

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

DEFORMAÇÃO PLÁSTICA SEVERA DA LIGA Ti-13Nb-13Zr

Diego Alfonso Godoy Pérez

São Carlos-SP  
2017



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

DEFORMAÇÃO PLÁSTICA SEVERA DA LIGA Ti-13Nb-13Zr

Diego Alfonso Godoy Pérez

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

Orientador: Dr. Walter José Botta Filho

Coorientador: Dr. Alberto Moreira Jorge Júnior

Agência Financiadora: CAPES

São Carlos-SP

2017





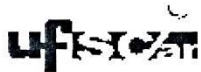
## **DEDICATÓRIA**

Para todas as pessoas que me incentivaram ao longo deste caminho cheio de desafios

## **VITAE DO CANDIDATO**

Graduado em Engenharia Civil Metalúrgica pela Universidade Técnica Federico Santa María (UTFSM) em Valparaíso Chile (2014).





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

---

Assinaturas dos membros da comissão examinadora que avaliou e aprovou a Defesa de Dissertação de Mestrado do candidato Diego Alfonso Godoy Pérez, realizada em 03/03/2017:

---

Prof. Dr. Walter José Botta Filho  
UFSCar

---

Prof. Dr. Claudemiro Bolfarini  
UFSCar

---

Prof. Dr. Junio Gallego  
UNESP



## **AGRADECIMENTOS**

Aos Professores Walter José Botta Filho, Alberto Moreira Jorge Júnior e Claudemiro Bolfarini pela orientação, pelas oportunidades e por toda a confiança depositada em mim.

Ao Laboratório de caracterização estrutural (LCE) por toda disponibilidade para ajudar nos procedimentos experimentais de microscopia.

A toda minha família, em especial aos meus pais, que me apoiaram desde a distancia para concluir este trabalho.

À minha namorada Margarita, por me incentivar a dar o melhor de mim, pela paciência, apoio nas horas de dificuldade.

Aos companheiros de pós-graduação e amigos pelo apoio e por compartilhar bons momentos.

Agradeço à CAPES pelo apoio financeiro, fundamental para a realização deste trabalho.



## RESUMO

Os dispositivos biomédicos utilizados atualmente (próteses, implantes) possuem desempenho satisfatório em muitos casos. No entanto, às vezes, o corpo reage à inserção destes dispositivos exigindo a sua rápida substituição. Algumas destas desvantagens podem ser resolvidas pelo uso de titânio e suas ligas, devido à sua excelente combinação de resistência à corrosão, resistência ao desgaste e biocompatibilidade em comparação com outros biomateriais concorrentes. Este trabalho apresenta a possibilidade de obtenção de liga de titânio quase  $\beta$  com grãos ultrafinos produzidos por deformação plástica severa para três diferentes condições iniciais de microestrutura. Para isso, a liga Ti-13Nb-13Zr foi processada pelo método de processamento de torção sob alta pressão (High-Pressure Torsion - HPT). As amostras foram processadas com diferentes cargas e número de voltas e avaliadas por meio de microdureza Vickers. Amostras como recebidas e deformadas foram analisadas através de difração de raios X. As microestruturas foram observadas por meio de microscopia óptica e eletrônica de varredura. A microtextura e mapeamentos de fase do material foram avaliados através do equipamento ASTAR no microscópio eletrônico de transmissão. Após a caracterização, foi observado que existe um refinamento da microestrutura e aumento da microdureza da liga Ti-13Nb-13Zr deformada por HPT. A microdureza superior do material deformado e os resultados de transformações de fase apontam para uma potencial aplicação como biomaterial nanoestruturado.

**Palavras-chave:** Ti-13Nb-13Zr; Grãos ultrafinos; Deformação plástica severa; Torção sob alta pressão.





## SEVERE PLASTIC DEFORMATION OF TI-13NB-13ZR ALLOY

### ABSTRACT

Biomedical devices currently in use (prostheses, implants) have satisfactory performance in many cases. However, sometimes the body reacts to the device insertion and may lead to its rapid replacement. Some of these disadvantages can be solved by the use of titanium and its alloys, due to their excellent combination of corrosion resistance, wear resistance and biocompatibility compared to other competing biomaterials. This work presents the possibility of obtaining near  $\beta$  titanium alloy with ultrafine grains produced by severe plastic deformation. For this, the Ti-13Nb-13Zr alloy was processed by high-pressure torsion processing method. Samples were processed with different loads and number of turns. The samples were evaluated by Vickers microhardness. As-received and deformed samples were analyzed through X-Ray diffraction. The microstructures were observed by optical microscopy and scanning electron microscope and the microtexture and phase mappings of the material evaluated through the ASTAR equipment in the transmission electron microscope. After characterization, it was observed that there is a refinement of the microstructure and increase of the microhardness of the Ti-13Nb-13Zr alloy deformed by HPT. Due to the superior microhardness of the deformed material and the results of phase transformations indicate a potential application as nanostructured biomaterial.

**Keywords:** Ti- 13Nb-13Zr; Ultrafine grained; Severe plastic deformation; High pressure torsion.



## **PUBLICAÇÕES**

- GODOY, D.A.; JORGE JUNIOR, A. M.; KIMINAMI, C. S.; BOLFARINI, C.; BOTTA, W.J. Ultrafine-Grained Ti-13Nb-13Zr Alloy produced by Severe Plastic Deformation - 22° CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS(22 CBECIMAT). Submetido: Materials Research, janeiro/2017.



## ÍNDICE DE ASSUNTOS

	Pág.
FOLHA DE APROVAÇÃO.....	i
AGRADECIMENTOS.....	iii
RESUMO .....	v
ABSTRACT .....	vii
PUBLICAÇÕES.....	ix
SUMÁRIO .....	xi
ÍNDICE DE TABELAS.....	xiii
ÍNDICE DE FIGURAS .....	xv
SÍMBOLOS E ABREVIATURAS .....	xxxi
1 INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVA .....	1
2 OBJETIVOS.....	3
3 REVISÃO BIBLIGRÁFICA .....	5
3.1 Metalurgia do titânio.....	5
3.2 Deformação plástica do titânio.....	10
3.3 Materiais nanoestruturado e a deformação plástica severa.....	11
3.4 Tratamentos térmicos no Titânio.....	12
3.5 Torção sob alta pressão .....	16
3.6 Titânio para engenharia biomédica.....	22
4 MATERIAIS E MÉTODOS .....	25
4.1 Materiais utilizados para o processamento por HPT.....	26
4.2 Processamento por HPT .....	26
4.3 Tratamentos térmicos .....	27
4.4 Parâmetros no processo de HPT .....	28
4.5 Difração de raios X .....	29
4.6 Microdureza Vickers .....	29
4.7 Caracterização microestrutural .....	30
4.8 Orientação nanocristalina automática e mapeamento de fases .....	33
5 RESULTADOS.....	39
5.1 Caracterização inicial das amostras sem deformação.....	39
5.2 Amostras Resfriadas ao Forno .....	39

5.3	Amostras Resfriadas em Agua.....	43
5.4	Amostras Envelhecidas .....	45
5.5	Caracterização das amostras deformadas pela tecnica de HPT.....	47
5.6	Amostras Resfriadas ao Forno processadas por HPT. ....	47
5.7	Amostras Resfriadas em Agua processadas por HPT. ....	90
5.8	Amostras Envelhecidas processadas por HPT. ....	115
6	DISCUSSÃO .....	141
7	CONCLUSÕES .....	155
8	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....	157
9	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	159

**ÍNDICE DE TABELAS**

	Pág.
Tabela 3.1. Propriedades físicas e mecânicas do titânio puro [5]. .....	5
Tabela 3.2. Influência da concentração dos elementos de liga necessária para reter 100% de $\beta$ [5].....	15
Tabela 3.3. Comparação de elétrons de valência por átomo para várias ligas comerciais [5]. .....	15
Tabela 4.1. Composição química da liga utilizada. ....	26
Tabela 4.2. Parâmetros utilizados no processo de HPT. ....	28
Tabela 4.3. Fichas cristalograficas.....	29
Tabela 5.1. Tabela resumo amostras deformadas com resfriamento no forno. ....	47
Tabela 5.2. Tabela resumo amostras deformadas com resfriamento no forno. ....	48
Tabela 5.3. Tabela resumo amostras deformadas com resfriamento em água. ....	90
Tabela 5.4. Tabela resumo amostras deformadas com envelhecimento. ....	115
Tabela 6.1. Relações entre os valores de microdureza, Hv e as deformações equivalentes, $\epsilon$ . ....	150





## ÍNDICE DE FIGURAS

	Pág.
Figura 3.1. Estrutura cristalina do titânio. O titânio é alotrópico: Estrutura hexagonal compacta ( $\alpha$ ) até 885 ° C e estrutura cubica de corpo centrado ( $\beta$ ) a partir de 885 para 1670 ° C [5].	6
Figura 3.2. Efeito de elementos de liga em diagramas de fase de ligas de titânio [9].	7
Figura 3.3. Sistemas de deslizamentos no Titânio $\alpha$ [5].	10
Figura 3.4. Sistemas de deslizamentos típicos e direções na estrutura cristalina cúbica de corpo centrado [5].	10
Figura 3.5. Diagrama de fase parcial do sistema $\beta$ isomorfo. As fronteiras da fase metastável são mostradas em (a), enquanto as metaestáveis fases presentes à temperatura ambiente, após da tempera desde a temperatura indicada são apresentados em (b). A fase de martensita é indicada por $\alpha'$ [5].	13
Figura 3.6. Esquema do aparelho utilizado pelo Bridgman em que esforço de torção é combinado com longitudinal compressão [30].	17
Figura 3.7. Esquema do processamento HPT [34].	19
Figura 3.8. Parâmetros utilizados na estimativa da deformação total em HPT [34].	19
Figura 3.9. Deformações equivalentes como uma função do número de rotações para diferentes distâncias do centro dos discos HPT calculados utilizando as equações. (5) e (7) [36].	21
Figura 3.10. Diferentes esquemas de representação das punções utilizadas em HPT (a) matriz aberta (não constrito), (b) matriz semi-aberta (quase-constrito) e (c) matriz fechada (constrito) [30].	21
Figura 4.1. Fluxograma das atividades experimentais utilizadas neste trabalho.	25
Figura 4.2. Máquina universal de testes EMIC e detalhe do punção utilizado.	26
Figura 4.3. Forno resistivo a vácuo que trabalha com atmosfera controlada, utilizado para os tratamentos térmicos das amostras iniciais.	27
Figura 4.4. Fluxograma ilustrando o tratamento térmico das amostras da liga Ti-13Nb-13Zr.	28

