efeito observado nos difratogramas apresentados pode ser uma dupla ação destes dois mecanismos de redução da energia livre de Gibbs. A análise de microscopia eletrônica de transmissão, que pode comprovar este fato foi comprometida devido ao problema do COVID-19. Foi possível realizar apenas uma análise e será apresentada no tópico referente à liga Ti-15%Mo. Entretanto, em relação aos espectros de raios-X, a separação de picos é idêntica e acreditamos que esta análise de MET pode ser considerada como sendo típica para todas as condições e materiais analisados.

Além disso, o não aumento da largura à meia altura, indicando a não recristalização, sugere que as amostras foram amaciadas por recuperação dinâmica e que maclagem pode ter sido um fator importante na conformabilidade.

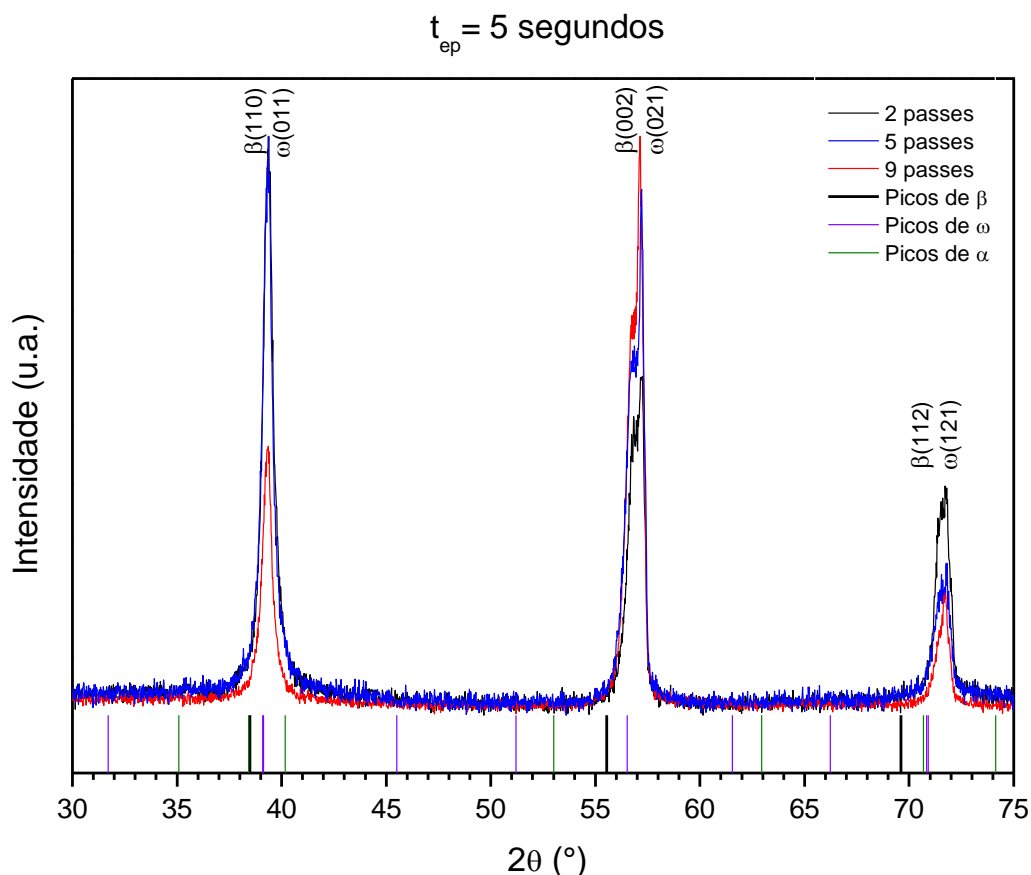


Figura 4.105 Difratogramas de raios-X da liga TMZF após ensaio de deformação a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de 5 segundos das amostras analisadas após 2, 5 e 9 passes.

O aumento no intervalo de tempo entre passes de 5 segundos para 20 segundos (Figura 4.106) indica um aumento da preferência cristalográfica na direção do plano  $(002)_\beta$  e que este fenômeno é dependente do tempo entre passes. Isto é verificado, quando comparado com a Figura 4.105, pela não existência da mesma com dois passes e um aumento da mesma com o aumento do número de passes, como no caso anterior, mas ficando independente do número de passes após cinco passes. É importante salientar que a posição dos picos variou conforme observado na Figura 4.105 quando comparado com a Figura 4.104. Em outras palavras, se movimentaram para ângulos maiores, indicando novamente uma forte maclagem das amostras e, ao mesmo tempo, indicando um forte efeito desta na conformabilidade da liga. Também, o não aumento da largura à meia altura indica que a amostra sofreu forte recuperação dinâmica, já que recristalização não foi observada na maioria das amostras e, mesmo ocorrendo, não foi o suficiente para que aparecesse nos padrões de difração.

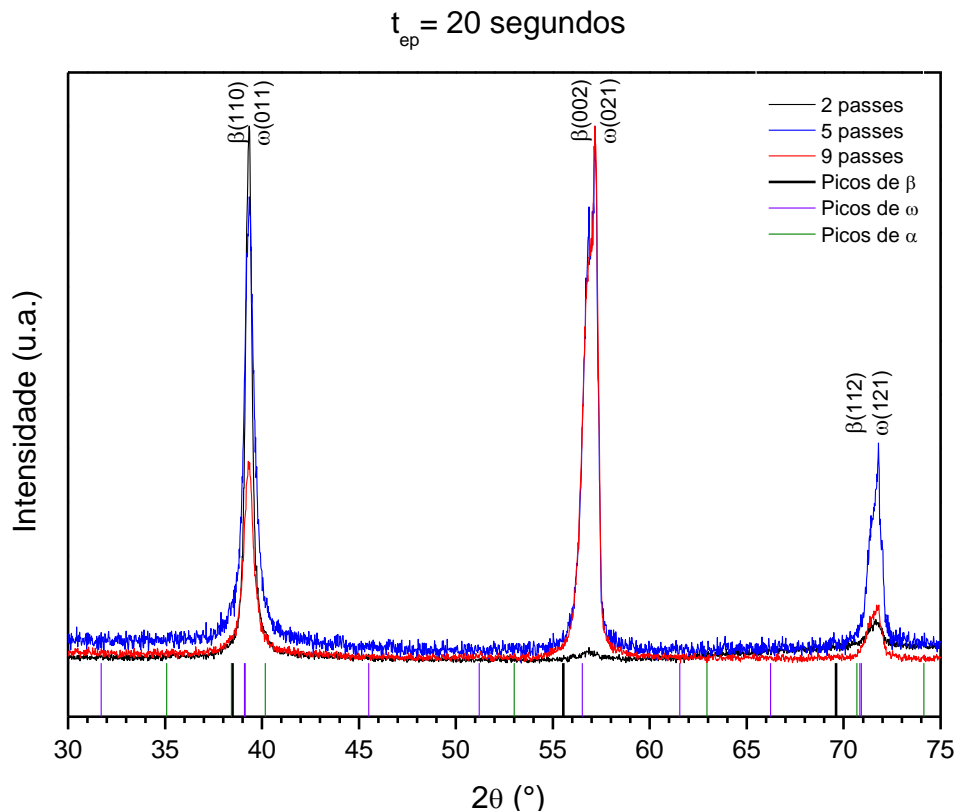


Figura 4.106 Difractogramas de raios-X da liga TMZF após ensaio de deformação a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de 20 segundos das amostras analisadas após 2, 5 e 9 passes.

Além disso, nota-se que o pico referente à difração do plano (002), associado à ocorrência de maclagem e decomposição espinodal, não aparece após apenas dois passes e não é tão pronunciada. Isto indica uma forte influência do tempo entre passes. Comparando-se com a Figura 4.105, onde picos duplos já se formavam com dois passes e aumentavam sua intensidade com o número de passes, acredita-se que o maior intervalo de tempo entre passes permite que a possível segunda fase formada durante a deformação volte a se transformar novamente por meios difusionais.

A análise da Figura 4.107, para as amostras ensaiadas com intervalo entre passes de 50 segundos, confirma as observações anteriores relativas ao intervalo de tempo entre passes. Ou seja, uma orientação preferencial diminuída já que a intensidade do pico relativo ao plano (002)<sub>β</sub> foi aumentada, porém apresentou menor intensidade em relação ao intervalo entre passes anterior e a ocorrência de fases metaestáveis foi observada, mas não tão intensamente com na Figura 4.106. Entretanto, maclagem e recuperação são confirmadas da mesma maneira.

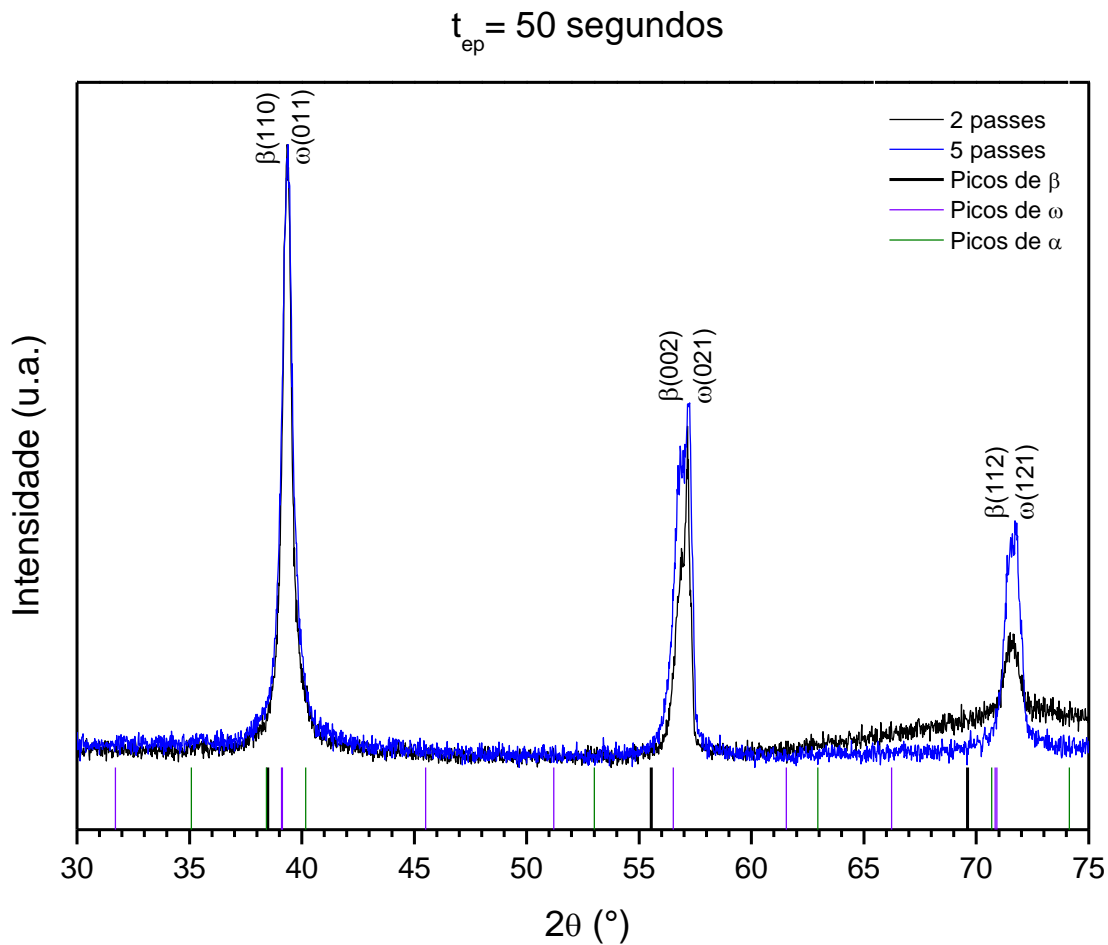


Figura 4.107 Difratogramas de raios-X da liga TMZF após ensaio de deformação a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de 50 segundos das amostras analisadas após 2 e 5 passes.

### Ensaio isotérmicos

As curvas de difração de raios-X das amostras da liga TMZF ensaiadas isotermicamente comparando a influência da temperatura estão apresentadas nas Figuras 4.108, 4.109 (ampliação de picos da Fig. 4.108), 4.110 e 4.111 (ampliação de picos da Fig. 4.110), sendo que as duas primeiras se referem à taxa de deformação de  $0,172 \text{ s}^{-1}$  e as duas últimas à taxa de deformação de  $17,2 \text{ s}^{-1}$ . Comparando-se todas estas figuras com as de ensaio em resfriamento contínuo, confirma-se uma forte influência da temperatura na preferência cristalográfica que, de maneira geral, tende a ser a mesma que para as dos ensaios com múltiplos passes, com aumento da intensidade dos picos  $(002)_{\beta}$  e  $(112)_{\beta}$  e redução do pico  $(110)_{\beta}$  com o aumento da temperatura de deformação, porém para o caso dos ensaios isotérmicos, o pico associado à reflexão do plano



$(112)_\beta$  se apresentou com maior intensidade que no caso dos ensaios sob resfriamento contínuo, possuindo em alguns casos intensidade maior que a observada para o plano  $(002)_\beta$ . Os picos duplos observados nas amostras ensaiadas isotermicamente apresentaram maior diferenciação (resolução entre picos sobreposto) em relação aos ensaios sob resfriamento contínuo, indicando que a manutenção da deformação em altas temperaturas também influencia na ocorrência das fases metaestáveis citadas.

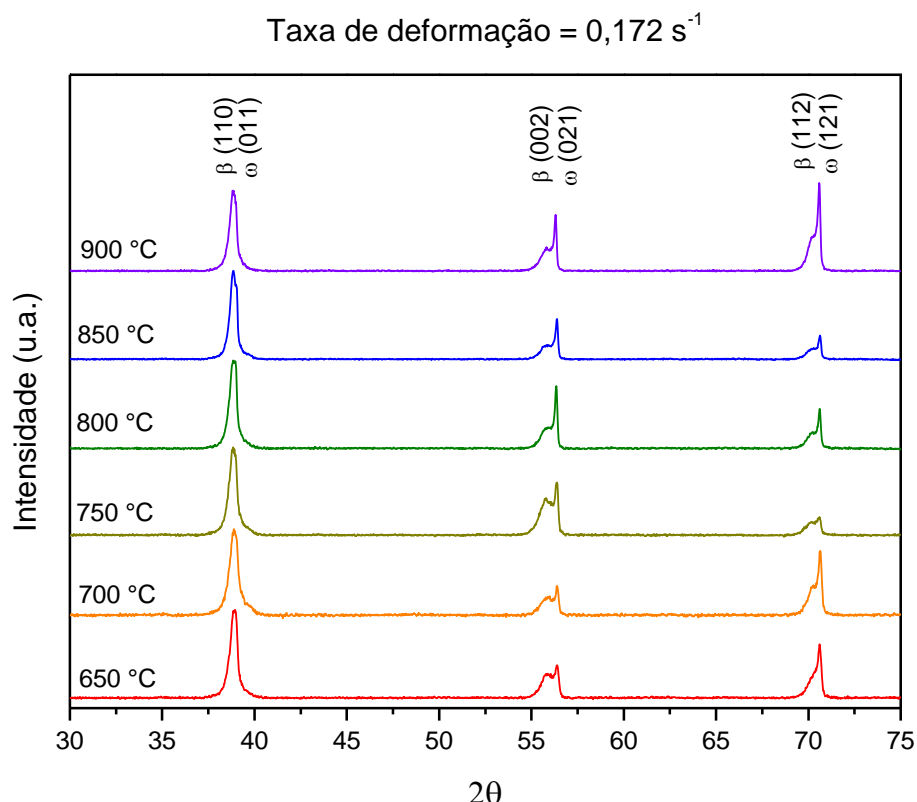


Figura 4.108 Difratogramas de raios-X da liga TMZF após ensaios isotérmicos para as temperaturas de 650 a 900 °C em taxa de deformação de  $0,172 \text{ s}^{-1}$ .

Entretanto, comparando-se as Figuras 4.108 e 4.110 (menor e maior taxa de deformação, respectivamente), observa-se também uma influência da taxa de deformação, ou seja, taxas de deformação maiores induzem a uma maior textura na direção  $(002)_\beta$  desde a menor temperatura (com menor intensidade do pico  $(112)_\beta$ ), que tende para a  $(110)_\beta$  a 850 °C, e, finalmente, para  $(002)_\beta$  a 900 °C. A amostra ensaiada a 750 °C, para o caso da taxa de deformação de  $0,172 \text{ s}^{-1}$ , foi a que apresentou maior característica de duplicidade no pico central  $(002)_\beta$ , visto que o pico da esquerda dos sobrepostos se apresentou maior que os demais, mostrando que a essa temperatura, a formação de fase espinodal  $\beta_2$

(fase rica em soluto, com maior parâmetro de rede, deslocada para ângulos menores) é favorecida, voltando a prevalecer a fase  $\beta_1$  para maiores temperaturas de deformação. Esta mesma amostra foi a que apresentou menor intensidade dos picos duplos na posição de difração do plano  $(112)_\beta$ , apontando da mesma maneira para a preferência da fase  $\beta_1$  para esta temperatura de deformação e voltando a aumentar sua intensidade com o aumento da temperatura, possuindo intensidade maior que o pico  $(002)_\beta$  a 900°C.

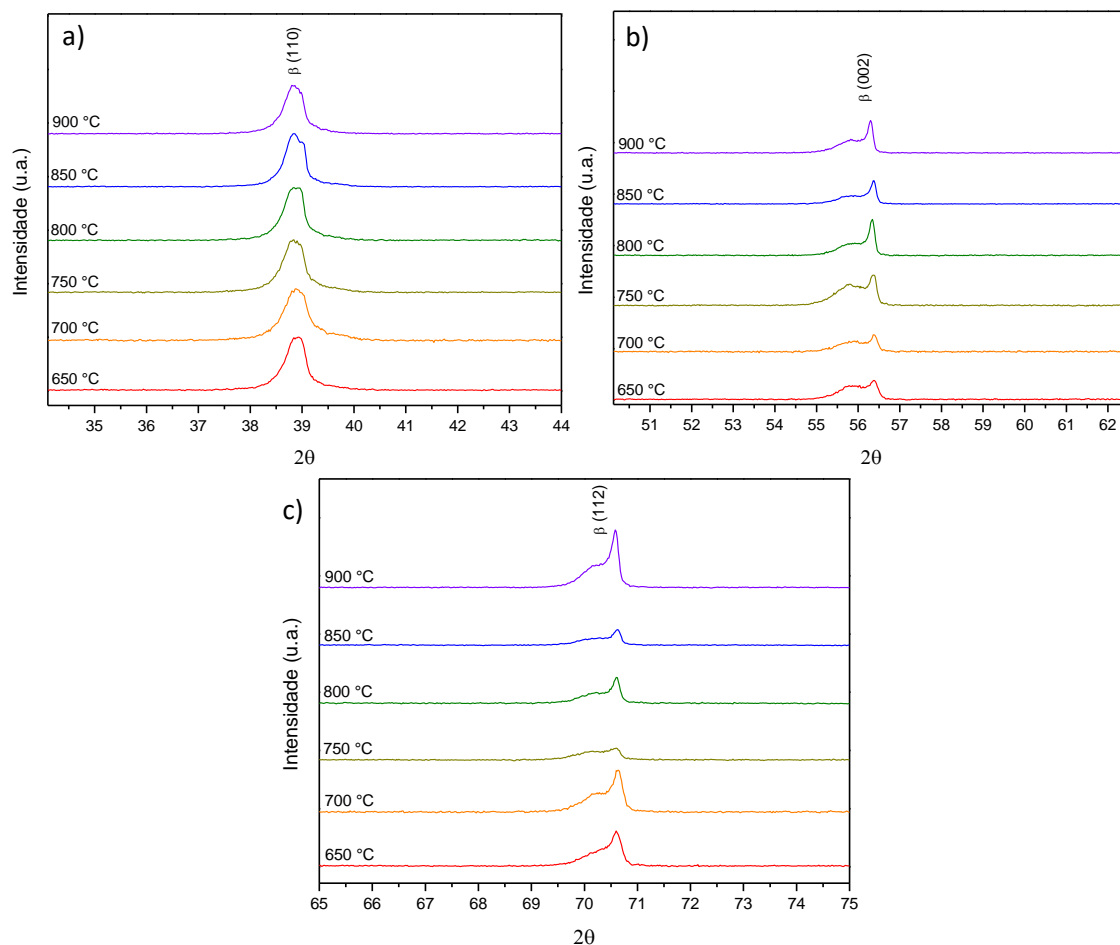


Figura 4.109 Amplificação de picos dos difratogramas de raios-X da liga TMZF após ensaios isotérmicos para as temperaturas de 650 a 900 °C em taxa de deformação de 0,172 s<sup>-1</sup>. Em (a) pico referente ao plano  $(110)_\beta$ , em (b)  $(002)_\beta$  e em (c)  $(112)_\beta$ .

Quando comparado com os ensaios de múltiplos passes, nota-se também que a transformação de fase de  $\beta_2$  para  $\beta_1$  por decomposição espínodal foi muito mais intensa nos ensaios isotérmicos, onde a matriz passa a ser a fase  $\beta_1$ . Isto se explica pelo maior tempo em temperaturas maiores até que a temperatura de ensaio fosse alcançada (tendo tempo suficiente para mecanismos difusionais

ocorressem por meio de rejeição de soluto e maior formação das fases fora de equilíbrio), além, é claro, do efeito da deformação. Assim, quanto maior a temperatura maior a quantidade de  $\beta_1$ . Também é notável a influência da taxa de deformação nesta transformação que foi muito mais intensa para taxas maiores, mostrando o efeito do acúmulo de discordâncias propiciado por menor ocorrência de recuperação e energia para a transformação ocorrer com maior facilidade. Assim, quanto mais propícia a condição (maiores temperaturas e maior acúmulo de discordâncias), maior a quantidade de transformação. De fato, isto denota uma influência do tempo para que processos difusionais, mesmo assistidos por deformação (que foi muito mais acumulada em altas taxas), pudessem ocorrer e mais uma vez confirmando a influência do tempo entre passes nos ensaios com múltiplos passes, que não permitiu uma transformação completa de  $\beta_2$  para  $\beta_1$ .

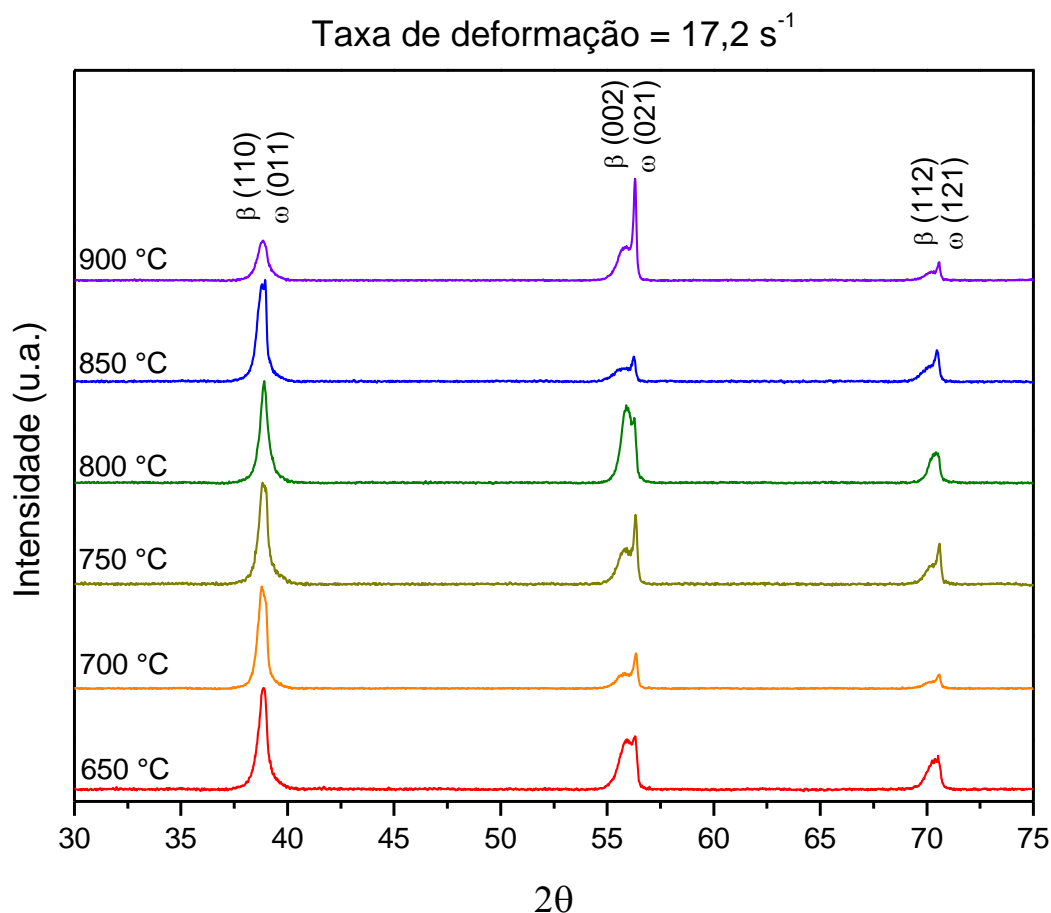


Figura 4.110 Difratogramas de raios-X da liga TMZF após ensaios isotérmicos para as temperaturas de 650 a 900 °C em taxa de deformação de  $17,2 \text{ s}^{-1}$ .

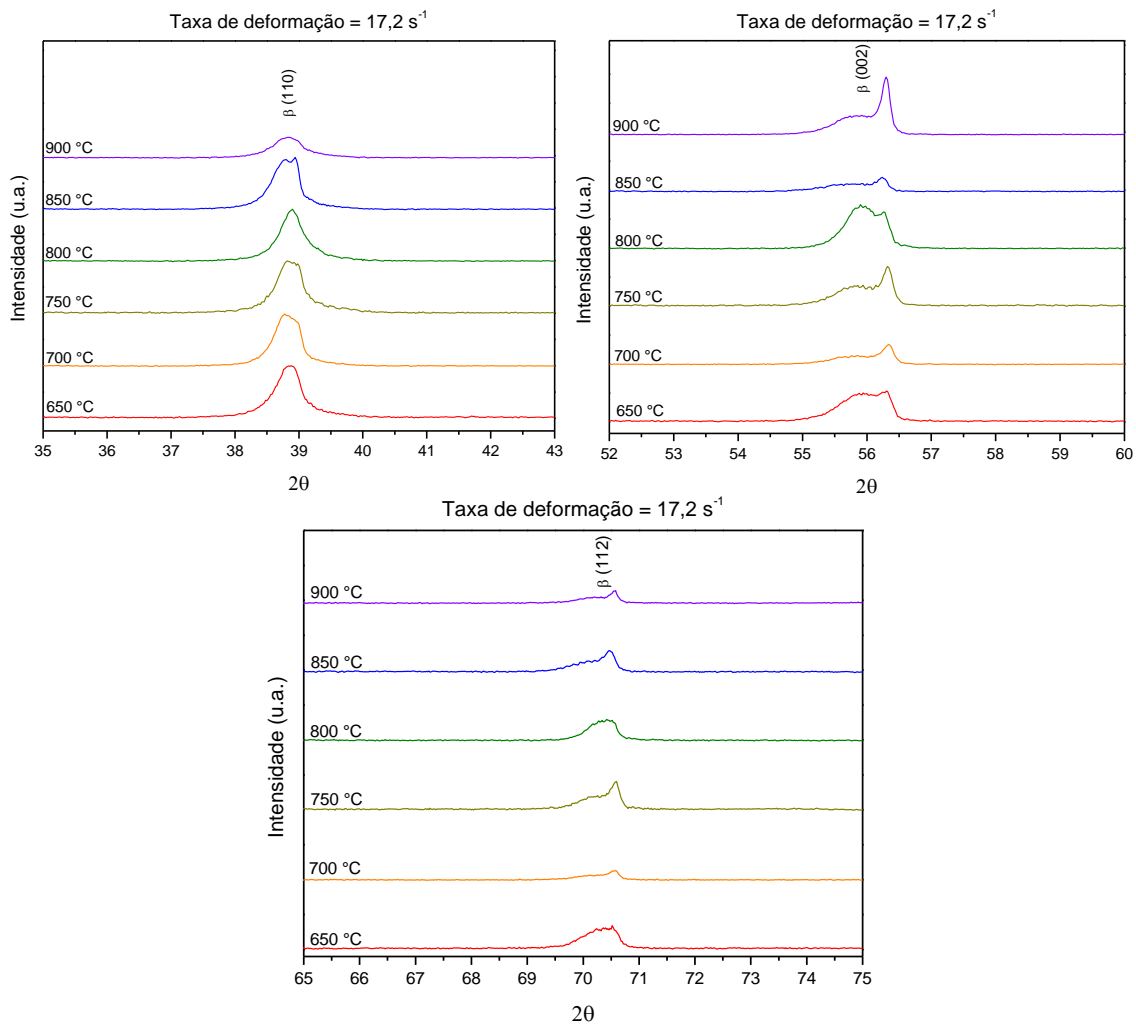


Figura 4.111 Amplificação de picos dos difratogramas de raios-X da liga TMZF após ensaios isotérmicos para as temperaturas de 650 a 900 °C em taxa de deformação de  $17,2 \text{ s}^{-1}$ . Em (a) pico referente ao plano  $(110)_\beta$ , em (b)  $(002)_\beta$  e em (c)  $(112)_\beta$ .

A transformação de fase de  $\beta_2$  para  $\beta_1$  por decomposição espinodal pode explicar o aumento da resistência mecânica nos momentos iniciais de deformação observado nas amostras ensaiadas acima da temperatura de transição beta, já que a precipitação da fase  $\beta_1$  se acentua com a deformação e, juntamente com precipitados remanescentes da fase ômega, irá ancorar discordâncias dinamicamente e muito mais intensamente que um material monofásico, levando a um encruamento bastante acentuado neste intervalo inicial de deformação.

Além disso, o fato da transformação quase que completa indica que uma parte considerável de elementos de liga entrou em solução sólida e aumentou o efeito de arraste de soluto durante a deformação. Este fato leva a liga a ter um

retardo na recristalização, sendo a recuperação bastante acentuada, conforme já comentado anteriormente e justifica a pequena recristalização observada somente em condições específicas e observadas por microscopia.

Além disso, mais uma vez nota-se que não houve um aumento da largura à meia altura, indicando que não houve recristalização, ou não foi o suficiente para aparecer nos padrões de difração, e que a deformação não se acumulou mesmo em baixas temperaturas, indicando um processo de recuperação dinâmica bastante intenso.

Da mesma forma que nos ensaios com múltiplos passes, o movimento dos picos para ângulos maiores quando comparados com a amostra forjada e homogeneizada (Fig. 4.104) indica que maclagem também ocorreu nos ensaios isotérmicos, sendo um fator que também favoreceu a conformabilidade da liga.

Não foi possível distinguir qualquer pico isolado da fase ômega, ou seja, não se pode afirmar que houve precipitação da mesma sem realização de microscopia de transmissão. Como a mesma foi identificada via análises de MET, infere-se que esta ainda é o residual após forjamento e homogeneização (Fig. 4.104).

#### **4.8.2 Análise de raios-X da liga Ti-15%Mo**

A seguir são apresentados os difratogramas de raios-X obtidos para a liga Ti-15%Mo antes da deformação (barra como recebida e barra tratada, Figura 4.112), seguidas pelos difratogramas das amostras deformadas a quente em resfriamento contínuo e após os ensaios isotérmicos (Figuras 4.114 a 4.116). Para esta liga, a presença de fase alfa não foi detectada em nenhuma das condições analisadas.

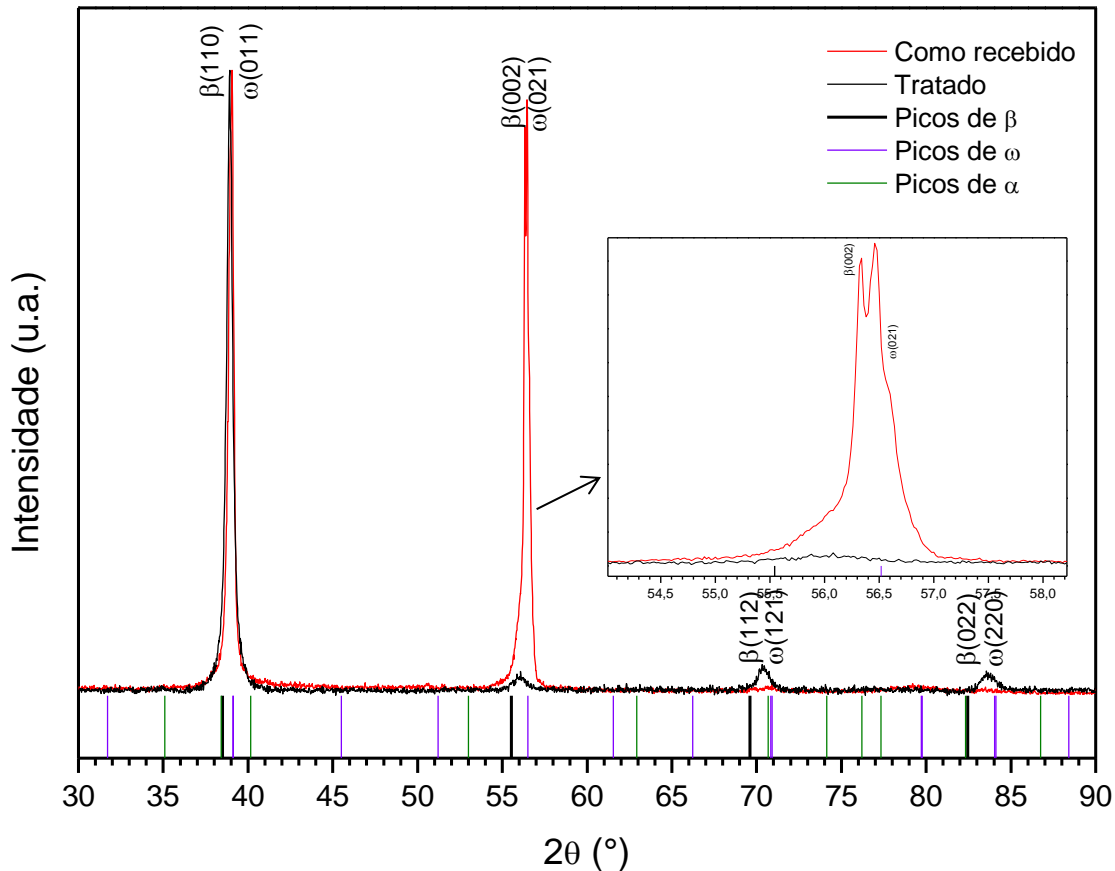


Figura 4.112 Difratogramas de raios-X da liga Ti-15%Mo como recebido e após tratamento de homogeneização 900 °C por 2 horas.

A Figura 4.112 apresenta os difratogramas de raios-X da liga Ti-15%Mo como recebido e após tratamento de homogeneização 900 °C por 2 horas. Conforme pode ser observado, a liga Ti-15%Mo em forma de barra (como recebida) apresenta uma tendência à preferência cristalográfica na direção  $(002)_\beta$ . Após a realização do tratamento térmico para remoção das maclas mecânicas e homogeneização, o pico  $(110)_\beta$  teve sua intensidade aumentada substancialmente e os picos associados aos maiores ângulos de difração apresentaram intensidades reduzidas. Além disso, o pico relativo ao plano  $(002)_\beta$  da amostra em forma de barra (como recebida) se apresentou com picos duplos (ver detalhe na Figura 4.113), indicando a possível ocorrência de transformação de fase de  $\beta_2$  para  $\beta_1$  por decomposição espinodal durante o processo de fabricação da barra, sendo este pico também ligado à ocorrência de maclagem. Tal duplicidade de pico desaparece após tratamento térmico, indicando a transformação reversa da fase  $\beta_1$  para  $\beta_2$  durante tratamento de solubilização,

assim como o comprovado desaparecimento da estrutura maclada, como pôde ser visto nas metalografias apresentadas anteriormente. Isto também indica que a transformação é assistida por deformação, sendo um fator preponderante para tal. O fato de a transformação não ter sido observada na liga TMZF após forjamento pode ter sido motivada pela temperatura relativamente alta e pelo tempo de resfriamento (taxa lenta) após a deformação e também por processos de amaciamento nestas temperaturas que reduzem a energia para a transformação.

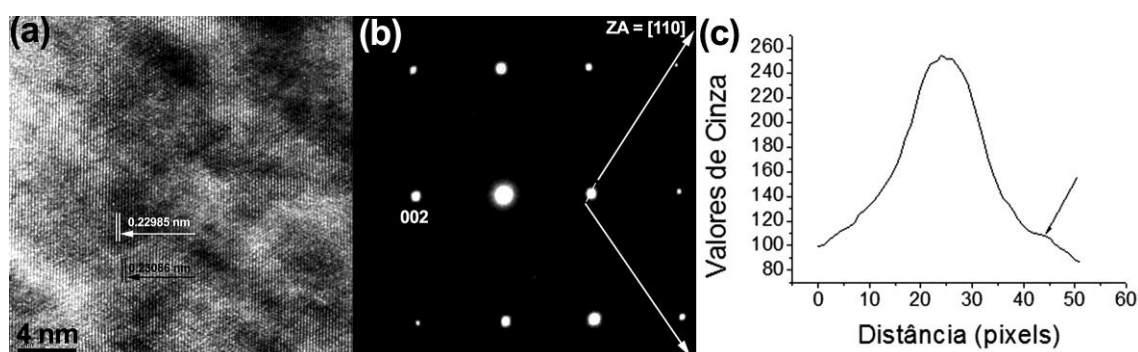


Figura 4.113 Análise de MET da separação de fase. (a) apresenta uma imagem de alta resolução obtida no eixo de zona  $[110]_{\beta}$  e onde estão indicadas as distâncias interplanares de cada uma das fases (branca  $\beta_1$  e preta  $\beta_2$ ). (b) padrão de difração de área selecionada de uma região maior que a apresentada em (a) e onde as setas brancas indicam em (c) onde um perfil de linha obtido em um  $spot\ 002_{\beta}$  (linha branca em (b)) é apresentado.

Não se observa em nenhuma condição a presença da fase ômega. Entretanto, a mesma foi detectada no material tratado por meio das análises de microscopia de transmissão anteriormente realizadas indicando uma pequena precipitação não detectável pelo equipamento de difração de raios-X.

Conforme mencionado anteriormente, a análise de MET só foi possível para a condição como recebido da liga Ti-15%Mo, a qual está apresentada na Figura 4.113. A Figura 4.113 (a) apresenta uma imagem de alta resolução obtida no eixo de zona  $[110]_{\beta}$  e onde se observam regiões claras, que correspondem à fase  $\beta_1$  e escuras que correspondem à fase  $\beta_2$ , que correspondem a aproximadamente 50% de cada fase. Este fato pode ser observado pelas distâncias interplanares marcadas na figura, que apresentaram valores de aproximadamente 0,22985 nm e 0,23086 nm, respectivamente. Estes valores correspondem aproximadamente aos valores obtidos nos picos dos difratogramas obtidos para o plano  $(110)_{\beta}$  apresentados nas Figuras 4.118 e

4.120 e que deram valores de aproximadamente 0,23053 nm e 0,22997 nm, respectivamente para a fase  $\beta_2$  e  $\beta_1$ .

Na Figura 4.113 (b) é apresentado um padrão de difração de área selecionada de uma região maior que a apresentada na Figura 4.113 (a), onde foi utilizada a menor abertura de área selecionada possível, as setas brancas indicam a Figura 4.113 (c) onde um perfil de linha obtido em um  $spot\ 002_\beta$  (linha branca na Fig. 4.113 (b)). Os picos de intensidade no perfil de linha correspondem aos picos das fases  $\beta$ , onde a menor intensidade está marcada por uma seta. Isto indica claramente a presença de dois spots sobrepostos com pequena separação entre eles, indicando assim a presença das duas fases.

### **Ensaaios sob resfriamento contínuo**

Após deformação em resfriamento contínuo, nota-se novamente a presença de picos com características de duplicidade, como os observados na liga TMZF ensaiada nas mesmas condições (Figuras 4.105 a 4.107), como pode ser observado nas Figuras 4.114, 4.115 e 4.116, onde são apresentados os difratogramas das amostras deformadas com intervalo entre passes de 5, 20 e 50 segundos, respectivamente. Este fato pode indicar a ocorrência de transformação de fase de  $\beta_2$  para  $\beta_1$  por decomposição espinodal, que, da mesma forma que na liga TMZF, aumentou com o número de passes, mas diminuiu com o aumento do tempo entre passes. Isto confirma mais uma vez a influência do intervalo de tempo entre passes, conforme já discutido acima para a liga TMZF. Além disso, nota-se que a intensidade dos picos da fase  $\beta_2$  é diminuída na liga Ti-15%Mo em relação aos picos observados na liga TMZF anteriormente analisada, indicando uma menor quantidade de fase transformada na liga Ti-15%Mo em qualquer condição de tempo entre passes. Como é esperado que a ocorrência de maclagem seja aumentada com a redução da temperatura, o aumento da intensidade do pico à direita do pico duplo em  $(002)_\beta$  com o aumento da quantidade de passes pode também estar relacionado ao aumento da quantidade de maclas, além da ocorrência da decomposição espinodal.