Figura 4.5. Equipamento de difração de raio-X. ....	29
Figura 4.6. (a) Medidor de dureza Vickers ; (b) Esquema das posições das medições de dureza. ....	30
Figura 4.7. Microscópio óptico. ....	31
Figura 4.8. Microscópio eletrônico de varredura ; a) Microscópio Phillips XL 30 FEG ; b) Microscópio FEI Inspect S50. ....	32
Figura 4.9. Microscópio eletrônico de transmissão. ....	33
Figura 4.10. Detalhe da câmera acoplada no lugar da binocular do MET. ....	34
Figura 4.11. (a) Mapa de orientação para a liga Ti-13Nb-13Zr deformada severamente pelo processo de HPT , (b) mapa de fases (cor amarelo fase $\alpha$ e cor azul fase $\beta$ ) ,(c) mapa de índice de correlação ,(d) mapa de confiabilidade, (e) Mapa de orientação para a liga Ti-13Nb-13Zr deformada severamente pelo processo de HPT , (f) mapa de fases (cor verde fase $\alpha'$ e cor azul fase $\beta$ ) ,(g) mapa de índice de correlação ,(h) mapa de confiabilidade e (i) referência de cores de uma Figura de polo inversa. (barra = 900 nm). ....	36
Figura 5.1. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e sem deformação;(a) microscopia óptica (MO) (barra = 100 $\mu\text{m}$ ) e (b) microscopia eletrônica de varredura (MEV) (barra = 5 $\mu\text{m}$ ). ....	40
Figura 5.2. Micrografia de campo claro virtual obtida via MET/ASTAR para a liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e sem deformação , mostrando os padrões de difração do eixo de zona (111) da fase $\alpha$ e o eixo de zona (111) da fase $\beta$ (barra = 1 $\mu\text{m}$ ). ....	40
Figura 5.3. Mapeamentos por MET/ASTAR da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e sem deformação.(a) mapa de fases (cor amarelo fase $\alpha$ e cor azul fase $\beta$ ), (b) mapa de orientação por identificação automática em MET, (c) referência de cores de uma Figura de polo inversa (barra = 1 $\mu\text{m}$ ). ....	41
Figura 5.4. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr submetida a resfriamento lento no forno à partir do campo $\beta$ . ....	42
Figura 5.5. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e sem deformação. ....	42
Figura 5.6. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQ e sem deformação;(a) MO (barra = 50 $\mu\text{m}$ ) e (b) MEV (barra = 50 $\mu\text{m}$ ). ....	43

Figura 5.7. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr submetida a resfriamento rápido à partir do campo $\beta$ .	44
Figura 5.8. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQ e sem deformação.	44
Figura 5.9. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQAT e sem deformação;(a) MO (barra = 200 $\mu\text{m}$ ) e (b) MEV (barra = 10 $\mu\text{m}$ ).	45
Figura 5.10. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr submetida a resfriamento rápido à partir do campo $\beta$ .	46
Figura 5.11. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQAC e sem deformação.	46
Figura 5.12. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 1 GPa e 1 volta por HPT;(a) MO (barra = 50 $\mu\text{m}$ ) ; (b) MEV (barra = 20 $\mu\text{m}$ ) e (c) MET/ASTAR campo claro virtual (barra = 1 $\mu\text{m}$ ).	49
Figura 5.13. Micrografia por MET/ASTAR da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 1 GPa e 1 volta por HPT.(a) mapa de fases (cor amarelo fase $\alpha$ e cor azul fase $\beta$ ), (b) mapa de orientação por identificação automática em MET (barra = 1 $\mu\text{m}$ ).	50
Figura 5.14. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 1 GPa e 1 volta por HPT.	51
Figura 5.15. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO com deformação de 1 GPa e 1 volta por HPT.	52
Figura 5.16. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 1 GPa e 3 volta por HPT;(a) MO (barra = 50 $\mu\text{m}$ ) ; (b) e (c) MEV ((b) barra = 20 $\mu\text{m}$ ) ,(c) barra = 15 $\mu\text{m}$ ) e (d) MET/ASTAR Figura de campo claro virtual (barra = 1 $\mu\text{m}$ ).	53
.Figura 5.17. Micrografia por MET/ASTAR da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 1 GPa e 3 voltas por HPT.(a) mapa de fases (cor amarelo fase $\alpha$ e cor azul fase $\beta$ ), (b) mapa de orientação por identificação automática em MET (barra = 1 $\mu\text{m}$ ).	54
Figura 5.18. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 1 GPa e 3 voltas por HPT.	54

Figura 5.19. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO com deformação de 1 GPa e 3 voltas por HPT.....	55
Figura 5.20. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 1 GPa e 5 voltas por HPT;(a) MO (barra = 100 $\mu\text{m}$ ) ; (b) MEV (barra = 20 $\mu\text{m}$ ) ;(c) MET de campo claro (barra = 500 nm) e (d) MET/ASTAR Figura de campo claro virtual (barra = 200 nm). ....	56
Figura 5.21. Micrografia por MET/ASTAR da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 1 GPa e 5 voltas por HPT.(a) mapa de fases (cor amarelo fase $\alpha$ e cor azul fase $\beta$ ), (b) mapa de orientação por por identificação automática em MET(barra = 200 nm). ....	57
Figura 5.22. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 1 GPa e 5 voltas por HPT.....	57
Figura 5.23. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO com deformação de 1 GPa e 5 voltas por HPT.....	58
Figura 5.24. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 1.5 GPa e 1 volta por HPT;(a) MO (barra = 50 $\mu\text{m}$ ) ; (b) MEV (barra = 20 $\mu\text{m}$ ). ....	58
Figura 5.25. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 1.5 GPa e 1 volta por HPT.....	59
Figura 5.26. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO com deformação de 1.5 GPa e 1 volta por HPT.....	59
Figura 5.27. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 1.5 GPa e 3 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50 $\mu\text{m}$ ) ; (b) MEV (barra = 20 $\mu\text{m}$ ). ....	60
Figura 5.28. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 1.5 GPa e 3 voltas por HPT.....	60
Figura 5.29. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO com deformação de 1.5 GPa e 3 voltas por HPT.....	61
Figura 5.30. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 1.5 GPa e 5 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50 $\mu\text{m}$ ), (b) MEV (barra = 20 $\mu\text{m}$ ); (c) MO (barra = 200 $\mu\text{m}$ ) e (d) MET/ASTAR figura de campo claro virtual (barra = 3 $\mu\text{m}$ ).....	62

Figura 5.31. Micrografia por MET/ASTAR da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 1.5 GPa e 5 voltas por HPT.(a) mapa de fases (cor amarelo fase $\alpha$ e cor azul fase $\beta$ ), (b) mapa de orientação por por identificação automática em MET (barra = 3 $\mu$ m).....	63
Figura 5.32. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 1.5 GPa e 5 voltas por HPT. ....	63
Figura 5.33. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO com deformação de 1.5 GPa e 5 voltas por HPT.....	64
Figura 5.34. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 2 GPa e 1 volta por HPT;(a) MO (barra = 50 $\mu$ m) ; (b) MEV (barra = 20 $\mu$ m). ....	64
Figura 5.35. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 2 GPa e 1 volta por HPT. ....	65
Figura 5.36. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO com deformação de 2 GPa e 1 volta por HPT. ....	65
Figura 5.37. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 2 GPa e 3 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50 $\mu$ m) ; (b) MEV (barra = 20 $\mu$ m) e (c) MET/ASTAR figura de campo claro virtual (barra = 500 nm).....	66
Figura 5.38. Micrografia por MET/ASTAR da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 2 GPa e 3 voltas por HPT.(a) mapa de fases (cor amarelo fase $\alpha$ e cor azul fase $\beta$ ), (b) mapa de orientação por por identificação automática em MET (barra = 500 nm).....	67
Figura 5.39. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 2 GPa e 3 voltas por HPT. ....	67
Figura 5.40. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO com deformação de 2 GPa e 3 voltas por HPT. ....	68
Figura 5.41. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 2 GPa e 5 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50 $\mu$ m) ; (b) MEV (barra = 20 $\mu$ m). 69	69
Figura 5.42. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 2 GPa e 5 voltas por HPT. ....	69
Figura 5.43. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO com deformação de 2 GPa e 3 voltas por HPT. ....	70