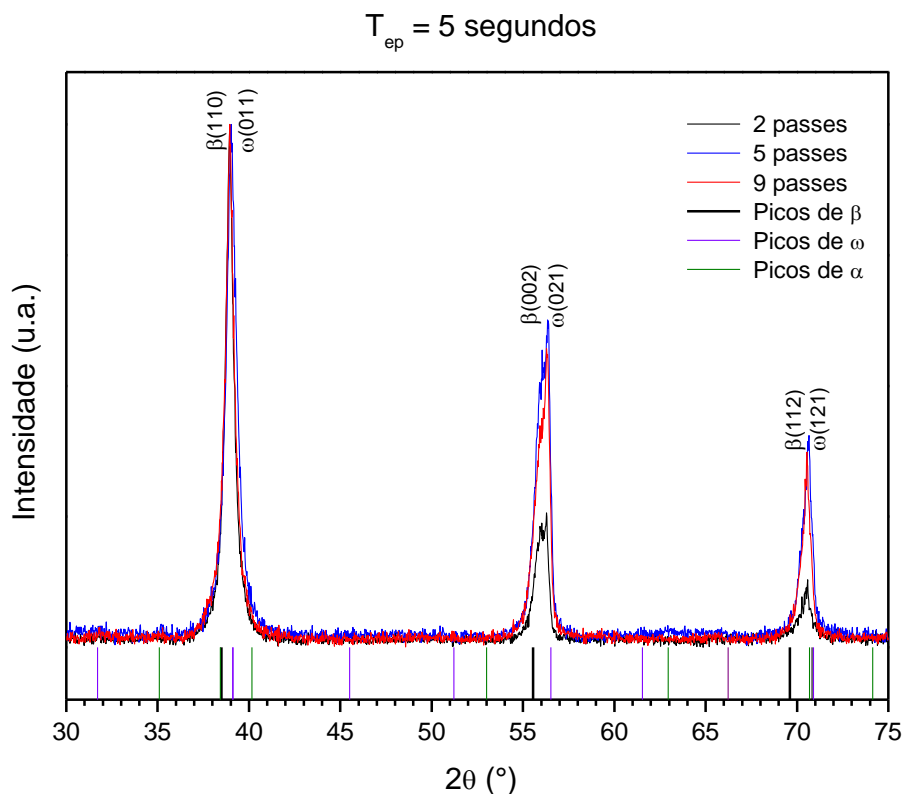


Figura 4.114 Difractogramas de raios-X da liga Ti-15%Mo após ensaio de deformação a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de 5 segundos das amostras analisadas após 2, 5 e 9 passes.

Além da transformação de fase, existe também um aumento mais pronunciado na intensidade dos picos relativos aos planos  $(002)_\beta$  com o aumento da deformação. O mesmo fenômeno de deslocamento para a direita dos picos, em relação à amostra inicial (tratada) indica a presença de maclagem favorecendo a conformabilidade da liga. A largura à meia altura não sofreu alteração, indicando que não houve recristalização, ou não foi o suficiente para aparecer nos padrões de raios-X, e que houve um processo de recuperação bastante acentuado na liga, bem como ocorreu para a liga TMZF.

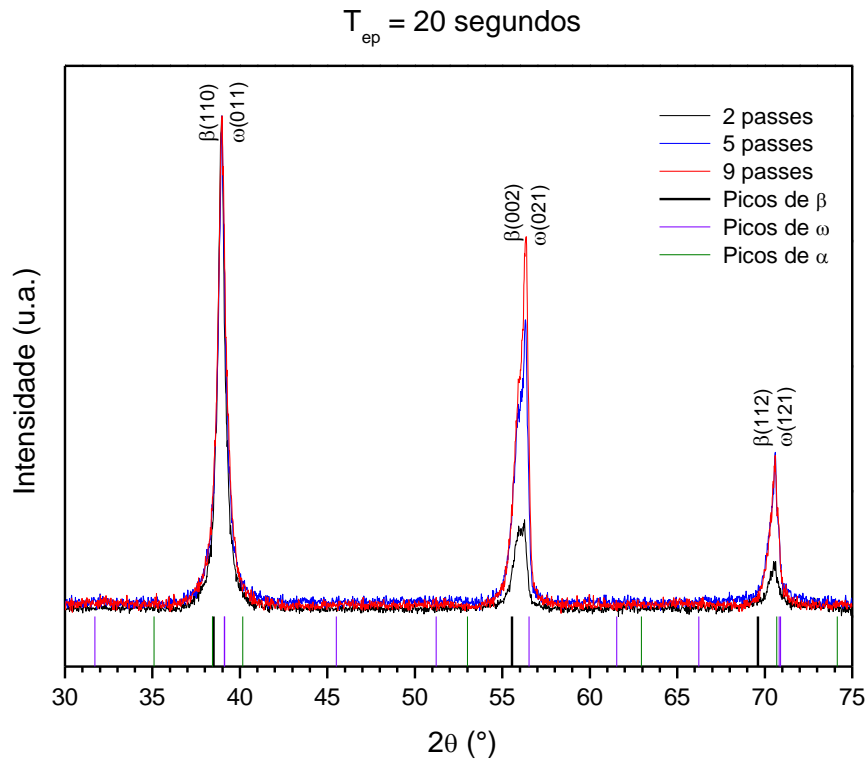


Figura 4.115 Difratomogramas de raios-X da liga Ti-15%Mo após ensaio de deformação a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de 20 segundos das amostras analisadas após 2, 5 e 9 passes.

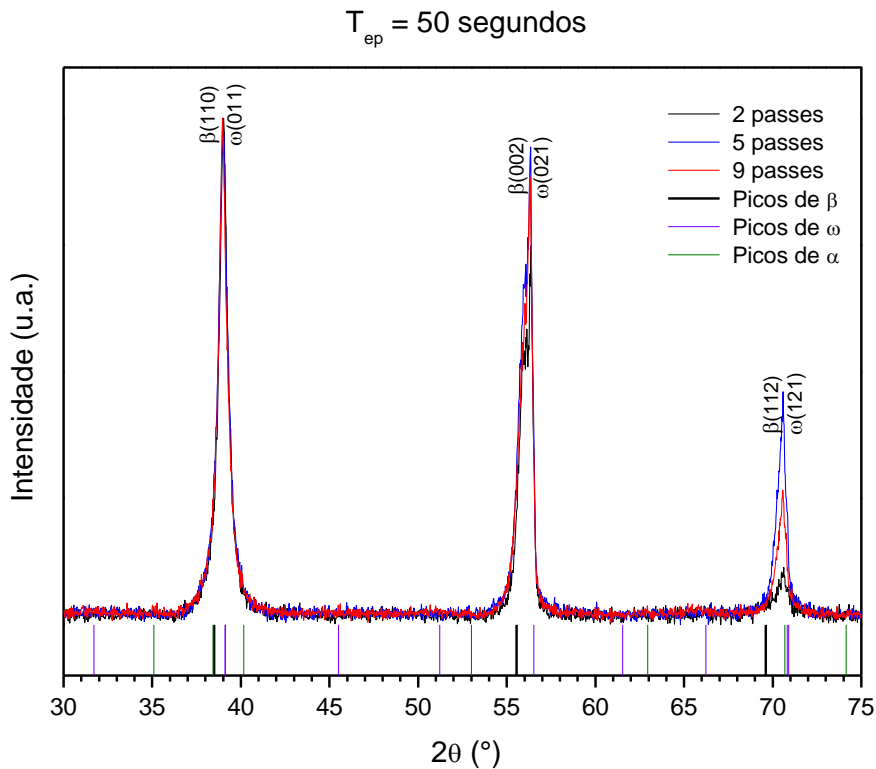


Figura 4.116 Difratomogramas de raios-X da liga Ti-15%Mo após ensaio de deformação a quente sob resfriamento contínuo e intervalo entre passes de 50 segundos das amostras analisadas após 2, 5 e 9 passes.

## Ensaio isotérmicos

Os espectros de difração de raios-X das amostras da liga Ti-15%Mo ensaiadas isotermicamente comparando a influência da temperatura estão apresentadas nas Figuras 4.117, 4.118 (ampliação de picos da Fig. 4.117), 4.119 e 4.120 (ampliação de picos da Fig. 4.119). As duas primeiras figuras dizem respeito à taxa de deformação de  $0,172 \text{ s}^{-1}$ , enquanto as duas últimas à taxa de deformação de  $17,2 \text{ s}^{-1}$ . Comparando-se todas estas figuras com as de ensaio em resfriamento contínuo, confirma-se a influência da temperatura no aumento preferencial de um dos picos de reflexão que, de uma maneira geral, tende a ser a mesma que para as dos ensaios com múltiplos passes, na direção do plano  $(002)_\beta$  para as maiores temperaturas. Entretanto, comparando-se as Figuras 4.117 e 4.119, observa-se uma menor influência da taxa de deformação do que no caso da liga TMZF, ou seja, em taxas de deformação maiores há ainda um aumento da intensidade do pico da direção  $(002)_\beta$  na temperatura maior, porém em menor intensidade.

Como no caso da liga TMZF anteriormente discutida, não foi observado nenhum pico nas posições de reflexão da fase alfa. Também não foi possível distinguir qualquer pico da fase ômega de maneira isolada em posições de não coincidência com picos de difração da fase beta.

Quando comparado com os ensaios de múltiplos passes, nota-se também que a possível transformação de fase de  $\beta_2$  para  $\beta_1$  por decomposição espinodal foi muito mais intensa nos ensaios isotérmicos, onde a matriz passa a ser a fase  $\beta_1$ , como observado para a liga TMZF (Figuras 4.118 e 4.120). Da mesma forma que para a liga TMZF, este fato se explica pelo maior tempo em temperaturas maiores até que a temperatura de ensaio seja alcançada, além do efeito da deformação, assim, quanto maior a temperatura maior a quantidade de  $\beta_1$ .

Como anteriormente citado, é esperado que a ocorrência de maclagem seja diminuída com o aumento da temperatura, deste modo, o aumento da intensidade do pico à direita do pico duplo em  $(002)_\beta$  com o aumento da temperatura de deformação se torna mais uma evidência para a ocorrência de formação das fases metaestáveis  $\beta_1$  e  $\omega$ .

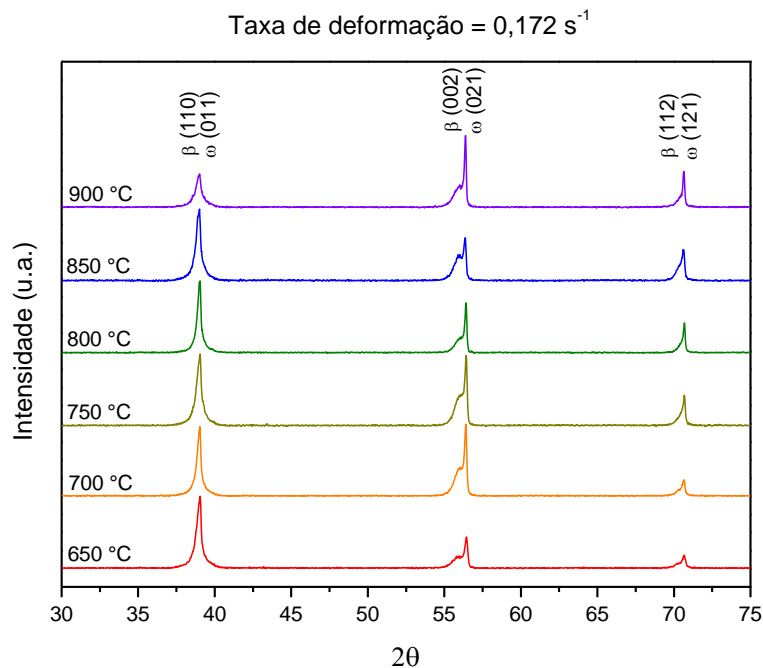


Figura 4.117 Difratogramas de raios-X da liga Ti-15%Mo após ensaios isotérmicos para as temperaturas de 650 a 900 °C em taxa de deformação de  $0,172 \text{ s}^{-1}$ .

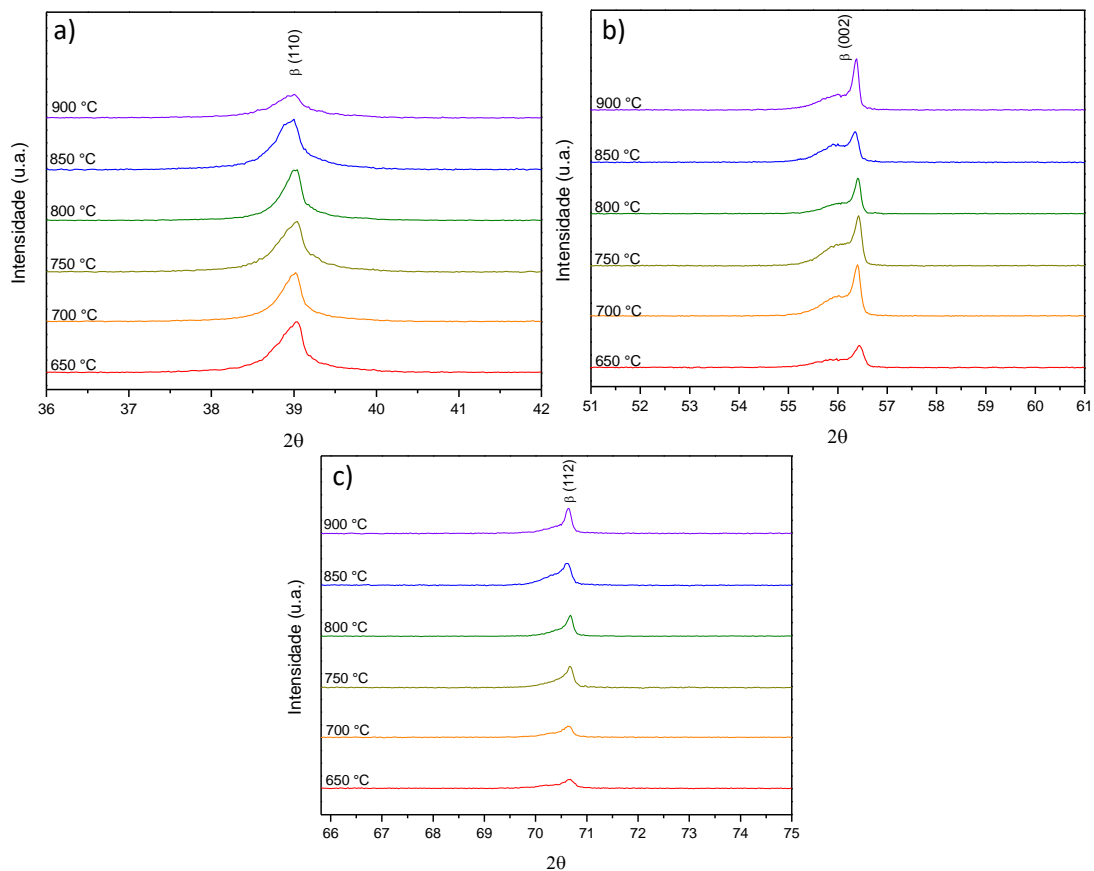


Figura 4.118 Amplificação dos picos dos difratogramas de raios-X da liga Ti-15%Mo após ensaios isotérmicos para as temperaturas de 650 a 900 °C em taxa de deformação de  $0,172 \text{ s}^{-1}$ . Em (a) pico referente ao plano (110) $_{\beta}$ , em (b) (002) $_{\beta}$  e em (c) (112) $_{\beta}$ .

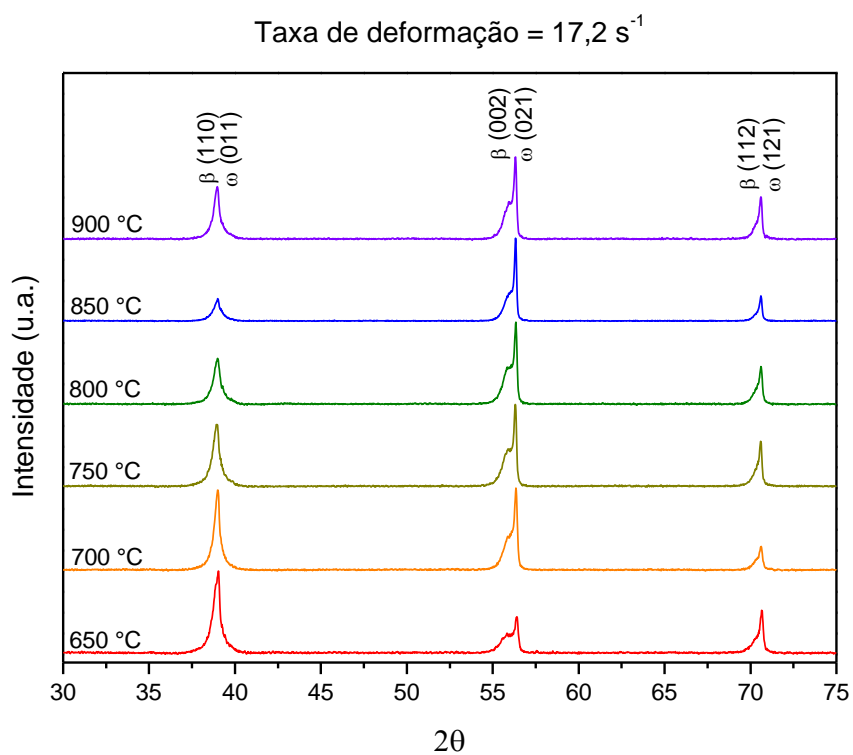


Figura 4.119 Difratogramas de raios-X da liga Ti-15%Mo após ensaios isotérmicos para as temperaturas de 650 a 900 °C em taxa de deformação de  $17,2 \text{ s}^{-1}$ .

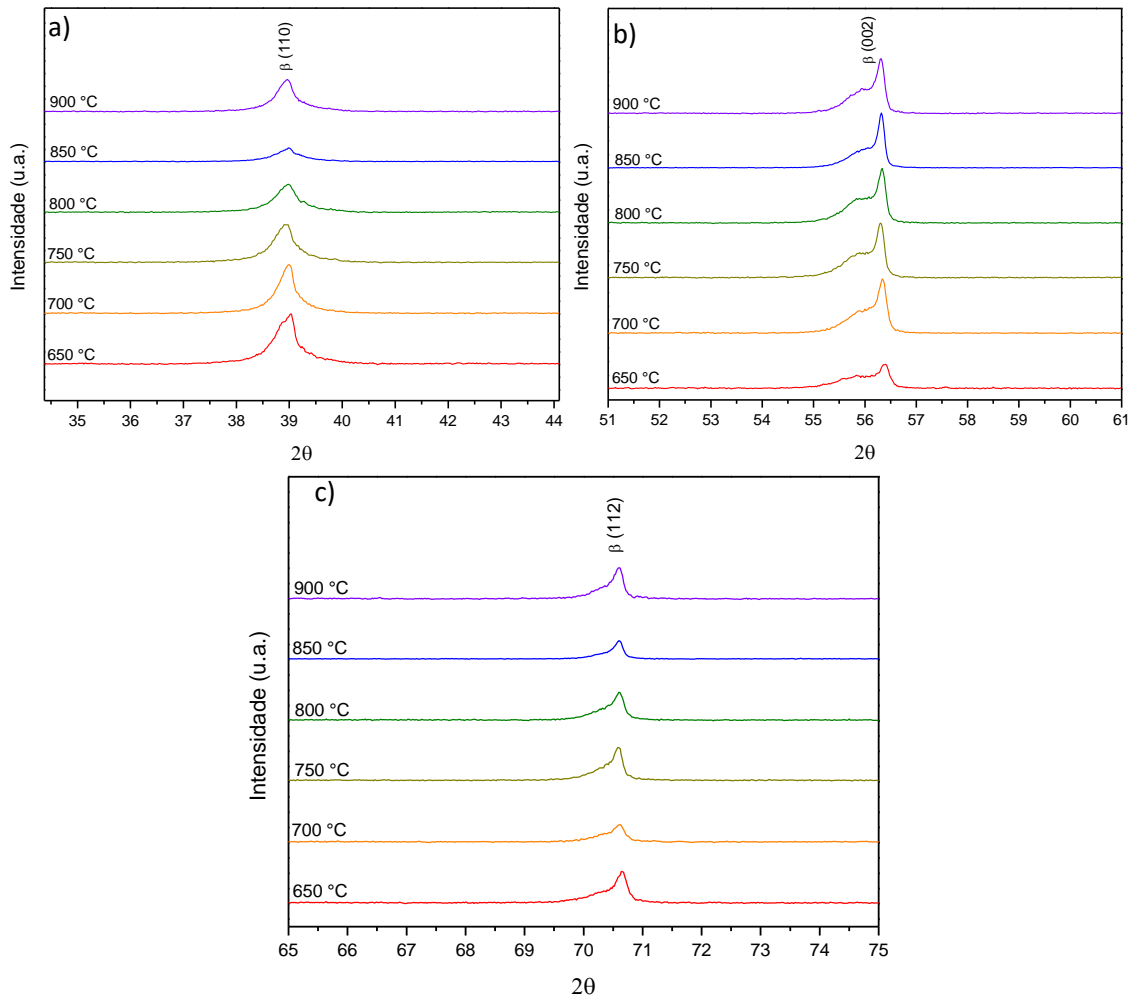


Figura 4.120 Amplificação dos picos dos difratogramas de raios-X da liga Ti-15%Mo após ensaios isotérmicos para as temperaturas de 650 a 900 °C em taxa de deformação de 17,2 s<sup>-1</sup>. Em (a) pico referente ao plano (110)<sub>β</sub>, em (b) (002)<sub>β</sub> e em (c) (112)<sub>β</sub>.

Assim como para a liga TMZF, é notável a influência da taxa de deformação nesta transformação que foi mais intensa para taxas maiores, mostrando novamente o efeito do acúmulo de discordâncias e energia para a transformação ocorrer com maior facilidade. De fato, isto denota novamente a influência do tempo para que processos difusionais, mesmo assistidos por deformação (que foi muito mais acumulada em altas taxas), pudessem ocorrer e mais uma vez confirmando a influência do tempo entre passes nos ensaios com múltiplos passes, que não permitiu uma transformação completa de  $\beta_2$  para  $\beta_1$ .

Também neste caso, a transformação de fase de  $\beta_2$  para  $\beta_1$  explica a taxa de encruamento elevada no início das deformações observado nas curvas de escoamento plástico destas amostras. Isto se deve ao fato de que a precipitação da fase  $\beta_1$  se acentua com a deformação e, juntamente com precipitados

remanescentes da fase ômega, irá ancorar discordâncias dinamicamente e muito mais intensamente que um material monofásico, levando a um encruamento bastante acentuado neste intervalo inicial de deformação.

Além disso, uma transformação quase completa indica que uma parte considerável de elementos de liga entrou em solução sólida, aumentando o efeito de arraste de soluto durante a deformação e retardando a recristalização, sendo a recuperação bastante acentuada, conforme já comentado anteriormente, e justifica a pequena recristalização observada somente em condições específicas e observadas nas análises de microscopia.

Adicionalmente, mais uma vez nota-se que não houve um aumento da largura à meia altura, indicando que não houve recristalização, ou que esta não foi o suficiente para aparecer nos padrões de difração, e que a deformação não se acumulou mesmo em baixas temperaturas, indicando um processo de recuperação dinâmica bastante intenso.

Da mesma forma que nos ensaios com múltiplos passes, o movimento dos picos para ângulos maiores quando comparados com a amostra tratada (Fig. 4.112) indica que maclagem também ocorreu nos ensaios isotérmicos, sendo um fator que também favoreceu a conformabilidade da liga.

## **4.9 Equações constitutivas**

A partir dos dados experimentais obtidos nos ensaios de compressão a quente isotérmicos, foram utilizados três modelos de equações constitutivas fenomenológicos para que se comparasse qual melhor descreveria o comportamento das ligas de titânio beta-metaestáveis analisadas no presente trabalho. A descrição de obtenção das constantes dos modelos utilizados será apresentada para a liga TMZF e a seguir serão apresentados os resultados da liga Ti-15%Mo com menor detalhamento, visto que a metodologia utilizada foi a mesma para ambos os casos.

### **4.9.1 Equação de Johnson-Cook modificada para liga TMZF**

Como visto na revisão bibliográfica, para levar em consideração o efeito do encruamento, da taxa de deformação e da temperatura de maneira mútua no

comportamento plástico dos materiais deformados a quente e suprir as deficiências do modelo de Johnson-Cook original, Lin et al. propuseram o modelo modificado a seguir [127]:

$$\sigma = (A_1 + B_1\varepsilon + B_2\varepsilon^2)(1 + C_1 \ln \dot{\varepsilon}^*) \exp [(\lambda_1 + \lambda_2 \ln \dot{\varepsilon}^*)(T - T_{ref})] \quad (4.1)$$

onde,  $A_1$ ,  $B_1$ ,  $B_2$ ,  $C_1$ ,  $\lambda_1$  e  $\lambda_2$  são constantes do material e o significado das outras constantes são os mesmos que no modelo de Johnson-Cook.

Quando a temperatura de deformação é a temperatura de referência e a taxa de deformação é a de referência, a equação torna-se:

$$\sigma = (A_1 + B_1\varepsilon + B_2\varepsilon^2) \quad (4.2)$$

De forma a se obter o menor desvio entre as tensões calculadas e as experimentais, no presente trabalho, a temperatura de referência foi selecionada como sendo a de 750 °C e a taxa de deformação de referência de 0,172 s<sup>-1</sup>. Assim, o primeiro termo da equação será alterado e utilizado da maneira mostrada na Equação 4.3:

$$\sigma = (A_1 + B_1\varepsilon + B_2\varepsilon^2 + B_3\varepsilon^3) \quad (4.3)$$

Este termo será utilizado na forma de um polinômio de 3º grau, visto que um polinômio de 2ª ordem não se ajusta adequadamente às curvas experimentais para descrever o comportamento da tensão em relação à deformação aplicada. Deste modo, a equação torna-se:

$$\sigma = (A_1 + B_1\varepsilon + B_2\varepsilon^2 + B_3\varepsilon^3)(1 + C_1 \ln \dot{\varepsilon}^*) \exp [(\lambda_1 + \lambda_2 \ln \dot{\varepsilon}^*)(T - T_{ref})] \quad (4.4)$$

Substituindo os dados selecionados de tensão e deformação e plotando-se a curva os pontos experimentais, conduz-se um ajuste polinomial de 3ª ordem, como visto na Figura 4.121, onde as constantes encontradas foram  $A_1 = 252,49$  MPa,  $B_1 = -47,12$  MPa,  $B_2 = -295,39$  MPa e  $B_3 = 262,08$  MPa. Para esta liga, a temperatura e taxa de deformação de referência novamente foram de 750°C e 0,172 s<sup>-1</sup>, respectivamente.



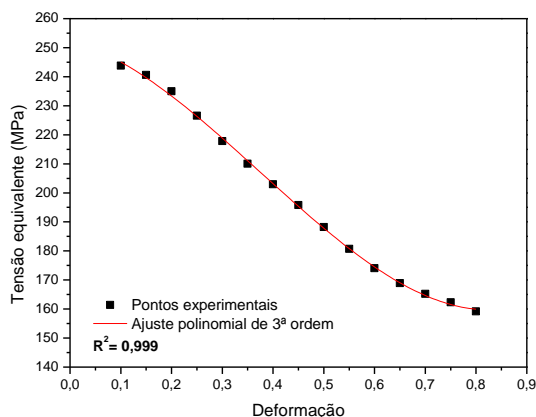


Figura 4.121 Pontos experimentais da amostra de referência da liga TMZF ensaiada a 750 °C e 0,172 s<sup>-1</sup> e regressão linear para determinação de equação de 3º grau utilizada para descrição do comportamento do encruamento.

Para determinação da constante  $C_1$ , quando a temperatura de deformação é a temperatura de referência, a equação torna-se:

$$\sigma = (A_1 + B_1\varepsilon + B_2\varepsilon^2 + B_3\varepsilon^3)(1 + C_1 \ln \dot{\varepsilon}^*) \quad (4.5)$$

Rearranjando-se a equação ficamos com a seguinte relação:

$$\frac{\sigma}{(A_1 + B_1\varepsilon + B_2\varepsilon^2 + B_3\varepsilon^3)} = (1 + C_1 \ln \dot{\varepsilon}^*) \quad (4.6)$$

Substituindo-se os 18 grupos de resultados de ensaios experimentais (em oito pontos de deformação total de 0,1 a 0,8) e os valores das constantes obtidas pela regressão linear apresentada anteriormente, plotou-se as curvas de

$\frac{\sigma}{(A_1 + B_1\varepsilon + B_2\varepsilon^2 + B_3\varepsilon^3)}$  por  $\ln(\dot{\varepsilon}^*)$ , após ajuste linear, como apresentado na Figura 4.122, e obteve-se o valor de  $C_1 = 0,17285$ .

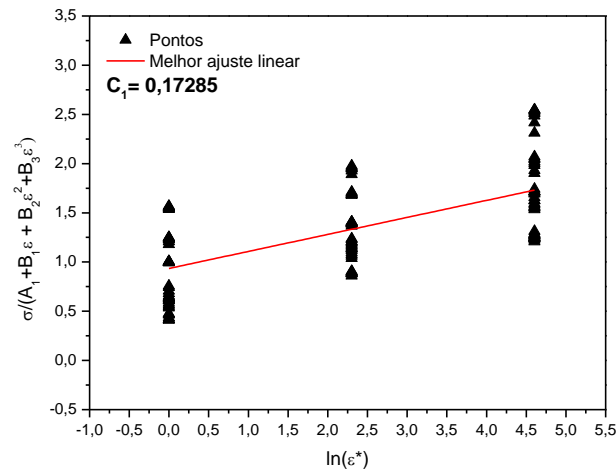


Figura 4.122 Ajuste de pontos de  $\frac{\sigma}{(A_1 + B_1\epsilon + B_2\epsilon^2 + B_3\epsilon^3)}$  versus  $\ln(\dot{\epsilon}^*)$  para determinação da constante  $C_1$  para a liga TMZF.

Para a determinação dos valores de  $\lambda_1$  e  $\lambda_2$ , que são os parâmetros que incluem o efeito da taxa de deformação na determinação da equação constitutiva, rearranja-se a equação da seguinte maneira:

$$\frac{\sigma}{[(A_1 + B_1\epsilon + B_2\epsilon^2 + B_3\epsilon^3) * (1 + C_1 \ln \dot{\epsilon}^*)]} = e^{(\lambda_1 + \lambda_2 \ln \dot{\epsilon}^*) * (T - T_r)} \quad (4.7)$$

Aplicando-se o logaritmo natural de ambos os lados da equação, obtém-se:

$$\ln \left\{ \frac{\sigma}{[(A_1 + B_1\epsilon + B_2\epsilon^2 + B_3\epsilon^3) * (1 + C_1 \ln \dot{\epsilon}^*)]} \right\} = (\lambda_1 + \lambda_2 \ln \dot{\epsilon}^*) * (T - T_r) \quad (4.8)$$

Para as diferentes taxas de deformação, deformação e temperatura, a relação entre o primeiro termo da relação dada acima e  $(T - T_r)$  (chamada  $\lambda = \lambda_1 + \lambda_2 \ln \dot{\epsilon}^*$ ) pode ser obtida, como apresentado na Figura 4.123 a seguir:

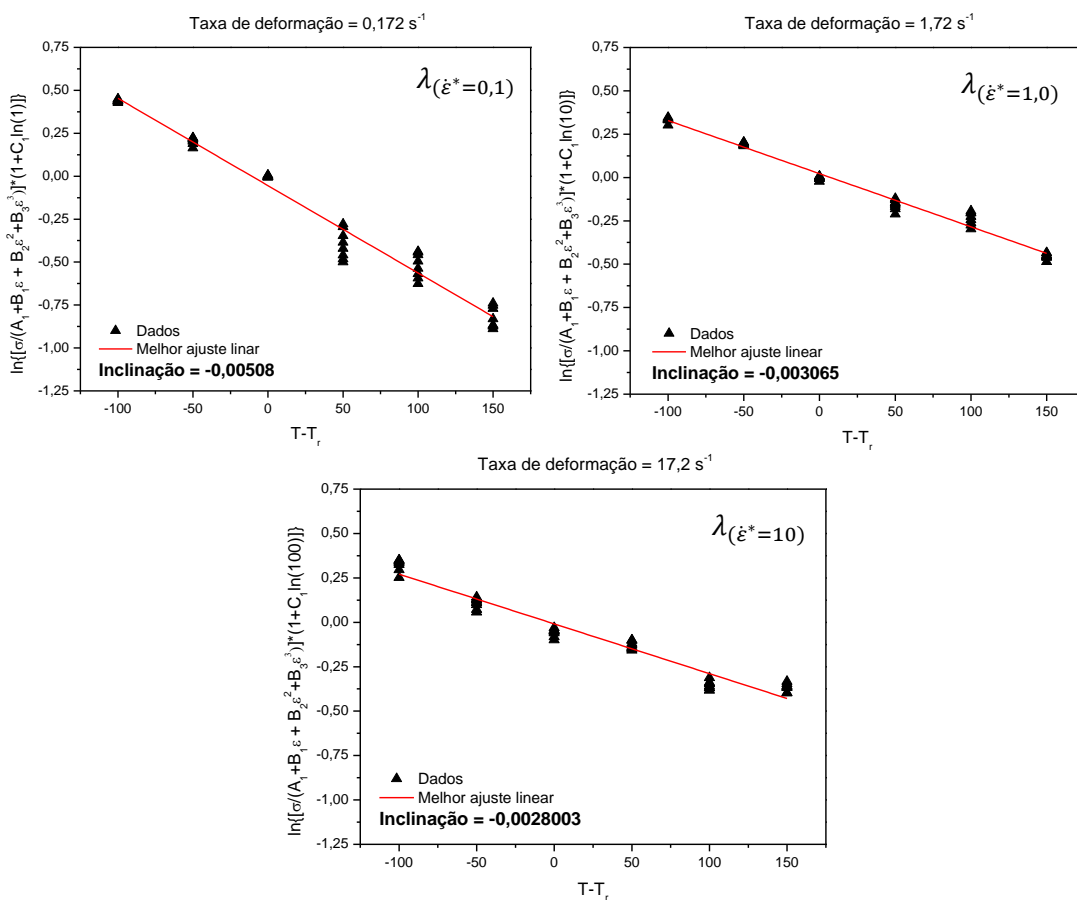


Figura 4.123 Relação entre o efeito do encruamento e da temperatura na constante  $\lambda$  para a liga TMZF.

Deste modo,  $\lambda_{(\dot{\epsilon}^*=0,1)} = -0,00508$ ,  $\lambda_{(\dot{\epsilon}^*=1,0)} = -0,003065$  e  $\lambda_{(\dot{\epsilon}^*=10)} = -0,002800$  e  $\lambda_1$  e  $\lambda_2$  podem ser obtidos pela curva  $\lambda$  versus  $\ln(\dot{\epsilon}^*)$  apresentada na Figura 4.124. Os valores de  $\lambda_1$  e  $\lambda_2$  foram determinados como sendo -0,00479 e 0,0004959, respectivamente.

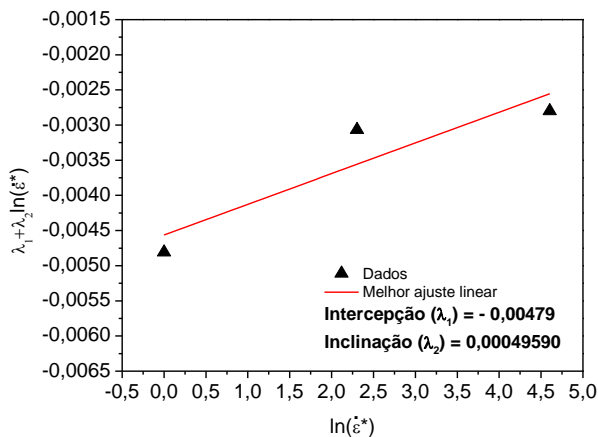


Figura 4.124 Valores de  $\lambda$  versus  $\ln(\dot{\epsilon}^*)$  utilizados para determinação dos parâmetros  $\lambda_1$  e  $\lambda_2$  para a liga TMZF.

Substituindo-se os valores das constantes encontradas na equação de JC modificada para a liga TMZF, obtém-se a seguinte equação constitutiva (temperatura em °C):

$$\sigma = (252,49 - 47,12\varepsilon - 295,39\varepsilon^2 + 262,08\varepsilon^3) \left(1 + 0,17285 \cdot \ln \frac{\dot{\varepsilon}}{0,172}\right) \exp \left[ \left(-0,00479 + 0,0004959 \cdot \ln \frac{\dot{\varepsilon}}{0,172}\right) (T - 750) \right] \quad (4.30)$$

Se a temperatura estiver em K, a equação descritiva do fluxo de tensão torna-se:

$$\sigma = (252,49 - 47,12\varepsilon - 295,39\varepsilon^2 + 262,08\varepsilon^3) \left(1 + 0,17285 \cdot \ln \frac{\dot{\varepsilon}}{0,172}\right) \exp \left[ \left(-0,00479 + 0,0004959 \cdot \ln \frac{\dot{\varepsilon}}{0,172}\right) (T - 1023) \right] \quad (4.31)$$

Nas Figuras 4.163 a 4.165 é possível observar a relação entre as tensões experimentais e as tensões previstas/calculadas pela equação acima descrita (Eq. 4.30), onde o valor do erro foi de  $EAMP = 5,7\%$  e o  $R^2$  foi calculado em 0,9787 (Figura 4.125).

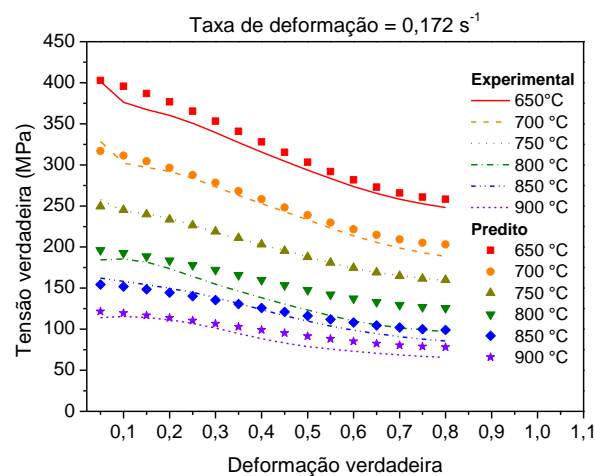


Figura 4.125 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de  $0,172 \text{ s}^{-1}$  e valores previstos pela Equação de Johnson-Cook 4.30 modificada para a liga TMZF.

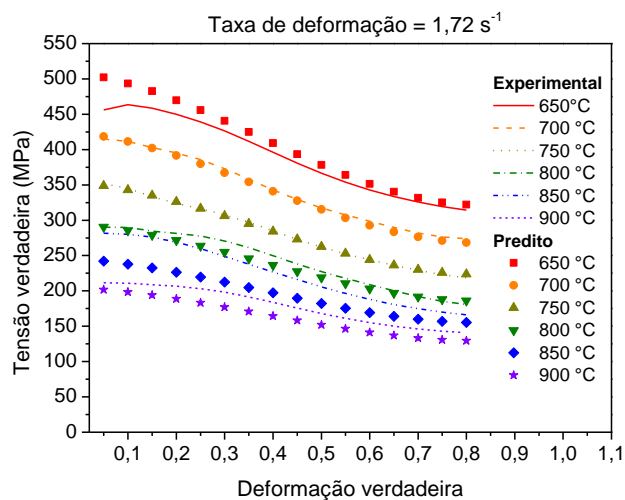


Figura 4.126 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de  $1,72 \text{ s}^{-1}$  e valores preditos pela Equação de Johnson-Cook 4.30 modificada para a liga TMZF.

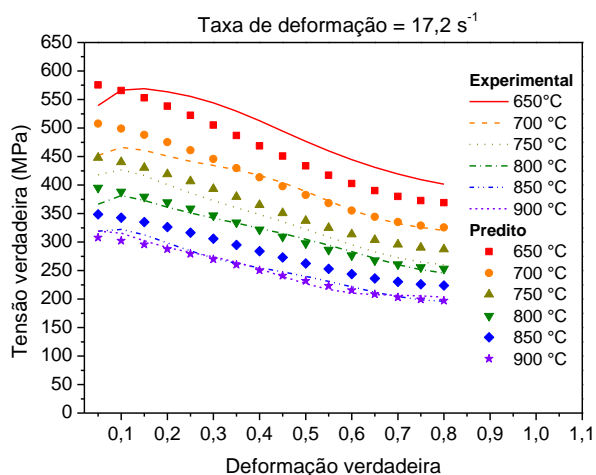


Figura 4.127 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de  $17,2 \text{ s}^{-1}$  e valores preditos pela Equação de Johnson-Cook 4.30 modificada para a liga TMZF.

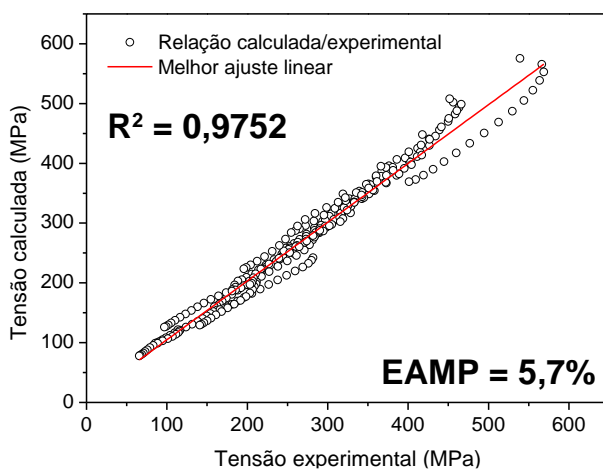


Figura 4.128 Relação entre tensões calculadas pela equação de JC modificada e as tensões experimentais para todos os pontos analisados para a liga TMZF.

A taxa de deformação de referência, assim como a temperatura de referência, foi determinada como sendo a que promoveu o maior valor de correlação de  $R^2$  ajustado e EAMP entre os valores experimentais e os calculados, sendo deste modo  $\dot{\varepsilon}_0 = 0,172 \text{ s}^{-1}$  e  $T^* = 750 \text{ }^\circ\text{C}$ .

Com o intuito de avaliar se a influência da temperatura de transição no comportamento da liga seria relevante para melhor descrever os valores de tensão, visto que é visível a diferença entre o comportamento das curvas acima e abaixo da transição, os dados experimentais foram divididos em duas partes contendo as curvas abaixo e acima da temperatura de transição da fase beta ( $T_\beta = 743 \text{ }^\circ\text{C}$ ) de modo que se pudesse avaliar se as equações constitutivas obtidas poderiam descrever melhor o comportamento mecânico da liga, assim sendo as curvas foram divididas em dois grupos de temperaturas, de 650 a 750  $^\circ\text{C}$  e de 800 a 900  $^\circ\text{C}$ .

A melhor combinação de taxa de deformação de referência e temperatura de referência para o grupo de temperaturas de 650 a 750  $^\circ\text{C}$  foi de  $1,72 \text{ s}^{-1}$  e 700  $^\circ\text{C}$ , respectivamente. Nessas condições, a equação derivada dos mesmos procedimentos realizados acima foi a descrita a seguir:

$$\sigma = (420,813 - 32,807\varepsilon - 596,27\varepsilon^2 + 511,06 \varepsilon^3) \left(1 + 0,10221 \cdot \ln \frac{\dot{\varepsilon}}{1,72}\right) \exp \left[ \left(-0,00385712 + 0,000130045 \cdot \ln \frac{\dot{\varepsilon}}{1,72}\right) (T - 700) \right] \quad (4.32)$$

Já para a faixa de temperatura entre 800 e 900  $^\circ\text{C}$ , a melhor combinação de taxa e temperatura de referência foi  $1,72 \text{ s}^{-1}$  e 900  $^\circ\text{C}$ , respectivamente. Deste modo, a equação encontrada foi:

$$\sigma = (205,81 + 101,15\varepsilon - 554,32\varepsilon^2 + 408,76 \varepsilon^3) \left(1 + 0,193694 \cdot \ln \frac{\dot{\varepsilon}}{1,72}\right) \exp \left[ \left(-0,003203 + 0,0004168 \cdot \ln \frac{\dot{\varepsilon}}{1,72}\right) (T - 900) \right] \quad (4.33)$$

A relação entre os valores preditos pelas Equações 4.32 e 4.33 e as curvas experimentais da liga TMZF podem ser observados nas Figuras de 4.129 a 4.131. A concordância dos resultados preditos pode ser verificada pelo valor de  $R^2$  e EAMP apresentados na Figura 4.132.

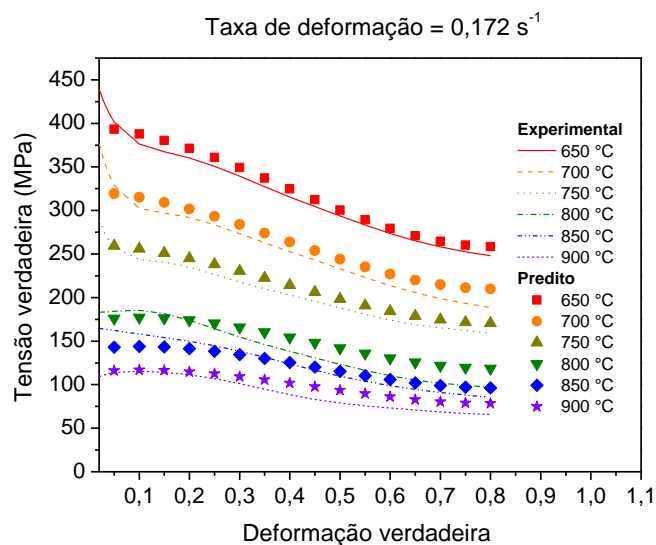


Figura 4.129 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de  $0,172 \text{ s}^{-1}$  e valores preditos pelas Equações de Johnson-Cook 4.32 e 4.33 modificadas para a liga TMZF.

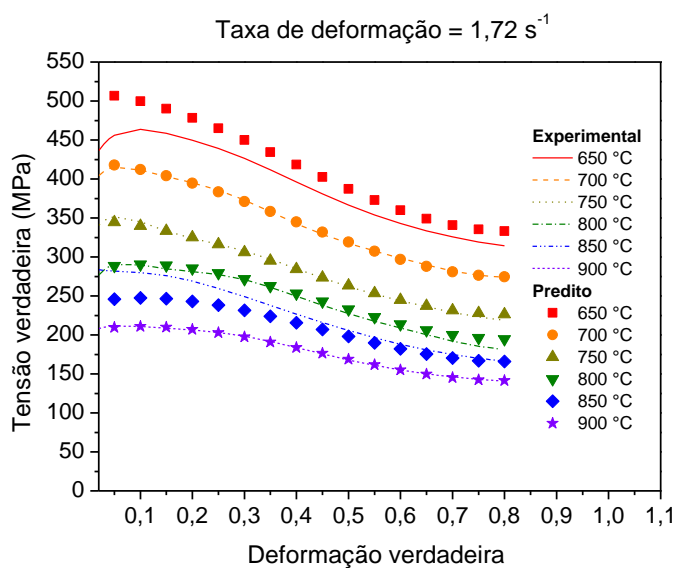


Figura 4.130 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de  $1,72 \text{ s}^{-1}$  e valores preditos pelas Equações de Johnson-Cook 4.32 e 4.33 modificadas para a liga TMZF.

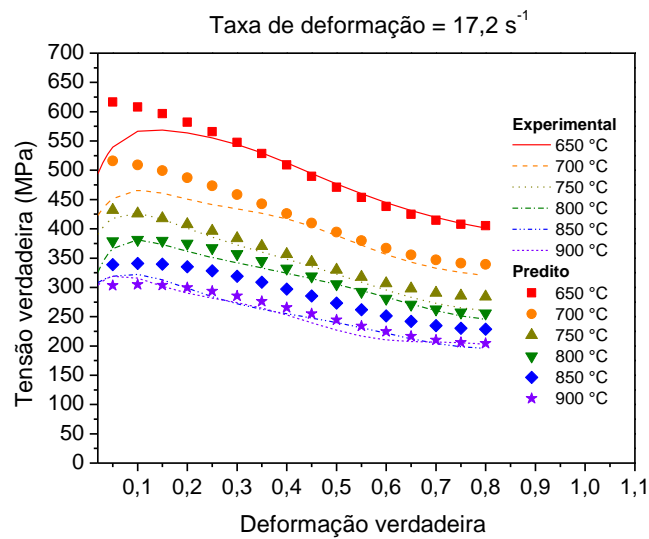


Figura 4.131 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de  $17,2 \text{ s}^{-1}$  e valores preditos pelas Equações de Johnson-Cook 4.32 e 4.33 modificadas para a liga TMZF.

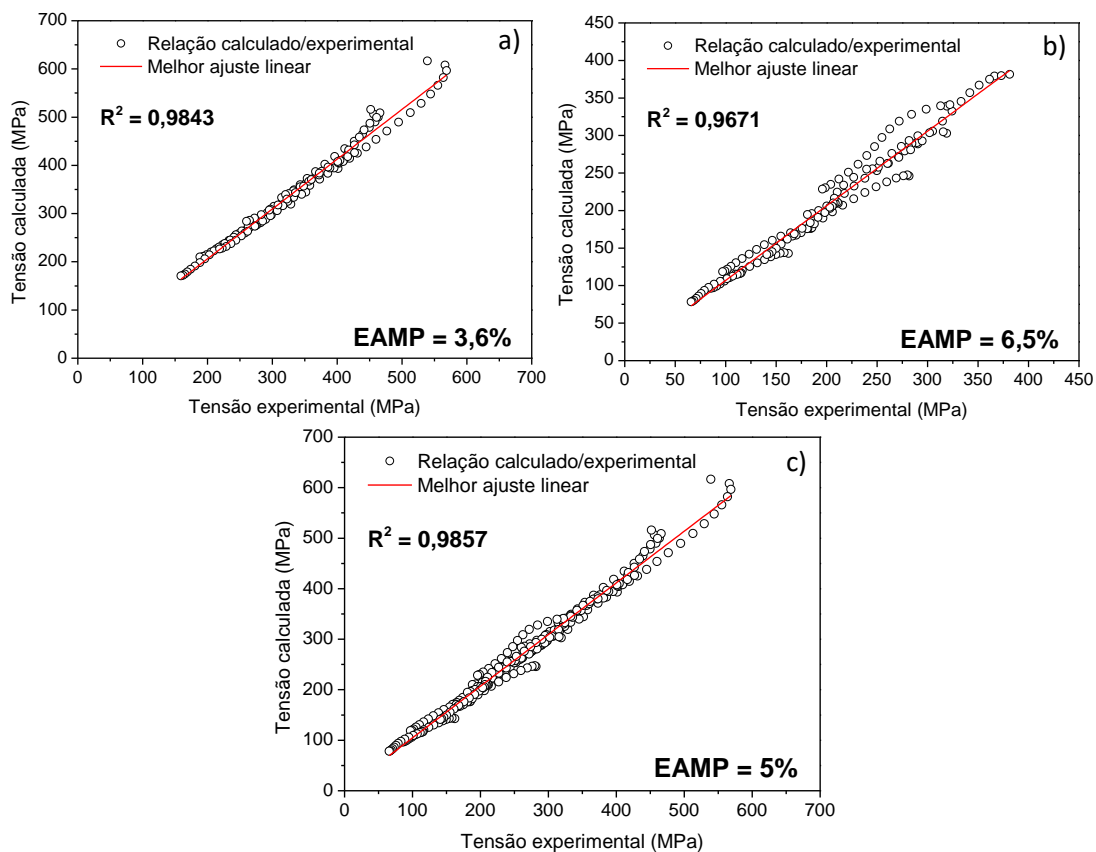


Figura 4.132 (a) Comparação entre valores preditos e experimentais na faixa de 650 a 750 °C de acordo com Equação 4.32, em (b) comparação entre valores preditos e experimentais na faixa de 800 a 900 °C de acordo com Equação 4.33 e em (c) ambas as equações para a liga TMZF.

A divisão das temperaturas analisadas em dois grupos proporcionou uma melhoria nos valores de correlação entre os valores de tensão predita e



experimental, representados por  $R^2$ , como também uma redução do erro associado à predição em 0,7%. Como observado nas Figuras 4.132 (a) e (b), a Equação 4.32 pôde prever os valores de tensão com maior eficácia e a Equação 4.33 levou ao aumento dos erros relacionados à predição da tensão. As equações propostas descreveram o comportamento da liga TMZF sob deformação a quente de maneira eficiente para o intervalo de parâmetros analisados, com exceção da curva obtida no ensaio a 850 °C e taxa de 17,2 s<sup>-1</sup>, porém esta curva, como já discutido, parece ter apresentado um desvio em relação ao que deveria devido à ocorrência de fenômenos discutidos durante análise dos difratogramas de raios-X.

#### 4.9.2 Determinação das constantes de Arrhenius modificado para liga TMZF

As curvas tensão *versus* deformação das amostras ensaiadas por meio dos ensaios de compressão a quente foram utilizadas para que as constantes da equação constitutiva de Arrhenius fossem obtidas. Para altos e baixos níveis de tensão, substituindo o valor de  $F(\sigma)$  na Equação 2.10, obtêm-se as seguintes relações:

$$\dot{\epsilon} = A_1 \cdot \sigma^{n'} \quad (4.13)$$

$$\dot{\epsilon} = A_2 \cdot \exp(\beta\sigma) \quad (4.14)$$

onde,  $A_1$  e  $A_2$  são constantes do material.

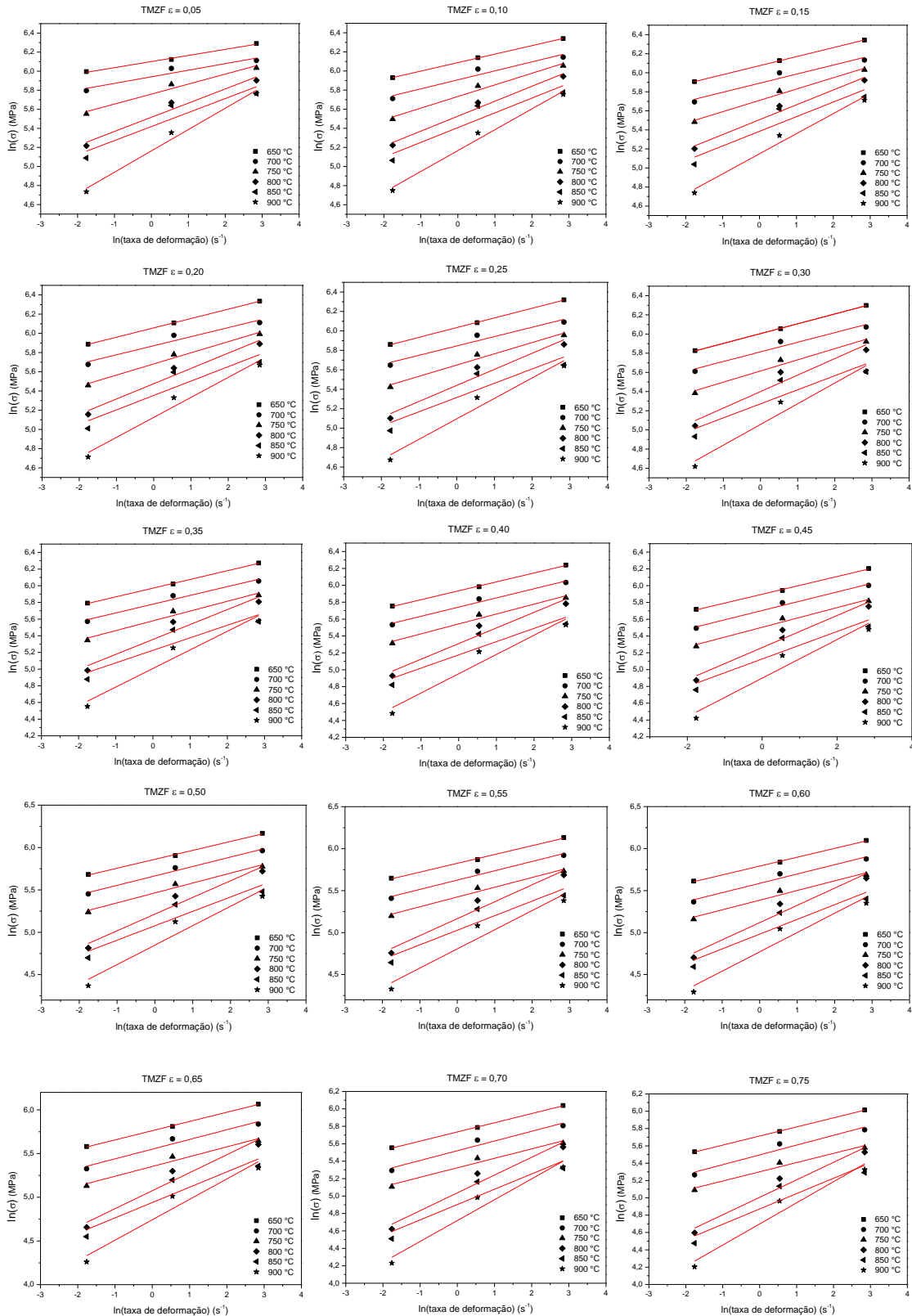
Aplicando-se o logaritmo natural a ambos os lados da Equação 4.13 e 4.14, obtemos:

$$\ln(\sigma) = \frac{1}{n'} \ln(\dot{\epsilon}) - \frac{1}{n'} \ln(A_1) \quad (4.15)$$

$$\sigma = \frac{1}{\beta} \ln(\dot{\epsilon}) - \frac{1}{\beta} \ln(A_2) \quad (4.16)$$

Os valores de  $n'$  e  $\beta$  são obtidos a partir da média de valores da inclinação das plotagens de  $\ln(\sigma)$  *versus*  $\ln(\dot{\epsilon})$  e de  $\sigma$  *versus*  $\ln(\dot{\epsilon})$ , respectivamente, as

plotagens são apresentadas nas Figuras 4.133 e 4.135 e os valores de  $n'$  e  $\beta$  de acordo com a deformação nas Figuras 4.134 e 4.136.



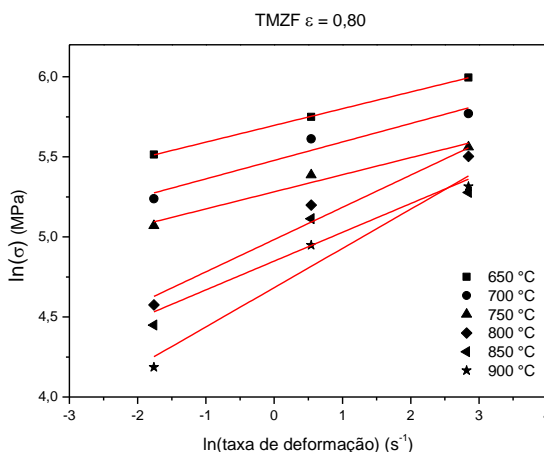


Figura 4.133 Plotagens do valor de  $\ln(\sigma)$  versus  $\ln(\dot{\epsilon})$  para os níveis de deformação de 0,05 a 0,8 para a liga TMZF.

Os valores médios das inclinações das plotagens de  $\ln(\sigma)$  versus  $\ln(\dot{\epsilon})$  da Figura 4.133 são os valores da constante  $n'$  obtidos para cada nível de deformação. A distribuição dos valores de  $n'$  obtidos pode ser observada na Figura 4.134, assim como a equação polinomial ajustada para descrever seu comportamento (de acordo com a compensação da deformação para a equação de Arrhenius).

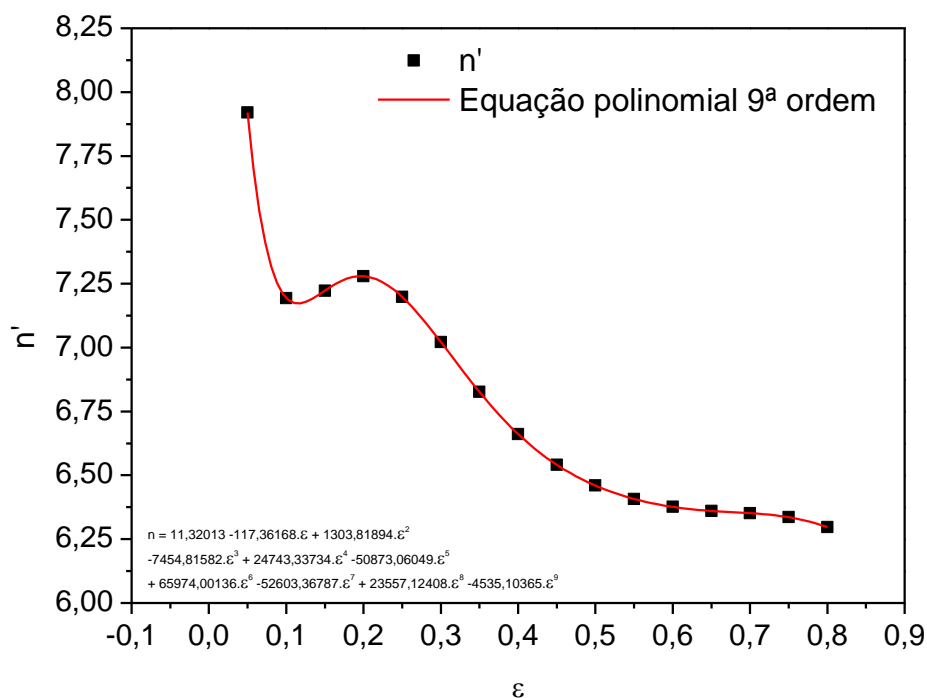
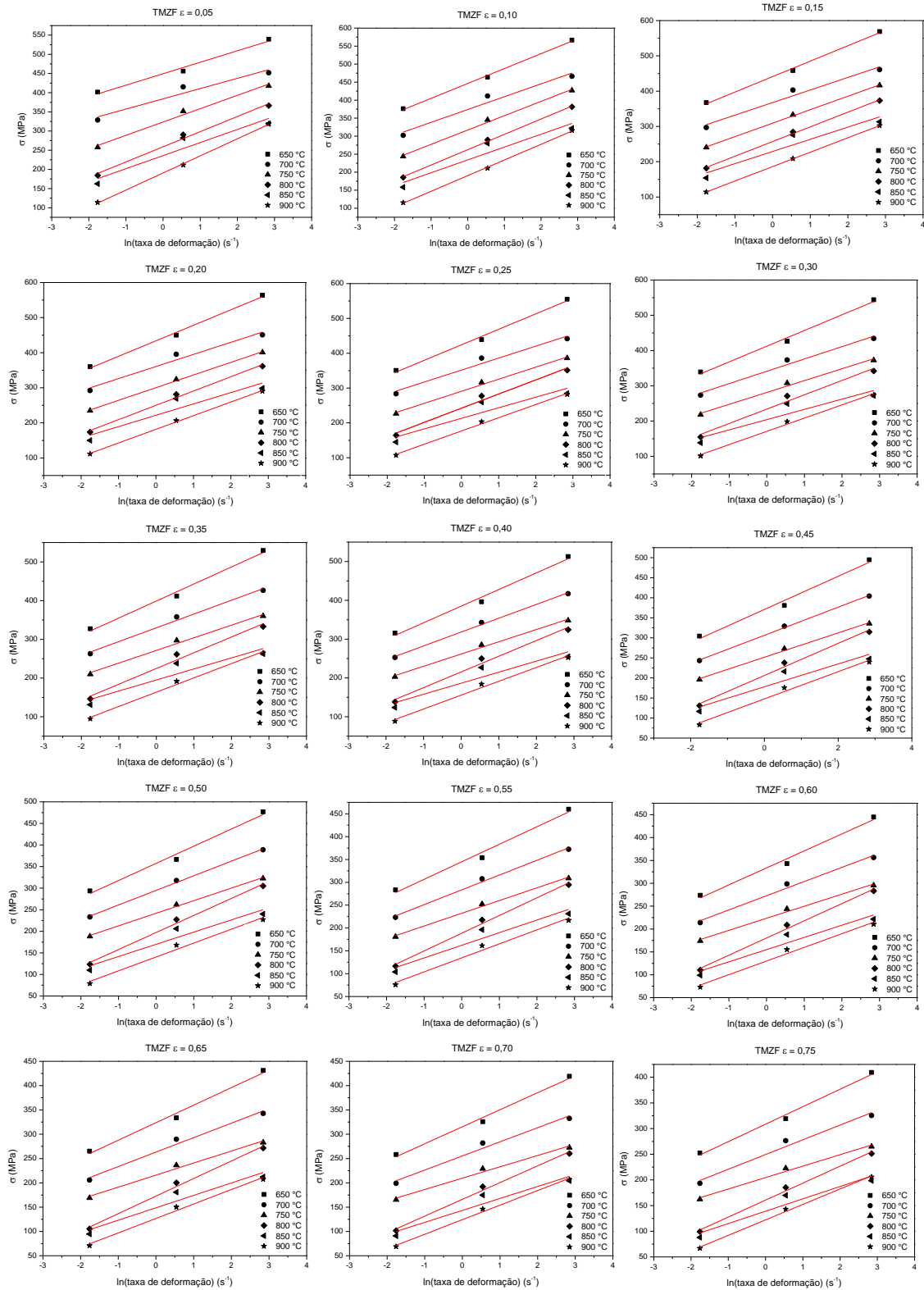


Figura 4.134 Distribuição dos valores da constante  $n'$  obtidos para a liga TMZF.

Para a determinação da constante  $\beta$ , plotagens de  $\sigma$  versus  $\ln(\dot{\epsilon})$  foram realizadas para que se obtivesse o valor médio da inclinação das retas. O

comportamento das retas obtidas para os diferentes níveis de deformação pode ser visto na Figura 4.135 a seguir:



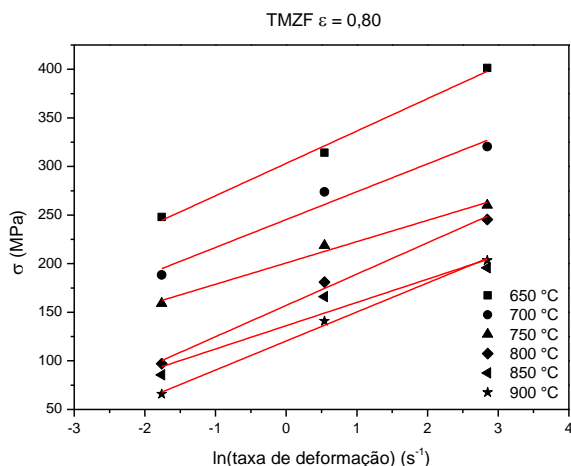


Figura 4.135 Plotagens do valor da  $\sigma$  versus  $\ln(\dot{\epsilon})$  para os níveis de deformação de 0,05 a 0,8 para a liga TMZF.

Os valores médios das inclinações das retas geradas pelos gráficos da  $\sigma$  versus  $\ln(\dot{\epsilon})$  para cada nível de deformação podem ser observados na Figura 4.136, que representam o valor da constante  $\beta$  para cada nível de deformação analisado.

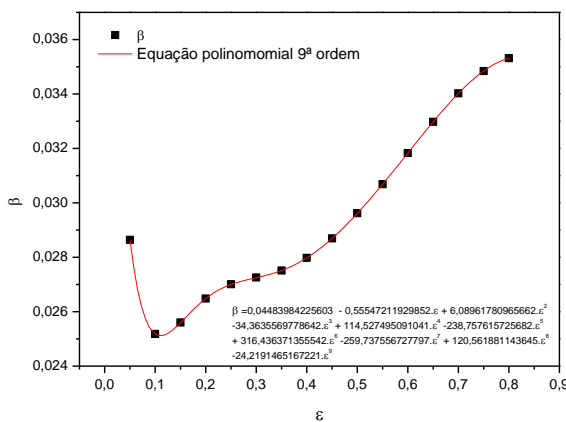


Figura 4.136 Distribuição dos valores da constante  $\beta$  obtida para cada nível de deformação da liga TMZF.

A partir dos valores de  $n'$  e  $\beta$ , os valores de alfa são obtidos pela razão entre ambos. A constante alfa é utilizada para trazer as retas dos gráficos de  $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$  versus  $1/T$  para valores paralelos, como já discutido anteriormente. Essa constante, que pode ser determinada por meio de regressões lineares para que melhores valores sejam encontrados, foi calculada como sendo a razão entre  $n'$  e  $\beta$ , visto que as condições de contorno (faixa de variação de  $n'$  e de  $\alpha$ ) para se realizar essa regressão não são conhecidas para esta liga.

Os valores da constante alfa calculados para cada nível de deformação podem ser observados na Figura 4.137.

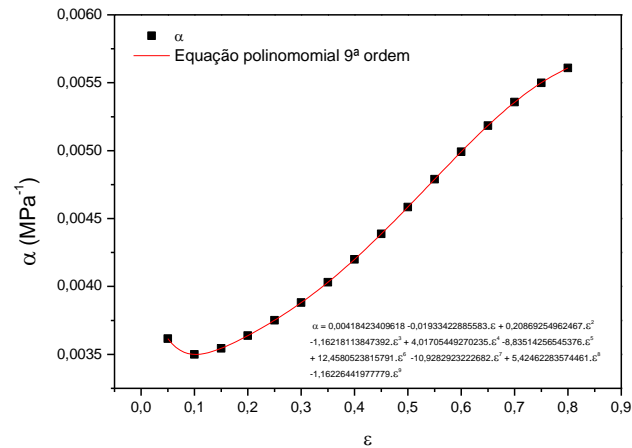


Figura 4.137 Distribuição dos valores da constante  $\alpha$  obtida para cada nível de deformação da liga TMZF.

Para níveis de tensão altos e baixos, a Equação 2.10 pode ser descrita da seguinte maneira:

$$\dot{\epsilon} = A[\sinh(\alpha\sigma)]^n \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (4.17)$$

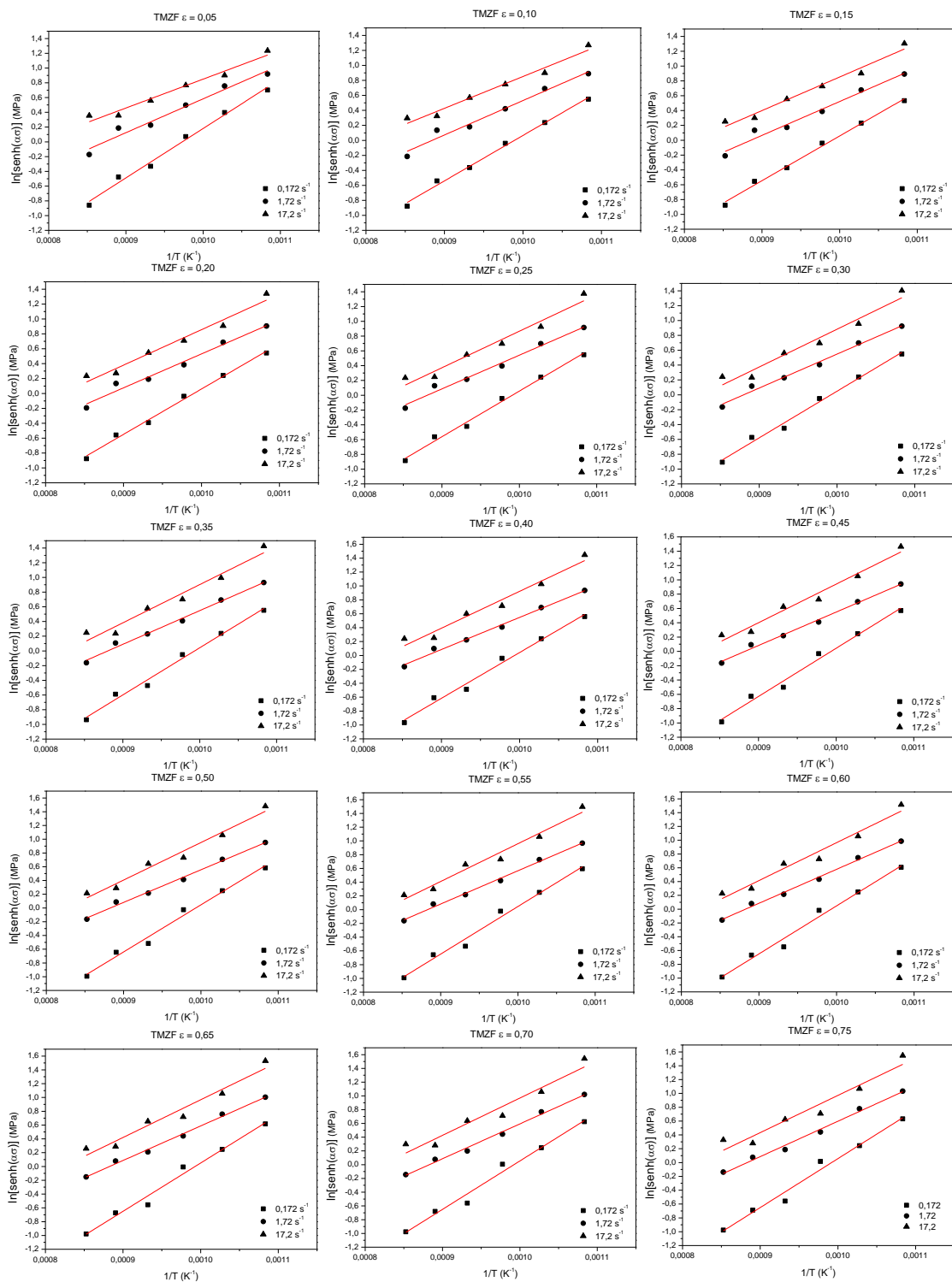
Aplicando-se o logaritmo natural em ambos os lados da Equação 4.17, chegamos à seguinte expressão:

$$\ln[\sinh(\alpha\sigma)] = \frac{\ln \dot{\epsilon}}{n} + \frac{Q}{(nRT)} - \frac{\ln A}{n} \quad (4.18)$$

Para cada taxa de deformação, diferenciando a Equação 4.18 chegamos à:

$$Q = Rn \frac{d\{\ln[\sinh(\alpha\sigma)]\}}{d\left(\frac{1}{T}\right)} \quad (4.19)$$

O valor da energia de ativação  $Q$  pode então ser obtido a partir da inclinação das retas (Figura 4.138) de  $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$  versus  $1/T$  em diferentes taxas de deformação.



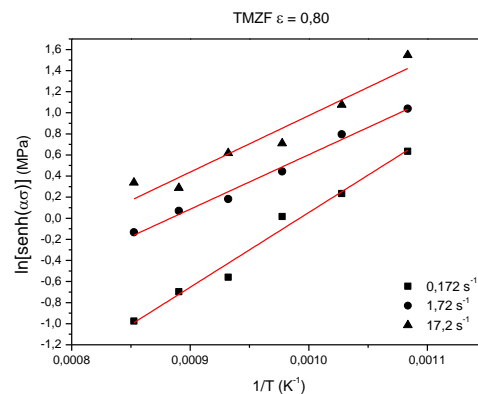


Figura 4.138 Plotagens do valor de  $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$  versus  $1/T$  para os níveis de deformação de 0,05 a 0,8 para a liga TMZF.

Os valores obtidos de  $Q$  para diferentes níveis de deformação podem ser observados na Figura 4.139, assim como a equação de 9ª ordem obtida por meio de regressão linear que descreve o comportamento dos pontos com a variação da deformação.

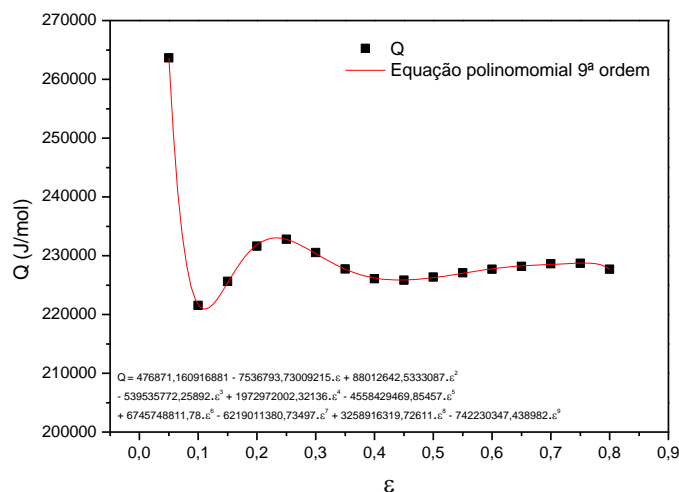
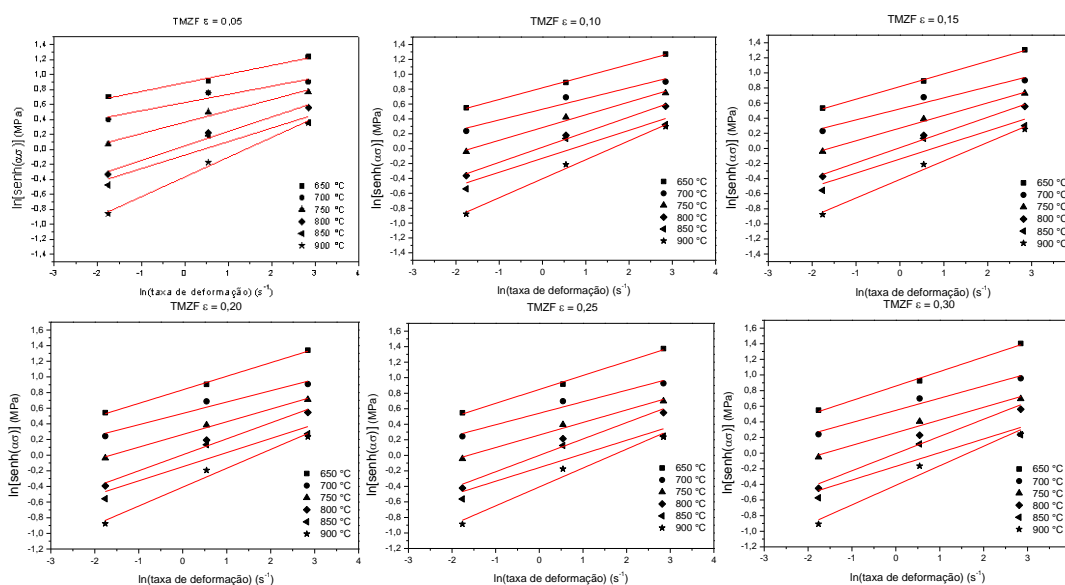


Figura 4.139 Distribuição dos valores da constante  $Q$  obtida para cada nível de deformação da liga TMZF.

Os maiores valores encontrados para energia de ativação para deformação foram da ordem de duas vezes o valor da energia de ativação para auto-difusão e acima dos valores reportados para ligas beta na literatura analisada. Como este modelo é baseado em modelos de fluência, convém comparar os valores das constantes encontradas aos fenômenos de deformação encontrados nesta teoria. Os altos valores de energia de ativação e da constante  $n$  para esta liga são reportados como sendo comuns para ligas metálicas complexas, sendo da ordem de 2 a 3 vezes os valores de  $Q$  para auto-



difusão do metal base da liga. Esse fato é explicado pela existência de uma tensão interna presente neste tipo de material, elevando os níveis de energia aparentes necessários para promoção da deformação. Porém, quando considerada apenas a tensão efetiva, ou seja, a tensão aplicada subtraindo-se a tensão interna, os valores de  $Q$  e  $n$  assumem valores mais próximos aos modelos físicos de fenômenos de movimentação de discordâncias ( $\sigma_{ef} = \sigma_{apl} - \sigma_{int}$ ). Deste modo, quando os valores de  $n$  assumem valores acima de 5, é provável que esteja havendo interações complexas de discordâncias com precipitados e fases dispersas na matriz, formação de emaranhados de discordâncias ou subestruturas das mesmas que contribuem para a geração de tensões internas no material, o que é compatível com os resultados obtidos via análises por difratometria de raios-X, onde foi possível observar a ocorrência de decomposição espinodal durante deformação e uma provável formação de fase ômega induzida por deformação. Os valores de  $n$  são obtidos a partir da Equação 4.18 pela média do inverso das inclinações das retas da plotagem de  $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$  pelo  $\ln(\dot{\epsilon})$ , que podem ser vistas na Figura 4.140. A distribuição dos valores obtidos, assim como sua respectiva equação encontram-se na Figura 4.142. Observados esses pontos, supõe-se que subtraindo-se as tensões internas presentes na liga, os valores de  $n$  devem ser da ordem de 5 e, deste modo, a deformação deve ter como mecanismo principal o deslizamento de discordâncias controlados por escalagem [163].