Figura 5.44. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 3 GPa e 1 volta por HPT;(a) MO (barra = 200 $\mu\text{m}$ ) ; (b) MEV (barra = 20 $\mu\text{m}$ ). 70	
Figura 5.45. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 3 GPa e 1 volta por HPT. ....	71
Figura 5.46. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO com deformação de 3 GPa e 1 volta por HPT.....	71
Figura 5.47. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 3 GPa e 3 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50 $\mu\text{m}$ ) ; (b) MEV (barra = 20 $\mu\text{m}$ ) e (c) MET/ASTAR figura de campo claro virtual (barra = 700 nm). ....	72
Figura 5.48. Micrografia por MET/ASTAR da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 3 GPa e 3 voltas por HPT.(a) mapa de fases (cor amarelo fase $\alpha$ e cor azul fase $\beta$ ), (b) mapa de orientação por por identificação automática em MET (barra = 700 nm). ....	73
Figura 5.49. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 3 GPa e 3 voltas por HPT.....	74
Figura 5.50. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO com deformação de 3 GPa e 3 voltas por HPT.....	74
Figura 5.51. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 3 GPa e 5 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50 $\mu\text{m}$ ) ; (b) MEV (barra = 20 $\mu\text{m}$ ). 75	
Figura 5.52. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 3 GPa e 5 voltas por HPT.....	75
Figura 5.53. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO com deformação de 3 GPa e 5 voltas por HPT.....	76
Figura 5.54. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 4.5 GPa e 1 volta por HPT;(a) MO (barra = 50 $\mu\text{m}$ ) ; (b) MEV (barra = 20 $\mu\text{m}$ )......	77
Figura 5.55. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 4.5 GPa e 1 volta por HPT.....	77
Figura 5.56. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO com deformação de 4.5 GPa e 1 volta por HPT.....	78
Figura 5.57. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 4.5 GPa e 3 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50 $\mu\text{m}$ ) ; (b) MEV (barra = 20 $\mu\text{m}$ ); (c) MET (barra = 500 nm) e (d) MET/ASTAR figura de campo claro virtual com	

padrões de difração do eixo de zona (-111) da fase $\alpha$ , eixo de zona (-110) da fase $\beta$ e o eixo de zona (-130) da fase $\omega$ (barra = 1 $\mu\text{m}$ ). .....	79
Figura 5.58. Micrografia por MET/ASTAR da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 4.5 GPa e 3 voltas por HPT.(a) mapa de fases (cor amarelo fase $\alpha$ ,cor azul fase $\beta$ e cor vermelho fase $\omega$ ), (b) mapa de orientação por identificação automática em MET (barra = 1 $\mu\text{m}$ ). .....	80
Figura 5.59. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 4.5 GPa e 3 voltas por HPT. ....	80
Figura 5.60. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO com deformação de 4.5 GPa e 3 voltas por HPT.....	81
Figura 5.61. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 4.5 GPa e 5 volta por HPT;(a) MO (barra = 50 $\mu\text{m}$ ) ; (b) MEV (barra = 20 $\mu\text{m}$ ). .....	82
Figura 5.62. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 4.5 GPa e 5 voltas por HPT. ....	82
Figura 5.63. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO com deformação de 4.5 GPa e 5 voltas por HPT.....	83
Figura 5.64. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 6 GPa e 1 volta por HPT;(a) MO (barra = 50 $\mu\text{m}$ ) ; (b) MEV (barra = 20 $\mu\text{m}$ ). ....	83
Figura 5.65. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 6 GPa e 1 volta por HPT. ....	84
Figura 5.66. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO com deformação de 6 GPa e 1 volta por HPT. ....	84
Figura 5.67. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 6 GPa e 3 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50 $\mu\text{m}$ ) ; (b) MEV (barra = 20 $\mu\text{m}$ ) e (c) MET/ASTAR figura de campo claro virtual (barra = 300 nm).....	85
Figura 5.68. Micrografia por MET/ASTAR da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 6 GPa e 3 voltas por HPT.(a) mapa de fases (cor amarelo fase $\alpha$ ,cor azul fase $\beta$ e cor vermelho fase $\omega$ ), (b) mapa de orientação por identificação automática em MET (barra = 300 nm).....	86
Figura 5.69. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 6 GPa e 3 voltas por HPT. ....	86

Figura 5.70. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO com deformação de 6 GPa e 3 voltas por HPT.....	87
Figura 5.71. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 6 GPa e 5 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50 $\mu$ m) ; (b) e (c) MEV (barra = 20 $\mu$ m).....	88
Figura 5.72. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO e deformada a 6 GPa e 5 voltas por HPT.....	89
Figura 5.73. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FO com deformação de 6 GPa e 5 voltas por HPT.....	89
Figura 5.74. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQ e deformada a 1 GPa e 1 volta por HPT;(a) MO (barra = 50 $\mu$ m) ; (b) MEV (barra = 50 $\mu$ m)...	91
Figura 5.75. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQ e deformada a 1 GPa e 1 volta por HPT.....	91
Figura 5.76. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQ com deformação de 1 GPa e 1 volta por HPT.....	92
Figura 5.77. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQ e deformada a 1 GPa e 3 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50 $\mu$ m); (b) MEV (barra = 100 $\mu$ m).93	93
Figura 5.78. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQ e deformada a 1 GPa e 3 voltas por HPT.....	93
Figura 5.79. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQ com deformação de 1 GPa e 3 voltas por HPT.....	94
Figura 5.80. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQ e deformada a 1 GPa e 5 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50 $\mu$ m); (b) MEV (barra = 20 $\mu$ m)..	95
Figura 5.81. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQ e deformada a 1 GPa e 5 voltas por HPT.....	95
Figura 5.82. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQ com deformação de 1 GPa e 5 voltas por HPT.....	96
Figura 5.83. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQ e deformada a 2 GPa e 1 volta por HPT;(a) MO (barra = 50 $\mu$ m) ; (b) MEV (barra = 20 $\mu$ m)...	96
Figura 5.84. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQ e deformada a 2 GPa e 1 volta por HPT.....	97



Figura 5.85. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQ com deformação de 2 GPa e 1 volta por HPT. ....	97
Figura 5.86. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQ e deformada a 2 GPa e 3 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50 $\mu$ m); (b) MEV (barra = 50 $\mu$ m) e (c) MET/ASTAR figura de campo claro virtual (barra = 3 $\mu$ m).....	98
Figura 5.87. Micrografia por MET/ASTAR da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQ e deformada a 2 GPa e 3 voltas por HPT.(a) mapa de fases (cor amarelo fase $\alpha'$ e cor azul fase $\beta$ ), (b) mapa de orientação por por identificação automática em MET (barra = 3 $\mu$ m).....	99
Figura 5.88. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQ e deformada a 2 GPa e 3 voltas por HPT. ....	99
Figura 5.89. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQ com deformação de 2 GPa e 3 voltas por HPT. ....	100
Figura 5.90. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQ e deformada a 2 GPa e 5 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50 $\mu$ m); (b) MEV (barra = 20 $\mu$ m).101	101
Figura 5.91. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQ e deformada a 2 GPa e 5 voltas por HPT. ....	101
Figura 5.92. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQ com deformação de 2 GPa e 5 voltas por HPT. ....	102
Figura 5.93. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQ e deformada a 3 GPa e 1 volta por HPT;(a) MO (barra = 50 $\mu$ m); (b) MEV (barra = 20 $\mu$ m). 102	102
Figura 5.94. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQ e deformada a 3 GPa e 1 volta por HPT. ....	103
Figura 5.95. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQ com deformação de 3 GPa e 1 volta por HPT. ....	103
Figura 5.96. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQ e deformada a 3 GPa e 3 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50 $\mu$ m); (b) MEV (barra = 20 $\mu$ m) e (c) MET/ASTAR figura de campo claro virtual (barra = 900 nm).....	104
Figura 5.97. Micrografia por MET/ASTAR da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQ e deformada a 3 GPa e 3 voltas por HPT.(a) mapa de fases (cor amarelo fase $\alpha'$ e cor azul fase $\beta$ ), (b) mapa de orientação por por identificação automática em MET (barra = 900 nm).....	105

Figura 5.98. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQ e deformada a 3 GPa e 3 voltas por HPT.....	106
Figura 5.99. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQ com deformação de 3 GPa e 3 voltas por HPT.....	106
Figura 5.100. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQ e deformada a 3 GPa e 5 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50 $\mu$ m); (b) MEV (barra = 50 $\mu$ m).	107
Figura 5.101. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQ e deformada a 3 GPa e 5 voltas por HPT.....	107
Figura 5.102. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQ com deformação de 3 GPa e 5 voltas por HPT.....	108
Figura 5.103. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQ e deformada a 4.5 GPa e 1 volta por HPT;(a) MO (barra = 50 $\mu$ m); (b) MEV (barra = 20 $\mu$ m). .....	109
Figura 5.104. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQ e deformada a 4.5 GPa e 1 volta por HPT.....	109
Figura 5.105. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQ com deformação de 4.5 GPa e 1 volta por HPT.....	110
Figura 5.106. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQ e deformada a 4.5 GPa e 3 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50 $\mu$ m); (b) MEV (barra = 20 $\mu$ m) e (c) MET/ASTAR figura de campo claro virtual (barra = 800 nm). ....	111
Figura 5.107. Micrografia por MET/ASTAR da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQ e deformada a 4.5 GPa e 3 voltas por HPT.(a) mapa de fases (cor amarelo fase $\alpha'$ e cor azul fase $\beta$ ), (b) mapa de orientação por identificação automática em MET (barra = 800 nm). ....	112
Figura 5.108. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQ e deformada a 4.5 GPa e 3 voltas por HPT.....	112
Figura 5.109. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQ com deformação de 4.5 GPa e 3 voltas por HPT.....	113
Figura 5.110. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQ e deformada a 4.5 GPa e 5 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50 $\mu$ m); (b) MEV (barra = 20 $\mu$ m). .....	113

Figura 5.111. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQ e deformada a 4.5 GPa e 5 voltas por HPT. ....	114
Figura 5.112. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQ com deformação de 4.5 GPa e 5 voltas por HPT .....	114
Figura 5.113. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQAT e deformada a 1 GPa e 1 volta por HPT;(a) MO (barra = 50 $\mu$ m); (b) MEV (barra = 10 $\mu$ m). ....	116
Figura 5.114. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQAT e deformada a 1 GPa e 1 volta por HPT. ....	116
Figura 5.115. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQAT com deformação de 1 GPa e 1 volta por HPT. ....	117
Figura 5.116. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQAT e deformada a 1 GPa e 3 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50 $\mu$ m); (b) MEV (barra = 10 $\mu$ m). ....	118
Figura 5.117. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQAT e deformada a 1 GPa e 3 voltas por HPT. ....	118
Figura 5.118. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQAT com deformação de 1 GPa e 3 voltas por HPT. ....	119
Figura 5.119. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQAT e deformada a 1 GPa e 5 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50 $\mu$ m); (b) MEV (barra = 10 $\mu$ m). ....	120
Figura 5.120. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQAT e deformada a 1 GPa e 5 voltas por HPT. ....	120
Figura 5.121. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQAT com deformação de 1 GPa e 5 voltas por HPT. ....	121
Figura 5.122. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQAT e deformada a 2 GPa e 1 volta por HPT;(a) MO (barra = 50 $\mu$ m); (b) MEV (barra = 10 $\mu$ m). ....	121
Figura 5.123. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQAT e deformada a 2 GPa e 1 volta por HPT. ....	122
Figura 5.124. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQAT com deformação de 2 GPa e 1 volta por HPT. ....	122