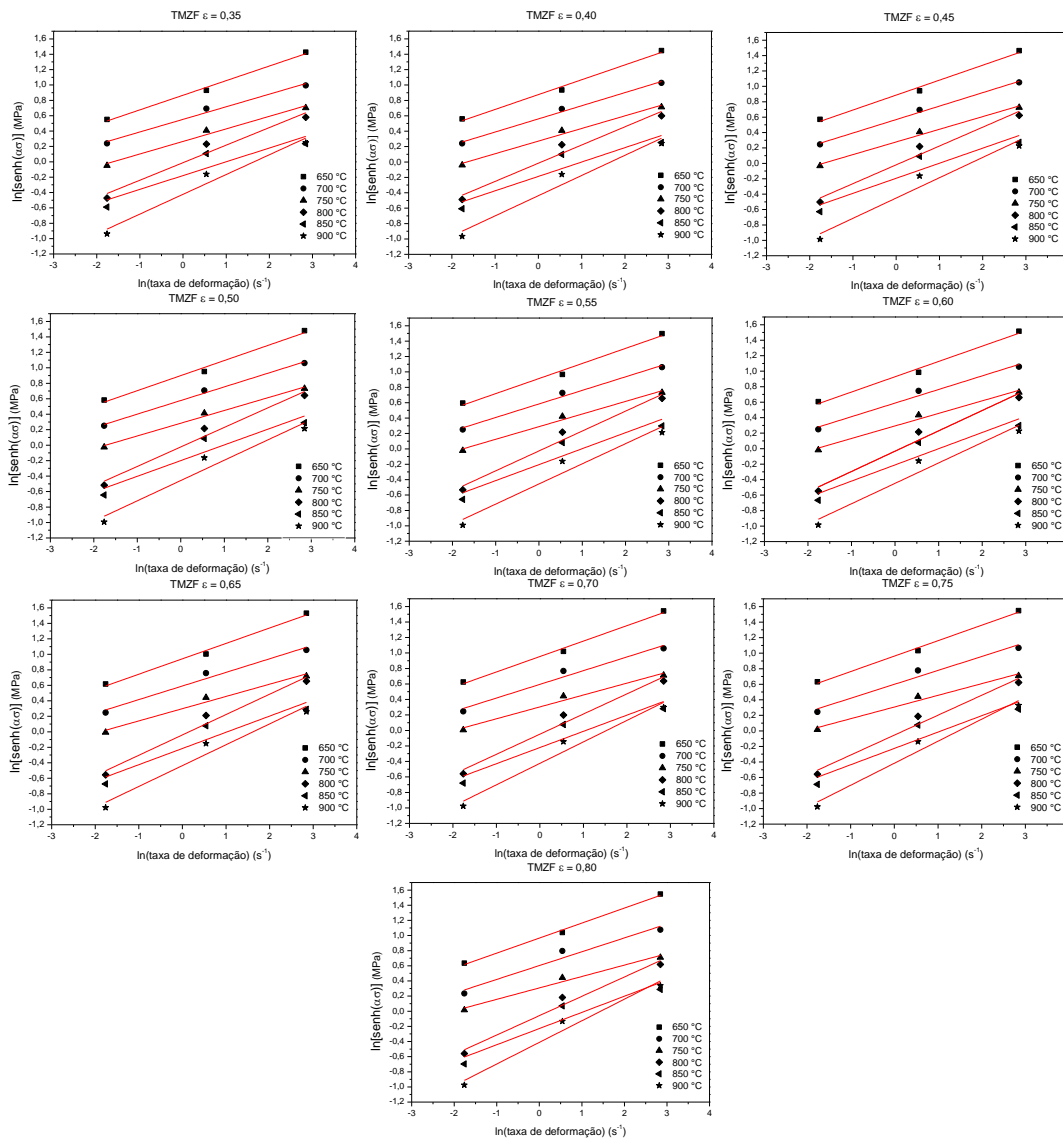


Figura 4.140 Plotagens do valor de  $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$  versus  $\ln(\dot{\epsilon})$  para os níveis de deformação de 0,05 a 0,8 para a liga TMZF.

Os valores da constante  $\ln(A)$  da Equação 4.18 para cada nível de deformação são obtidos a partir da intersecção das retas das plotagens de  $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$  versus  $\ln(\dot{\epsilon})$ , onde as retas interseccionam o eixo da deformação, para a liga TMZF podem ser observados na Figura 4.141.

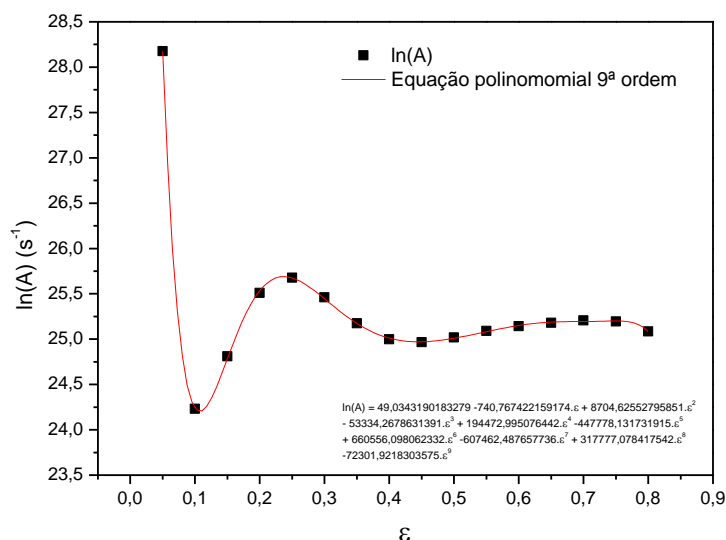


Figura 4.141 Distribuição dos valores da constante  $\ln(A)$  obtida para cada nível de deformação da liga TMZF.

Os valores de  $n$  para cada nível de deformação da liga TMZF são mostrados na Figura 4.142.

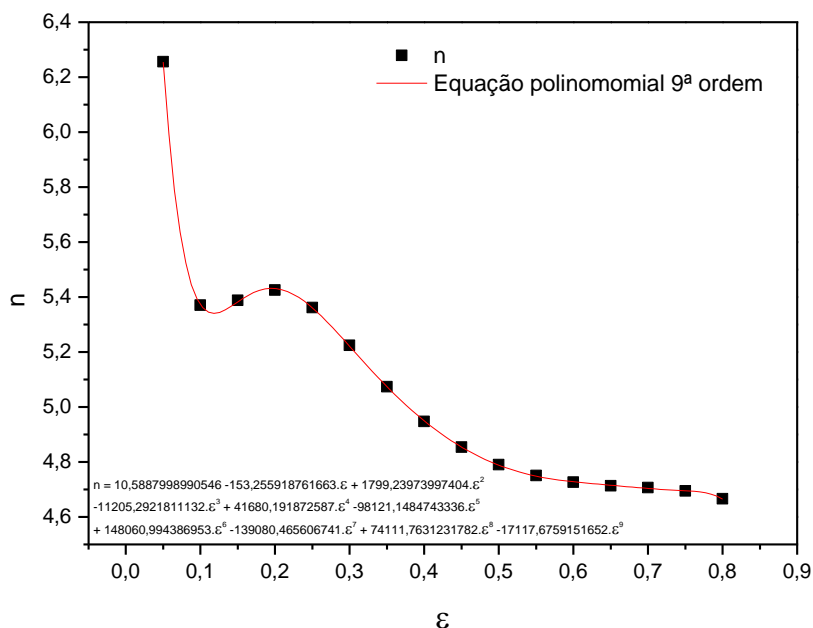


Figura 4.142 Distribuição dos valores da constante  $n$  obtidos para a liga TMZF.

Os valores de  $n$  apresentados para essa liga decrescem nos estágios iniciais da deformação e se estabilizam em valores próximos a 4,7. Essa magnitude do valor de  $n$  tem sido associada à movimentação de discordâncias por mecanismos de escalagem, já os valores acima de 5 têm sido associados a tensões internas relacionadas a interações complexas de discordâncias com

fases dispersas. Portanto, observa-se uma maior atuação da tensão interna nos estágios iniciais de deformação, tendo sua ação reduzida quando alcançados maiores níveis de deformação.

As equações polinomiais utilizadas para descrição da variação dos valores das constantes da equação do tipo Arrhenius são, portanto, descritas de acordo com as seguintes constantes para cada equação:

$$\begin{array}{l}
 \alpha \\
 \beta \\
 n \\
 Q \\
 \ln(A)
 \end{array}
 \left|
 \begin{array}{l}
 = B_0 + B_1\varepsilon + B_2\varepsilon^2 + B_3\varepsilon^3 + B_4\varepsilon^4 + B_5\varepsilon^5 + B_6\varepsilon^6 + B_7\varepsilon^7 + B_8\varepsilon^8 + B_9\varepsilon^9 \\
 = C_0 + C_1\varepsilon + C_2\varepsilon^2 + C_3\varepsilon^3 + C_4\varepsilon^4 + C_5\varepsilon^5 + C_6\varepsilon^6 + C_7\varepsilon^7 + C_8\varepsilon^8 + C_9\varepsilon^9 \\
 = D_0 + D_1\varepsilon + D_2\varepsilon^2 + D_3\varepsilon^3 + D_4\varepsilon^4 + D_5\varepsilon^5 + D_6\varepsilon^6 + D_7\varepsilon^7 + D_8\varepsilon^8 + D_9\varepsilon^9 \\
 = E_0 + E_1\varepsilon + E_2\varepsilon^2 + E_3\varepsilon^3 + E_4\varepsilon^4 + E_5\varepsilon^5 + E_6\varepsilon^6 + E_7\varepsilon^7 + E_8\varepsilon^8 + E_9\varepsilon^9 \\
 = F_0 + F_1\varepsilon + F_2\varepsilon^2 + F_3\varepsilon^3 + F_4\varepsilon^4 + F_5\varepsilon^5 + F_6\varepsilon^6 + F_7\varepsilon^7 + F_8\varepsilon^8 + F_9\varepsilon^9
 \end{array}
 \right.$$

Deste modo, para cada equação polinomial acima descrita, os valores das constantes encontradas que descrevem o comportamento das constantes da equação do tipo Arrhenius para a liga TMZF por meio de equações de 9º grau são as descritas na Tabela 4.12.

Tabela 4.12 Valores das constantes das equações polinomiais descritivas do comportamento das constantes da equação de Arrhenius  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $n$ ,  $Q$  e  $\ln(A)$  para a liga TMZF.

$\alpha$	$\beta$	$n$	$Q$	$\ln(A)$
$B_0 = 0,00418423409618$	$C_0 = 0,04483984225603$	$D_0 = 10,5887998990546$	$E_0 = 476871,160916881$	$F_0 = 49,0343190183279$
$B_1 = -0,01933422885583$	$C_1 = -0,55547211929852$	$D_1 = -153,255918761663$	$E_1 = -7536793,73009215$	$F_1 = -740,767422159174$
$B_2 = 0,20869254962467$	$C_2 = 6,08961780965662$	$D_2 = 1799,23973997404$	$E_2 = 88012642,5333087$	$F_2 = 8704,62552795851$
$B_3 = -1,16218113847392$	$C_3 = -34,3635569778642$	$D_3 = -11205,2921811132$	$E_3 = -539535772,25892$	$F_3 = -53334,2678631391$
$B_4 = 4,01705449270235$	$C_4 = 114,527495091041$	$D_4 = 41680,191872587$	$E_4 = 1972972002,32136$	$F_4 = 194472,995076442$
$B_5 = -8,83514256545376$	$C_5 = -238,757615725682$	$D_5 = -98121,1484743336$	$E_5 = -4558429469,85457$	$F_5 = -447778,131731915$
$B_6 = 12,4580523815791$	$C_6 = 316,436371355542$	$D_6 = 148060,994386953$	$E_6 = 6745748811,78$	$F_6 = 660556,098062332$
$B_7 = -10,9282923222682$	$C_7 = -259,737556727797$	$D_7 = -139080,465606741$	$E_7 = -6219011380,73497$	$F_7 = -607462,487657736$
$B_8 = 5,42462283574461$	$C_8 = 120,561881143645$	$D_8 = 74111,7631231782$	$E_8 = 3258916319,72611$	$F_8 = 317777,078417542$
$B_9 = -1,16226441977779$	$C_9 = -24,2191465167221$	$D_9 = 17117,6759151652$	$E_9 = -742230347,438982$	$F_9 = -72301,9218303575$

Como mencionado, a equação constitutiva que relaciona a tensão e o parâmetro de Zener-Hollomon pode ser escrita da seguinte maneira (considerando as Equações 2.9 e 2.10):

$$\sigma = \frac{1}{\alpha} \left\{ \left( \frac{Z}{A} \right)^{1/n} + \left[ \left( \frac{Z}{A} \right)^{2/n} + 1 \right]^{1/2} \right\} \quad (2.11)$$

Os resultados preditos pela equação constitutiva de Arrhenius com compensação da deformação e as curvas experimentais podem ser comparados nas Figuras de 4.143 a 4.145:

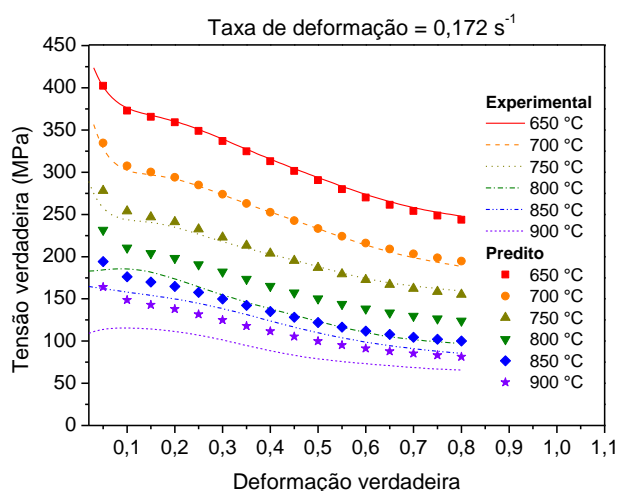


Figura 4.143 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de 0,172 s<sup>-1</sup> e valores preditos pela equação de Arrhenius modificada para a liga TMZF.

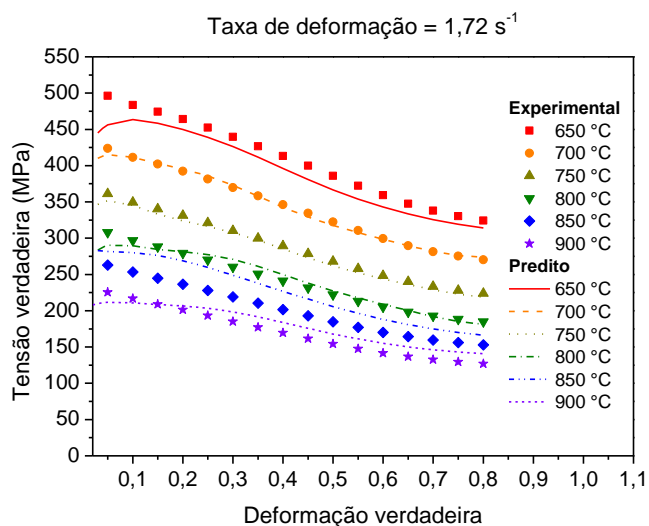


Figura 4.144 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de 1,72 s<sup>-1</sup> e valores preditos pela equação de Arrhenius modificada para a liga TMZF.

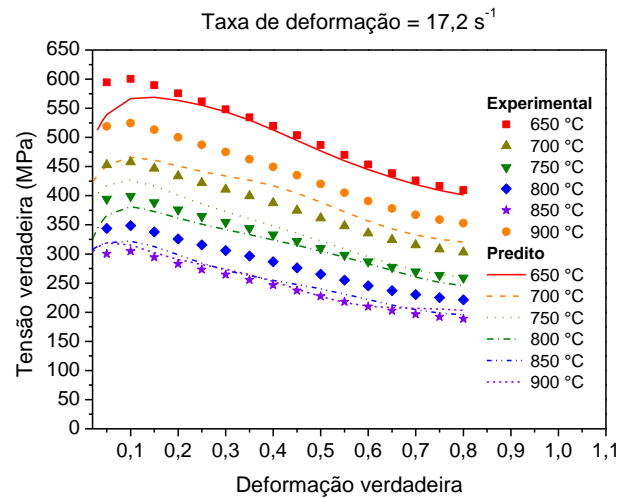


Figura 4.145 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de  $17,2 \text{ s}^{-1}$  e valores preditos pela equação de Arrhenius modificada para a liga TMZF.

A comparação entre os valores experimentais da tensão e os valores preditos pela equação de Arrhenius com compensação da deformação para a liga TMZF pode ser visualizada pelo gráfico da Figura 4.146, onde o valor de  $R^2 = 0,977$  e o valor do *EAMP* foi de 7,3%.

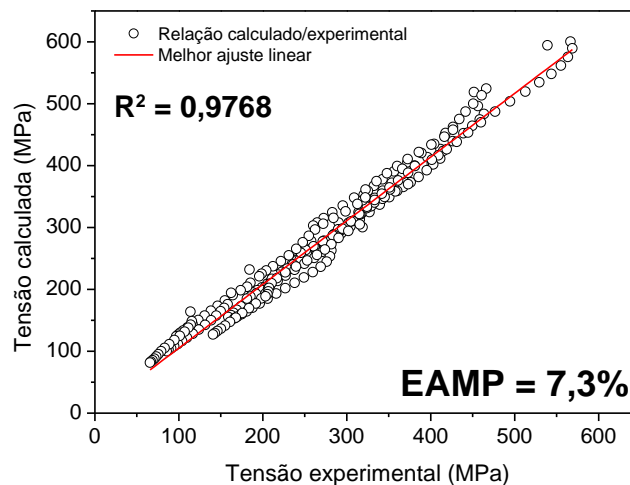


Figura 4.146 Relação entre tensões calculadas pela equação de Arrhenius e as tensões experimentais para todos os pontos analisados para a liga TMZF.

Para o modelo de Arrhenius houve maior linearidade entre os valores de tensões preditas pela equação e os valores experimentais que para o modelo de Johnson-Cook modificado apresentado no item anterior para descrição do comportamento da mesma liga, evidenciado pelo maior valor de  $R^2 = 0,9768$ . Porém, observa-se um maior erro associado aos valores preditos, evidenciado pelo valor de  $EAMP = 7,3\%$  associado a este modelo (1,6% maior que no modelo

de J<sub>Cm</sub>). No entanto, como o erro é muito próximo ao calculado para o caso da equação de J<sub>Cm</sub> e a de Arrhenius possui significado físico em suas constantes, julga-se que este seria um modelo mais adequado para descrição do comportamento mecânico da liga (a depender da finalidade da análise a ser realizada). Porém, a obtenção das constantes é muito mais trabalhosa que no caso anterior e, portanto, sua utilização deve ser julgada de acordo com a finalidade da equação constitutiva.

#### 4.9.3 Equação de Zerilli-Armstrong modificada para liga TMZF

Para se descrever a equação modificada de Zerilli-Armstrong apresentada no item 2.5.6, parte-se da equação 2.19 modificada:

$$\sigma = (C_1 + C_2 \varepsilon^n) \exp \{ -(C_3 + C_4 \varepsilon) T^* + (C_5 + C_6 T^*) \ln \dot{\varepsilon}^* \} \quad (2.19)$$

onde,  $T^* = (T - T_{ref})$ , com  $T$  sendo a temperatura testada e  $T_{ref}$  a temperatura de referência,  $\dot{\varepsilon}^*$  é um parâmetro adimensional (dado por  $\dot{\varepsilon}^* = \dot{\varepsilon} / \dot{\varepsilon}_0$ ),  $\dot{\varepsilon}$  a taxa de deformação testada,  $\dot{\varepsilon}_0$  a taxa de referência e  $\varepsilon$  a deformação.  $C_1, C_2, C_3, C_4, C_5, C_6$  e  $n$  são também constantes do material. Para a liga TMZF a temperatura de referência adotada para este modelo foi de 700 °C e a taxa de deformação de referência foi 1,72 s<sup>-1</sup>.

Deste modo, quando a taxa de deformação é de 1,72 s<sup>-1</sup>, a equação anterior se reduz a:

$$\sigma = (C_1 + C_2 \varepsilon^n) \exp [-(C_3 + C_4 \varepsilon) T^*] \quad (4.21)$$

Aplicando o logaritmo natural a ambos os lados, a equação pode ser expressa como sendo:

$$\ln \sigma = \ln(C_1 + C_2 \varepsilon^n) - (C_3 + C_4 \varepsilon) T^* \quad (4.22)$$

Utilizando os dados da curva de tensão à taxa em que  $\dot{\varepsilon}^* = 1$ , a plotagem de  $\ln(\sigma)$  versus  $T^*$  (Figura 4.147) fornece o valor de  $\ln(C_1 + C_2 \varepsilon^n)$ , como sendo a intercepção da curva  $I_1$  e o valor de  $(C_3 + C_4 \varepsilon)$  como o valor da inclinação da reta ( $S_1$ ) para cada valor de deformação  $\varepsilon$ .

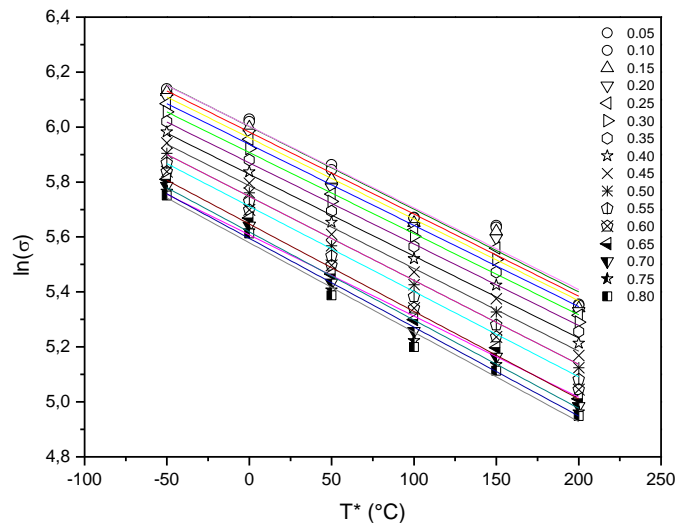


Figura 4.147 Relação entre  $\ln(\sigma)$  e  $T^*$  para a liga TMZF.

Deste modo, obtém-se o valor da intercepção  $I_1$  através da relação:

$$I_1 = \ln(C_1 + C_2 \varepsilon^n) \quad (4.23)$$

Rearranjando-se a Equação 4.23, obtém-se:

$$\ln[(\exp \{I_1\}) - C_1] = \ln C_2 + n \ln \varepsilon \quad (4.24)$$

$C_1$  é determinado pelo início de escoamento da curva tensão *versus* deformação a 700 °C, porém para a liga TMZF o limite de escoamento para a curva utilizada como referência (700 °C e 1,72 s<sup>-1</sup>) foi maior que todos os valores de tensão para outros níveis de deformação e levou o primeiro termo da equação modificada de Zerilli-Armstrong a valores negativos. Deste modo, o valor de  $C_1$  foi tomado como sendo igual a zero. Substituindo-se  $C_1 = 0$  na Equação 4.24 e plotando-se  $\ln[(\exp \{I_1\}) - C_1]$  *versus*  $\ln(\varepsilon)$ , o valor de  $C_2$  e  $n$  puderam ser obtidos. Na Figura 4.148 é possível observar a relação obtida entre  $\ln[(\exp \{I_1\}) - C_1]$  *versus*  $\ln(\varepsilon)$  e os valores das constantes  $n$  e  $C_2$  obtidas.



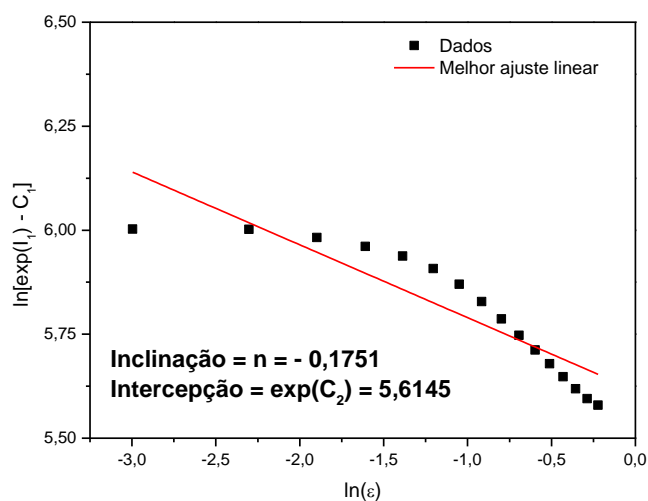


Figura 4.148 Relação entre  $\ln[\exp(I_1) - C_1]$  e  $\ln(\varepsilon)$  para a liga TMZF.

Similarmente, a inclinação da linha representada pela Equação 4.22 pode ser escrita:

$$S_1 = -(C_3 + C_4\varepsilon) \quad (4.25)$$

Os valores de  $C_3$  e  $C_4$  são obtidos a partir do gráfico de  $S_1$  versus  $\varepsilon$  (Figura 4.149) como sendo a intercepção e a inclinação, respectivamente.

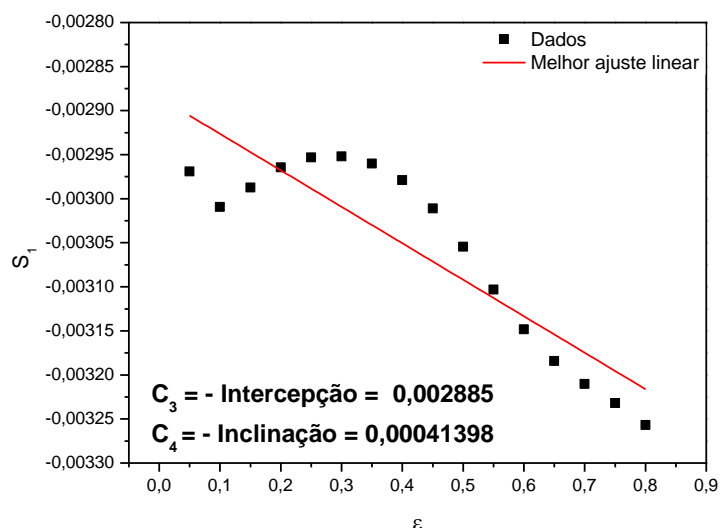


Figura 4.149 Relação entre  $S_1$  e  $T^*$  para a liga TMZF.

Aplicando-se o logaritmo natural a ambos os lados da Equação 2.19, ficamos com:

$$\ln \sigma = \ln(C_1 + C_2\varepsilon^n) - (C_3 + C_4\varepsilon)T^* + (C_5 + C_6T^*)\ln\varepsilon^* \quad (4.26)$$

O gráfico de  $\ln(\sigma)$  versus  $\ln(\varepsilon)$  fornece o valor de  $(C_5 + C_6 T^*)$  como a inclinação  $S_2$ . Para as seis diferentes temperaturas, seis diferentes valores de  $S_2$  são obtidos em cada deformação e a inclinação  $S_2$  é representada por:

$$S_2 = C_5 + C_6 T^* \quad (4.27)$$

Deste modo, a partir do gráfico de  $S_2$  versus  $T^*$  (Figura 4.150),  $C_5$  e  $C_6$  são obtidos pelos valores da intercepção e da inclinação, respectivamente. Estes valores de  $C_5$  e  $C_6$  devem ser otimizados por meio de regressão linear para que se minimize o erro entre o valor predito e os valores das tensões experimentais.

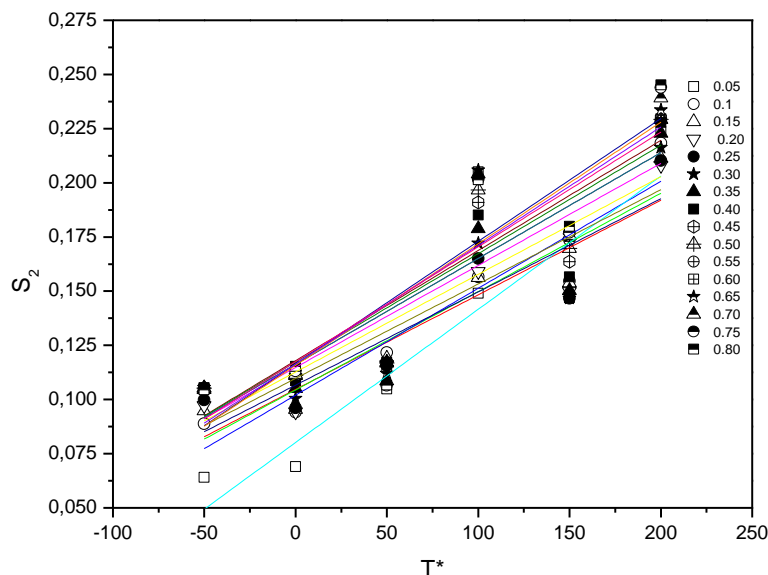


Figura 4.150 Relação entre  $S_2$  e  $T^*$  para a liga TMZF.

A média encontrada do valor das intercepções foi de 0,110659 e da inclinação de 0,0005. Depois de realizada a otimização dos valores de  $C_5$  e  $C_6$ , os valores encontrados foram 0,10003 e 0,000353, respectivamente.

A equação obtida de ZA modificada para descrição do comportamento da tensão com a deformação para a liga TMZF foi:

$$\sigma = (109,23 \varepsilon^{-0,4366}) \exp \{ -(0,002885 + 0,000414 \cdot \varepsilon) T^* + (0,10003 + 0,000353 \cdot T^*) \ln \varepsilon^* \} \quad (4.28)$$

A relação entre as tensões experimentais e tensões previstas pela Equação 4.28 podem ser observadas nos gráficos das Figuras de 4.151 a 4.153, e a Figura 4.154 apresenta a relação entre tensões calculadas pela equação de

ZA modificada e as tensões experimentais para todos os pontos analisados para a liga TMZF.

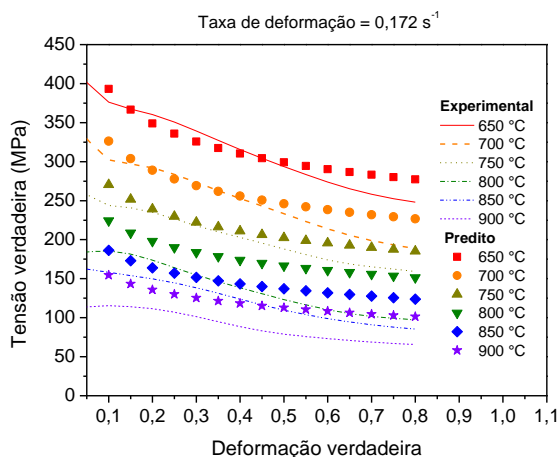


Figura 4.151 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de  $0,172 \text{ s}^{-1}$  e valores preditos pela Equação de ZA modificada 4.28 para a liga TMZF.

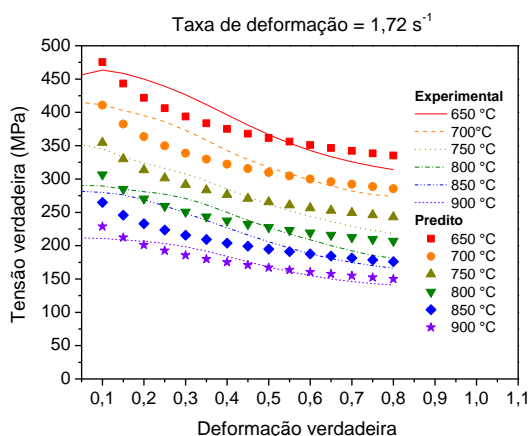


Figura 4.152 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de  $1,72 \text{ s}^{-1}$  e valores preditos pela Equação de ZA modificada 4.28 para a liga TMZF.

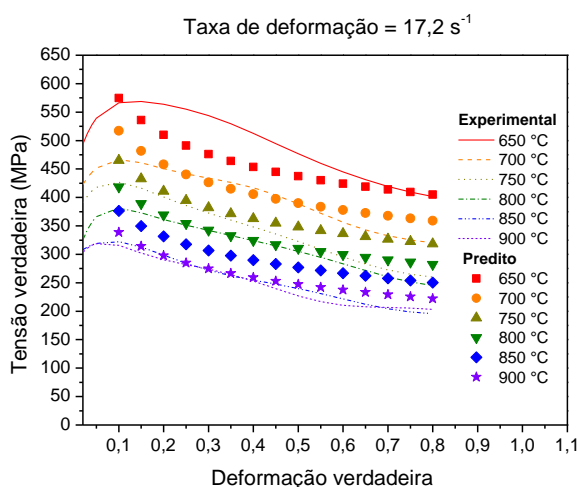


Figura 4.153 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de  $17,2 \text{ s}^{-1}$  e valores preditos pela Equação de ZA modificada 4.28 para a liga TMZF.

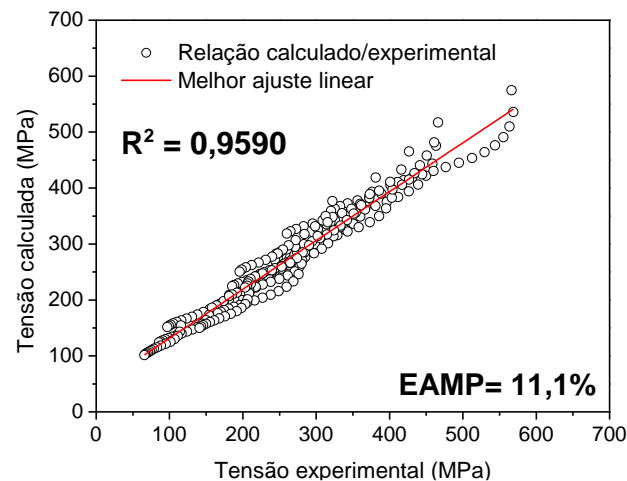


Figura 4.154 Relação entre tensões calculadas pela equação de ZA modificada e as tensões experimentais para todos os pontos analisados para a liga TMZF.

Pela Figura 4.154 é possível observar uma menor linearidade entre os valores de tensão preditos e experimentais, evidenciado pelo valor de  $R^2 = 0,959$ , sendo um resultado inferior aos obtidos pelos modelos anteriormente apresentados para esta liga, assim como os valores desvios entre os valores evidenciados pelo  $EAMP = 11,1\%$ , também superior aos modelos anteriores.

Como pode ser observado nas Figuras de 4.151 a 4.153, o primeiro termo da equação de ZA modificada leva a um comportamento da tensão que não descreve adequadamente o comportamento das curvas de tensão experimentais da liga TMZF. Alterando-se o primeiro termo da Equação 2.19 para melhor descrever o comportamento do termo de encruamento com a deformação aplicada da mesma maneira que a equação Johnson-Cook modificada o faz, realizou-se uma regressão polinomial para encontrar uma equação de 3º grau que represente o comportamento da curva escolhida como referência (700 °C e 1,72 s<sup>-1</sup>) e ficamos com a seguinte equação:

$$\sigma = (546,99\varepsilon^3 - 646,69\varepsilon^2 - 11,406\varepsilon + 418,18)\exp\{-(0,002885 + 0,00041398.\varepsilon)T^* + (0,123609 + 0,00040.T^*)\ln\varepsilon^*\} \quad (4.29)$$

As Figuras 4.155 a 4.157 apresentam as tensões experimentais e tensões preditas pela equação 4.29, e a Figura 4.158 apresenta a relação entre tensões calculadas pela equação de ZA (Eq. 4.29) e as tensões experimentais para todos os pontos analisados para a liga TMZF.

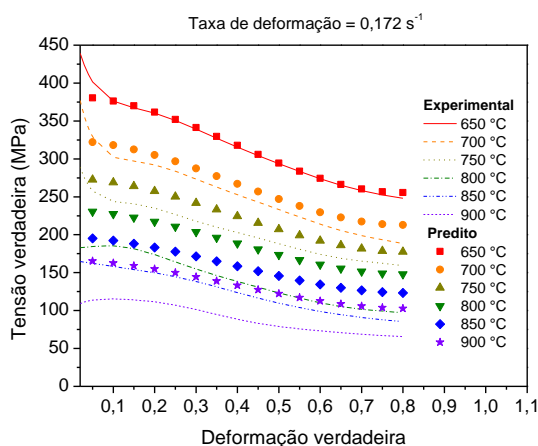


Figura 4.155 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de  $0,172 \text{ s}^{-1}$  e valores preditos pela Equação de ZA modificada 4.29 para a liga TMZF.

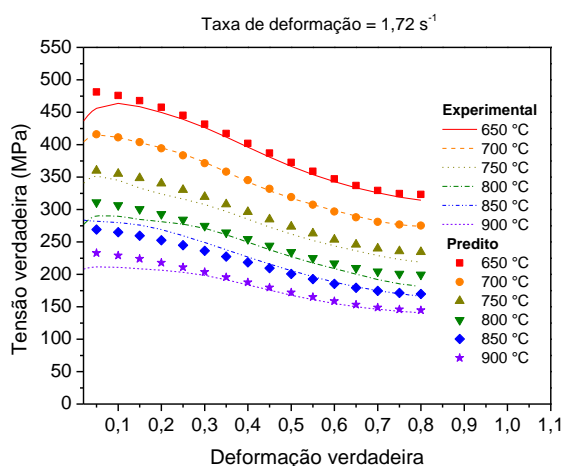


Figura 4.156 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de  $1,72 \text{ s}^{-1}$  e valores preditos pela Equação de ZA modificada 4.29 para a liga TMZF.

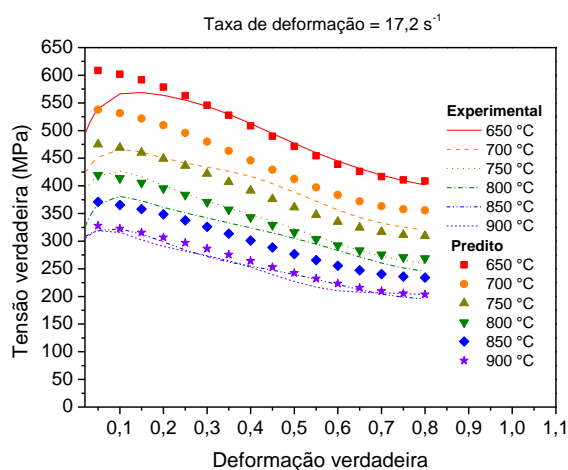


Figura 4.157 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de  $17,2 \text{ s}^{-1}$  e valores preditos pela Equação de ZA modificada 4.29 para a liga TMZF.

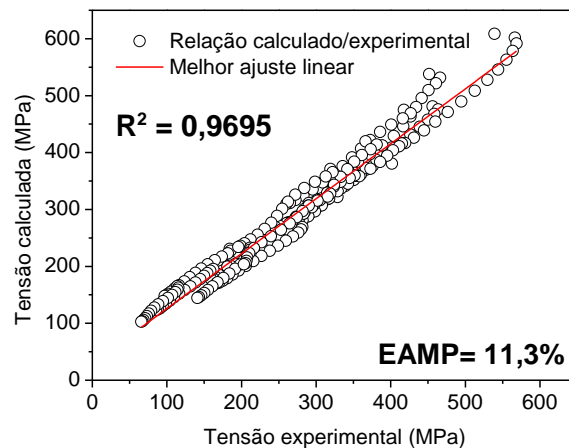


Figura 4.158 Relação entre tensões calculadas pela Equação de ZA 4.29 e as tensões experimentais para todos os pontos analisados para a liga TMZF.

A Equação 4.29 de ZA modificada proposta para descrever o comportamento da liga TMZF apresentou uma boa linearidade entre os valores de tensão experimentais e preditos, porém elevou o erro associado à predição das tensões a 11,3%. Esse modelo foi o que apresentou maior erro de predição e não se mostrou adequado para modelagem do comportamento mecânico da liga, principalmente para taxas de deformação de  $0,172 \text{ s}^{-1}$ , onde foram encontrados os maiores desvios.

#### 4.9.4 Modelagem Johnson-Cook modificado para a liga Ti-15%Mo

Os valores das constantes do primeiro termo da equação de JC modificada para a liga Ti-15%Mo foram obtidos substituindo-se os dados selecionados de tensão e deformação e plotando-se a curva dos pontos experimentais. Após ajuste polinomial de 3ª ordem, como apresentado na Figura 4.159, as constantes encontradas são  $A_1 = 117,11 \text{ MPa}$ ,  $B_1 = 59,24 \text{ MPa}$ ,  $B_2 = -186,44 \text{ MPa}$  e  $B_3 = 112,43 \text{ MPa}$ . Para esta liga, a temperatura e taxa de deformação de referência novamente foram de  $750^\circ\text{C}$  e  $0,172 \text{ s}^{-1}$ , respectivamente.

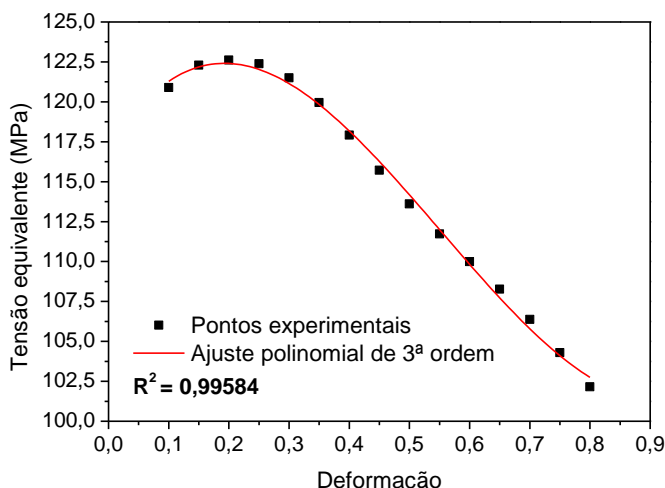


Figura 4.159 Pontos experimentais da amostra de referência da liga Ti-15%Mo ensaiada a 750 °C e 0,172 s<sup>-1</sup> e regressão linear para determinação de equação de 3º grau utilizada para descrição do comportamento do encruamento.

Substituindo-se os 18 grupos de resultados de ensaios experimentais e os valores das constantes obtidas pela regressão não linear apresentada anteriormente, plota-se as curvas de  $\frac{\sigma}{(A_1 + B_1 \epsilon + B_2 \epsilon^2 + B_3 \epsilon^3)}$  por  $\ln(\dot{\epsilon}^*)$ , realiza-se um ajuste linear, como apresentado na Figura 4.160, e obtém-se o valor de  $C_1 = 0,12371$ .

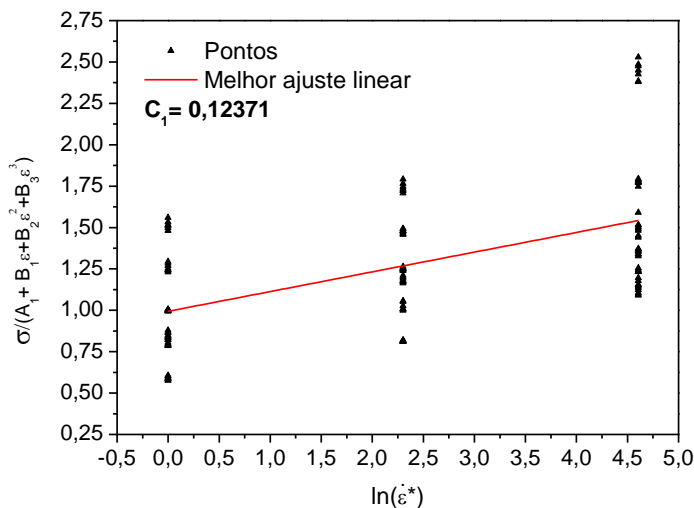


Figura 4.160 Ajuste de pontos de  $\frac{\sigma}{(A_1 + B_1 \epsilon + B_2 \epsilon^2 + B_3 \epsilon^3)}$  versus  $\ln(\dot{\epsilon}^*)$  para determinação da constante  $C_1$  para a liga Ti-15%Mo.

Os ajustes realizados para determinação das constantes  $\lambda_1$  e  $\lambda_2$  para a liga Ti-15%Mo podem ser visualizados na Figura 4.161:

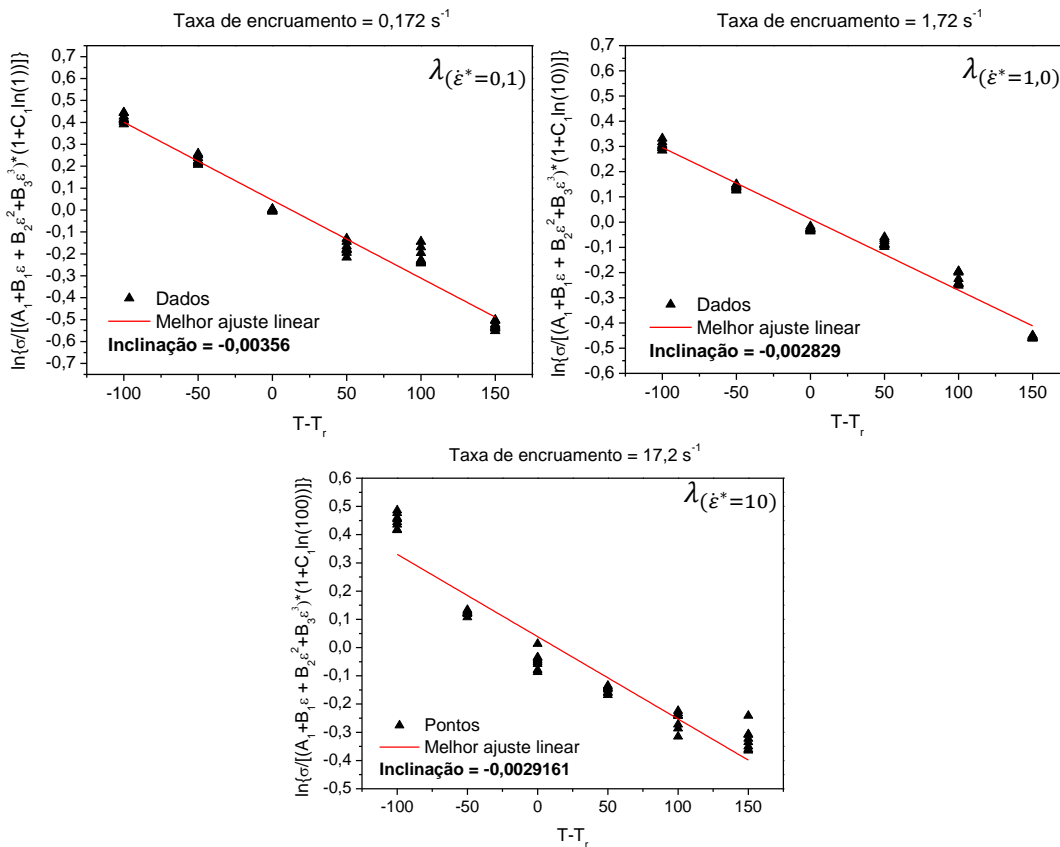


Figura 4.161 Relação entre o efeito do encruamento e da temperatura na constante  $\lambda$  para a liga Ti-15%Mo.

Deste modo,  $\lambda_{(\dot{\epsilon}^*=0,1)} = -0,00356$ ,  $\lambda_{(\dot{\epsilon}^*=1,0)} = -0,002829$  e  $\lambda_{(\dot{\epsilon}^*=10)} = -0,0029161$  e  $\lambda_1$  e  $\lambda_2$  podem ser obtidos pela curva  $\lambda$  versus  $\ln(\dot{\epsilon}^*)$  apresentada na Figura 4.162. Os valores de  $\lambda_1$  e  $\lambda_2$  foram determinados como sendo  $-0,00342$  e  $0,00013982$ , respectivamente.

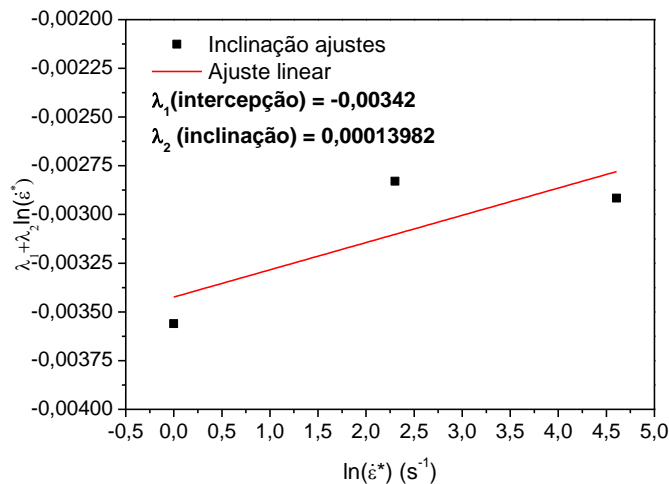


Figura 4.162 Valores de  $\lambda$  versus  $\ln(\dot{\epsilon}^*)$  utilizados para determinação dos parâmetros  $\lambda_1$  e  $\lambda_2$ .



Substituindo os valores das constantes encontradas na Equação 4.30, obtém-se a seguinte equação constitutiva (temperatura em °C):

$$\sigma = (117,11 + 59,24\varepsilon - 186,44\varepsilon^2 + 112,43\varepsilon^3) \left(1 + 0,12371 \cdot \ln \frac{\dot{\varepsilon}}{0,172}\right) \exp \left[ \left(-0,00342 + 0,00013982 \cdot \ln \frac{\dot{\varepsilon}}{0,172}\right) (T - 750) \right] \quad (4.30)$$

Se a temperatura estiver em Kelvin, a equação descritiva da tensão torna-se:

$$\sigma = (117,11 + 59,24\varepsilon - 186,44\varepsilon^2 + 112,43\varepsilon^3) \left(1 + 0,12371 \cdot \ln \frac{\dot{\varepsilon}}{0,172}\right) \exp \left[ \left(-0,00342 + 0,00013982 \cdot \ln \frac{\dot{\varepsilon}}{0,172}\right) (T - 1023) \right] \quad (4.31)$$

Nas Figuras 4.163 a 4.165 é possível observar a relação entre as tensões experimentais e as tensões previstas/calculadas pela equação acima descrita (Eq. 4.30), onde o valor do erro foi de  $EAMP = 4,9\%$  e o  $R^2$  foi calculado em 0,948 (Figura 4.166).

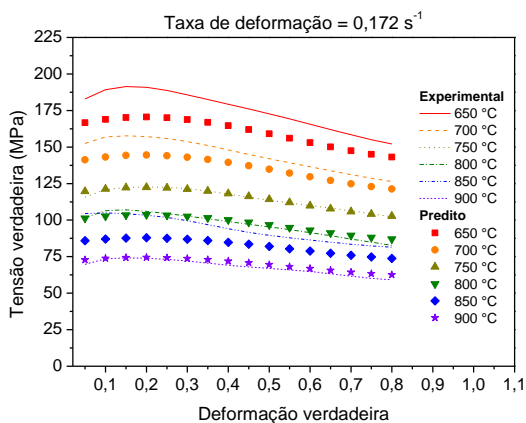


Figura 4.163 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de  $0,172 \text{ s}^{-1}$  e valores preditos pela equação de Johnson-Cook modificada para a liga Ti-15%Mo.

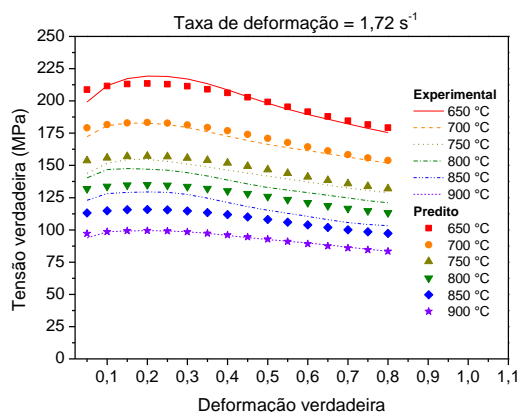


Figura 4.164 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de  $1,72 \text{ s}^{-1}$  e valores preditos pela equação de Johnson-Cook modificada para a liga Ti-15%Mo.

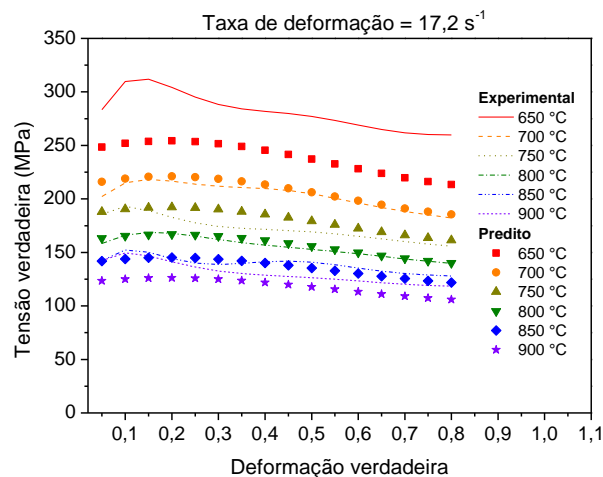


Figura 4.165 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de  $17,2 \text{ s}^{-1}$  e valores preditos pela equação de Johnson-Cook modificada para a liga Ti-15%Mo.

Pela análise das Figuras 4.163 a 4.165 é possível observar que a equação derivada do modelo de JC modificado obteve maior êxito em descrever o comportamento da liga sob taxa de deformação de  $1,72 \text{ s}^{-1}$ . Já para as outras taxas de deformação analisadas, os valores das tensões preditas foram abaixo dos valores experimentais, com exceção da curva utilizada como referência ( $750 \text{ °C}$  e  $0,172 \text{ s}^{-1}$ ).

Na Figura 4.166 é possível observar a relação entre as tensões experimentais e as tensões preditas/calculadas pela Equação 4.30. O valor do erro absoluto médio percentual foi de  $EAMP = 4,9\%$  e o  $R^2$  calculado pela regressão linear realizada possui o valor de  $0,948$ . O maior desvio encontrado foi para a curva de  $650 \text{ °C}$  e  $17,2 \text{ s}^{-1}$ , que foi uma das curvas mencionadas anteriormente já que aparentava não estar de acordo com o comportamento esperado para a liga.

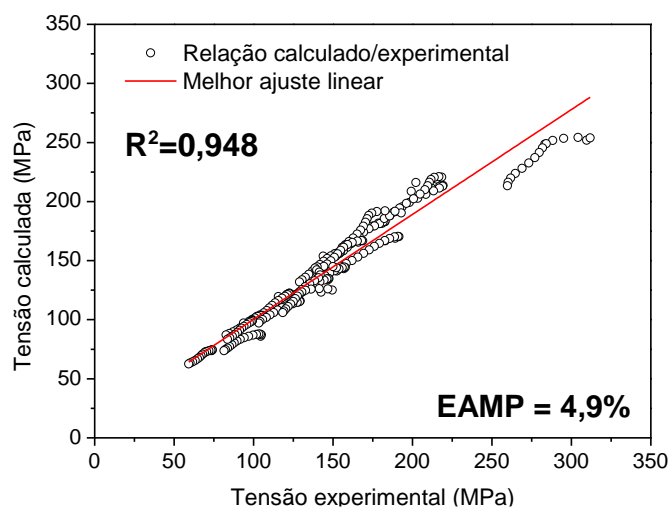


Figura 4.166 Relação entre tensões calculadas pela Equação 4.9 e as tensões experimentais para todos os pontos analisados.

A taxa de deformação de referência, assim como a temperatura de referência, foi determinada como sendo as que promoveram o maior valor de correlação de  $R^2$  ajustado e  $EAMP$  entre os valores experimentais e os calculados, sendo deste modo  $\dot{\epsilon}_0 = 0,172 \text{ s}^{-1}$  e  $T^* = 750 \text{ }^\circ\text{C}$ . O erro associado à predição foi baixo embora tenha apresentado desvios da linearidade, resultando em valor de  $R^2$  de 0,948.

Como realizado para a liga Ti-15%Mo, realizou-se a divisão dos dados de tensão *versus* deformação da liga TMZF em duas faixas de temperatura, considerando-se a temperatura de transição da fase beta ( $T_\beta \approx 774 \text{ }^\circ\text{C}$ ), avaliou-se o comportamento da descrição do comportamento da tensão pela equação de JC em dois grupos de temperaturas de 650 a 750  $^\circ\text{C}$  e de 800 a 900  $^\circ\text{C}$ .

A melhor combinação de taxa de deformação de referência e temperatura de referência para o primeiro grupo de temperaturas analisado (de 650 a 750  $^\circ\text{C}$ ) foi de  $1,72 \text{ s}^{-1}$  e 700  $^\circ\text{C}$ , respectivamente. Nessas condições, a equação derivada dos mesmos procedimentos realizados acima foi a descrita a seguir (em  $^\circ\text{C}$ ):

$$\sigma = (176,56 + 74,034\epsilon - 276,73\epsilon^2 + 183,15\epsilon^3) \left(1 + 0,095893 \cdot \ln \frac{\dot{\epsilon}}{1,72}\right) \exp \left[ \left(-0,004170129 - 0,00016 \cdot \ln \frac{\dot{\epsilon}}{1,72}\right) (T - 700) \right] \quad (4.32)$$

Já para a faixa de temperatura entre 800 e 900  $^\circ\text{C}$ , a melhor combinação de taxa e temperatura de referência foi  $1,72 \text{ s}^{-1}$  e 800  $^\circ\text{C}$ , respectivamente. Deste modo, a equação encontrada foi (em  $^\circ\text{C}$ ):

$$\sigma = (144,12 + 50,283\varepsilon - 214,43\varepsilon^2 + 145,18\varepsilon^3) \left(1 + 0,089402 \cdot \ln \frac{\dot{\varepsilon}}{1,72}\right) \exp \left[ \left( -0,00301 + 0,000389 \ln \frac{\dot{\varepsilon}}{1,72} \right) (T - 800) \right] \quad (4.33)$$

Os resultados das tensões previstas para ambas as faixas de temperatura de deformação analisadas, descritas pelas Equações 4.32 e 4.33 podem ser visualizados nas Figuras de 4.167 a 4.169.

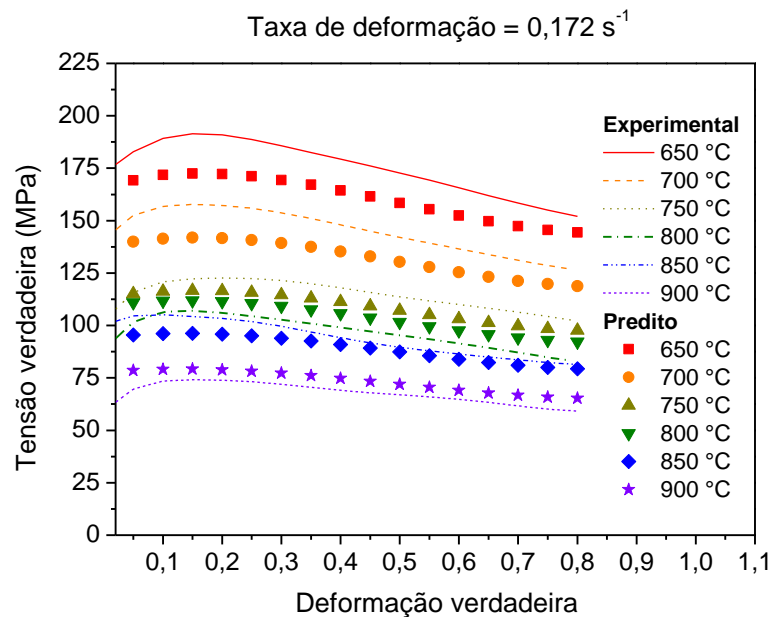


Figura 4.167 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de 0,172 s<sup>-1</sup> e valores preditos pelas Equações de Johnson-Cook modificadas 4.32 e 4.33 para a liga Ti-15%Mo.

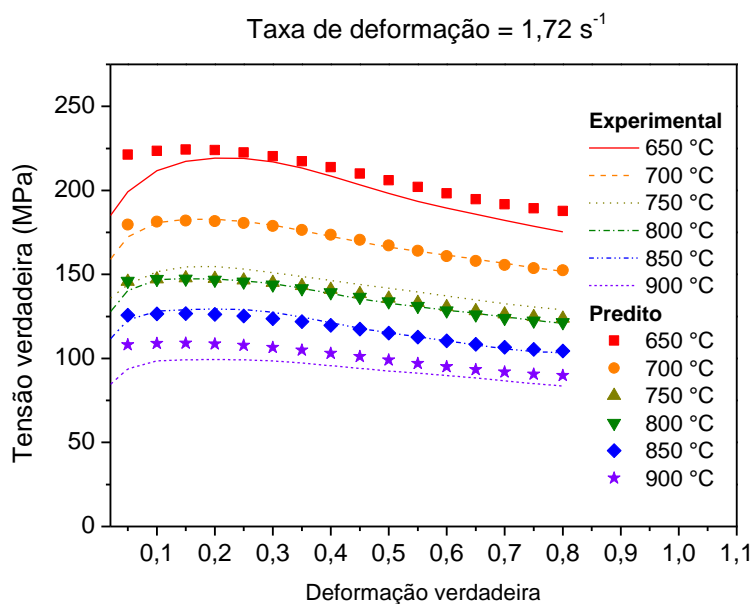


Figura 4.168 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de 1,72 s<sup>-1</sup> e valores preditos pelas Equações de Johnson-Cook modificadas 4.32 e 4.33 para a liga Ti-15%Mo.

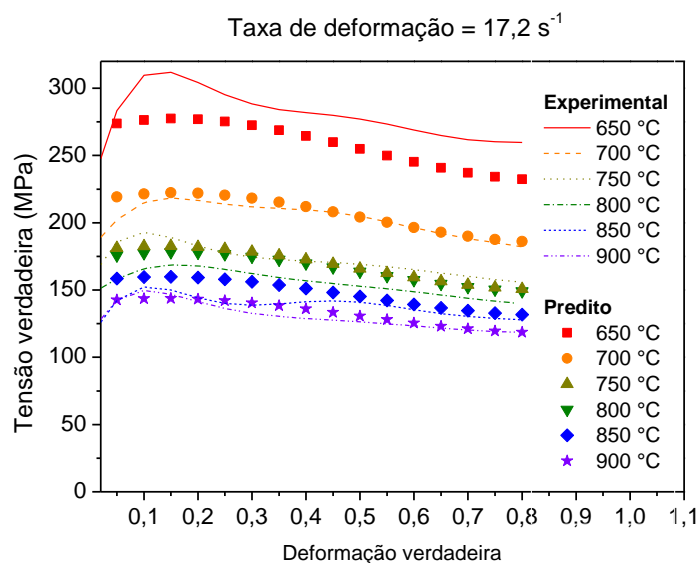
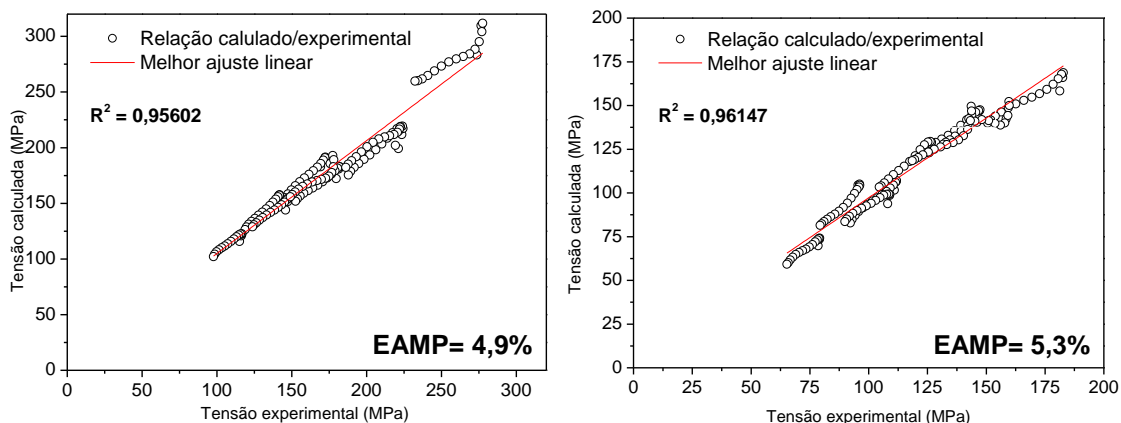


Figura 4.169 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de  $17,2 \text{ s}^{-1}$  e valores preditos pelas Equações de Johnson-Cook modificadas 4.32 e 4.33 para a liga Ti-15%Mo.

O ajuste realizado e a concordância dos resultados preditos para a descrição dos valores de tensão de acordo com as Equações 4.32 e 4.33 podem ser verificados pelo valor de  $R^2$  e  $EAMP$  detalhados na Figura 4.170. Com a divisão da faixa de temperatura em duas partes, obteve-se um comportamento com maior linearidade entre a tensão predita e a experimental, visto que o valor de  $R^2$  foi aumentado para 0,9685. Porém, essa abordagem levou a um aumento do erro associado à predição das tensões, evidenciado pelo aumento do valor de  $EAMP$  de 4,9% com apenas uma equação para 5,1% com o modelo sendo dividido. Sendo a diferença entre erros muito pequena, conclui-se que a divisão do modelo em duas partes não produz resultados superiores à descrição do modelo por apenas uma equação constitutiva (Equação 4.30).



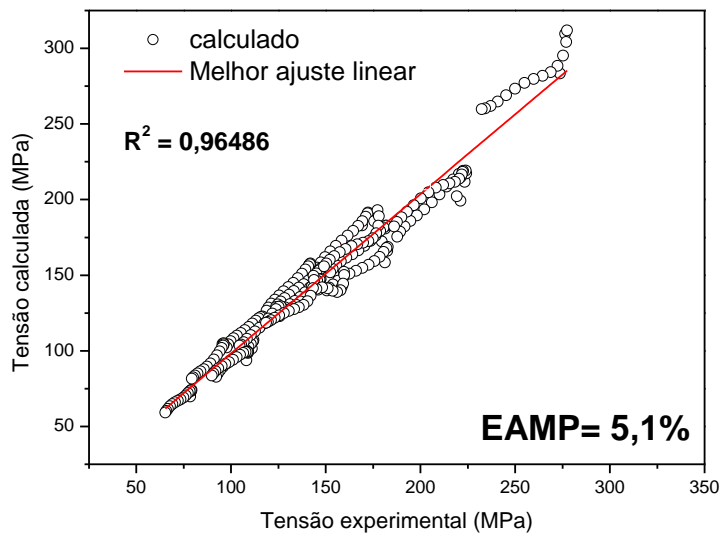
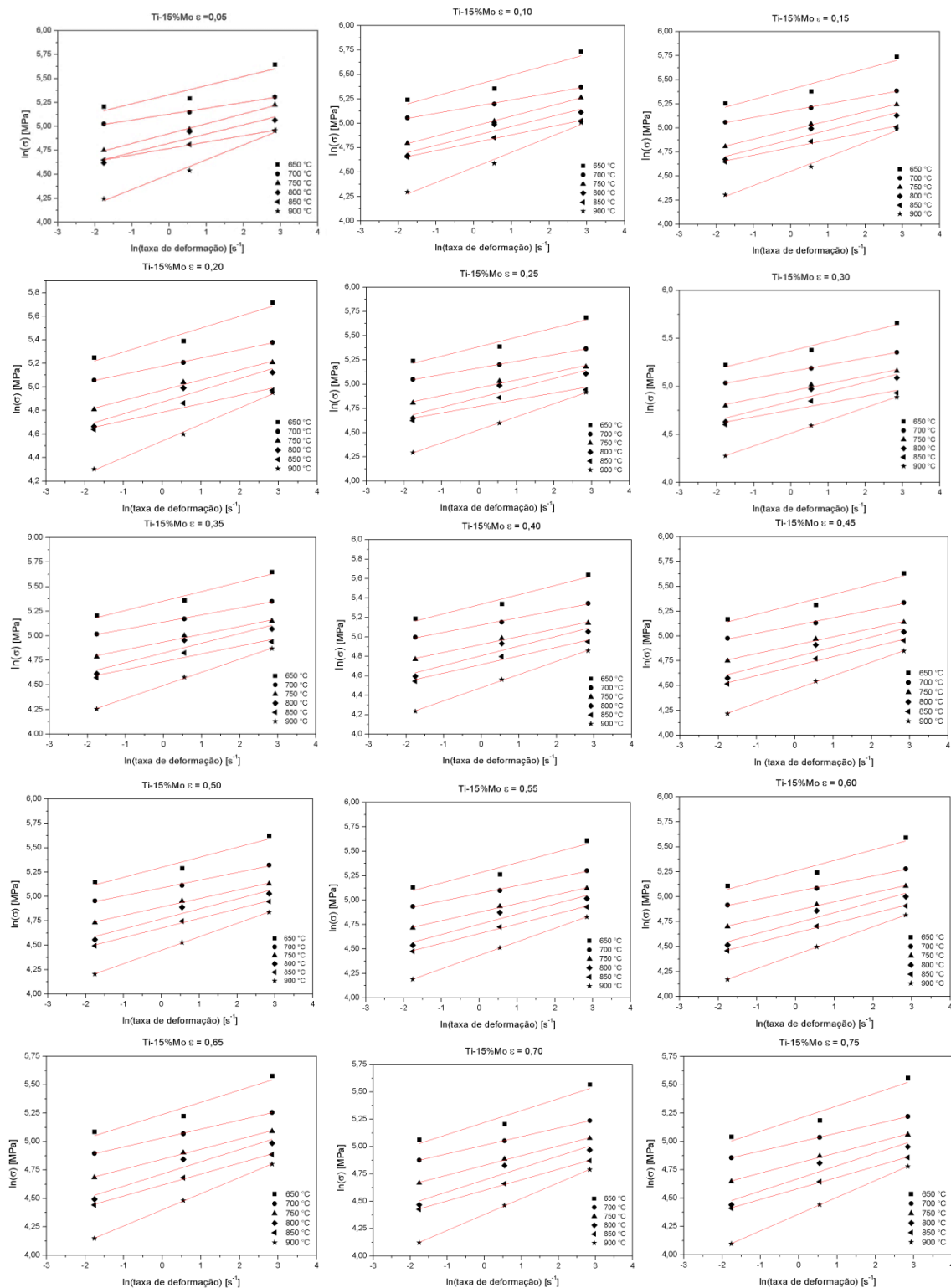


Figura 4.170 (a) Comparação entre valores preditos e experimentais na faixa de 650 a 750 °C de acordo com Equação 4.32, em (b) comparação entre valores preditos e experimentais na faixa de 800 a 900 °C de acordo com Equação 4.33 e em (c) ambas as equações.

A equação Johnson-Cook modificada (Equação 4.30) se mostrou eficiente em descrever o comportamento da liga dentro das condições de deformação a quente analisadas.

#### 4.9.2 Determinação das constantes de Arrhenius modificado para liga Ti-15%Mo

Para a determinação das constantes da equação de Arrhenius que descrevessem o comportamento da tensão da liga Ti-15%Mo para cada nível de deformação, foram inicialmente determinados os valores de  $n'$  e  $\beta$  a partir da média de valores da inclinação dos gráficos de  $\ln(\sigma)$  versus  $\ln(\dot{\epsilon})$  e de  $\sigma$  versus  $\ln(\dot{\epsilon})$ , respectivamente. Os gráficos de  $\ln(\sigma)$  versus  $\ln(\dot{\epsilon})$  utilizados para determinação da constante  $n'$  para a liga Ti-15%Mo podem ser observados na Figura 4.171.



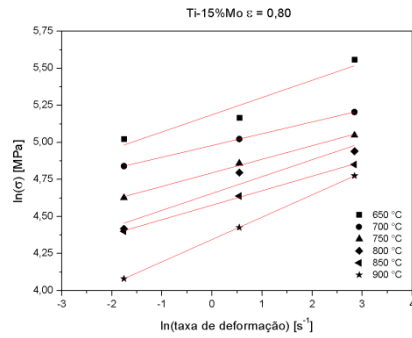


Figura 4.171 Plotagens dos valores de  $\ln(\sigma)$  versus  $\ln(\dot{\epsilon})$  para os níveis de deformação de 0,05 a 0,8 para a liga Ti-15%Mo.

A distribuição dos valores médios das inclinações dos gráficos de  $\ln(\sigma)$  versus  $\ln(\dot{\epsilon})$  (valores da constante  $n'$ ) pode ser observada na Figura 4.172:

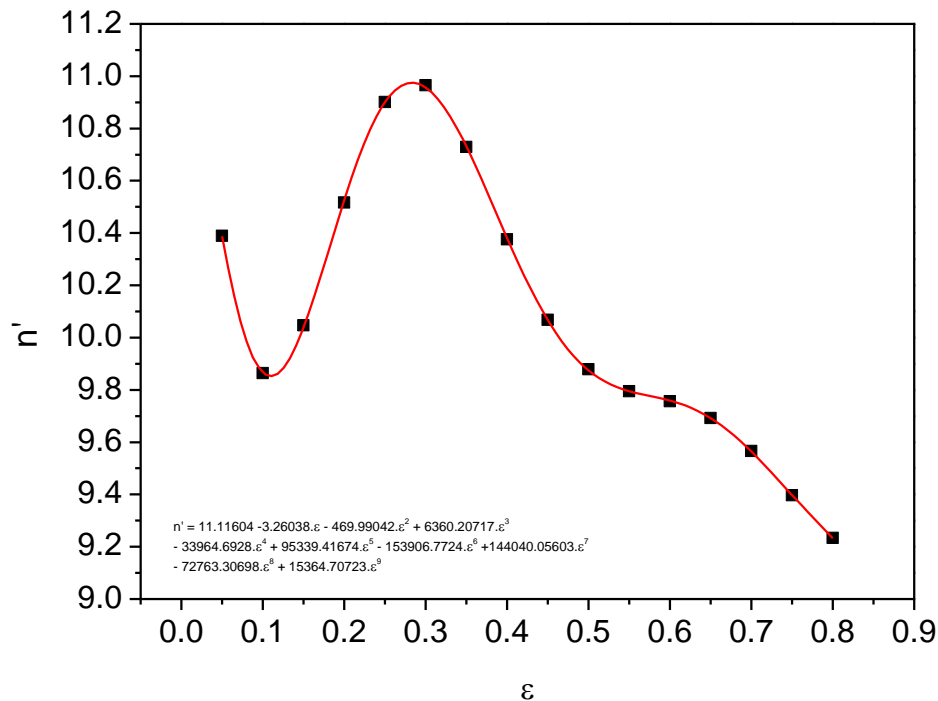
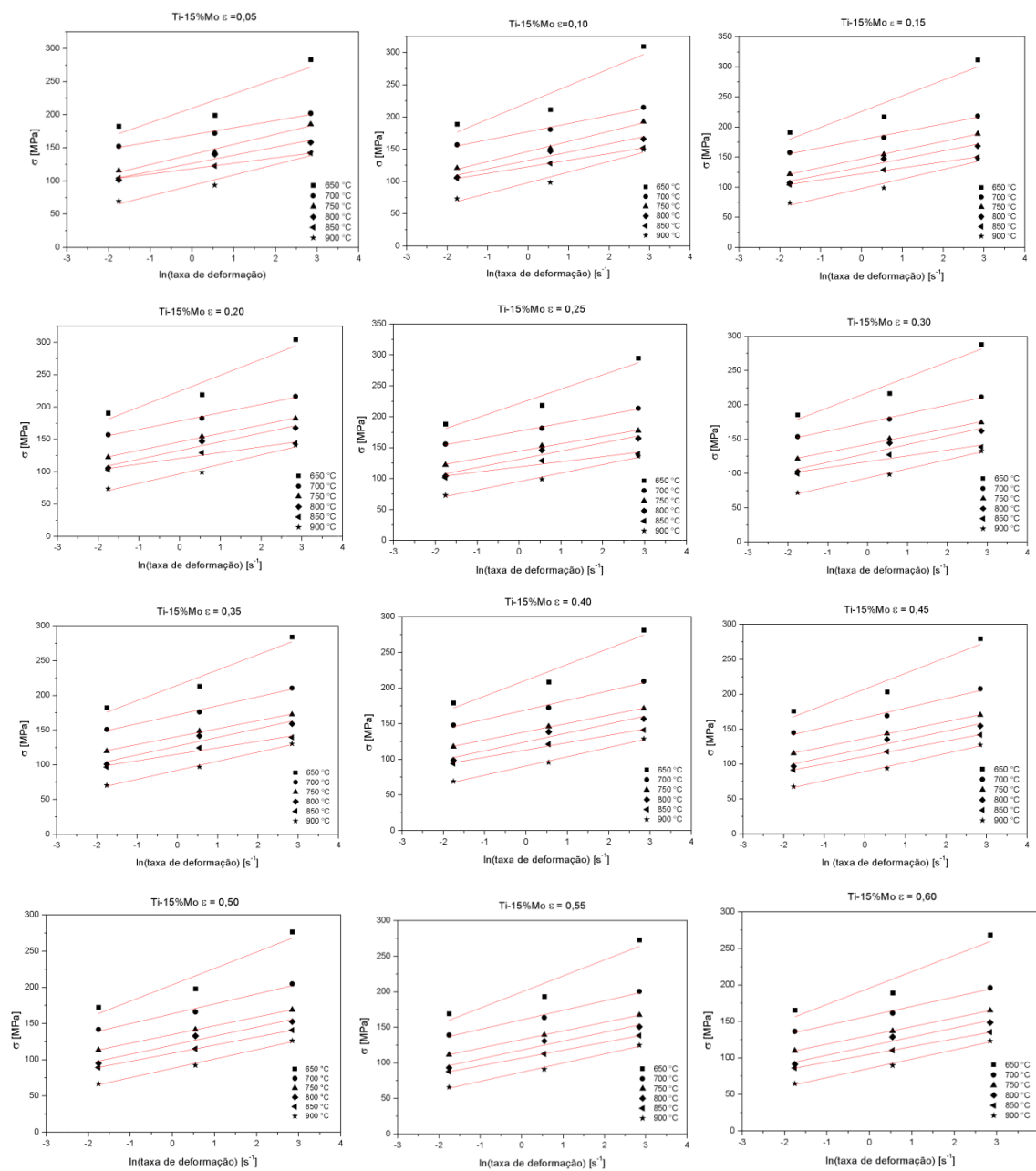


Figura 4.172 Distribuição dos valores da constante  $n'$  obtidos para a liga Ti-15%Mo.

Os gráficos de  $\sigma$  versus  $\ln(\dot{\epsilon})$  para determinação da constante  $\beta$  para a liga Ti-15%Mo podem ser visualizados na Figura 4.173 e a distribuição dos valores da constante  $\beta$  obtida para cada nível de deformação da liga Ti-15%Mo na Figura 4.174.





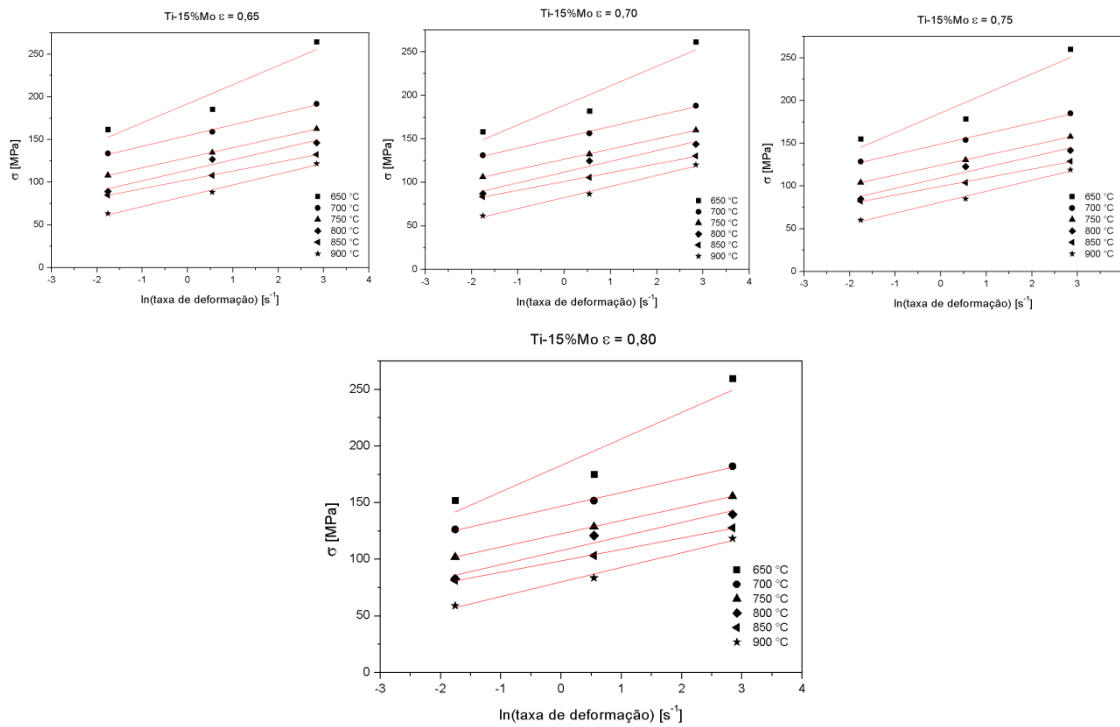


Figura 4.173 Plotagens do valor da  $\sigma$  versus  $\ln(\dot{\epsilon})$  para os níveis de deformação de 0,05 a 0,8 para a liga Ti-15%Mo.

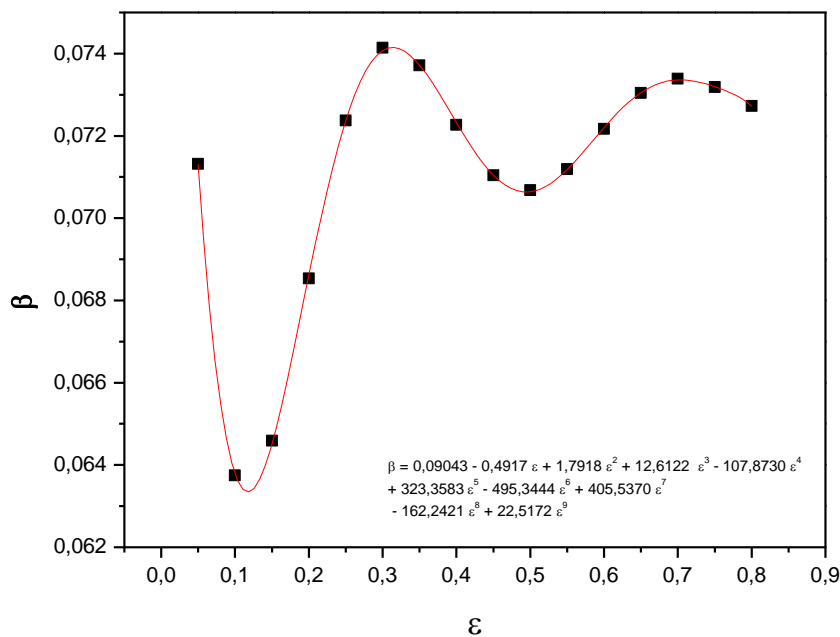


Figura 4.174 Distribuição dos valores da constante  $\beta$  obtida para cada nível de deformação da liga Ti-15%Mo.