Figura 5.125. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQAT e deformada a 2 GPa e 3 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50 $\mu\text{m}$ ); (b) MEV (barra = 10 $\mu\text{m}$ ) e (c) MET/ASTAR figura de campo claro virtual (barra = 300 nm). .....	123
Figura 5.126. Micrografia por MET/ASTAR da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQAT e deformada a 2 GPa e 3 voltas por HPT.(a) mapa de fases (cor amarelo fase $\alpha$ , cor azul fase $\beta$ e cor vermelho fase $\omega$ ), (b) mapa de orientação por identificação automática em MET (barra = 300 nm).....	124
Figura 5.127. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQAT e deformada a 2 GPa e 3 voltas por HPT.....	125
Figura 5.128. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQAT com deformação de 2 GPa e 3 voltas por HPT.....	125
Figura 5.129. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQAT e deformada a 2 GPa e 5 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50 $\mu\text{m}$ ); (b) MEV (barra = 10 $\mu\text{m}$ ). .....	126
Figura 5.130. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQAT e deformada a 2 GPa e 5 voltas por HPT.....	126
Figura 5.131. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQAT com deformação de 2 GPa e 5 voltas por HPT.....	127
Figura 5.132. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQAT e deformada a 3 GPa e 1 volta por HPT;(a) MO (barra = 50 $\mu\text{m}$ ); (b) MEV (barra = 10 $\mu\text{m}$ ). .....	128
Figura 5.133. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQAT e deformada a 3 GPa e 1 volta por HPT. ....	128
Figura 5.134. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQAT com deformação de 3 GPa e 1 volta por HPT.....	129
Figura 5.135. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQAT e deformada a 3 GPa e 3 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50 $\mu\text{m}$ ); (b) MEV (barra = 10 $\mu\text{m}$ ) e (c) MET/ASTAR figura de campo claro virtual (barra = 300 nm). .....	130
Figura 5.136. Micrografia por MET/ASTAR da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQAT e deformada a 3 GPa e 3 voltas por HPT.(a) mapa de fases (cor amarelo fase $\alpha$ , cor azul fase $\beta$ e cor vermelho fase $\omega$ ), (b) mapa de orientação por identificação automática em MET (barra = 300 nm).....	131

Figura 5.137. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQAT e deformada a 3 GPa e 3 voltas por HPT. ....	131
Figura 5.138. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQAT com deformação de 3 GPa e 3 voltas por HPT. ....	132
Figura 5.139. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQAT e deformada a 3 GPa e 5 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50 $\mu\text{m}$ ); (b) MEV (barra = 10 $\mu\text{m}$ ). ....	132
Figura 5.140. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQAT e deformada a 3 GPa e 5 voltas por HPT. ....	133
Figura 5.141 -Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQAT com deformação de 3 GPa e 5 voltas por HPT. ....	133
Figura 5.142. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQAT e deformada a 4.5 GPa e 1 volta por HPT;(a) MO (barra = 50 $\mu\text{m}$ ); (b) MEV (barra = 10 $\mu\text{m}$ ). ....	134
Figura 5.143. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQAT e deformada a 4.5 GPa e 1 volta por HPT. ....	134
Figura 5.144. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQAT com deformação de 4.5 GPa e 1 volta por HPT. ....	135
Figura 5.145. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQAT e deformada a 4.5 GPa e 3 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50 $\mu\text{m}$ ); (b) MEV (barra = 10 $\mu\text{m}$ ) e (c) MET/ASTAR Figura de campo claro virtual (barra = 300 nm).....	136
Figura 5.146. Micrografia por MET/ASTAR da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQAT e deformada a 4 GPa e 3 voltas por HPT.(a) mapa de fases (cor amarelo fase $\alpha$ , cor azul fase $\beta$ e cor vermelho fase $\omega$ ), (b) mapa de orientação por identificação automática em MET (barra = 300 nm). ....	137
Figura 5.147. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQAT e deformada a 4.5 GPa e 3 voltas por HPT. ....	137
Figura 5.148. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQAT com deformação de 4.5 GPa e 3 voltas por HPT.....	138
Figura 5.149. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQAT e deformada a 4.5 GPa e 5 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50 $\mu\text{m}$ ); (b) MEV (barra = 10 $\mu\text{m}$ ). ....	138

Figura 5.150. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQAT e deformada a 4.5 GPa e 5 voltas por HPT.....	139
Figura 5.151. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQAT com deformação de 4.5 GPa e 5 voltas por HPT.....	139
Figura 6.1. Distribuições do tamanho de grão medido por MET/ASTAR para as amostras com $\beta$ ST FC com deformações por HPT.....	141
Figura 6.2. Distribuições do tamanho de grão medido por MET/ASTAR para as amostras $\beta$ ST WQ (curvas de cor azul) e amostras $\beta$ ST WQAT (curvas de cor verde) com deformações por HPT.....	142
Figura 6.3. Tamanho do grão medido por MET/ASTAR em relação à pressão do processo HPT para a condição de 3 voltas completas a frio. As amostras $\beta$ ST FC (Curva de cor vermelho), amostras $\beta$ ST WQ (curva de cor azul) e amostras $\beta$ ST WQAT (curva de cor verde). ....	143
Figura 6.4. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST FC (a) MO da amostra sem deformar (barra = 100 $\mu$ m); (b) MEV da amostra deformada com deformação de 6 GPa e 5 voltas por HPT (barra = 10 $\mu$ m). ....	144
Figura 6.5. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQ (a) MEV da amostra sem deformar (barra = 50 $\mu$ m); (b) MEV da amostra deformada com deformação de 3 GPa e 5 voltas por HPT (barra = 20 $\mu$ m). ....	144
Figura 6.6. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com $\beta$ ST WQAT (a) MO da amostra sem deformar (barra = 200 $\mu$ m); (b) MEV da amostra deformada com deformação de 4.5 GPa e 5 voltas por HPT (barra = 50 $\mu$ m). ....	145
Figura 6.7. Dureza de Vickers traçada em relação à deformação equivalente após processamento por HPT para as amostras $\beta$ ST FC. ....	146
Figura 6.8. Dureza de Vickers traçada em relação à deformação equivalente após processamento por HPT para as amostras $\beta$ ST WQ.....	147
Figura 6.9. Dureza de Vickers traçada em relação à deformação equivalente após processamento por HPT para as amostras $\beta$ ST WQAT. ....	147
Figura 6.10. Relação entre o logaritmo natural da dureza (Hv) e o logaritmo natural da deformação equivalente após processamento por HPT para as amostras $\beta$ ST FC. ....	148

Figura 6.11. Relação entre o logaritmo natural da dureza (Hv) e o logaritmo natural da deformação equivalente após processamento por HPT para as amostras $\beta$ ST WQ.....	149
Figura 6.12. Relação entre o logaritmo natural da dureza (Hv) e o logaritmo natural da deformação equivalente após processamento por HPT para as amostras $\beta$ ST WQAT.....	149
Figura 6.13. Distribuições de ângulo de desorientação para as amostras $\beta$ ST FC com deformações por HPT.....	151
Figura 6.14. Distribuições de ângulo de desorientação para as amostras $\beta$ ST WQ (curvas de cor azul) e amostras $\beta$ ST WQAT (curvas de cor verde) com deformações por HPT.....	152
Figura 6.15. Distribuições de fases para as amostras $\beta$ ST FC com deformações por HPT.....	153
Figura 6.16. Distribuições de fases amostras deformadas por HPT ; (a),(b) e (c) Amostras $\beta$ ST e WQ para as letras ; (d),(e) e (f) Amostras $\beta$ ST WQAT. ....	154





## SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

ASTM	American Society for Testing Materials
Ti-CP	Titânio comercialmente puro
CCC	Estrutura cristalina cúbica de corpo centrado
CFC	Estrutura cristalina cúbica de face centrada
HC	Estrutura cristalina hexagonal compacta
HF	Ácido fluorídrico
HNO <sub>3</sub>	Ácido nítrico
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Ácido sulfúrico
HV	Dureza ou microdureza Vickers
M <sub>i</sub>	Linha do início da transformação martensítica
M <sub>f</sub>	Linha do fim da transformação martensítica
T	Temperatura
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
MO	Microscopia óptica
MET	Microscopia eletrônica de transmissão
UFSCar	Universidade Federal de São Carlos
FC	Resfriamento no forno
AC	Resfriamento ao ar
WQ	Resfriamento rápido em água
β ST	Tratamento térmico de solubilização no campo da fase β
β ST WQ	Tratamento térmico de solubilização + Resfriamento rápido em água
β ST FC	Tratamento térmico de solubilização + Resfriamento no forno
AT	Tratamento térmico de envelhecimento
α	Fase alfa com arranjo hexagonal compacto
α'	Estrutura martensítica com arranjo hexagonal
α''	Estrutura martensítica com arranjo ortorrômbico
β	Fase beta com arranjo cúbico de corpo centrado
ω	Fase metaestável Ômega
θ	Ângulo de incidência dos raios X
λ	Comprimento de onda de difração dos raios X [Å]



## 1 INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVA

Em anos recentes, materiais nanoestruturados têm sido assunto de pesquisa intensiva devido as suas propriedades físicas e mecânicas superiores [1]. Estes incluem uma combinação de elevada resistência e ductilidade à temperatura ambiente, baixa temperatura de superplasticidade, alta magnetização de saturação e força coercitiva em materiais magnéticos [2]. Estas propriedades mecânicas e físicas superiores fazem que os materiais nanoestruturados sejam atrativos para inúmeras aplicações avançadas das indústrias biomédica, química, nuclear, transporte, aeroespacial e de produtos esportivos.

Uma abordagem muito promissora para a produção de materiais nanoestruturados é refinar a granulação grosseira dos metais através da deformação plástica severa (SPD-Severe Plastic Deformation, em inglês). As mais desenvolvidas técnicas de SPD são extrusão em canal angular (ECAP-Equal Channel Angular Pressing) e torção sob alta pressão (HPT-High Pressure Torsion) [3].