A partir dos valores de  $n'$  e  $\beta$ , os valores de alfa são obtidos pela razão entre ambos para cada nível de deformação e podem ser observados na Figura 4.175.

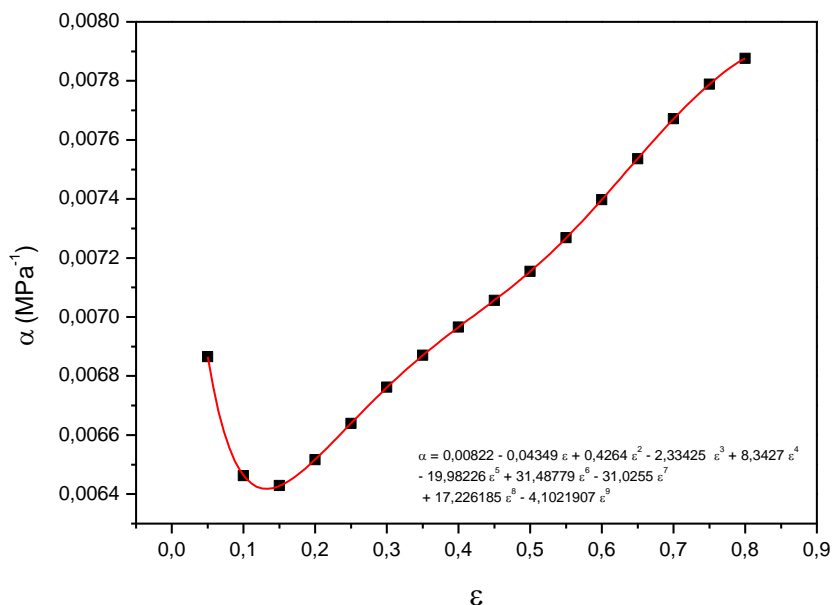
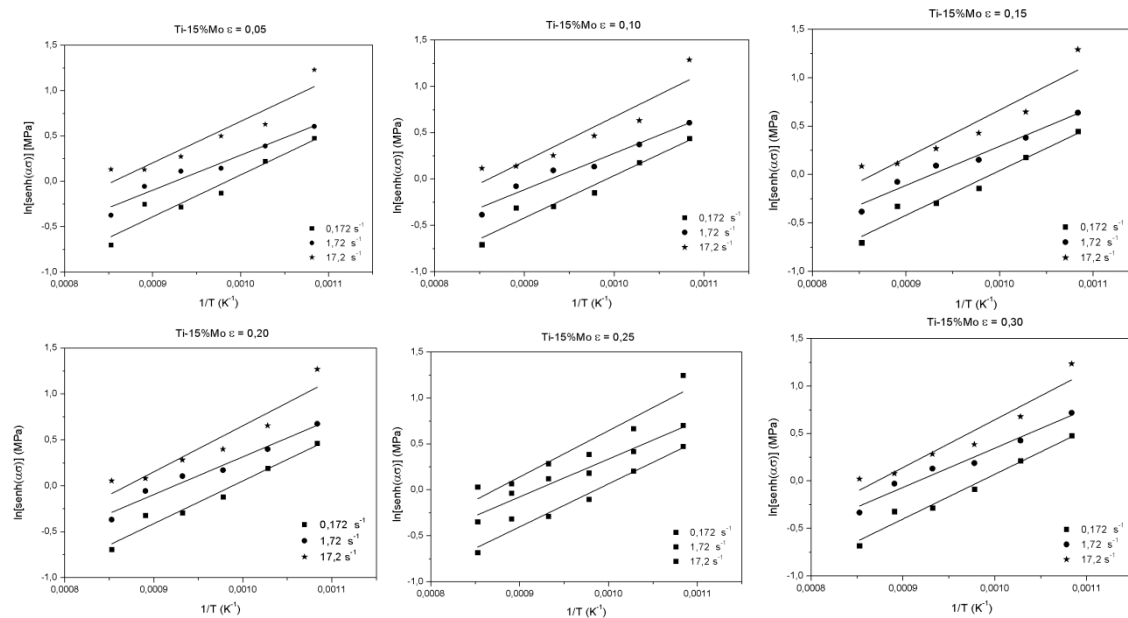


Figura 4.175 Distribuição dos valores da constante  $\beta$  obtida para a liga Ti-15%Mo.

Na Figura 4.176 é possível observar os gráficos de  $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$  versus  $1/T$  para cada nível de deformação, utilizadas para, a partir da média da inclinação das retas, obter o valor da energia de ativação para deformação.



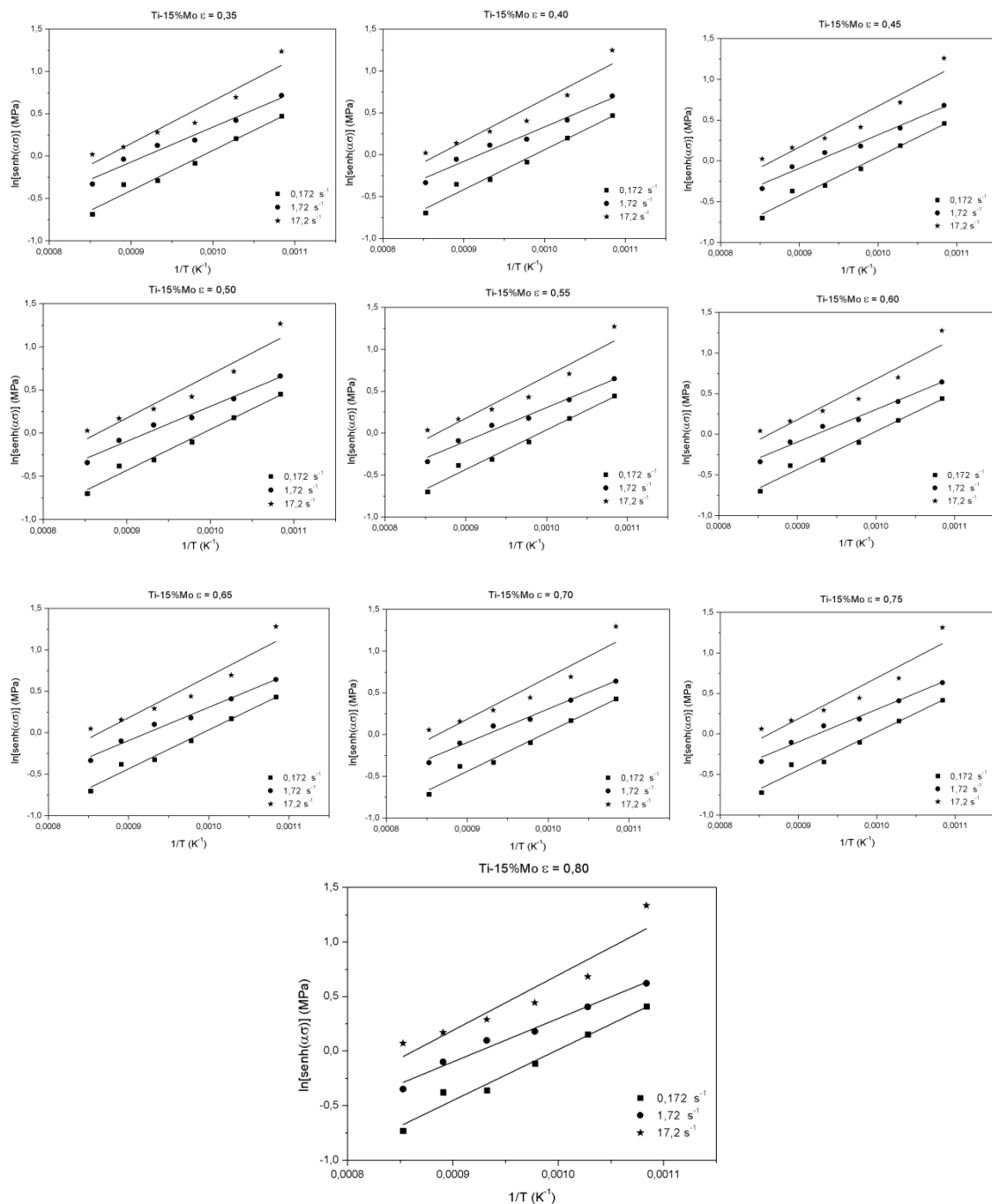


Figura 4.176 Plotagens do valor de  $\ln[\text{senh}(\alpha\sigma)]$  versus  $1/T$  para os níveis de deformação de 0,05 a 0,8 para a liga Ti-15%Mo.

Os valores obtidos de  $Q$  para diferentes níveis de deformação podem ser observados na Figura 4.177, assim como a equação de 9ª ordem obtida por meio de regressão linear que descreve o comportamento dos pontos com a variação da deformação. Como no caso da constante  $n$ , os valores da energia de ativação se estabilizam para maiores valores de deformação, se mostrando altos também em relação ao valor de auto-difusão para ligas beta (153 kJ/mol), porém esses

níveis de energia de ativação já foram reportados na literatura e discutidos na seção 4.8.2 para a liga TMZF.

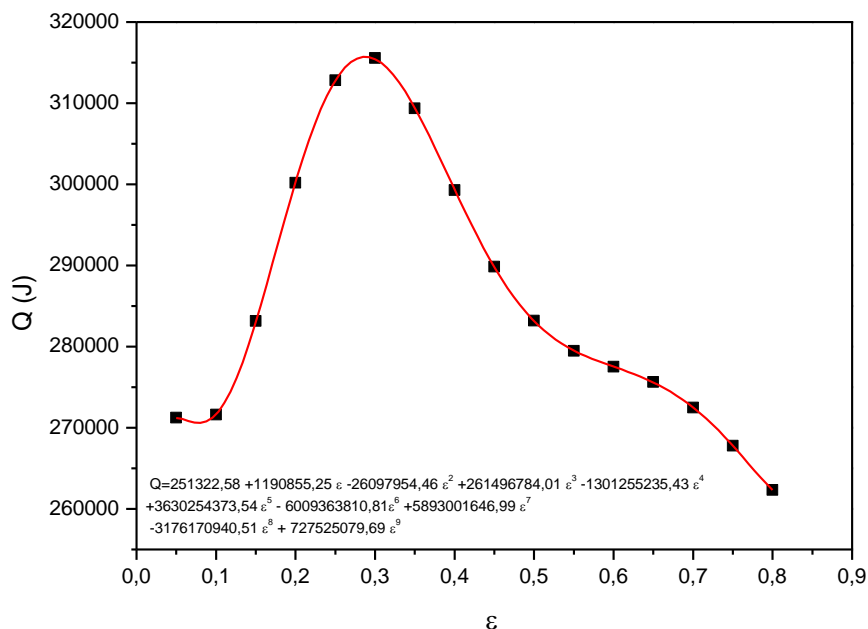
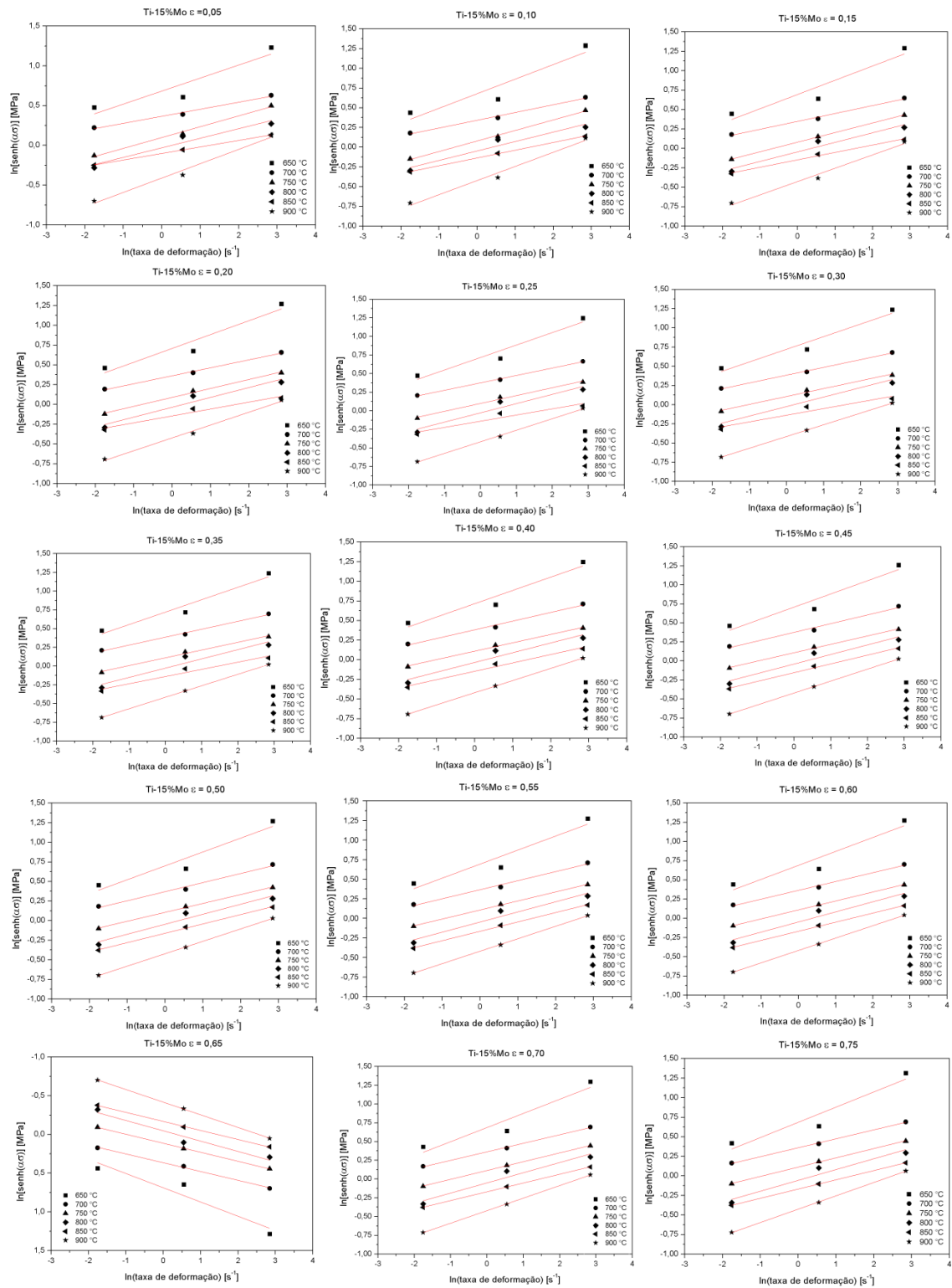


Figura 4.177 Distribuição dos valores da constante  $Q$  obtida para a liga Ti-15%Mo.

Os valores da constante  $\ln(A)$  são calculados a partir da intersecção das retas dos gráficos de  $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$  versus  $\ln(\dot{\varepsilon})$ , sendo que o seu valor é obtido onde as retas interseccionam o eixo da deformação. Os gráficos para determinação de  $\ln(A)$  e da constante  $n$  para a liga Ti-15%Mo podem ser visualizados na Figura 4.178.



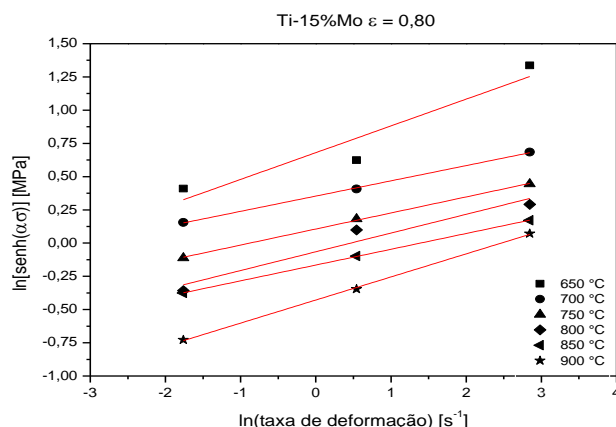


Figura 4.178 Plotagens do valor de  $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$  versus  $\ln(\dot{\epsilon})$  para os níveis de deformação de 0,05 a 0,8 para a liga Ti-15%Mo.

Os valores de  $n$  para cada nível de deformação da liga Ti-15%Mo são mostrados na Figura 4.179.

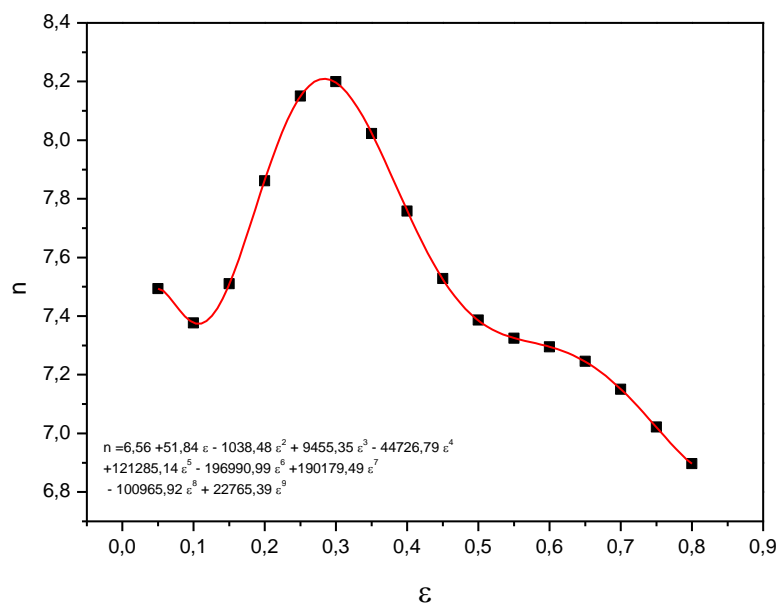


Figura 4.179 Distribuição dos valores da constante  $n$  obtidos para a liga Ti-15%Mo.

Os valores da constante  $\ln(A)$  da Equação 4.18 para cada nível de deformação são obtidos a partir da intersecção das retas das plotagens de  $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$  versus  $\ln(\dot{\epsilon})$ , onde as retas interseccionam o eixo da deformação, mostradas na Figura 4.178.

Os valores calculados da constante  $\ln(A)$  para cada nível de deformação podem ser vistos na Figura a 4.180.

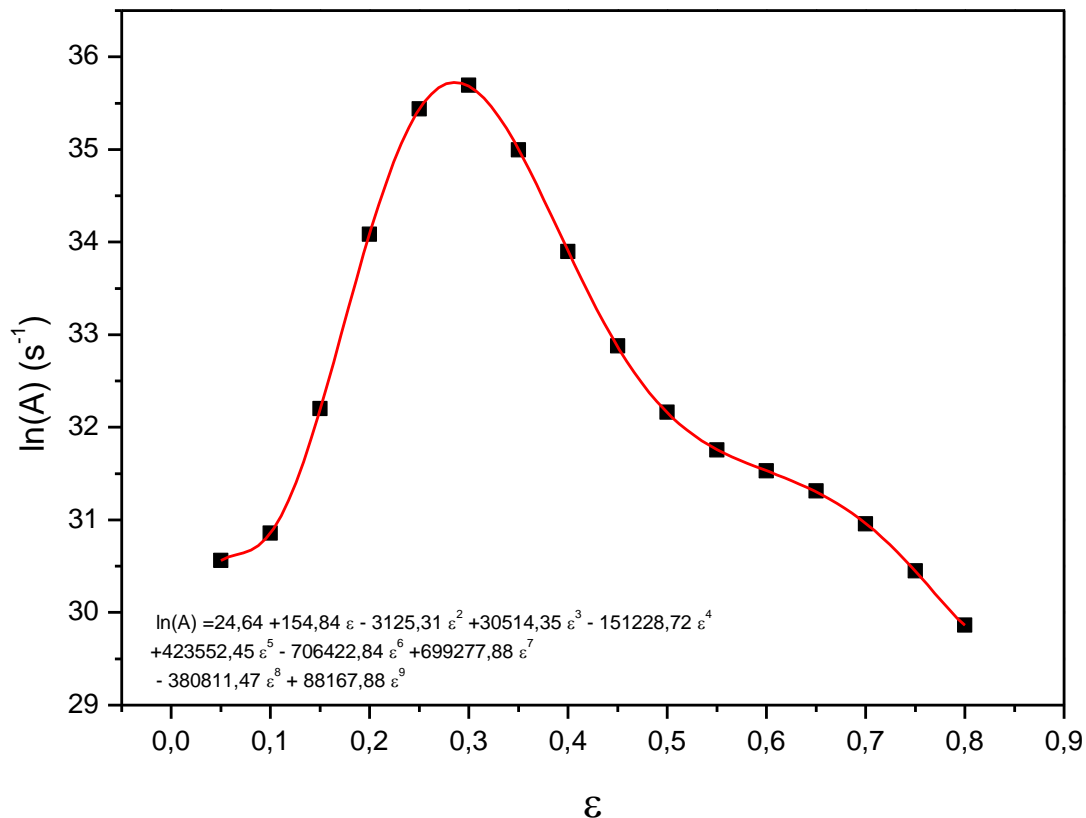


Figura 4.180 Distribuição dos valores da constante  $\ln(A)$  obtida para a liga Ti-15%Mo.

Os valores de  $n$  apresentados para essa liga decrescem nos estágios iniciais da deformação e decrescem até valores próximos a 7 nos estágios finais da deformação. Valores de  $n$  até 5 têm sido associada à movimentação de discordâncias por mecanismos de escalagem, já os valores acima de 5 têm sido associados a tensões internas relacionadas a interações complexas de discordâncias com fases dispersas [164], como já discutido na modelagem por Arrhenius para a liga TMZF. Portanto, observa-se uma maior atuação da tensão interna nos estágios iniciais de deformação, apresentando valores altos (acima de 5) para todos os níveis de deformação avaliados, tornando evidente a atuação da tensão interna para deformação desta liga.

Deste modo, para cada equação polinomial acima descrita, os valores das constantes encontradas que descrevem o comportamento das constantes da equação do tipo Arrhenius para a liga Ti-15%Mo são as descritas na Tabela 4.13.



Tabela 4.13 Valores das constantes das equações polinomiais descritivas do comportamento das constantes da equação de Arrhenius  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $n$ ,  $Q$  e  $\ln(A)$  para a liga Ti-15%Mo.

$\alpha$	$\beta$	$n$	$Q$	$\ln(A)$
$B_0 = 0,00822$	$C_0 = 0,09043$	$D_0 = 6,56$	$E_0 = 251322,58$	$F_0 = 24,64$
$B_1 = -0,04349$	$C_1 = -0,4917$	$D_1 = 51,84$	$E_1 = 1190855,25$	$F_1 = 154,84$
$B_2 = 0,4264$	$C_2 = 1,7918$	$D_2 = -1038,48$	$E_2 = -26097954,46$	$F_2 = -3125,31$
$B_3 = -2,33425$	$C_3 = 12,6122$	$D_3 = 9455,35$	$E_3 = 261496784,01$	$F_3 = 30514,35$
$B_4 = 8,3427$	$C_4 = -107,8730$	$D_4 = -44726,79$	$E_4 = -1301255235,43$	$F_4 = -151228,72$
$B_5 = -19,98226$	$C_5 = 323,3583$	$D_5 = 121285,14$	$E_5 = 3630254373,54$	$F_5 = 423552,45$
$B_6 = 31,48779$	$C_6 = -495,3444$	$D_6 = -196990,99$	$E_6 = -6009363810,81$	$F_6 = -706422,84$
$B_7 = -31,0255$	$C_7 = 405,5370$	$D_7 = 190179,49$	$E_7 = 5893001646,99$	$F_7 = 699277,88$
$B_8 = 17,226185$	$C_8 = -162,2421$	$D_8 = -100965,92$	$E_8 = -3176170940,51$	$F_8 = -380811,47$
$B_9 = -4,1021907$	$C_9 = 22,5172$	$D_9 = 22765,39$	$E_9 = 727525079,69$	$F_9 = 88167,88$

Os resultados preditos pela equação constitutiva e as curvas experimentais podem ser comparados nas Figuras de 4.181 a 4.183:

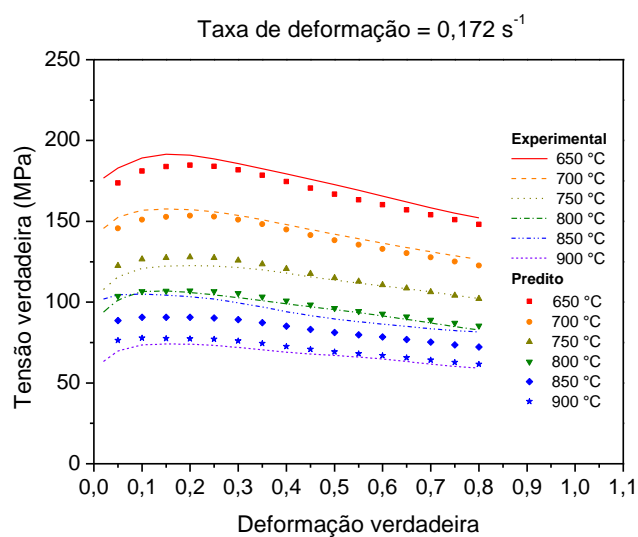


Figura 4.181 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de  $0,172 \text{ s}^{-1}$  e valores preditos pela equação de Arrhenius modificada para a liga Ti-15%Mo.

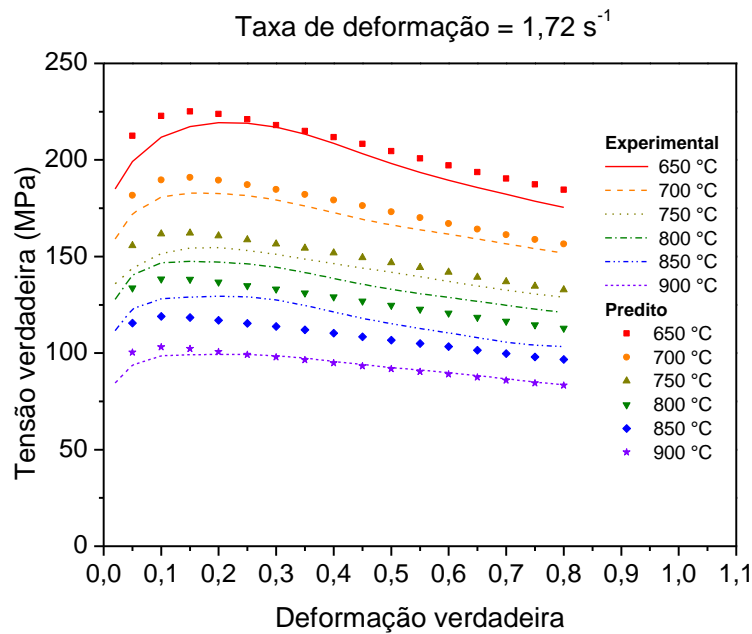


Figura 4.182 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de  $1,72 \text{ s}^{-1}$  e valores preditos pela equação de Arrhenius modificada para a liga Ti-15%Mo.

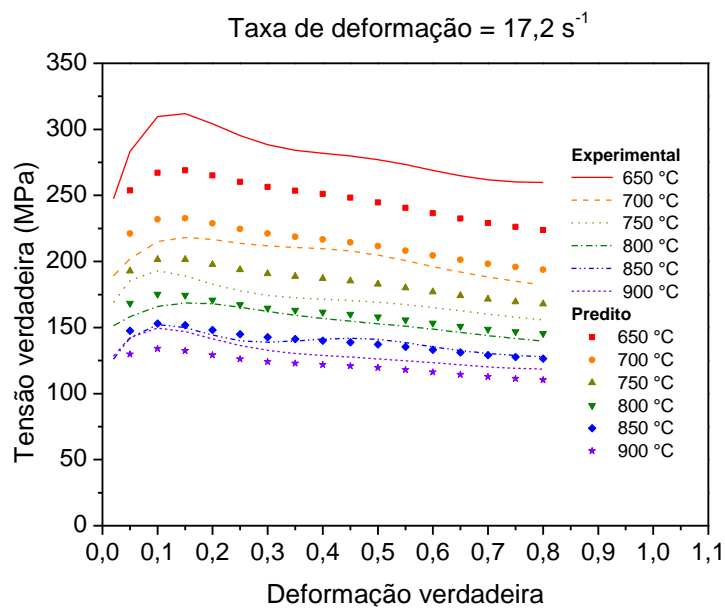


Figura 4.183 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de  $17,2 \text{ s}^{-1}$  e valores preditos pela equação de Arrhenius modificada para a liga Ti-15%Mo.

A comparação entre os valores experimentais da tensão e os valores preditos pela equação de Arrhenius com compensação da deformação pode ser visualizada pelo gráfico da Figura 4.184, onde o valor de  $R^2 = 0,954$  e o valor do *EAMP* foi de 4,97%.

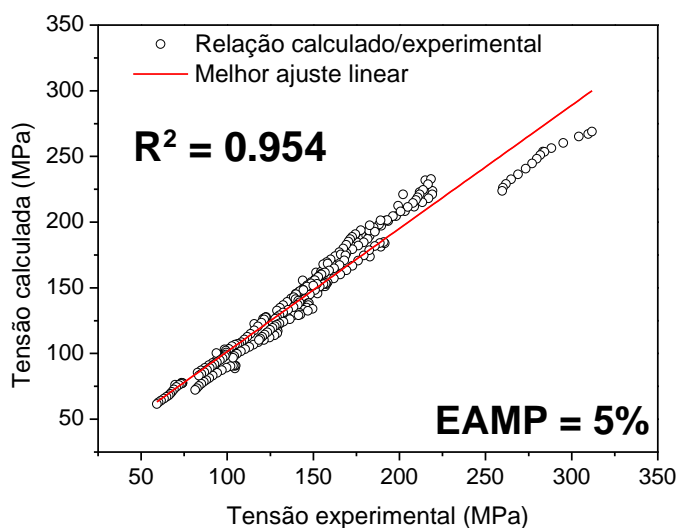


Figura 4.184 Relação entre tensões calculadas pela equação de Arrhenius e as tensões experimentais para todos os pontos analisados para a liga Ti-15%Mo.

Para o modelo de Arrhenius houve maior linearidade entre os valores de tensões preditas pela equação e os valores experimentais que para o modelo de Johnson-Cook modificado apresentado no item anterior para descrição do comportamento da mesma liga, evidenciado pelo maior valor de  $R^2 = 0,954$ . Porém, observa-se um maior erro associado aos valores preditos, evidenciado pelo valor de  $EAMP = 5,0\%$  associado a este modelo. No entanto, como o erro é muito próximo ao calculado para o caso da equação de JcM e a de Arrhenius possui significado físico em suas constantes, julga-se que este seria um modelo mais adequado para descrição do comportamento mecânico da liga (a depender da finalidade da análise a ser realizada). Porém, a obtenção das constantes é muito mais trabalhosa que no caso anterior e, portanto, sua utilização deve ser julgada de acordo com a finalidade da equação constitutiva.

#### 4.9.3 Equação de Zerilli-Armstrong modificada para liga Ti-15%Mo

Utilizando os dados da curva de tensão à taxa em que  $\dot{\varepsilon}^* = 1$ , a plotagem de  $\ln(\sigma)$  versus  $T^*$  (Figura 4.185) fornece o valor de  $\ln(C_1 + C_2\varepsilon^n)$ , como sendo a intercepção da curva  $I_1$  e o valor de  $(C_3 + C_4\varepsilon)$  como o valor da inclinação da reta ( $S_1$ ) para cada valor de deformação  $\varepsilon$ . A relação entre  $\ln(\sigma)$  e  $T^*$  para a liga Ti-15%Mo é mostrada na Figura 4.185.

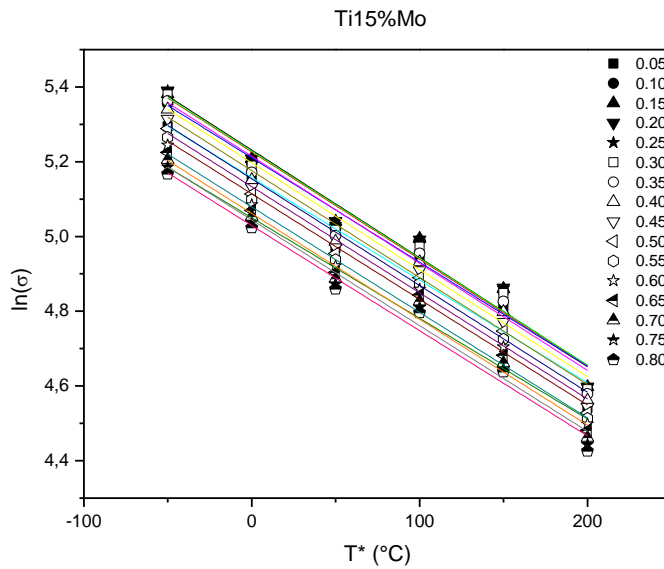


Figura 4.185 Relação entre  $\ln(\sigma)$  e  $T^*$  para a liga Ti-15%Mo.

$C_1$  é determinado pelo início de escoamento da curva tensão *versus* deformação a 700 °C e  $\dot{\epsilon}^* = 1$ , portanto  $C_1 = 159,17$  MPa. Substituindo-se  $C_1$  na equação anterior e plotando-se  $\ln[(\exp\{I_1\}) - C_1]$  *versus*  $\ln(\epsilon)$ , o valor de  $C_2$  e  $n$  podem ser obtidos (Figura 4.186).

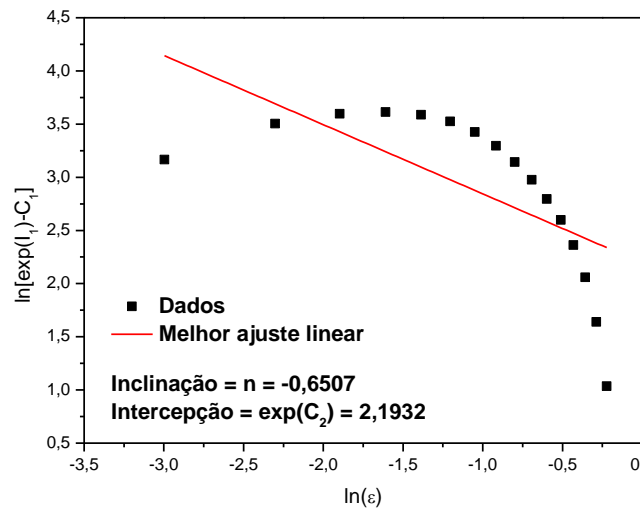


Figura 4.186 Relação entre  $\ln[\exp(I_1) - C_1]$  e  $\ln(\epsilon)$  para a liga Ti-15%Mo.

Os valores das constantes  $C_3$  e  $C_4$  foram obtidos a partir do gráfico de  $S_1$  *versus*  $\epsilon$  (Figura 4.187) como sendo o valor negativo da intercepção e da inclinação, respectivamente.

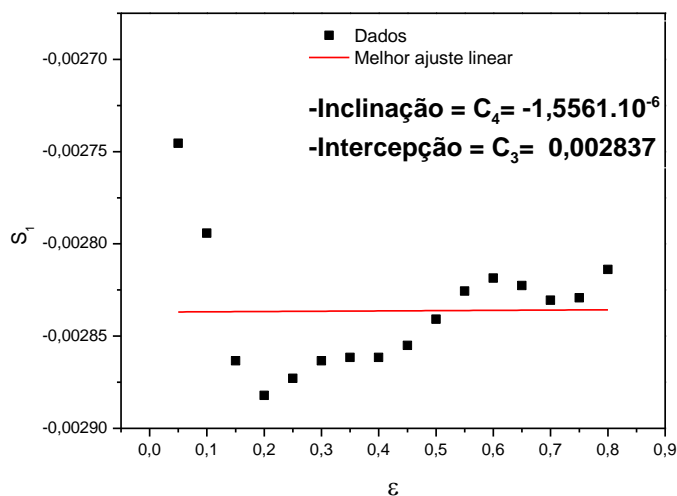


Figura 4.187 Relação entre  $S_1$  e  $\varepsilon$  para a liga Ti-15%Mo.

Os valores das inclinações das retas obtidas pelo gráfico de  $\ln(\sigma)$  pelo  $\ln(\dot{\varepsilon})$  fornecem o valor de  $S_2$  e a partir do gráfico de  $S_2$  versus  $T^*$  (Figura 4.188),  $C_5$  e  $C_6$  são obtidos pelos valores da intercepção e da inclinação, respectivamente. Estes valores de  $C_5$  e  $C_6$  foram otimizados por meio de regressão linear para que se minimizasse o erro entre o valor predito e os valores das tensões experimentais.

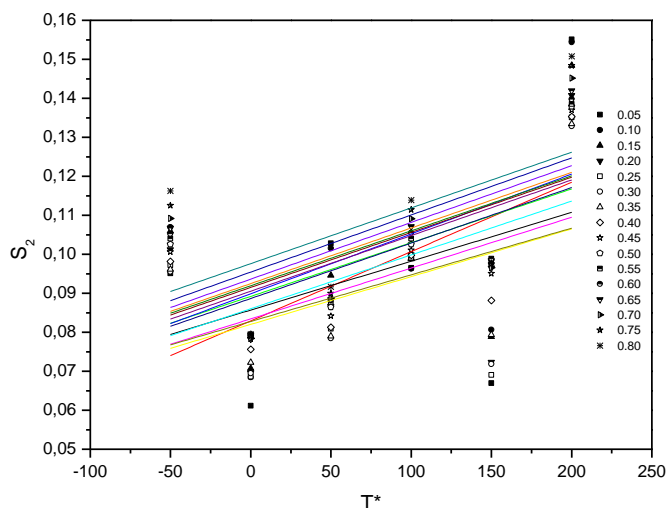


Figura 4.188 Relação entre  $S_2$  e  $T^*$  para a liga Ti-15%Mo.

A média encontrada do valor das intercepções foi de 0,088978 e das inclinações de 0,000141. Após realizada a otimização das constantes  $C_5$  e  $C_6$ , os valores encontrados foram 0,073942 e 0,00026, respectivamente.

A equação obtida de ZA modificada para descrição do comportamento da tensão com a deformação para a liga Ti-15%Mo foi:

$$\sigma = (159,17 + 8,964 \varepsilon^{-0,65075}) \exp\{- (0,00284 - 0,00000156 \cdot \varepsilon) T^* + (0,073942 + 0,00026 \cdot T^*) \ln \dot{\varepsilon}^*\} \quad (4.34)$$

A relação entre as tensões experimentais e tensões previstas pela Equação 4.34 podem ser observadas nos gráficos das Figuras de 4.189 a 4.191, e a Figura 4.192 apresenta a relação entre tensões calculadas pela equação de ZA modificada e as tensões experimentais para todos os pontos analisados para a liga Ti-15%Mo.

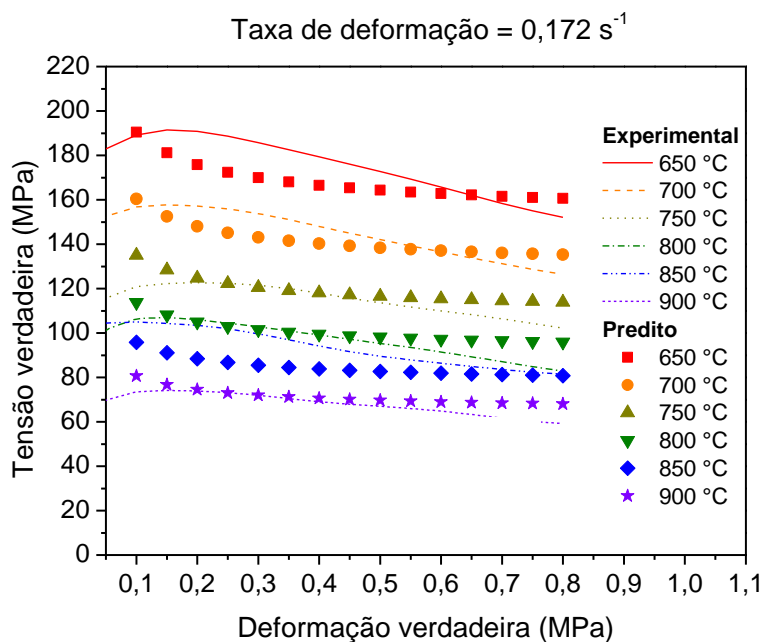


Figura 4.189 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de 0,172 s<sup>-1</sup> e valores preditos pela Equação ZA modificada 4.34 para a liga Ti-15%Mo.

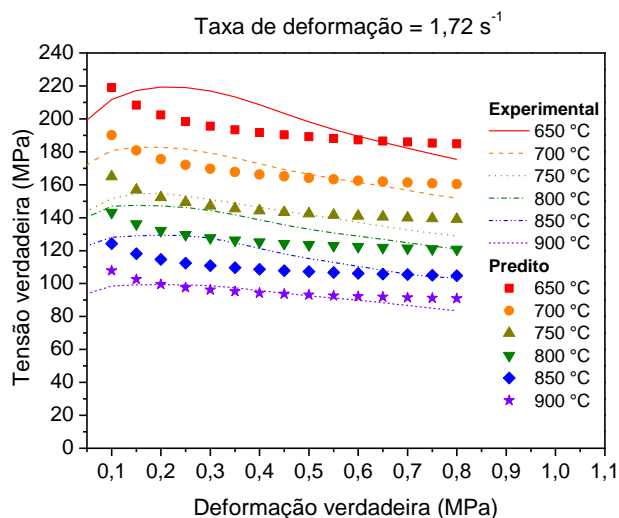


Figura 4.190 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de 1,72 s<sup>-1</sup> e valores preditos pela Equação ZA modificada 4.34 para a liga Ti-15%Mo.

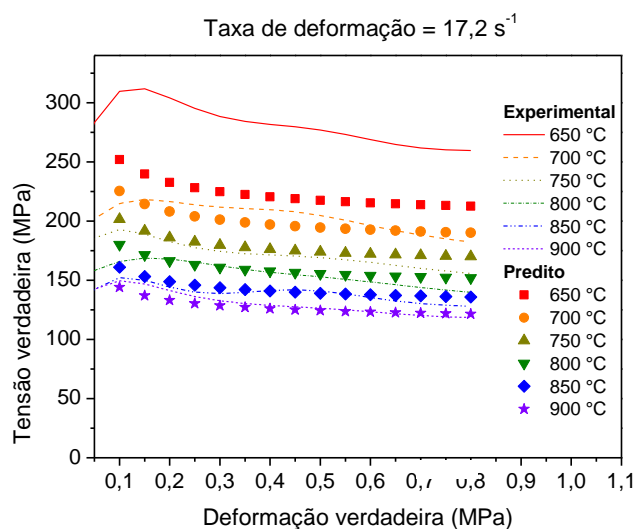


Figura 4.191 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de  $17,2 \text{ s}^{-1}$  e valores preditos pela Equação ZA modificada 4.34 para a liga Ti-15%Mo.

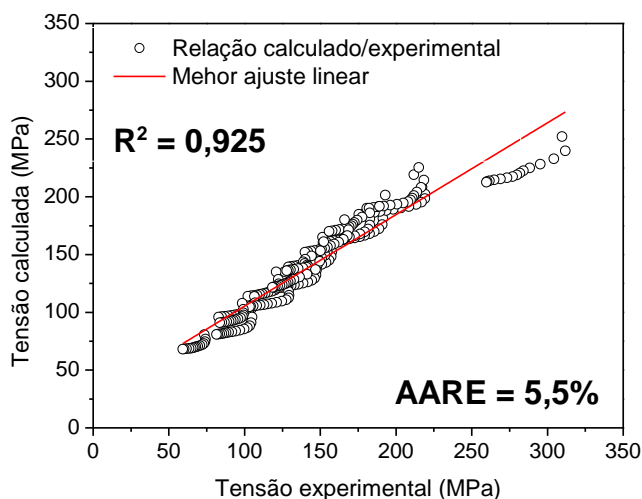


Figura 4.192 Relação entre tensões calculadas pela equação de ZA modificada e as tensões experimentais para todos os pontos analisados para a liga Ti-15%Mo.

Pela Figura 4.192 é possível observar uma baixa linearidade entre os valores de tensão preditos e experimentais, evidenciado pelo valor de  $R^2 = 0,925$ , sendo um resultado inferior aos obtidos pelos modelos anteriormente apresentados para esta liga, assim como os valores desvios entre os valores evidenciados pelo  $EAMP = 5,5\%$ , também superior aos modelos anteriores.

Como realizado para liga TMZF, o primeiro termo da equação de ZA modificada foi alterado para melhor descrever o comportamento do termo de encruamento com a deformação aplicada como a maneira que a equação Johnson-Cook realiza, realizando uma regressão para encontrar uma equação

de 3º grau que representasse o comportamento da curva escolhida como referência (700 °C e 1,72 s<sup>-1</sup>). A equação alterada fica da seguinte maneira:

$$\sigma = (277,93e^3 - 412,9e^2 + 132,56e + 69,45)\exp\{-(0,00284 - 0,000015561.e)T^* + (0,071636 + 0,000271.T^*)\ln\dot{\epsilon}^*\} \quad (4.35)$$

A equação proposta mantém todas as outras constantes com mesmo valor que a equação original (Eq. 4.34). A relação entre as tensões preditas e experimentais calculadas pela Equação 4.35 proposta pode ser visualizada nas Figuras de 4.193 a 4.195 a seguir:

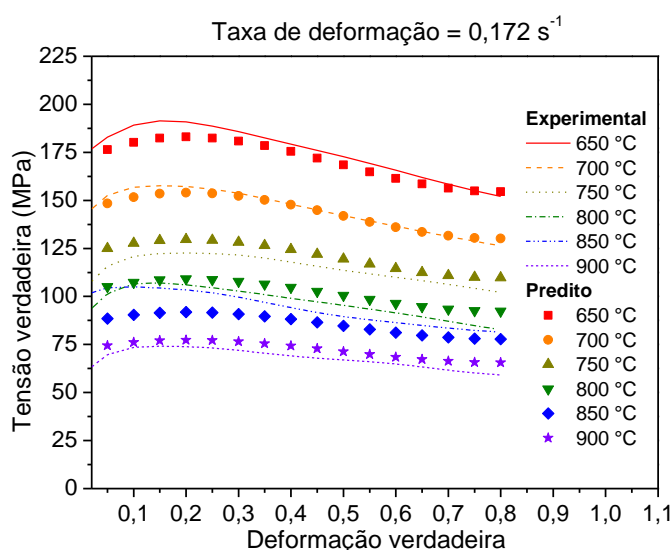


Figura 4.193 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de 0,172 s<sup>-1</sup> e valores preditos pela Equação 4.35 para a liga Ti-15%Mo.

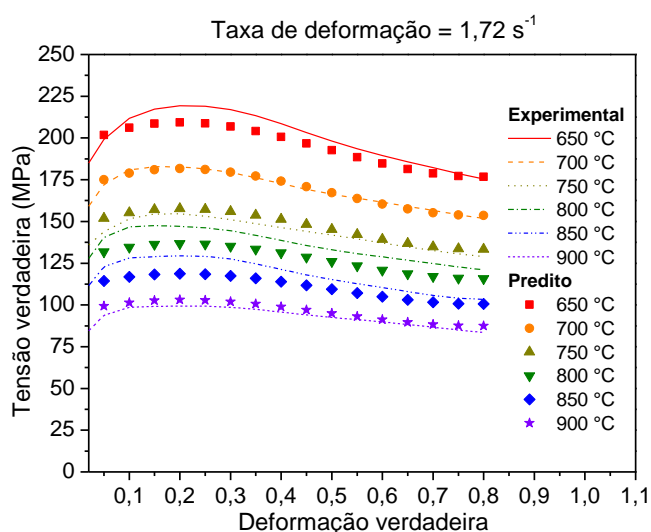


Figura 4.194 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de 1,72 s<sup>-1</sup> e valores preditos pela Equação 4.35 para a liga Ti-15%Mo.



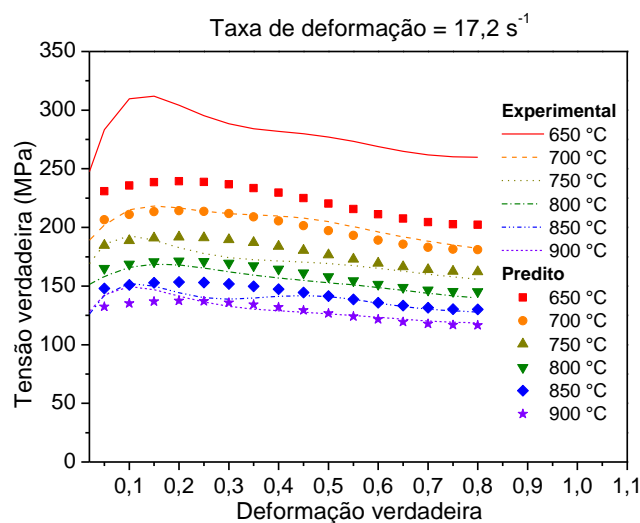


Figura 4.195 Curvas tensão x deformação experimentais para taxa de deformação de  $17,2 \text{ s}^{-1}$  e valores preditos pela Equação 4.35 para a liga Ti-15%Mo.

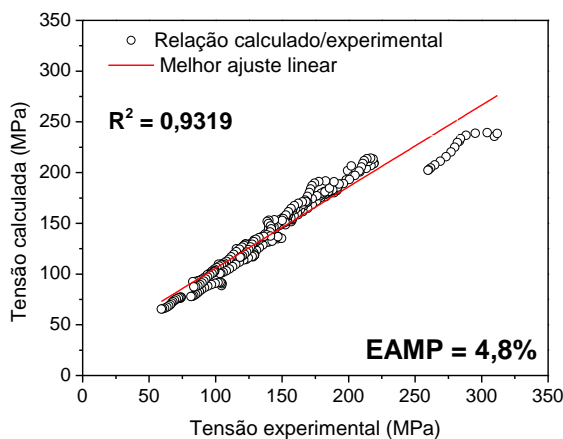


Figura 4.196 Relação entre tensões calculadas pela Equação 4.35 e as tensões experimentais para todos os pontos analisados para a liga Ti-15%Mo.

Pela análise da Figura 4.196, observa-se que a alteração do termo relacionado ao encruamento realizado na Equação 4.35 levou a uma melhor descrição da taxa de encruamento sofrida pela liga Ti-15%Mo, levando a um aumento do valor de  $R^2$ , porém a redução do valor do erro associado à predição foi reduzido em apenas 0,7%. Apesar dos baixos valores, a equação proposta descreveu de maneira eficiente o comportamento para as taxas de deformação de  $0,172$  e  $1,72 \text{ s}^{-1}$ , tendo a contribuição dos valores preditos para a taxa de deformação de  $17,2 \text{ s}^{-1}$ , colaborado de maneira mais efetiva para o aumento do erro associado à predição realizado pela equação. Comparando esse modelo com os anteriores, pode-se observar que entre os três, o modelo de ZA modificado foi o que apresentou menor linearidade entre valores de tensão

predita e experimental ( $R^2$ ) com erros ( $EAMP$ ) da mesma ordem que os anteriores, deste modo este método de modelagem seria o menos vantajoso a ser utilizado em relação aos anteriores, mesmo após alteração do termo de encruamento.

De uma forma geral, considerando-se as duas ligas e os modelos utilizados, verifica-se que o modelo de equação constitutiva que melhor representa o comportamento da evolução da tensão com a deformação em todas as condições de ensaio foi o modelo de Johnson-Cook modificado. Entretanto, o modelo utilizando a equação de Arrhenius com compensação da deformação obteve resultados semelhantes. O grande diferencial do modelo de Arrhenius com compensação da deformação sobre os dois outros empregados, que são puramente matemáticos, é que o de Arrhenius apresenta significado físico de suas constantes. Tais constantes revelaram valores compatíveis com os fenômenos observados em ambas as ligas avaliadas.

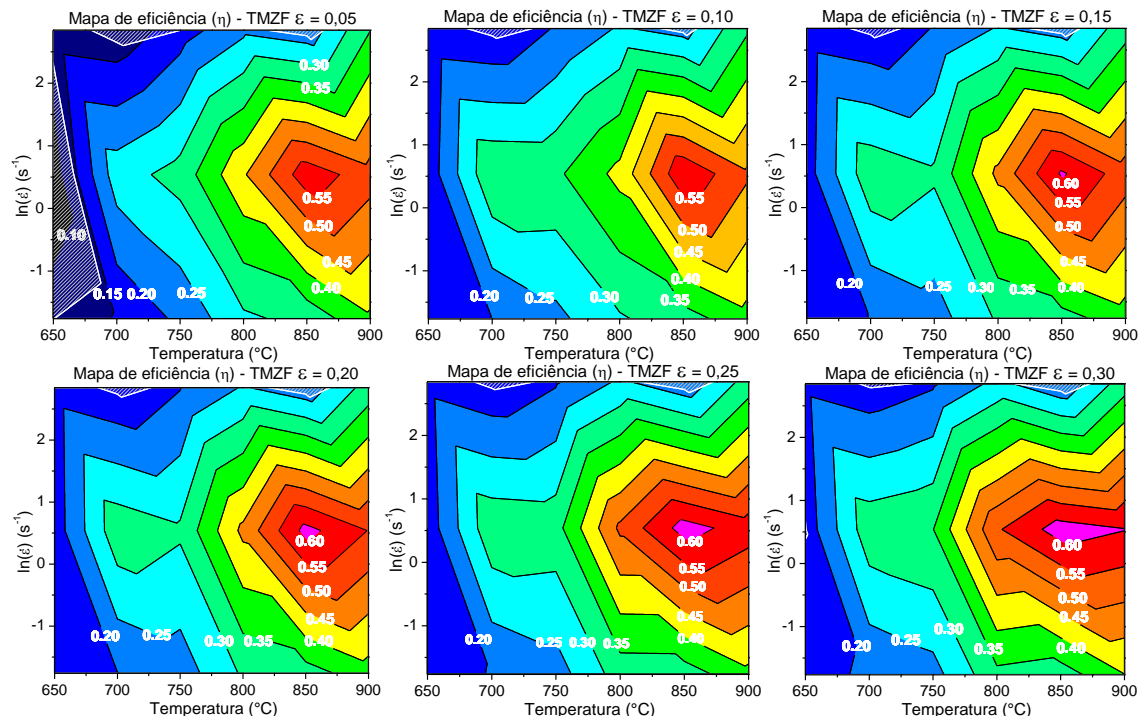
#### **4.10 Mapas de eficiência de dissipação de energia e instabilidade de deformação**

A seguir serão apresentados mapas de eficiência de dissipação de energia, calculados através do parâmetro adimensional ( $\eta$ ). Para uma dada energia aplicada ao processo de deformação, a eficiência de deformação plástica será maximizada quando o material conseguir dissipar maior quantidade de energia interna por meio de fenômenos metalúrgicos dinâmicos, ou seja, com menor perda do trabalho realizado para ocorrência de aquecimento adiabático. Este parâmetro foi calculado em termos do parâmetro de sensibilidade à taxa de deformação ( $m$ ) de acordo com a Equação 2.5 apresentada no item 2.3.3. Apesar de contar com poucos pontos para descrição do mapa (apenas 18 pontos por mapa), é possível obter informações da combinação de taxas de deformação e temperaturas em que há maior eficiência de dissipação de energia e, conseqüentemente, melhores condições de deformação das ligas estudadas no presente trabalho. O mapa de instabilidade de fluxo é apresentado de maneira separada do mapa de eficiência de dissipação de energia para que uma melhor visualização das regiões fosse obtida.

As regiões em vermelho nos mapas de eficiência de dissipação de energia são as que possuem melhores combinações de parâmetros de processamento e as regiões em preto nos mapas de instabilidade são as que resultam em valores negativos do parâmetro de instabilidade e, portanto, podem levar à ocorrência de instabilidade de fluxo de deformação.

#### 4.10.1 Mapas de $\eta$ e $\xi$ para liga TMZF

Os mapas de eficiência de dissipação de energia e regiões de instabilidade de fluxo (áreas hachuradas) calculados para cada nível de deformação a que a liga TMZF foi submetida são apresentados na Figura 4.197, partindo-se de 0,05 de deformação até 0,8. É possível observar que as regiões com maior  $\eta$  ocorrem em temperaturas entre 800 e 900 °C para a faixa de temperaturas analisadas. A taxa de deformação de  $1,72 \text{ s}^{-1}$  (região central dos mapas) foi a que resultou nos melhores valores de energia de dissipação para todos os níveis de deformação analisados.



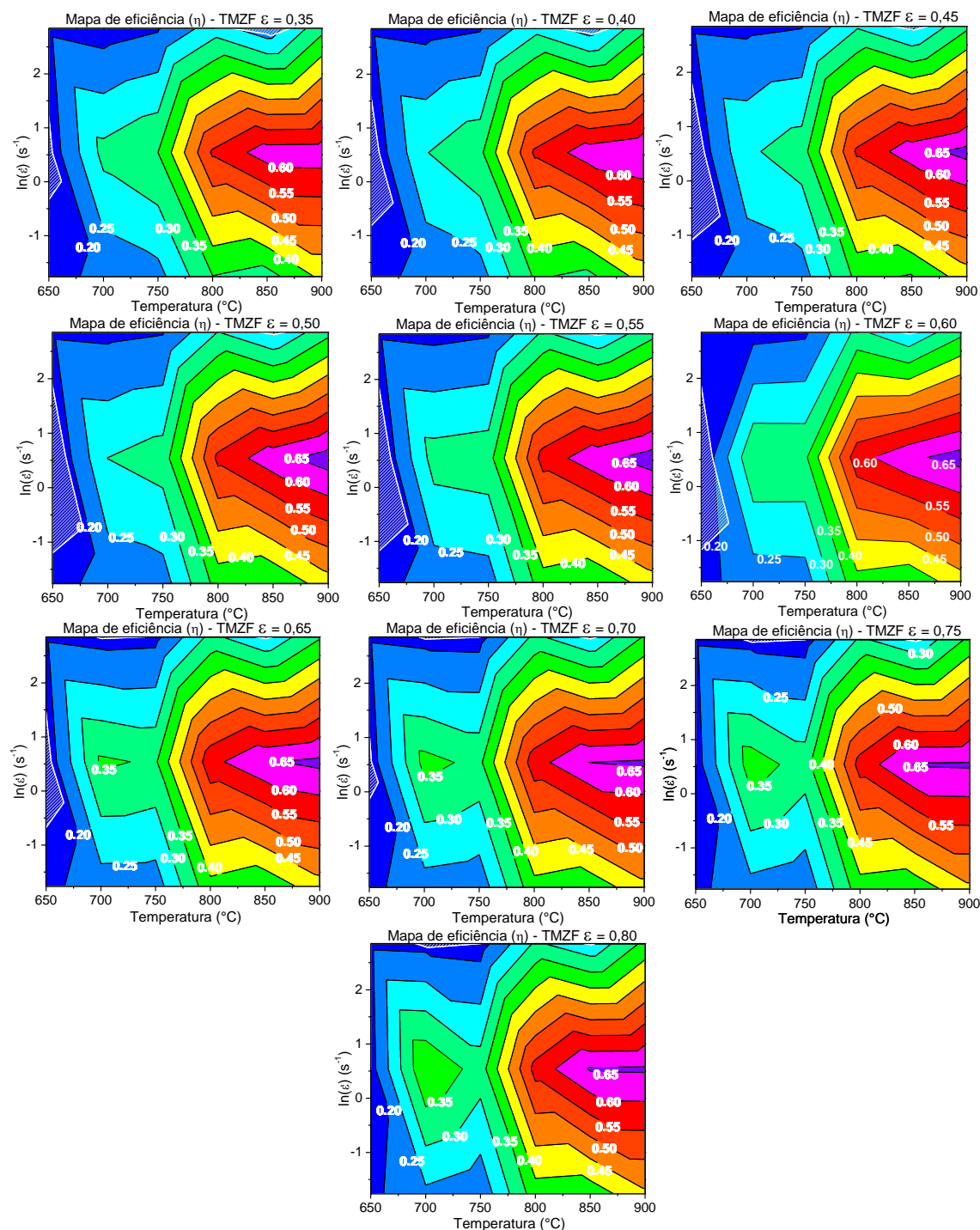


Figura 4.197 Mapas de eficiência de dissipação de energia e regiões de instabilidade de fluxo calculados para a liga TMZF de 0,05 a 0,8 de deformação.

Avaliando-se os mapas de eficiência de dissipação de energia da liga TMZF, observa-se que, abaixo da temperatura de transição da fase beta para a liga ( $T_{\beta} = 743$  °C), houve uma região em que a  $\eta$  foi aumentada. A região, que teve em média um valor de  $\eta = 0,35$  foi resultante da combinação da taxa de deformação de  $1,72 s^{-1}$  a  $700$  °C. Apesar de ter sido a melhor região de eficiência

abaixo da temperatura de transição, esta apresentou praticamente metade do valor de eficiência de dissipação de energia que região entre 850 e 900 °C apresentou para a mesma taxa de deformação.

Através dos mapas de instabilidade da liga TMZF (apresentados pelas áreas hachuradas em branco nas plotagens da Figura 4.197) é possível observar, de maneira geral, que instabilidades foram detectadas em regiões de menores temperaturas de deformação (650 °C) para taxas de 1,72 s<sup>-1</sup>, e para a maior taxa de deformação avaliada combinada a temperaturas de 700 e 850 °C. A combinação de taxa de deformação e temperatura que gerou maior eficiência de dissipação de energia e menor valor de instabilidade de fluxo de deformação para todos os níveis de deformação analisados foi a de 1,72 s<sup>-1</sup> e 900 °C. Assim, estes parâmetros podem ser considerados os mais indicados de acordo com esse método de análise para que se promova a deformação da liga TMZF com maior eficiência, dentro da faixa de parâmetros de processamento aqui analisada.

#### **4.10.2 Mapas de $\eta$ e $\xi$ para liga Ti15%Mo**

Os mapas de eficiência de dissipação de energia ( $\eta$ ) e instabilidade de fluxo ( $\xi$ ), representado pelas áreas hachuradas, foram calculados para cada nível de deformação aplicada à liga, partindo-se, no caso da liga Ti-15%Mo, de 0,2 de deformação até 0,8, sendo apresentados na Figura 4.198. É possível observar que, como no caso da liga TMZF anteriormente analisada, as regiões com maior  $\eta$  ocorrem em temperaturas entre 800 e 900 °C para a faixa de temperaturas analisadas. A taxa de deformação de 1,72 s<sup>-1</sup> (região central dos mapas) também foi a que resultou nos melhores valores de  $\eta$  para todos os níveis de deformação analisados.

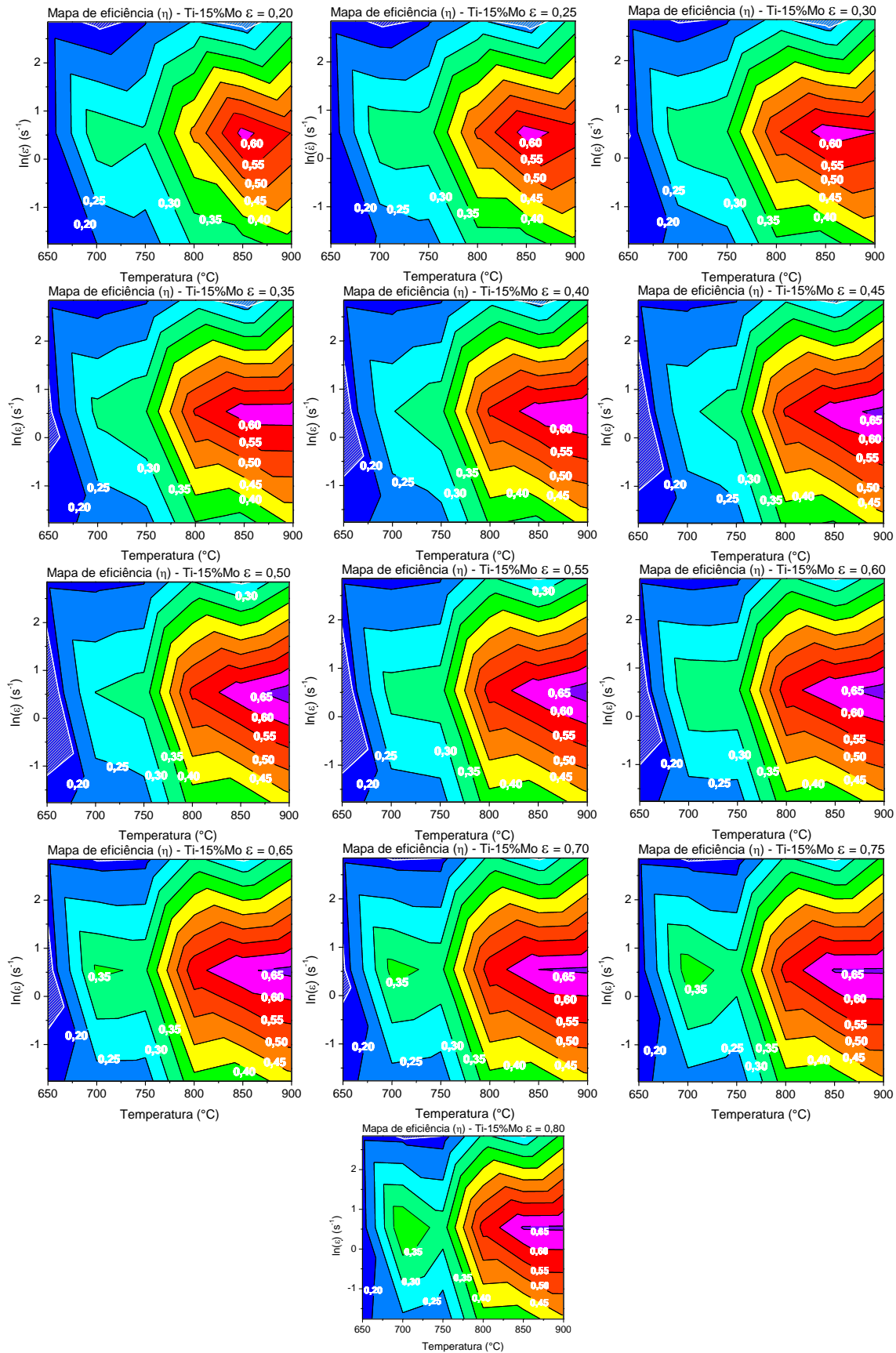


Figura 4.198 Mapas de eficiência de dissipação de energia e regiões de instabilidade de fluxo calculados para a liga Ti-15%Mo de 0,2 a 0,8 de deformação.

É possível observar que abaixo da temperatura de transição da fase beta para a liga Ti-15%Mo ( $T_\beta \approx 774$  °C), houve uma região em que a  $\eta$  foi aumentada. A região, que teve em média um valor de  $\eta = 0,35$  foi resultante da combinação da taxa de deformação de  $1,72 \text{ s}^{-1}$  a  $700$  °C. Apesar de ter sido a melhor região de eficiência abaixo da temperatura de transição, esta apresentou praticamente metade do valor de  $\eta$  que a região entre  $850$  e  $900$  °C apresentou para a mesma taxa de deformação. As regiões apresentadas pelas áreas hachuradas são as regiões que apresentam instabilidade de fluxo de acordo com a Equação 2.6.

Pelos mapas construídos foi possível, de maneira geral, visualizar que as regiões onde alguma instabilidade foi detectada eram referentes a menores temperaturas de deformação ( $650$  °C) para taxas de  $1,72 \text{ s}^{-1}$  e para a maior taxa de deformação avaliada combinada a temperaturas de  $700$  e  $850$  °C. A combinação de taxa de deformação e temperatura que gerou maior eficiência de dissipação de energia e menor valor de instabilidade de fluxo de deformação para todos os níveis de deformação analisados foi a de  $1,72 \text{ s}^{-1}$  e  $900$  °C, sendo estes os parâmetros mais indicados de acordo com esse método de análise, para que se promova a deformação desta liga com maior eficiência, dentro da faixa de parâmetros de processamento aqui analisada.





## 5 CONCLUSÕES

A presença da fase ômega atérmica foi detectada para ambas as ligas nas condições prévias aos ensaios realizados. Não foi possível avaliar ocorrência de alteração da quantidade e distribuição da mesma durante ensaios de compressão realizados, porém as análises dos difratogramas de raios-X indicam um possível aumento da fase ômega durante os ensaios, sendo esta induzida por deformação, assim como a possível ocorrência de decomposição espinodal, sendo que em ambos os casos a interação entre as discordâncias e as fases dispersas influenciam os mecanismos de deformação ocorridos nas ligas analisadas.

Para o caso de ambas as ligas, houve um atraso da ocorrência de fenômenos de recristalização e a recuperação foi o principal mecanismo de amaciamento presente durante a deformação a quente. Para a liga TMZF, houve formação de uma estrutura densa de discordâncias nas regiões dos contornos de grão, onde ocorreram fortes fenômenos de recuperação, que precederam a ocorrência de recristalização quando a mesma ocorreu.

Maclas na escala micro ou nanométrica foram detectadas para as amostras de TMZF, as quais geraram, de maneira macroscópica, a presença de marcas similares a listras na superfície das amostras analisadas por MO. Para a liga Ti-15%Mo, houve a ocorrência de maclas mecânicas de maneira acentuada e visíveis por MO para a maior parte dos parâmetros de processamento analisados, sendo este um mecanismo de deformação importante para a deformação dessa liga.

O modelo de equação constitutiva que obteve maior êxito nas predições da tensão ocorridas durante a deformação de ambas as ligas foi o de Johnson-Cook modificado. Porém, a equação de Arrhenius com compensação da deformação obteve resultados semelhantes. Entretanto, diferentemente dos outros dois modelos que são puramente matemáticos (JC e ZA), o modelo de Arrhenius apresenta significado físico de suas constantes. Tais constantes revelaram valores compatíveis com os fenômenos observados em ambas as

ligas avaliadas, ou seja, que o principal mecanismo de deformação associado aos valores das constantes encontradas é a movimentação de discordâncias controlada por escalagem e, nos estágios iniciais da deformação, os valores das constantes apontam para a ocorrência de tensões internas (associadas aos altos valores da constante  $n$  calculados) em ambas as ligas, as quais são geradas por interações complexas entre discordâncias e fases dispersas. A hipótese de ocorrência deste fenômeno de interação com fases dispersas é compatível com os resultados das caracterizações realizadas, visto que a presença de decomposição espinodal foi detectada pelas análises de raios-X e a presença de fase ômega dispersa na matriz beta em condições prévias aos ensaios foi confirmada por meio de análises por microscopia eletrônica de transmissão.

Pelos mapas de eficiência de dissipação de energia e de instabilidade de deformação, foi determinado que a melhor taxa de deformação dentro das analisadas foi a de  $1,72 \text{ s}^{-1}$  e temperaturas entre 850 e 900 °C para ambas as ligas analisadas.

## 6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Avaliar parâmetros de processamento em temperaturas acima de 900 °C para verificar condições em que a recristalização possa se dar de maneira homogênea e completa para ambas as liga de modo que se obtenha uma microestrutura completamente recristalizada e com propriedades mecânicas homogêneas.

Realizar os ensaios de maneira acoplada ao feixe no Laboratório Nacional de Luz Sincrotron (LNLS-Campinas) para que a alteração da fase ômega e a decomposição espinodal possam ser acompanhadas “in situ”.

Complementar a análise por microscopia eletrônica de transmissão acoplada ao sistema A-Star e mesmo EBSD em microscopia de varredura para que a ocorrência de maclas micrométricas possa ser melhor investigada e entendida.

Repetir e estudar mais profundamente os ensaios com parâmetros de processamento que geraram as curvas experimentais que se afastaram do comportamento esperado para temperaturas de 650 °C e entre 750 e 850 °C, se possível com realização dos ensaios em duplicata.

Realizar análises de deformação *in situ* em microscópios de transmissão eletrônica para que a interação entre as discordâncias, as fases espinodais e a fase ômega dispersa possam ser melhores compreendidas.



## 7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] C. Leyens and M. Peters, *Titanium and Titanium Alloys. Fundamentals and Applications.*, 1st ed. Köln, Germany: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, 2003.
- [2] P. D. A. P. Tschiptschin, “Início da Fabricação do Aço,” 2020. <https://www2.gerdau.com.br/blog-acos-especiais/inicio-da-fabricacao-do-aco> (accessed Mar. 31, 2020).
- [3] V. A. Rodrigues Henriques, P. P. de Campos, C. A. Alves Cairo, and J. C. Bressiani, “Production of titanium alloys for advanced aerospace systems by powder metallurgy,” *Mater. Res.*, vol. 8, no. 4, pp. 443–446, 2005, doi: 10.1590/s1516-14392005000400015.
- [4] K. Wang, “The use of titanium for medical applications in the USA,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 213, no. 1–2, pp. 134–137, 1996, doi: 10.1016/0921-5093(96)10243-4.
- [5] S. Nag, “Influence of beta instabilities on the early stages of nucleation and growth of alpha in beta titanium alloys”, TESE, Ohio State University, 2008.
- [6] G. Yamako *et al.*, “Improving stress shielding following total hip arthroplasty by using a femoral stem made of  $\beta$  type Ti-33.6Nb-4Sn with a Young’s modulus gradation,” *J. Biomech.*, vol. 63, pp. 135–143, 2017, doi: 10.1016/j.jbiomech.2017.08.017.
- [7] F. D. F. Quadros, P. A. B. Kuroda, K. D. S. J. Sousa, T. A. G. Donato, and C. R. Grandini, “Preparation, structural and microstructural characterization of Ti-25Ta-10Zr alloy for biomedical applications,” *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 8, no. 5, pp. 4108–4114, 2019, doi: 10.1016/j.jmrt.2019.07.020.
- [8] Y. H. Song, M. K. Kim, E. J. Park, H. J. Song, K. J. Anusavice, and Y. J. Park, “Cytotoxicity of alloying elements and experimental titanium alloys by WST-1 and agar overlay tests,” *Dent. Mater.*, vol. 30, no. 9, pp. 977–983, 2014, doi: 10.1016/j.dental.2014.05.012.

- [9] C. Li, L. Qin, M. Li, H. Xiao, Q. Wang, and J. Chen, "Influence of deformation strain rate on the mechanical response in a metastable  $\beta$  titanium alloy with various microstructures," *J. Alloys Compd.*, vol. 815, 2020, doi: 10.1016/j.jallcom.2019.152426.
- [10] S. Nag, R. Banerjee, and H. L. Fraser, "Microstructural evolution and strengthening mechanisms in Ti-Nb-Zr-Ta, Ti-Mo-Zr-Fe and Ti-15Mo biocompatible alloys," *Mater. Sci. Eng. C*, vol. 25, no. 3, pp. 357–362, 2005, doi: 10.1016/j.msec.2004.12.013.
- [11] G. E. Dieter, *Mechanical metallurgy*. McGraw-Hill Book Work, 2011.
- [12] Duerig T.W and Williams J.C, "Overview: Microstructure and Properties of Beta Titanium Alloys," in *Beta Titanium alloys in the 80's: Proceedings of the Symposium*, pp. 19–67.
- [13] R.C. Adams, "The Materials Information Company," *Technology*, vol. 2, p. 3470, 2001, doi: 10.1016/S0026-0576(03)90166-8.
- [14] A. H. Plaine, M. R. da Silva, and C. Bolfarini, "Tailoring the microstructure and mechanical properties of metastable Ti–29Nb–13Ta–4.6Zr alloy for self-expansible stent applications," *J. Alloys Compd.*, vol. 800, pp. 35–40, 2019, doi: 10.1016/j.jallcom.2019.06.049.
- [15] Y. Su, F. Kong, F. H. You, X. Wang, and Y. Chen, "The high-temperature deformation behavior of a novel near- $\alpha$  titanium alloy and hot-forging based on the processing map," *Vacuum*, vol. 173, no. December 2019, 2020, doi: 10.1016/j.vacuum.2019.109135.
- [16] I. Weiss and S. L. Semiatin, "Thermomechanical processing of beta titanium alloys - An overview," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 263, no. 2, pp. 243–256, 1999, doi: 10.1016/s0921-5093(98)01155-1.
- [17] P. E. Markovsky, V. I. Bondarchuk, Y. V. Matviychuk, and O. P. Karasevska, "Evolution of microstructure, phase composition, and tensile properties of severely cold deformed titanium metastable  $\beta$  alloy in rapid

- continuous heating,” *Trans. Nonferrous Met. Soc. China (English Ed.)*, vol. 24, no. 5, pp. 1365–1371, 2014, doi: 10.1016/S1003-6326(14)63200-3.
- [18] D. He *et al.*, “Influences of deformation strain, strain rate and cooling rate on the Burgers orientation relationship and variants morphology during  $\beta \rightarrow \alpha$  phase transformation in a near  $\alpha$  titanium alloy,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 549, pp. 20–29, 2012, doi: 10.1016/j.msea.2012.03.110.
- [19] S. Bruschi, G. Buffa, A. Ducato, L. Fratini, and A. Ghiotti, “Phase evolution in hot forging of dual phase titanium alloys: Experiments and numerical analysis,” *J. Manuf. Process.*, vol. 20, pp. 382–388, 2015, doi: 10.1016/j.jmapro.2014.12.001.
- [20] S. Nag, R. Banerjee, and H. L. Fraser, “A novel combinatorial approach for understanding microstructural evolution and its relationship to mechanical properties in metallic biomaterials,” *Acta Biomater.*, vol. 3, no. 3 SPEC. ISS., pp. 369–376, 2007, doi: 10.1016/j.actbio.2006.08.005.
- [21] B. Tang, L. Xiang, Z. Yan, H. Kou, and J. Li, “Effect of strain distribution on the evolution of  $\alpha$  phase and texture for dual-phase titanium alloy during multi-pass forging process,” *Mater. Chem. Phys.*, vol. 228, no. 127, pp. 318–324, 2019, doi: 10.1016/j.matchemphys.2019.02.031.
- [22] J. Chen, J. Li, B. Tang, Y. Chen, and H. Kou, “Microstructure and texture evolution of a near  $\beta$  titanium alloy Ti-7333 during continuous cooling hot deformation,” *Prog. Nat. Sci. Mater. Int.*, vol. 29, no. 1, pp. 50–56, 2019, doi: 10.1016/j.pnsc.2019.01.003.
- [23] A. Mamedov, H. Ozturk, and T. Makas, “Investigation of Mechanical and Microstructural Properties of Ti-6Al-4V Alloy Depending on Hot Forging Process Parameters,” *Procedia Eng.*, vol. 207, pp. 2155–2160, 2017, doi: 10.1016/j.proeng.2017.10.974.
- [24] Q. Y. Zhao, F. Yang, R. Torrens, and L. Bolzoni, “Evaluation of the hot workability and deformation mechanisms for a metastable beta titanium alloy prepared from powder,” *Mater. Charact.*, vol. 149, no. January, pp.

- 226–238, 2019, doi: 10.1016/j.matchar.2019.01.031.
- [25] X. G. Fan, M. Meng, P. F. Gao, and M. Zhan, “Coupled effects of deformation and cooling on the evolution of primary and secondary alpha of two-phase Ti-alloys,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 710, no. October 2017, pp. 271–279, 2018, doi: 10.1016/j.msea.2017.10.106.
- [26] L. He, A. Dehghan-Manshadi, and R. J. Dippenaar, “The evolution of microstructure of Ti-6Al-4V alloy during concurrent hot deformation and phase transformation,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 549, pp. 163–167, 2012, doi: 10.1016/j.msea.2012.04.025.
- [27] N. R. M. Sudhagara Rajan Soundararajan, J. Vishnu, G. Manivasagam, *Titanium Alloys - Novel Aspects of Their Manufacturing and Processing*. 2018.
- [28] O. M. Ivasishin, P. E. Markovsky, Y. V Matviychuk, S. L. Semiatin, C. H. Ward, and S. Fox, “A comparative study of the mechanical properties of high-strength  $\beta$  -titanium alloys,” vol. 457, pp. 296–309, 2008, doi: 10.1016/j.jallcom.2007.03.070.
- [29] A. W. Bowen, “Omega phase embrittlement in aged Ti-15%Mo,” *Scr. Metall.*, vol. 5, no. 8, pp. 709–716, 1971.
- [30] P. J. Bania, “Beta titanium alloys and their role in the titanium industry,” *JOM*, vol. 46, no. 7, pp. 16–19, Jul. 1994, doi: 10.1007/BF03220742.
- [31] E. W. C. Rodney Boyer, Gerhard Welsch, *Materials Properties Handbook: Titanium Alloys*, ASM Handbook. 1994.
- [32] A. Zafari, X. S. Wei, W. Xu, and K. Xia, “Formation of nanocrystalline  $\beta$  structure in metastable beta Ti alloy during high pressure torsion: The role played by stress induced martensitic transformation,” *Acta Mater.*, vol. 97, pp. 146–155, 2015, doi: 10.1016/j.actamat.2015.06.042.
- [33] Y. F. Xu, D. Q. Yi, H. Q. Liu, B. Wang, and F. L. Yang, “Age-hardening behavior, microstructural evolution and grain growth kinetics of isothermal



- $\omega$  phase of Ti-Nb-Ta-Zr-Fe alloy for biomedical applications,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 529, no. 1, pp. 326–334, 2011, doi: 10.1016/j.msea.2011.09.035.
- [34] X. Min, S. Emura, L. Zhang, K. Tsuzaki, and K. Tsuchiya, “Improvement of strength-ductility tradeoff in  $\beta$  titanium alloy through pre-strain induced twins combined with brittle  $\omega$  phase,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 646, pp. 279–287, 2015, doi: 10.1016/j.msea.2015.08.040.
- [35] Y. Zheng *et al.*, “The indirect influence of the  $\omega$  phase on the degree of refinement of distributions of the  $\alpha$  phase in metastable  $\beta$ -Titanium alloys,” *Acta Mater.*, vol. 103, pp. 165–173, 2016, doi: 10.1016/j.actamat.2015.09.053.
- [36] Y. Ohmori, H. Natusi, and K. Nakai, “Crystallographic analysis of alfa phase formation in metastable beta Ti alloy,” *Mater. Trans. JIM*, vol. 39, no. 1, pp. 49–56, 1998.
- [37] B. S. Hickman, “The formation of omega phase in titanium and zirconium alloys: A review,” *J. Mater. Sci.*, vol. 4, no. 6, pp. 554–563, Jun. 1969, doi: 10.1007/BF00550217.
- [38] J. M. Silcock, “An X-ray examination of the  $\omega$  phase in TiV, TiMo and TiCr alloys,” *Acta Metall.*, vol. 6, no. 7, pp. 481–493, 1958, doi: 10.1016/0001-6160(58)90111-1.
- [39] J. C. W. D. de Fontaine, N.E.Paton, “THE OMEGA PHASE TRANSFORMATION IN TITANIUM ALLOYS AS AN EXAMPLE OF DISPLACEMENT CONTROLLED REACTIONS\*,” *Acta Metall.*, vol. 19, no. 1, pp. 1153–1162, 1971.
- [40] T. W. Duerig, G. T. Terlinde, and J. C. Williams, “The Omega Phase Reaction in Titanium Alloy,” 1980, vol. 2, pp. 1299–1130.
- [41] H. B.S, “Omega Phase Precipitation in Alloys of Titanium with Transition Metals,” *Trans. TMS-AIME*, vol. 245, pp. 1329–1335, 1969.