É bem sabido que o refinamento de grão promove a resistência mecânica e, portanto, podem-se esperar que materiais de granulações ultrafinas possuam uma resistência mecânica muito alta. Além disso, a introdução de uma elevada densidade de discordâncias em materiais metálicos processados por SPD (Nomenclatura utilizada na presente dissertação) pode resultar em ainda maior resistência. No entanto, tudo isso normalmente diminui a ductilidade. Resistência e ductilidade são as principais propriedades mecânicas de qualquer material, mas eles são tipicamente características opostas. Os materiais podem ser resistentes ou dúcteis, mas raramente ambos ao mesmo tempo. Estudos recentes têm mostrado que materiais nanoestruturados podem conduzir a uma combinação excepcionalmente única de elevada resistência e ductilidade [4].

No presente trabalho, a liga de titânio, Ti-13Nb-13Zr, foi submetida à deformação plástica severa através da técnica de HPT (Nomenclatura utilizada na presente dissertação). As amostras foram caracterizadas microestruturalmente através de difração de raios X (DRX) e microscopia

eletrônica de varredura (MEV) e de transmissão (MET). As propriedades mecânicas foram avaliadas através de microdureza Vickers e os resultados foram discutidos em função da evolução microestrutural durante as diferentes condições de processamento.

## 2 OBJETIVOS

O presente projeto teve como objetivo principal a caracterização de amostras da liga Ti-13Nb-13Zr, processadas pela técnica de deformação plástica severa por HPT , sob três condições distintas de microestrutura inicial. Para atingir esse objetivo foram realizados os seguintes estudos:

- Avaliação do efeito de tratamentos térmicos iniciais na microestrutura final após do processo de HPT.
- Avaliação da estabilidade microestrutural e possíveis transformações de fases das amostras processadas por SPD.
- Avaliação das propriedades mecânicas por meio de ensaios de dureza.



### 3 REVISÃO BIBLIGRÁFICA

#### 3.1 Metalurgia do titânio

O titânio foi descoberto na Inglaterra em 1791 pelo mineralogista inglês William Justin Gregor, a partir do mineral conhecido como ilmenita ( $\text{FeTiO}_3$ ) [5]. O titânio como metal não é encontrado livre na natureza, porém é o nono em abundância na crosta terrestre e está presente na maioria das rochas ígneas e sedimentos derivados destas rochas. É encontrado principalmente nos minerais rutilo ( $\text{TiO}_2$ ), ilmenita ( $\text{FeTiO}_3$ ), perovskita ( $\text{CaTiO}_3$ ) e titanita ( $\text{CaTiSiO}_5$ ) [6].

A tabela 3.1 mostra as propriedades físicas e mecânicas do titânio puro[5].

Tabela 3.1. Propriedades físicas e mecânicas do titânio puro [5].

Propriedade	Valor	
Número atômico	22	
Peso atômico (g/mol)	47.90	
<b>Estrutura cristalina</b>		
$\alpha$ : a 885 ° C (HCP)		
$C=4.6832 \text{ \AA}$ , $a=2.9504 \text{ \AA}$ , $c/a= 1.5873$		
$\beta$ : 885 ° C ao ponto de fusão (BCC)		
$a=3.3065 \text{ \AA}$		
<b>Densidade</b>		
Densidade, g/cm <sup>3</sup> (lb/in. <sup>3</sup> )	4.51	(0.163)
$\alpha$ : g/cm <sup>3</sup> (lb/in. <sup>3</sup> ) a 870°C	4.505-4.35	(0.163-0.157)
$\beta$ : g/cm <sup>3</sup> (lb/in. <sup>3</sup> ) a 900°C	4.32	(0.156)
<b>Módulos elásticos, policristalinos.</b>		
Módulo de Young, x10 <sup>3</sup> MPa (x10 <sup>6</sup> psi)	~101	(~14.7)
Módulo de compressão, x10 <sup>3</sup> MPa (x10 <sup>6</sup> psi)	~103	(~15)
Módulo de cisalhamento, x10 <sup>3</sup> MPa (x10 <sup>6</sup> psi)	~44	(~6.4)
<b>Temperatura</b>		
Temperatura de transformação ( $\beta$ transus) °C (°F)	885 °	(1625)
Temperatura de fusão, °C (°F)	1660	(3020)
Temperatura de ebulição, ° C (° F)	3260	(5900)
<b>Espectros de raios X</b>		
$K\alpha$ , A°	2.750	
$K\beta$ , A°	2.514	
K absorção, A°	2.496	

O titânio é alotrópico, em baixas temperaturas, ele existe como uma estrutura cristalina hexagonal compacta (HCP) (Fig.3.1), denominada de fase alfa ( $\alpha$ ). Acima de 882,5°C, a estrutura cristalina estável é a cúbica de corpo centrado (CCC) [5], chamada de fase beta ( $\beta$ ), como mostra a Figura 3.1. A temperatura na qual a transformação do  $\alpha$  (HCP) para  $\beta$  (CCC) ocorre em no titânio puro é referido como temperatura  $\beta$  transus. A adição de elementos de liga altera esta temperatura.

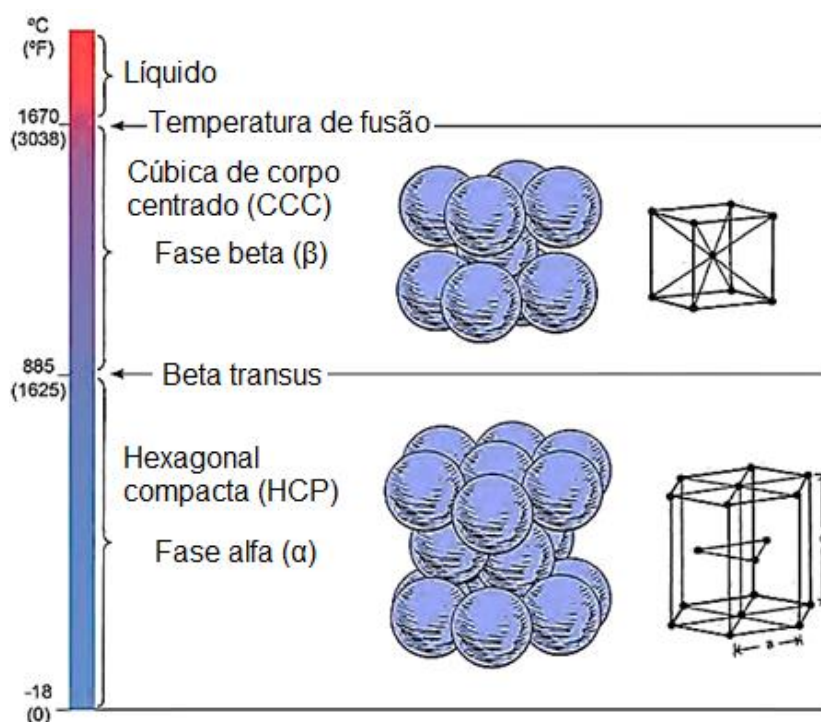


Figura 3.1. Estrutura cristalina do titânio. O titânio é alotrópico: Estrutura hexagonal compacta ( $\alpha$ ) até 885 ° C e estrutura cubica de corpo centrado ( $\beta$ ) a partir de 885 para 1670 ° C [5].

As ligas de titânio são classificadas em três principais grupos: ligas  $\alpha$ , ligas  $\beta$ , ligas  $\alpha+\beta$ , e outros dois secundários: quase- $\alpha$  (near- $\alpha$ ) e quase- $\beta$  (near- $\beta$ ), referindo-se a ligas cuja composição coloca-as perto dos limites da fase  $\alpha$  / ( $\alpha + \beta$ ) e  $\beta$  / ( $\alpha + \beta$ ), respectivamente [7]. Eles são caracterizados pelas fases que existem na liga perto da temperatura ambiente. As temperaturas em que podem existir as fases  $\alpha$  e  $\beta$  são alteradas com



elementos de liga que são adicionados ao titânio puro. Com base na sua influência sobre as proporções das fases  $\alpha$  e  $\beta$  abaixo da  $\beta$  transus, os elementos de liga são divididos em três grupos:  $\alpha$  estabilizadores,  $\beta$  estabilizadores e elementos neutros. Os  $\beta$  estabilizadores abaixam a temperatura  $\beta$  transus e são divididos em dois grupos:  $\beta$  isomorfos e  $\beta$  eutetóides. O grupo  $\beta$  isomorfo contém elementos de liga cuja solubilidade no titânio é ilimitada, tais como vanádio, molibdênio e nióbio. Os elementos do grupo  $\beta$  eutetóide, que têm reações eutetóides com o titânio, incluem o magnésio, ferro, cromo e cobre [8]. A Figura 3.2 mostra a influência dos elementos sobre os diagramas de fases em ligas de titânio [9].

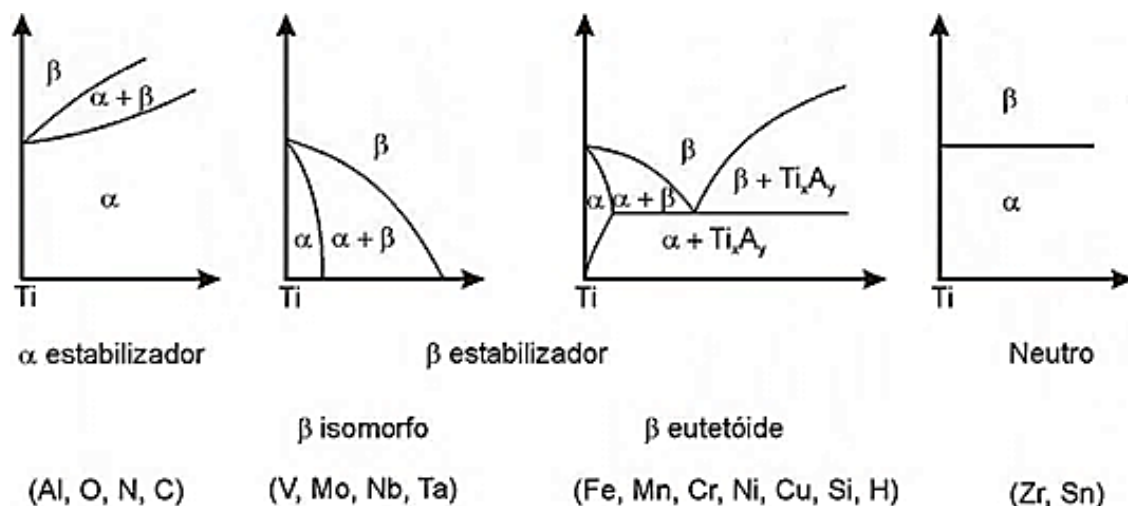


Figura 3.2. Efeito de elementos de liga em diagramas de fase de ligas de titânio [9].