- [42] H. B.S., "Precipitation of the Omega Phase in Titanium-Vanadium Alloys," *J. Inst. Met.*, vol. 96, pp. 330–337, 1968.
- [43] Silcock J.M, Davies M.H., "The Mechanism of Phase Transformations in Solids," *Inst. Met.*, vol. 93, 1956.
- [44] D. Bagariatskii Yu.A, Nosova G.I., Tagunova T.V., "No Title," *Akad. Nauk. SSSR*, vol. 105, p. 1225, 1955.
- [45] R. C. G. Brammer W.G., "No Title," *Phil. Mag.*, vol. 16, no. 477, p. 50, 1967.
- [46] F. Prima, "Evidence of  $\alpha$ -nanophase heterogeneous nucleation from  $\omega$  particles in a  $\beta$ -metastable Ti-based alloy by high-resolution electron microscopy," vol. 54, pp. 645–648, 2006, doi: 10.1016/j.scriptamat.2005.10.024.
- [47] J. F. B. M. K. Koul, "Phase transformations in beta," *Acta Metall.*, vol. 18, pp. 579–587, 1970.
- [48] S. Banerjee and P. Mukhopadhyay, "Chapter 6 Transformations Related to Omega Structures," in *Phase transformations: Titanium and Zirconium Alloys*, vol. 12, 2007, pp. 486–587.
- [49] N. G. I. Bagariatskii Yu.A., "A more accurate determination of Atomic Coordinates of the Metastable  $\omega$ -Phase in Ti-Cr Alloys," *Sov. Phys. Crystallogr. [transl. Krist.]*, vol. 3, no. 17–28, 1958.
- [50] E. Sakedai, H. Hashimoto, and M. Tomita, "Investigation of omega-phase in Ti–Mo alloys by high resolution electron microscopy, image processing and dark-field methods," *Philos. Mag. A*, vol. 64, no. 6, pp. 1201–1208, Dec. 1991, doi: 10.1080/01418619108225343.
- [51] M. Morinaga, M. Kato, T. Kamimura, M. Fukumoto, I. Harada, and K. Kubo, "Theoretical design of beta-type titanium alloys," in *Titanium 92, Science and Technology, The Minerals, Metals & Materials Society*, 1993, pp. 217–224.

- [52] G. H. Zhao, X. Xu, D. Dye, and P. E. J. Rivera-Díaz-del-Castillo, "Microstructural evolution and strain-hardening in TWIP Ti alloys," *Acta Mater.*, vol. 183, pp. 155–164, 2020, doi: 10.1016/j.actamat.2019.11.009.
- [53] D. Raabe, B. Sander, M. Friák, D. Ma, and J. Neugebauer, "Theory-guided bottom-up design of  $\beta$ -titanium alloys as biomaterials based on first principles calculations: Theory and experiments," *Acta Mater.*, vol. 55, no. 13, pp. 4475–4487, 2007, doi: 10.1016/j.actamat.2007.04.024.
- [54] M. Abdel-hady, K. Hinoshita, and M. Morinaga, "General approach to phase stability and elastic properties of beta -type Ti-alloys using electronic parameters," vol. 55, pp. 477–480, 2006, doi: 10.1016/j.scriptamat.2006.04.022.
- [55] M. Abdel-hady, K. Hinoshita, H. Fuwa, Y. Murata, and M. Morinaga, "Change in anisotropy of mechanical properties with beta -phase stability in high Zr-containing Ti-based alloys," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 480, pp. 167–174, 2008, doi: 10.1016/j.msea.2007.06.083.
- [56] P. Laheurte, F. Prima, A. Eberhardt, T. Gloriant, M. Wary, and E. Patoor, "Mechanical properties of low modulus  $\beta$  titanium alloys designed from the electronic approach," *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, vol. 3, no. 8, pp. 565–573, 2010, doi: 10.1016/j.jmbbm.2010.07.001.
- [57] C. Brozek *et al.*, "A  $\beta$ -titanium alloy with extra high strain-hardening rate: Design and mechanical properties," *Scr. Mater.*, vol. 114, pp. 60–64, 2016, doi: 10.1016/j.scriptamat.2015.11.020.
- [58] F. Sun, J. Y. Zhang, M. Marteleur, C. Brozek, E. F. Rauch, and M. Veron, "ScienceDirect A new titanium alloy with a combination of high strength , high strain hardening and improved ductility," vol. 94, pp. 17–20, 2015.
- [59] S. Sadeghpour, S. M. Abbasi, M. Morakabati, A. Kisko, and L. P. Karjalainen, "On the compressive deformation behavior of new beta titanium alloys designed by d-electron method," *J. Alloys Compd.*, vol. 746, pp. 206–217, 2018.

- [60] X. H. Min, S. Emura, L. Zhang, and K. Tsuzaki, "Effect of Fe and Zr additions on  $\omega$  phase formation in  $\beta$  -type Ti – Mo alloys," vol. 497, pp. 74–78, 2008, doi: 10.1016/j.msea.2008.06.018.
- [61] J. Zhang, J. Li, G. Chen, L. Liu, Z. Chen, and Q. Meng, "Materials Characterization Fabrication and characterization of a novel  $\beta$  metastable Ti-Mo-Zr alloy with large ductility and improved yield strength," vol. 139, no. September 2017, pp. 421–427, 2018.
- [62] O. Hanada, S., Izumi, "Transmission electron microscopic observations of mechanical twinning in metastable beta titanium alloys," *Metall. Trans. A*, vol. 17, no. 8, pp. 1409–1420, 1986, doi: 10.1007/BF02650122.
- [63] T. Nishimura, "Effects of Alloying Elements on Deformation Mode in Ti-V Based Beta Titanium Alloy System," *ISIJ Int.*, vol. 35, no. 7, pp. 927–936, 1995.
- [64] L. Wang, W. Lu, J. Qin, F. Zhang, and D. Zhang, "Microstructure and mechanical properties of cold-rolled TiNbTaZr biomedical beta titanium alloy," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 490, pp. 421–426, 2008, doi: 10.1016/j.msea.2008.03.003.
- [65] Y. Yang *et al.*, "Evolution of deformation mechanisms of Ti – 22 . 4Nb – 0 . 73Ta – 2Zr – 1 . 34O alloy during straining," vol. 58, pp. 2778–2787, 2010, doi: 10.1016/j.actamat.2010.01.015.
- [66] X. H. Min, S. Emura, T. Nishimura, K. Tsuchiya, and K. Tsuzaki, "Microstructure, tensile deformation mode and crevice corrosion resistance in Ti-10Mo-xFe alloys," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 527, no. 21–22, pp. 5499–5506, 2010, doi: 10.1016/j.msea.2010.06.016.
- [67] X. H. Min, S. Emura, N. Sekido, T. Nishimura, K. Tsuchiya, and K. Tsuzaki, "Effects of Fe addition on tensile deformation mode and crevice corrosion resistance in Ti-15Mo alloy," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 527, no. 10–11, pp. 2693–2701, 2010, doi: 10.1016/j.msea.2009.12.050.

- [68] H. Tobe, H. Y. Kim, T. Inamura, H. Hosoda, and S. Miyazaki, "Origin of {3 3 2} twinning in metastable  $\beta$ -Ti alloys," *Acta Mater.*, vol. 64, pp. 345–355, 2014, doi: 10.1016/j.actamat.2013.10.048.
- [69] Y. Liu, Y. Ning, Z. Yao, and H. Guo, "Hot deformation behavior of Ti-6.0Al-7.0Nb biomedical alloy by using processing map," *J. Alloys Compd.*, vol. 587, pp. 183–189, 2014, doi: 10.1016/j.jallcom.2013.10.132.
- [70] Z. Zhang, H. Zhou, X. Liu, S. Li, J. Dong, and G. Si, "Hot deformation behavior and processing maps of Ti-1300 alloy," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 604, pp. 111–116, 2014, doi: 10.1016/j.msea.2012.12.050.
- [71] V. Velay, H. Matsumoto, V. Vidal, and A. Chiba, "Behavior modeling and microstructural evolutions of Ti-6Al-4V alloy under hot forming conditions," *Int. J. Mech. Sci.*, vol. 108–109, pp. 1–13, 2016, doi: 10.1016/j.ijmecsci.2016.01.024.
- [72] G. Z. Quan, J. Pan, and Z. hua Zhang, "Phase transformation and recrystallization kinetics in space-time domain during isothermal compressions for Ti-6Al-4V analyzed by multi-field and multi-scale coupling FEM," *Mater. Des.*, vol. 94, pp. 523–535, 2016, doi: 10.1016/j.matdes.2016.01.068.
- [73] Y. B. Tan, J. L. Duan, L. H. Yang, W. C. Liu, J. W. Zhang, and R. P. Liu, "Hot deformation behavior of Ti-20Zr-6.5Al-4V alloy in the  $\alpha+\beta$  and single  $\beta$  phase field," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 609, pp. 226–234, 2014, doi: 10.1016/j.msea.2014.05.014.
- [74] H. Zhan, G. Wang, D. Kent, and M. Dargusch, "Constitutive modelling of the flow behaviour of a  $\beta$  titanium alloy at high strain rates and elevated temperatures using the Johnson-Cook and modified Zerilli-Armstrong models," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 612, pp. 71–79, 2014, doi: 10.1016/j.msea.2014.06.030.
- [75] I. Philippart and H. J. Rack, "High temperature dynamic yielding in metastable Ti-6.8Mo-4.5F-1.5Al," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 243, no. 1–2, pp.

- 196–200, 1998, doi: 10.1016/s0921-5093(97)00800-9.
- [76] H. J. Long, M; Rack, “Titanium 1995: Science and Technology, Institute of Metals, London, 1996, pp. 316–323,” in *P.A. Blenkinsop*, 1996, pp. 316–323.
- [77] A. Momeni, S. M. Abbasi, M. Morakabati, and A. Akhondzadeh, “Yield point phenomena in TIMETAL 125 beta Ti alloy,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 643, pp. 142–148, 2015, doi: 10.1016/j.msea.2015.07.031.
- [78] J. J. Jonas, B. Heritier, and M. J. Luton, “Anneal hardening and flow softening in beta zirconiumniobium alloys,” *Metall. Trans. A*, vol. 10, no. 5, pp. 611–620, May 1979, doi: 10.1007/BF02658325.
- [79] W. G. Johnston and J. J. Gilman, “Dislocation Velocities, Dislocation Densities, and Plastic Flow in Lithium Fluoride Crystals,” *J. Appl. Phys.*, vol. 30, no. 2, pp. 129–144, Feb. 1959, doi: 10.1063/1.1735121.
- [80] S. Ankem, J. G. Shyue, M. N. Vijayshankar, and R. J. Arsenault, “The effect of volume per cent of phase on the high temperature tensile deformation of two-phase TiMn alloys,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 111, no. C, pp. 51–61, 1989, doi: 10.1016/0921-5093(89)90197-4.
- [81] M. S. S. Harold Matgolin, “POLYCRYSTALLINE STRENGTHENING,” *Acta Metall.*, vol. 23, pp. 1411–1418, 1975.
- [82] D. L. McQueen, H.J. ; Bourell, “Formability and Metallurgical Structure,” in *TMS, Warren- dale, PA*, 1987, pp. 344–368.
- [83] X. G. Fan, Y. Zhang, P. F. Gao, Z. N. Lei, and M. Zhan, “Deformation behavior and microstructure evolution during hot working of a coarse-grained Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr-1Zr titanium alloy in beta phase field,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 694, no. March, pp. 24–32, 2017, doi: 10.1016/j.msea.2017.03.095.
- [84] F. Warchomicka, C. Poletti, and M. Stockinger, “Study of the hot deformation behaviour in Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr-1Zr,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol.

- 528, no. 28, pp. 8277–8285, 2011, doi: 10.1016/j.msea.2011.07.068.
- [85] K. Huang and R. E. Logé, “A review of dynamic recrystallization phenomena in metallic materials,” *JMADE*, vol. 111, pp. 548–574, 2016, doi: 10.1016/j.matdes.2016.09.012.
- [86] H. Matsumoto, M. Kitamura, Y. Li, and Y. Koizumi, “Hot forging characteristic of Ti–5Al–5V–5Mo–3Cr alloy with single metastable  $\beta$  microstructure,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 611, pp. 337–344, 2014, doi: 10.1016/j.msea.2014.06.006.
- [87] F. C. Mraizika, “EVOLUTIONS MICROSTRUCTURALES EN COMPRESSION A CHAUD DES ALLIAGES DE TITANE BETACEZ ET 6246 ET INFLUENCE DU FORGEAGE SUR LA TRANSFORMATION  $\beta \rightarrow \alpha$ ,” Ecole Nationale superieure des Mines de St Etienne, 1996.
- [88] L. Li, J. Zhou, and J. Duszczkyk, “Determination of a constitutive relationship for AZ31B magnesium alloy and validation through comparison between simulated and real extrusion,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 172, no. 3, pp. 372–380, 2006, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2005.09.021.
- [89] G. E. Dieter, H. a. Kuhn, and S. L. Semiatin, *Handbook of Workability and Process Design*. 2003.
- [90] I. Balasundar, K. R. Ravi, and T. Raghu, “On the high temperature deformation behaviour of titanium alloy BT3-1,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 684, no. September 2016, pp. 135–145, 2017, doi: 10.1016/j.msea.2016.12.043.
- [91] C. L. Li *et al.*, “Modeling hot deformation behavior of low-cost Ti–2Al–9.2Mo–2Fe beta titanium alloy using a deep neural network,” *J. Mater. Sci. Technol.*, vol. 35, no. 5, pp. 907–916, 2019, doi: 10.1016/j.jmst.2018.11.018.
- [92] W. D. Zeng *et al.*, “Hot workability and microstructure evolution of highly  $\beta$  stabilised Ti–25V–15Cr–0.3Si alloy,” *Mater. Sci. Technol.*, vol. 24, no. 10,

- pp. 1222–1229, Oct. 2008, doi: 10.1179/174328407X185884.
- [93] Y. V. R. K. Prasad, T. Seshacharyulu, S. C. Medeiros, and W. G. Frazier, “Influence of oxygen content on the forging response of equiaxed ( $\alpha+\beta$ ) preform of Ti-6Al-4V: Commercial vs. ELI grade,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 108, no. 3, pp. 320–327, 2001, doi: 10.1016/S0924-0136(00)00832-3.
- [94] S. V. S. Narayana Murty and B. Nageswara Rao, “On the flow localization concepts in the processing maps of titanium alloy Ti-24Al-20Nb,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 104, no. 1, pp. 103–109, 2000, doi: 10.1016/S0924-0136(00)00517-3.
- [95] X. Ma, W. Zeng, B. Xu, Y. Sun, C. Xue, and Y. Han, “Characterization of the hot deformation behavior of a Ti-22Al-25Nb alloy using processing maps based on the Murty criterion,” *Intermetallics*, vol. 20, no. 1, pp. 1–7, 2012, doi: 10.1016/j.intermet.2011.08.027.
- [96] S. V. S. Narayana Murty and B. Nageswara Rao, “On the development of instability criteria during hotworking with reference to IN 718,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 254, no. 1–2, pp. 76–82, 1998.
- [97] N. Srinivasan and Y. V. R. K. Prasad, “Hot-working characteristics of nichrome and the development of a processing map,” *J. Mater. Process. Tech.*, vol. 41, no. 4, pp. 409–424, 1994, doi: 10.1016/0924-0136(94)90005-1.
- [98] Z. Wang, X. Wang, and Z. Zhu, “Characterization of high-temperature deformation behavior and processing map of TB17 titanium alloy,” *J. Alloys Compd.*, vol. 692, pp. 149–154, 2017, doi: 10.1016/j.jallcom.2016.09.012.
- [99] P. R. SILVA, A.L.V.C.; MEI, “No Title,” in *Aços e Ligas Especiais*, 3<sup>a</sup> Ed., São Paulo,: Blucher, 2010.
- [100] H. HELMAN and P. R. CETLIN, *Fundamentos da Conformação Mecânica dos Metais*, 1 Ed. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 1983.



- [101] M. H. Loretto, "Dislocations and properties of real materials: proceedings of the Conference to celebrate the fiftieth anniversary of the concept of dislocation in crystals," in *Dislocations and properties of real materials*, 1985, p. 382, [Online]. Available: <https://books.google.com.br/books?id=fDxRAAAAMAAJ>.
- [102] F. R. N. Nabarro, "Work hardening and dynamical recovery of F.C.C. metals in multiple glide," *Acta Metall.*, vol. 37, no. 6, pp. 1521–1546, 1989, doi: 10.1016/0001-6160(89)90122-3.
- [103] R. E. Reed-Hill, "Physical Metallurgy Principles." D. Van Nostrand Company, New York, 1973.
- [104] A. Rollett, F. Humphreys, G. S. Rohrer, and M. Hatherly, "Recrystallization and Related Annealing Phenomena: Second Edition," *Recryst. Relat. Annealing Phenom. Second Ed.*, pp. 1–628, 2004, doi: 10.1016/B978-0-08-044164-1.X5000-2.
- [105] H. J. McQueen and J. J. Jonas, "Recent advances in hot working: Fundamental dynamic softening mechanisms," *J. Appl. Metalwork.*, vol. 3, no. 3, pp. 233–241, Jul. 1984, doi: 10.1007/BF02833651.
- [106] H. J. McQUEEN, "Plastic Deformation of Materials," in *Academic Press e New York*, R. J. Arsebalt, Ed. 1975, p. 393.
- [107] G. Krauss and A. S. for Metals. Materials Science Division. Seminar Committee, *Deformation, Processing, and Structure: Papers Presented at the 1982 ASM Materials Science Seminar, 23-24 October 1982, St. Louis, Missouri*. ASM, 1984.
- [108] J. J. Jonas, C. M. Sellars, and W. J. M. Tegart, "Strength and structure under hot-working conditions," *Metall. Rev.*, vol. 14, no. 1, pp. 1–24, Jan. 1969, doi: 10.1179/mtlr.1969.14.1.1.
- [109] N. D. Ryan, H. J. McQueen, and J. J. Jonas, "The Deformation Behavior of Types 304, 316, and 317 Austenitic Stainless Steels During Hot Torsion,"

- Can. Metall. Q.*, vol. 22, no. 3, pp. 369–378, Jul. 1983, doi: 10.1179/cmqr.1983.22.3.369.
- [110] C. Ouchi and T. Okita, “Dynamic recrystallization behavior of austenite in Nb-bearing high strength low alloy steels and stainless steel,” *Trans. Iron Steel Inst. Japan*, vol. 22, no. 7, pp. 543–551, 1982, doi: 10.2355/isijinternational1966.22.543.
- [111] W. Roberts and B. Ahlblom, “A nucleation criterion for dynamic recrystallization during hot working,” *Acta Metall.*, vol. 26, no. 5, pp. 801–813, 1978, doi: 10.1016/0001-6160(78)90030-5.
- [112] J. J. Jonas, X. Quelennec, L. Jiang, and É. Martin, “The Avrami kinetics of dynamic recrystallization,” *Acta Mater.*, vol. 57, no. 9, pp. 2748–2756, May 2009, doi: 10.1016/j.actamat.2009.02.033.
- [113] E. S. SILVA, “Caracterização e modelagem do comportamento plástico a quente do aço inoxidável austenítico ISO 5832-9, utilizado em implantes ortopédicos,” Universidade Federal de São Carlos – UFSCa, 2011.
- [114] G. Glover and C. M. Sellars, “Recovery and recrystallization during high temperature deformation of  $\alpha$ -iron,” *Metall. Trans.*, vol. 4, no. 3, pp. 765–775, Mar. 1973, doi: 10.1007/BF02643086.
- [115] D. Ponge and G. Gottstein, “Necklace formation during dynamic recrystallization: mechanisms and impact on flow behavior,” *Acta Mater.*, vol. 46, no. 1, pp. 69–80, Dec. 1998, doi: 10.1016/S1359-6454(97)00233-4.
- [116] E. I. Poliak and J. J. Jonas, “Prediction of Interpass Softening from the Strain Hardening Rate Prior to Unloading,” *ISIJ Int.*, vol. 44, no. 11, pp. 1874–1881, 2004, doi: 10.2355/isijinternational.44.1874.
- [117] M. El Wahabi, L. Gavard, F. Montheillet, J. M. Cabrera, and J. M. Prado, “Effect of initial grain size on dynamic recrystallization in high purity austenitic stainless steels,” *Acta Mater.*, vol. 53, no. 17, pp. 4605–4612,

Oct. 2005, doi: 10.1016/j.actamat.2005.06.020.

- [118] S. H. Cho and Y. C. Yoo, "Determination of the metadynamic recrystallization parameter for AISI 304 stainless steel," *J. Mater. Sci. Lett.*, vol. 18, no. 12, pp. 987–989, 1999, doi: 10.1023/A:1006635812646.
- [119] A. M. Jorge Jr, "Análise do comportamento de Aços Inoxidáveis em Altas Taxas de deformação", TESE, Universidade Federal de São Carlos, 1997.
- [120] Y. Q. Ning, X. Luo, H. Q. Liang, H. Z. Guo, J. L. Zhang, and K. Tan, "Competition between dynamic recovery and recrystallization during hot deformation for TC18 titanium alloy," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 635, pp. 77–85, May 2015, doi: 10.1016/j.msea.2015.03.071.
- [121] R. Bobbili and V. Madhu, "Dynamic recrystallization behavior of a biomedical Ti–13Nb–13Zr alloy," *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, vol. 59, pp. 146–155, Jun. 2016, doi: 10.1016/j.jmbbm.2015.12.025.
- [122] G. Chen, C. Ren, X. Qin, and J. Li, "Temperature dependent work hardening in Ti–6Al–4V alloy over large temperature and strain rate ranges: Experiments and constitutive modeling," *Mater. Des.*, vol. 83, pp. 598–610, Oct. 2015, doi: 10.1016/j.matdes.2015.06.048.
- [123] H. Zhan, G. Wang, D. Kent, and M. Dargusch, "The dynamic response of a metastable  $\beta$  Ti–Nb alloy to high strain rates at room and elevated temperatures," *Acta Mater.*, vol. 105, pp. 104–113, Feb. 2016, doi: 10.1016/j.actamat.2015.11.056.
- [124] Y. C. Lin and X. M. Chen, "A critical review of experimental results and constitutive descriptions for metals and alloys in hot working," *Mater. Des.*, vol. 32, no. 4, pp. 1733–1759, 2011, doi: 10.1016/j.matdes.2010.11.048.
- [125] Z. Cai, H. Ji, W. Pei, B. Wang, X. Huang, and Y. Li, "Constitutive equation and model validation for 33Cr23Ni8Mn3N heat-resistant steel during hot compression," *Results Phys.*, vol. 15, no. July, p. 102633, 2019, doi: 10.1016/j.rinp.2019.102633.

- [126] A. He, G. Xie, H. Zhang, and X. Wang, "A comparative study on Johnson – Cook , modified Johnson – Cook and Arrhenius-type constitutive models to predict the high temperature flow stress in 20CrMo alloy steel," vol. 52, pp. 677–685, 2013.
- [127] G. R. Johnson and W. H. Cook, "Fracture characteristics of three metals subjected to various strains, strain rates, temperatures and pressures," *Eng. Fract. Mech.*, vol. 21, no. 1, pp. 31–48, 1985, doi: 10.1016/0013-7944(85)90052-9.
- [128] Y. Wang, Y. Zhou, and Y. Xia, "A constitutive description of tensile behavior for brass over a wide range of strain rates," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 372, no. 1–2, pp. 186–190, 2004, doi: 10.1016/j.msea.2003.12.009.
- [129] D. Samantaray, S. Mandal, U. Borah, A. K. Bhaduri, and P. V. Sivaprasad, "A thermo-viscoplastic constitutive model to predict elevated-temperature flow behaviour in a titanium-modified austenitic stainless steel," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 526, no. 1–2, pp. 1–6, Nov. 2009, doi: 10.1016/j.msea.2009.08.009.
- [130] H. Mirzadeh and A. Najafizadeh, "Flow stress prediction at hot working conditions," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 527, no. 4–5, pp. 1160–1164, 2010, doi: 10.1016/j.msea.2009.09.060.
- [131] S. Mandal, V. Rakesh, P. V. Sivaprasad, S. Venugopal, and K. V. Kasiviswanathan, "Constitutive equations to predict high temperature flow stress in a Ti-modified austenitic stainless steel," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 500, no. 1–2, pp. 114–121, 2009, doi: 10.1016/j.msea.2008.09.019.
- [132] D. Samantaray, S. Mandal, and A. K. Bhaduri, "A comparative study on Johnson Cook, modified Zerilli-Armstrong and Arrhenius-type constitutive models to predict elevated temperature flow behaviour in modified 9Cr-1Mo steel," *Comput. Mater. Sci.*, vol. 47, no. 2, pp. 568–576, 2009, doi: 10.1016/j.commatsci.2009.09.025.
- [133] H. J. McQueen and N. D. Ryan, "Constitutive analysis in hot working,"

*Mater. Sci. Eng. A*, vol. 322, no. 1–2, pp. 43–63, 2002, doi: 10.1016/S0921-5093(01)01117-0.

- [134] F. Technique and T. Alloys, “Standard Specification for Wrought Titanium – 12 Molybdenum – 6 Zirconium – 2 Iron Alloy for Surgical Implant ( UNS R58120 ) 1,” *Annu. B. ASTM Stand.*, vol. 13, pp. 8–11, 2011, doi: 10.1520/F1813-06.2.
- [135] ASTM, “F2066-08: Standard specification for wrought titanium-15 molybdenum alloy for surgical implant applications (UNS R58150),” *Astm*, no. C. ASTM International, pp. 1–5, 2008, doi: 10.1520/F2066.
- [136] L. C. Campanelli, F. G. Coury, Y. Guo, P. S. C. Pereira da Silva, M. J. Kaufman, and C. Bolfarini, “The role of twinning and nano-crystalline  $\omega$  phase on the fatigue behavior of the metastable  $\beta$  Ti-15Mo alloy,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 729, no. May, pp. 323–330, 2018, doi: 10.1016/j.msea.2018.05.069.
- [137] “Site Sonoelastic.” <https://www.sonelastic.com/pt/productos/sistemas/sonelastic-pequeno-porte.html> (accessed May 26, 2020).
- [138] “Site LCE” <http://www.lce-dema.ufscar.br/equipamentos/> (accessed May 26, 2020).
- [139] ASTM, “ASTM E112-13: Standard test methods for determining average grain size,” *ASTM Int.*, pp. 1–28, 2013, doi: 10.1520/E0112-13.1.4.
- [140] “Site Buhler.” <https://www.buehler.com/minimet-1000-semi-automatic-grinder-polisher.php> (accessed May 26, 2020).
- [141] O. Ettouney and D. E. Hardt, “A Method for In-Process Failure Prediction in Cold Upset Forging,” *J. Eng. Ind.*, vol. 105, no. 3, pp. 161–167, Aug. 1983, doi: 10.1115/1.3185883.
- [142] K. Wang, L. Gustavson, and J. Dumbleton, “Microstructure and Properties of a New Beta Titanium Alloy, Ti-12Mo-6Zr-2Fe, Developed for Surgical

- Implants,” in *Medical Applications of Titanium and Its Alloys: The Material and Biological Issues*, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959: ASTM International, pp. 76-76–12.
- [143] S. Shrivastava and A. S. M. International, “Medical Device Materials,” 2004, [Online]. Available: <https://books.google.com.br/books?id=Jv1Wysf1jv8C>.
- [144] <https://www.atimetals.com/Products/Pages/stryker-tmzf.aspx> (accessed Apr. 20, 2019).
- [145] <https://www.makeitfrom.com/material-properties/UNS-R58150-Titanium-Ti-15Mo> (accessed Apr. 20, 2019).
- [146] S. Luo, P. Castany, and S. Thuillier, “Microstructure, thermo-mechanical properties and Portevin-Le Chatelier effect in metastable  $\beta$  Ti-xMo alloys,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 756, no. December 2018, pp. 61–70, 2019, doi: 10.1016/j.msea.2019.04.018.
- [147] J. Callister William D., *Materials Science and Engineering: An Introduction*, 7th Edition. 2006.
- [148] O. A. Zambrano, J. Valdés, Y. Aguilar, J. J. Coronado, S. A. Rodríguez, and R. E. Logé, “Hot deformation of a Fe-Mn-Al-C steel susceptible of  $\kappa$ -carbide precipitation,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 689, no. September 2016, pp. 269–285, 2017, doi: 10.1016/j.msea.2017.02.060.
- [149] L. M. F. G. Lima, “Estudo da evolução da textura, da microtextura e da mesotextura de recristalização, após baixos graus de deformação a frio, em dois aços ferríticos com baixo teor de carbono.” Autarquia Associada à Universidade de São Paulo, 2005.
- [150] V. Randle, “The coincidence site lattice and the ‘sigma enigma,’” *Mater. Charact.*, vol. 47, no. 5, pp. 411–416, Dec. 2001, doi: 10.1016/S1044-5803(02)00193-6.
- [151] A. Lucci, G. Riontino, M. C. Tabasso, M. Tamanim, and G. Venturello, “Recrystallization and stored energy of dilute copper solid solutions with

- substitutional transition elements of the 4th period,” *Acta Metall.*, vol. 26, no. 4, pp. 615–622, 1978, doi: 10.1016/0001-6160(78)90113-X.
- [152] K. Lücke and K. Detert, “A quantitative theory of grain-boundary motion and recrystallization in metals in the presence of impurities,” *Acta Metall.*, vol. 5, no. 11, pp. 628–637, Nov. 1957, doi: 10.1016/0001-6160(57)90109-8.
- [153] J. W. Cahn, “The impurity-drag effect in grain boundary motion,” *Acta Metall.*, vol. 10, no. 9, pp. 789–798, Sep. 1962, doi: 10.1016/0001-6160(62)90092-5.
- [154] A. M. Trump, “Recrystallization and Grain Growth Kinetics in Binary Alpha Titanium-Aluminum Alloys,” *Univ. Michigan*, TESE, 2017, [Online]. Available:  
[https://deepblue.lib.umich.edu/bitstream/handle/2027.42/137110/amcollet\\_1.pdf?sequence=1&isAllowed=y](https://deepblue.lib.umich.edu/bitstream/handle/2027.42/137110/amcollet_1.pdf?sequence=1&isAllowed=y).
- [155] J. W. Lu, Y. Q. Zhao, P. Ge, and H. Z. Niu, “Microstructure and beta grain growth behavior of Ti-Mo alloys solution treated,” *Mater. Charact.*, vol. 84, no. 96, pp. 105–111, 2013, doi: 10.1016/j.matchar.2013.07.014.
- [156] R. P. M. GUIMARÃES, “Estudo in-situ da solubilização e do envelhecimento da liga  $\beta$ -metaestável Ti-5Al-5Mo-5V- 3Cr-1Zr usando difração de raio-X com luz síncrotron de alta energia,” *Universia de São Paulo*, 2017.
- [157] S. Gourdet and F. Montheillet, “A model of continuous dynamic recrystallization,” *Acta Mater.*, vol. 51, no. 9, pp. 2685–2699, 2003, doi: 10.1016/S1359-6454(03)00078-8.
- [158] X. Gao, W. Zeng, Q. Zhao, S. Zhang, M. Li, and Z. Zhu, “Acquisition of recrystallization information using optical metallography in a metastable beta titanium alloy,” *J. Alloys Compd.*, vol. 727, pp. 346–352, 2017, doi: 10.1016/j.jallcom.2017.08.141.
- [159] Q. Li, M. Niinomi, J. Hieda, M. Nakai, and K. Cho, “Deformation-induced  $\omega$

- phase in modified Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr alloy by Cr addition,” *Acta Biomater.*, vol. 9, no. 8, pp. 8027–8035, 2013, doi: 10.1016/j.actbio.2013.04.032.
- [160] R. Y. S.Q. Wu, D.H. Ping, Y. Yamabe-Mitarai, W.L. Xiao, Y. Yang, Q.M. Hu, G.P. Li b, “{112} <111> Twinning during  $\omega$  to body-centered cubic transition,” *Acta Mater.*, vol. 62, pp. 122–128, 2015, doi: 10.16192/j.cnki.1003-2053.2015.05.004.
- [161] A. George and R. Divakar, “Evidence for spinodal decomposition in Ti-15Mo quenched alloy using transmission electron microscopy,” *Micron*, vol. 121, no. March, pp. 43–52, 2019, doi: 10.1016/j.micron.2019.03.003.
- [162] R. Felhez, T. H. Keijser, J. I. Langford, D. Louer, E. J. Mittemeijer, and E. J. Sonneveld, “Crystal imperfection broadening and peak shape in the Rietveld method,” in *The Rietveld Method*, R. A. Young, Ed. Oxford: Oxford University Press, 1993, pp. 132–166.
- [163] M. R. da Silva *et al.*, “Influence of the deformation rate on phase stability and mechanical properties of a Ti–29Nb–13Ta–4.6Zr– x O alloy analyzed by in situ high-energy X-ray diffraction during compression tests,” *J. Mater. Res.*, vol. 35, no. 14, pp. 1777–1789, Jul. 2020, doi: 10.1557/jmr.2020.150.
- [164] A. Biesiekierski *et al.*, “Extraordinary high strength Ti-Zr-Ta alloys through nanoscaled, dual-cubic spinodal reinforcement,” *Acta Biomater.*, vol. 53, pp. 549–558, 2017, doi: 10.1016/j.actbio.2017.01.085.
- [165] N. B. dos Santos, “Avaliação de um critério de equivalência entre dados de tração a quente e fluência em aços”, DISSERTAÇÃO, Universidade Federal de São Carlos, 2007.
- [166] R. W. Evans and B. Wilshire, *Creep of Metals and Alloys*, 1 Ed. CRC Press, 1985.



## APÊNDICE A



Figura A.1 Amostras da liga TMZF após ensaio isotérmico de compressão a quente a 700 °C, com 0,172; 1,72 e 17,2 s<sup>-1</sup>, da esquerda para a direita, respectivamente.

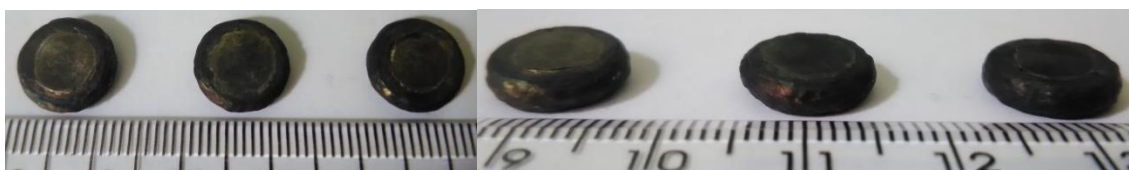


Figura A.2 Amostras da liga TMZF após ensaio isotérmico de compressão a quente a 750 °C, com 0,172; 1,72 e 17,2 s<sup>-1</sup>, da esquerda para a direita, respectivamente.



Figura A.3 Amostras da liga TMZF após ensaio isotérmico de compressão a quente a 800 °C, com 0,172; 1,72 e 17,2 s<sup>-1</sup>, da esquerda para a direita, respectivamente.



Figura A.4 Amostras da liga TMZF após ensaio isotérmico de compressão a quente a 850 °C, com 0,172; 1,72 e 17,2 s<sup>-1</sup>, da esquerda para a direita, respectivamente.



Figura A.5 Amostras da liga TMZF após ensaio isotérmico de compressão a quente a 900 °C, com 0,172; 1,72 e 17,2 s<sup>-1</sup>, da esquerda para a direita, respectivamente.



Figura A.6 Amostras da liga TMZF após ensaio de deformação sob resfriamento contínuo por compressão a quente com intervalo entre passes de 20 segundos, da

esquerda para a direita, 2 passes, 5 passes, 9 passes e 10 passes de deformação, respectivamente.

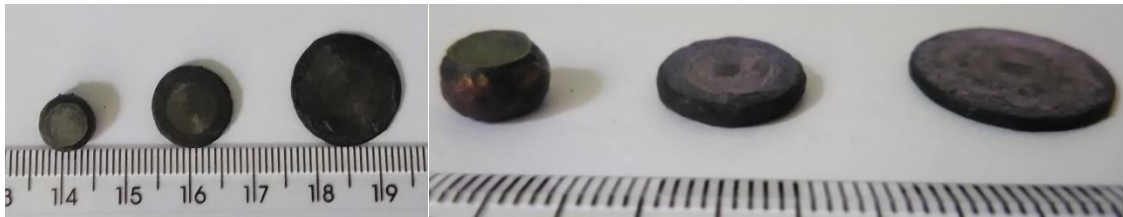


Figura A.7 Amostras da liga TMZF após ensaio de deformação sob resfriamento contínuo por compressão a quente com intervalo entre passes de 50 segundos, da esquerda para a direita, 2 passes, 5 passes e 10 passes de deformação, respectivamente.



Figura A.8 Amostras da liga Ti-15%Mo após ensaio isotérmico de compressão a quente a 700 °C, com 0,172; 1,72 e 17,2 s<sup>-1</sup>, da esquerda para a direita, respectivamente.



Figura A.9 Amostras da liga Ti-15%Mo após ensaio isotérmico de compressão a quente a 750 °C, com 0,172; 1,72 e 17,2 s<sup>-1</sup>, da esquerda para a direita, respectivamente.



Figura A.10 Amostras da liga Ti-15%Mo após ensaio isotérmico de compressão a quente a 800 °C, com 0,172; 1,72 e 17,2 s<sup>-1</sup>, da esquerda para a direita, respectivamente.



Figura A.11 Amostras da liga Ti-15%Mo após ensaio isotérmico de compressão a quente a 850 °C, com 0,172; 1,72 e 17,2 s<sup>-1</sup>, da esquerda para a direita, respectivamente.

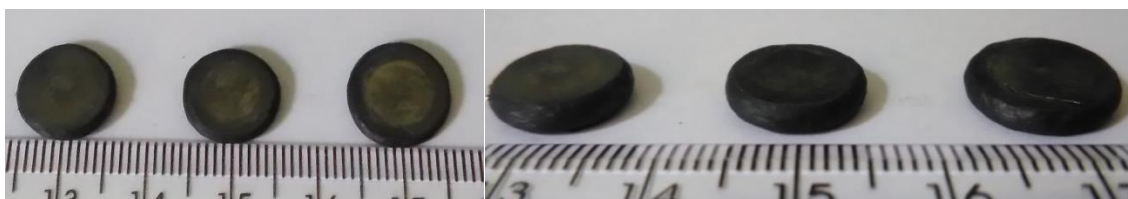


Figura A.12 Amostras da liga Ti-15%Mo após ensaio isotérmico de compressão a quente a 900 °C, com 0,172; 1,72 e 17,2 s<sup>-1</sup>, da esquerda para a direita, respectivamente.



Figura A.13 Amostras da liga Ti-15%Mo após ensaio de deformação sob resfriamento contínuo por compressão a quente com intervalo entre passes de 20 segundos, da esquerda para a direita, 2 passes, 5 passes e 10 passes de deformação, respectivamente.



Figura A.14 Amostras da liga Ti-15%Mo após ensaio de deformação sob resfriamento contínuo por compressão a quente com intervalo entre passes de 50 segundos, da esquerda para a direita, 2 passes, 5 passes e 10 passes de deformação, respectivamente.