Com base nas adições de liga e fases presentes nas microestruturas, as ligas de Titânio são classificadas como se segue:

### Ligas $\alpha$

As ligas de titânio do tipo  $\alpha$  são ligas monofásicas. As ligas  $\alpha$  têm alta estabilidade e boas propriedades mecânicas em altas temperaturas. Como tais ligas não exibem fases metaestáveis, obtidas através do resfriamento rápido, o emprego de tratamentos térmicos não produz variações significativas em termos microestruturais e de propriedades mecânicas. Titânio comercialmente

puro (CP) e Ti-5Al-2,5Sn são as ligas mais importantes deste tipo. Titânio CP (ASTM graus 1-4) é geralmente laminado a quente, forjado, e tratado termicamente no campo da fase  $\alpha$ . A temperatura de processamento típica para o titânio CP é de 800°C [10]. O tratamento térmico típico é 675°C durante 1 hora e resfriado ao ar. As ligas  $\alpha$  são utilizadas principalmente em indústrias química e de processos de engenharia, onde a resistência à corrosão e a deformabilidade são as principais preocupações. Em termos de comportamento mecânico, as ligas tipo  $\alpha$  caracterizam-se por exibir bom nível de resistência mecânica, alto módulo de elasticidade e boa tenacidade à fratura.

### **Ligas Quase $\alpha$**

São ligas que apresentam pequenas adições (1 a 2%) de  $\beta$  estabilizadoras os quais melhoram a capacidade de trabalho a frio e possuem maior resistência mecânica que as ligas  $\alpha + \beta$  e melhor resistência à deformação comparada as ligas  $\alpha$  simples. Estas ligas não são desejáveis para aplicações criogênicas por não possuírem transição dúctil-frágil e para uso em altas temperaturas por apresentarem elevada resistência à fluência. As ligas Quase  $\alpha$  têm alta estabilidade térmica e boas propriedades em alta temperatura, mas não podem ser tratadas termicamente para modificar sua microestrutura para melhorar suas propriedades mecânicas [10].

### **Ligas $\alpha+\beta$**

As ligas do tipo  $\alpha+\beta$  são ligas com teor entre 4 a 6% de  $\beta$  estabilizadores que permitem expandir o campo  $\alpha+\beta$  até a temperatura ambiente. Nesse tipo de liga, a combinação das fases  $\alpha$  e  $\beta$  leva à obtenção de um ótimo balanço de propriedades, o que é obtido através do controle das frações volumétricas das mesmas e também de suas distribuições a partir de tratamentos térmicos e termomecânicos. Tal procedimento resulta em uma variedade significativa de microestruturas, principalmente quando comparado com as microestruturas das ligas do tipo  $\alpha$ . A liga Ti-6Al-4V é um exemplo de liga do tipo  $\alpha+\beta$  que foi concebida para ser aplicada no setor aeroespacial. Devido à elevada disponibilidade, ótima trabalhabilidade e comportamento mecânico superior em

baixas temperaturas, a liga Ti-6Al-4V tornou-se a composição mais comum entre as ligas de titânio. Além disso, em função dessas características, essa liga é frequentemente aplicada como biomaterial, principalmente em implantes ortopédicos [11].

### **Ligas $\beta$**

As ligas de titânio  $\beta$  foram desenvolvidas como uma alternativa às ligas do tipo  $\alpha+\beta$ , já que apresentam maior facilidade de conformação e podem ser endurecidas por precipitação. Nas ligas  $\beta$ , a fase  $\beta$  é estabilizada à temperatura ambiente por adição de cerca de 30% de elementos  $\beta$  estabilizadores como V, Mo, Nb, Ta, entre outros. As ligas de titânio do tipo  $\beta$  estão sendo exaustivamente avaliadas com o objetivo de aplicação na fabricação de dispositivos para implante ortopédico, pois a estabilização da estrutura cúbica de corpo centrado (CCC) à temperatura ambiente produz um material com baixo módulo de elasticidade, associado à resistência mecânica elevada. As principais vantagens dessa classe de ligas são boa conformabilidade a frio, quando solubilizada, podendo atingir por envelhecimento, níveis razoavelmente altos de resistência mecânica. Por outro lado, a alta densidade e baixa resistência à fluência são as principais desvantagens destas ligas, quando comparadas com as ligas de titânio do tipo  $\alpha+\beta$  [10].

### **Ligas $\beta$ metaestável**

Em ligas contendo 10 a 15% de  $\beta$  estabilizadores, a fase  $\beta$  é retida à temperatura ambiente numa condição metaestável. Nesta condição, as ligas  $\beta$  metaestáveis são, geralmente, termodinamicamente instáveis. Isto pode ser usado como uma vantagem (deformação a frio antes do envelhecimento, por exemplo), permitindo alguma reação de decomposição (precipitação de  $\alpha$ ) durante um tratamento de envelhecimento, a fim de promover endurecimento secundário. Como resultado, as ligas de titânio  $\beta$  metaestáveis geralmente têm maior resistência e conformabilidade melhorada na temperatura ambiente em comparação com as ligas de titânio  $\alpha$  e  $\alpha + \beta$  [12].

### 3.2 Deformação plástica do titânio

Geralmente, a facilidade de deformação plástica de materiais metálicos aumenta da estrutura hexagonal compacta (HCP) para a cúbica de corpo centrado (CCC) e depois para a cúbica de face centrada (CFC) [5]. O número de sistemas de planos de escorregamento na estrutura hexagonal compacta é de três e de doze para a estrutura cúbica de corpo centrado (Figura 3.3 e Figura 3.4). Com essa característica o titânio  $\alpha$  apresenta baixa plasticidade. A consequente baixa ductilidade que é observada é resultado da deformação adicional dos sistemas de escorregamento secundários, assim como a possível maclagem. O titânio  $\beta$ , é caracterizado pela grande facilidade de processamento mecânico quando comparado com as ligas  $\alpha$ .

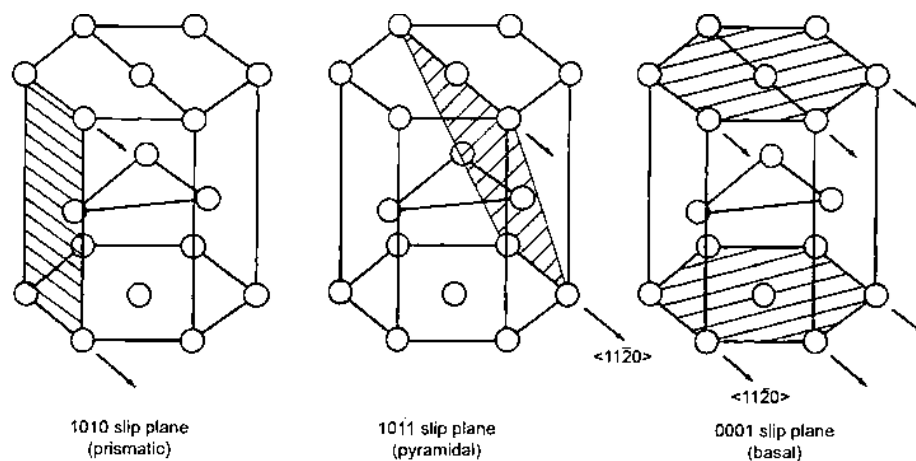


Figura 3.3. Sistemas de deslizamentos no Titânio  $\alpha$  [5].

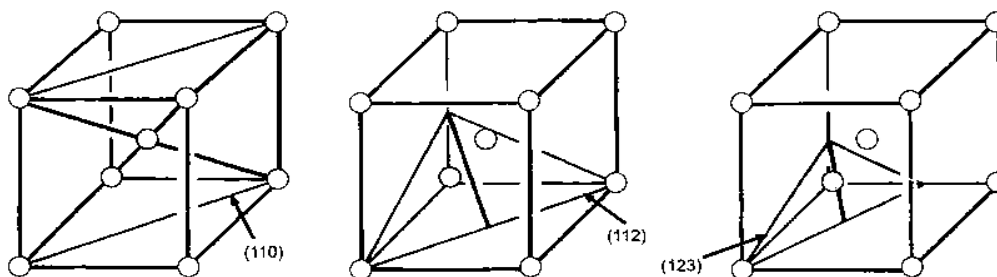


Figura 3.4. Sistemas de deslizamentos típicos e direções na estrutura cristalina cúbica de corpo centrado [5].

### 3.3 Materiais nanoestruturado e a deformação plástica severa

O conceito de deformação plástica severa (SPD) baseia-se no fato de que uma amostra de metal é sujeita a uma grande deformação plástica ( $\epsilon > 4-6$ ) sob estado de tensão complexa e pressão hidrostática muito alta, levando ao refino dos grãos para dentro da escala de submicro e nanométrica [13]. Dependendo do tamanho de grão final, os materiais com estrutura de grãos ultrafinos (UFG - *ultrafine-grained*) foram classificados como [14]:

1. Os materiais sub-microcristalinos são aqueles com um tamanho de grão na faixa de 100-1000 nm;
2. Os materiais nanocristalinos são aqueles com um tamanho de grão inferior a 100 nm.

Materiais nanocristalinos podem apresentar propriedades especiais como maior resistência mecânica, tenacidade, resistência à fadiga e resistência ao desgaste. Estas propriedades podem ser melhoradas, através do aumento da densidade de contornos de grão. Tais contornos de grão atuam como barreiras para o deslizamento de discordâncias. Com a redução do tamanho de grão, a área referente aos contornos de grão aumenta. Assim, as discordâncias se moverão por pequenas distâncias antes de encontrarem o contorno de grão e serem bloqueadas. Com este bloqueio ao deslizamento de discordâncias, o material tem sua resistência mecânica aumentada [15].

As primeiras observações de produção de materiais com granulação ultrafina (UFG) apareceram na literatura científica no início de 1990 em várias publicações por Valiev et al. relacionado com metais puros e ligas [16], [17]. É importante notar que essas primeiras publicações forneceram uma demonstração direta da capacidade de empregar deformação plástica severa na produção de materiais volumosos com microestruturas bastante homogêneas e equiaxiais com tamanhos de grão na faixa submicrométrica ou nanométrica e com uma grande fração de grãos com contornos de alto ângulo. Atualmente, a formação da estrutura UFG por deformação plástica severa (SPD) é mostrado em muitos metais e ligas. Além disso, recentemente, umas séries de outras características nanoestruturais têm sido reveladas em materiais processados por SPD. O tipo e a morfologia de seus elementos

nanoestruturados e a sua densidade determinam as propriedades mecânica, química, e físicas dos nanomateriais volumosos [18].

A nanoestruturação de materiais volumosos considera um maior número de parâmetros estruturais relacionadas com o tamanho e forma do grão, reticulado de grão, e também a presença de segregações e nanopartículas de segunda fase. Isto proporciona uma oportunidade de variar os mecanismos de transporte e, portanto, pode aumentar drasticamente as propriedades mecânicas [18].

### 3.4 Tratamentos térmicos no Titânio

Para entender plenamente os princípios de tratamento térmico das ligas de titânio, é necessário primeiro entender as transformações que podem ocorrer. Por exemplo, a fase  $\beta$  em alta temperatura pode sofrer uma decomposição térmica para titânio martensítico ( $\alpha'$ ) ou ômega ( $\omega$ ). Além disso, a fase  $\beta$  pode decompor-se por um processo de nucleação e crescimento para formar as fases em equilíbrio de alfa ( $\alpha$ ) ou  $\omega$  isotérmica ( $\omega_{iso}$ ), " $\beta'$ , fase metaestável com estrutura cúbica pobre em soluto", ou eutetóide mais compostos de  $\alpha$ . Embora a fase  $\alpha$  possa também se decompor para formar uma fase martensítica com estrutura ortorrômbica ( $\alpha''$ ). Por conseguinte, controlando a transformação de  $\beta$  e produzindo uma variedade de microestruturas, assim propriedades mecânicas, pode ser desenvolvidas e controladas em ligas de titânio.

Fases metaestáveis encontradas em ligas de titânio são martensita,  $\beta$  metaestável,  $\omega$ , e  $\beta'$ . Para indicar tais fases em diagramas de fase, as linhas tracejadas são muitas vezes utilizadas para delinear as fronteiras de fase metaestáveis para diferenciá-las das fronteiras de fases em equilíbrio [5]. A Figura 3.5(a) é um esquema do diagrama de fases binário que mostra os contornos da fase metastável  $\alpha'$ , martensita. A  $M_S$  indica a temperatura do começo da transformação da martensita, e a  $M_F$  indica a temperatura final da transformação da martensita. A transformação de  $\beta$  para martensita começa à temperatura  $M_S$ , e toda a fase  $\beta$  extinta se transforma em martensita, quando a  $M_S$  tiver sido atingida. Ao atingir a temperatura  $M_S$ ,  $\beta$  subitamente começa a

transformar através de um processo de cisalhamento. A transformação é tão brusca (isto é, sem difusão) que a liga fica com alto teor de fase  $\beta$  retida. Se o teor de liga é maior do que no  $\alpha$  transus, o resultado é uma fase  $\alpha$  supersaturada, que é a martensita. A Figura 3.5(b) descreve as fases que existem à temperatura ambiente na têmpera da área indicada. Composição  $C_1$  é a intersecção da temperatura  $M_F$  com a temperatura ambiente, e  $C_2$  é a intersecção  $M_S$ . As ligas com menor teor que  $C_1$  ao temperar desde a região  $\beta$  contém apenas a fase  $\alpha$  martensítica ( $\alpha'$ ). Em concentrações entre  $C_1$  e  $C_2$ , a transformação da martensita não se completa [5]. Assim, a estrutura é composta por  $\alpha'$  e  $\beta$ . Finalmente, em concentrações superiores a  $C_2$ , apenas a fase  $\beta$  está presente após têmpera da região de  $\beta$  [5].

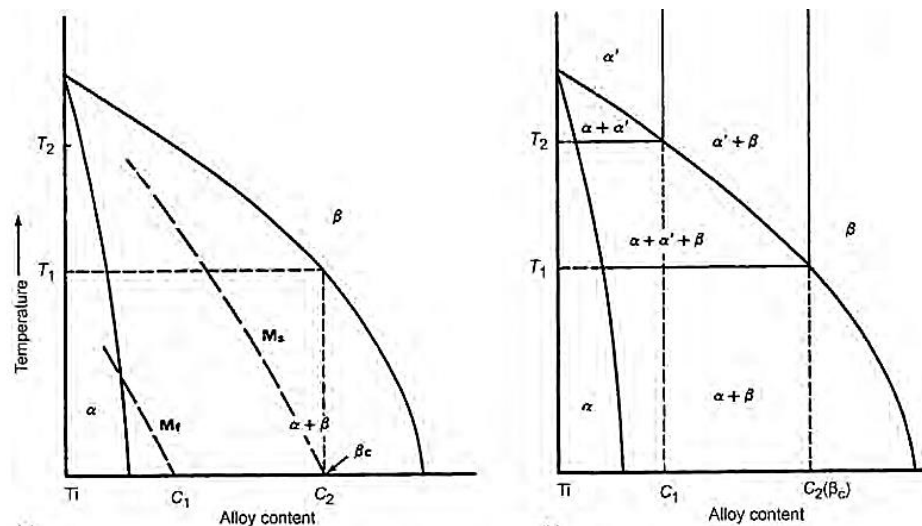


Figura 3.5. Diagrama de fase parcial do sistema  $\beta$  isomorfo. As fronteiras da fase metastável são mostradas em (a), enquanto as metaestáveis fases presentes à temperatura ambiente, após da tempera desde a temperatura indicada são apresentados em (b). A fase de martensita é indicada por  $\alpha'$  [5].

A Figura 3.5 mostra que quando o teor da liga excede um valor crítico  $\beta_c$  ( $\beta_c$  - B estabilizadores), temperando acima da  $\beta$  transus dentro das duas fases  $\alpha + \beta$  resulta em uma estrutura  $\beta$  retida. O teor crítico de  $\beta_c$  da liga, para a retenção de 100% de  $\beta$  é diferente para cada sistema de liga. A tabela 3.2 lista o teor mínimo de liga necessária para manter 100% de  $\beta$  após têmpera para

vários sistemas binários. Estes dados obtidos da literatura mostram diferenças consideráveis dos  $\beta_c$  entre os sistemas binários. Por exemplo, apenas cerca de 4% de Fe adicionado ao titânio é necessário para reter a fase  $\beta$ , enquanto cerca de 50% de Ta é necessária para reter o 100% de fase  $\beta$  à temperatura ambiente [5]. A composição  $\beta_c$  da liga para a retenção de  $\beta$  pode ser estimada pela concentração média dos elétrons exteriores, ou de valência, para cada átomo. Os valores em percentagem em peso  $\beta_c$  para a espécie A são convertidos em percentagem atômica utilizando a equação 1:

$$\% \text{ atômico } A = \frac{(\% \text{Peso } A)(\text{Peso atômico } A)}{(\% \text{Peso } A)(\text{Peso atômico } A) + (\% \text{Peso } B)(\text{Peso atômico } B)} \quad (1)$$

Em seguida, usando o número assumido de elétrons de valência, a densidade média de elétrons por átomo pode ser calculada utilizando a equação 2 [5]:

$$el_{med} = (\% \text{ atômico } A) * el_A + (\% \text{ atômico } B) * el_B \quad (2)$$

Onde  $el_{med}$  são os elétrons de valência média por átomo;  $el_A$  e  $el_B$  são elétrons de valência de A e B, respectivamente; e a percentagem atômica do elemento (A, B, etc.).

Na Tabela 3.2 verifica-se que uma densidade média de elétrons de valência é próxima de 4:1 o qual é necessário para reter a fase  $\beta$  mediante têmpera a partir da  $\beta$  transus. Esta abordagem pode ser utilizada para estimar o grau de estabilidade das ligas  $\beta$  comerciais, apesar de ser apenas uma aproximação.

A Tabela 3.3 lista os resultados dos cálculos semelhantes para uma grande variedade de ligas comerciais com fase  $\beta$  retida mediante a têmpera. Os valores indicados no quadro são consistentes com a tendência observados anteriormente. As ligas  $\alpha$ - $\beta$  (tais como Ti-6Al-4V com valores  $el_{med}$  inferior a 4,0) resultam em martensita após têmpera, onde as ligas  $\beta$  (tais como Ti-15-3 com valores superiores a 4,1  $el_{med}$ ) retêm prontamente a fase  $\beta$  sob têmpera.



Tabela 3.2. Influência da concentração dos elementos de liga necessária para reter 100% de  $\beta$  [5].

Elemento da liga	Elétrons de valência assumidos	Teor mínimo da liga para reter a 100% $\beta$ após têmpera ( $\beta_c$ )				Calculo dos elétrons de valência média por átomo em $\beta_c$	
		Dados E.U.A		Dados URSS		Dados E.U.A	Dados URSS
		% Peso	% at	% Peso	% at		
Mn	7	6.5	5.6	5.3	5.0	4.17	4.15
Fe	8	3.5	3.0	5.1	4.7	4.12	4.19
Cr	6	6.3	5.8	9.0	8.4	4.12	4.17
Co	9	7.0	5.8	6.0	4.9	4.29	4.20
W	6	22.5	6.7	26.8	8.7	4.13	4.17
Ni	10	9	7.5	7.2	5.9	4.45	4.36
Mo	6	10.0	5.3	11.0	5.8	4.11	4.12
V	5	15.0	14.2	19.4	18.4	4.14	4.18
Cb	5	36.0	22.5	36.7	23.0	4.22	4.23
Ta	5	45.0	17.8	50.2	21.0	4.18	4.21

Tabela 3.3. Comparação de elétrons de valência por átomo para várias ligas comerciais [5].

Liga	$e_{med}$	Estrutura depois da tempera (a)
Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al (Ti-5-3)	4.15	Beta
Ti-3Al-8V-6Cr-4Mo-4Zr (B C ou Ti-3-8-6-4-4)	4.17	Beta
Ti-13V-11Cr-3Al (Ti-13-11-3)	4.26	Beta
Ti-10V-2Fe-3Al (Ti-10-2-3)	4.16	Beta (b)
Ti-6Al-4V (Ti-6-4)	3.80	Martensita (+ $\beta$ )
Ti-6Al-6V-2Sn-0.5Fe-0.5C (Ti-6-6-2)	3.96	Martensita (+ $\beta$ )
Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo (Ti-6-2-4-6)	3.95	Martensita (+ $\beta$ )
Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo (Ti-6-2-4-2)	3.91	Martensita
Ti-8Al-1Mo-1V (Ti-8-1-1)	3.89	Martensita

(a) Tempera a partir de acima da  $\beta$  transus. (b) fase  $\beta$  é mecanicamente instável e pode transformar em martensita com aplicação de estresse. Além disso, um  $\Omega$  térmico pode estar presente.

O tratamento térmico de têmpera implica no aquecimento da liga acima da temperatura  $\beta$  transus entre 30 a 60 minutos, e arrefecimento rápido (geralmente em água) até a temperatura ambiente. Resfriamento rápido é necessário para manter uma fase  $\beta$  metaestável. A retenção de  $\beta$  metaestável é favorecida por temperaturas de solução baixas e ligas com altos níveis de  $\beta$  estabilizadores.

### 3.5 Torção sob alta pressão

Embora as propriedades mecânicas e físicas de todos os materiais cristalinos sejam determinadas por vários fatores, o tamanho médio de grão dos materiais geralmente desempenha um papel muito significativo, e muitas vezes uma posição dominante. Assim, a resistência de todos os materiais policristalinos está relacionada com o tamanho de grão,  $d$ , através da equação de Hall-Petch aquele que estabelece que a tensão de escoamento,  $\sigma_y$ , é dada pela equação 3.

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{-1/2} \quad (3)$$

Onde  $\sigma_0$  é a tensão de Peirls-Nabarro,  $k_y$  é uma constante de escoamento e  $d$  tamanho de grão [19], [20]. A equação de Hall-Petch é aplicável em materiais com tamanho médio de grão de (100-1000[nm]), que são comumente produzidos pelos métodos de deformação plástica intensa. Materiais com tamanho de grão ultrafino podem ser fabricados através de duas formas de processamento denominadas como “bottom-up” e “top-down” [21].

Nas técnicas “bottom-up”, materiais com granulação ultrafina são fabricados através do agrupamento de átomos ou sólidos nanoparticulados [22]. Exemplos desta técnica são: condensação de gás inerte [23], [24], eletrodeposição [25], moagem com consolidação subsequente [26]. Tais métodos permitem a produção de materiais com tamanho de grão bastante reduzido, porém apresentam desvantagens como a contaminação que pode ser induzida durante o processamento, além de invariavelmente terem uma pequena porosidade residual [27].

Para o processamento “top-down”, se inicia com um material sólido com um tamanho de grão relativamente grosseiro e é processado para produzir uma microestrutura UFG através grandes deformações (SPD) ou carga de choque. Esta técnica evita a porosidade e contaminação [22]. Diversos processos “top-down” são utilizados atualmente e dentre eles destacam-se, a torção sob alta pressão HPT (High Pressure Torsion), Equal Channel Angular Pressing

(ECAP) ou Equal Channel Angular Extrusion e a laminação acumulativa ARB (Acumulative Roll-bonding) [27],[28].

O princípio de alcançar alta resistência e propriedades superiores em ligas metálicas através da aplicação de deformação plástica severa tem suas origens mais de 2000 anos atrás nos procedimentos de trabalho de metal desenvolvidos durante a dinastia Han (200 aC) da China antiga [29][30]. Por outro lado, a origem científica do processo do HPT pode ser atribuída a um artigo clássico, escrito por Bridgman e aparecendo no *Journal of Applied Physics*, em 1943, intitulado *On Torsion Combined with Compression*. Neste artigo, Bridgman define os princípios básicos deste tipo de técnica [31].

Os princípios do presente método são ilustrados esquematicamente na Figura 3.6, onde as duas extremidades da barra são mantidos rigidamente, a amostra é submetida a compressão longitudinal, a peça central é rodada em relação às extremidades experimentando uma tensão de torção [32]. Como foi observado por Bridgman, uma vez que praticamente dois experimentos são realizados simultaneamente, o erro é menor do que se apenas uma única região tivesse sido tensionada [30].

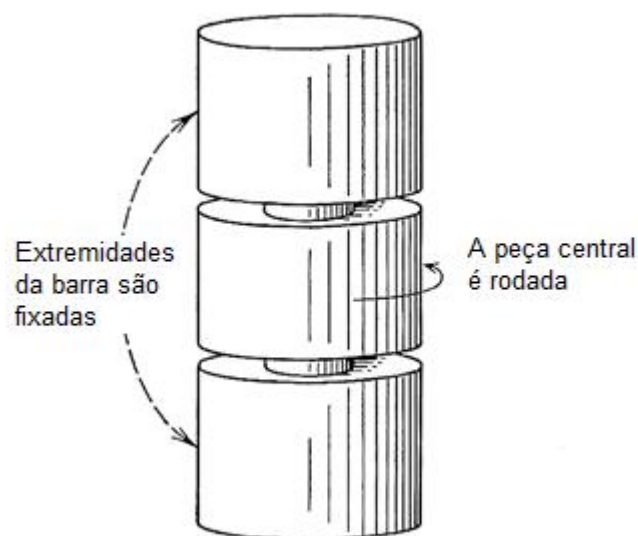


Figura 3.6. Esquema do aparelho utilizado pelo Bridgman em que esforço de torção é combinado com longitudinal compressão [30].

O próximo passo importante ocorreu em 1980, quando um grupo de pesquisa russo do Instituto de Física de Metais em Sverdlovsk (agora Yekaterinburg) aplicou os princípios da HPT para alcançar deformação intensa em uma série de ligas metálicas [33]. Neste trabalho, a deformação verdadeira acumulada,  $\epsilon$ , foi estimada a partir da equação 4 [30]:

$$\epsilon = \ln\left(1 + \frac{\varphi^2 r^2}{h^2}\right)^{1/2} \quad (4)$$

onde  $\varphi$  é o ângulo de rotação imposto pelo esforço de torção,  $r$  é o raio do disco e  $h$  é a espessura do disco. Desde  $\varphi r / h \gg 1$  e  $\varphi = 2\pi N$  onde  $N$  é o número de revoluções completas impostas no disco, segue-se que a Eq. (4) pode ser reescrita como [30]:

$$\epsilon = \ln\left(\frac{\varphi r}{h}\right) = \ln\left(\frac{2\pi N r}{h}\right) \quad (5)$$

A fórmula da relação mostrada na Eq. (5) foi usada em muitas investigações posteriores que foram amplamente divulgadas na literatura [30].

Os princípios de processamento moderno por HPT são representados esquematicamente na Figura 3.7 [34]. O corpo de prova em formato de disco é posicionado entre dois atuadores, onde são submetidos à pressão aplicada,  $P$ , de alguns GPa em temperatura ambiente ou a quente. Enquanto a pressão é aplicada, uma deformação através de rotação é realizada no corpo de prova. Forças de atrito na superfície deformam o disco por cisalhamento, assim o processo ocorre sob pressão quase hidrostática [30]. Para uma pequena rotação,  $d\theta$  e a movimentação,  $dl$ , vistos na Figura 3.8 relação  $dl = r d\theta$ , onde  $r$  é o raio do disco, e a deformação por cisalhamento incremental é,  $d\gamma$ , descritos com a equação 6:

$$d\gamma = \frac{dl}{h} = \frac{r d\theta}{h} \quad (6)$$

Onde  $h$  é a espessura do disco.

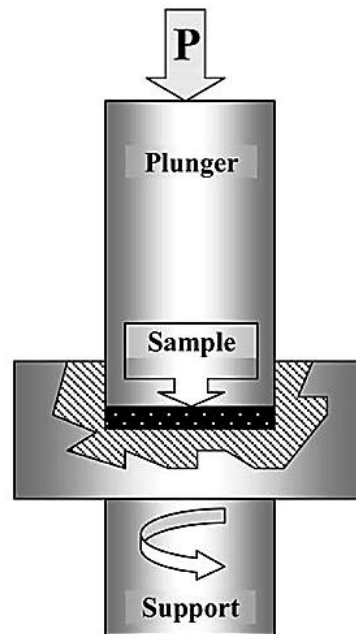


Figura 3.7. Esquema do processamento HPT [34].

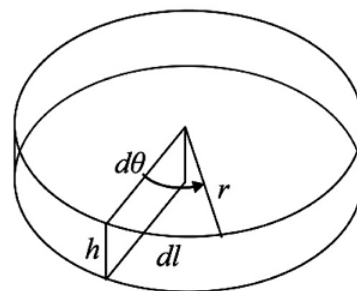


Figura 3.8. Parâmetros utilizados na estimativa da deformação total em HPT [34].

Por outro lado supondo-se que a espessura do disco é independente do ângulo de rotação,  $\theta$ , segue-se a partir de integração formal que, uma vez que  $\theta = 2\pi N$ , a tensão de cisalhamento,  $\gamma$ , é dada pela equação 7:

$$\gamma = \frac{2\pi Nr}{h} \quad (7)$$

onde  $N$  é o número de revoluções. Finalmente, em muitas investigações para a deformação equivalente de Von Mises é então esta é calculada usando a relação (equação 8) [35].

$$\varepsilon = \frac{\gamma}{\sqrt{3}} \quad (8)$$

Na prática, as equações anteriores fornecem relações alternativas que podem ser utilizadas para estimar o total das deformações impostas em discos submetidos ao HPT. A Figura 3.9 mostra a tensão acumulada calculada usando as equações (5) e (7) para as condições em que os raios de disco são 10,0, 5,0, 1,0 ou 0,1 mm, a espessura é fixa a 0,1 mm, e as deformações equivalentes estimadas são representadas como uma função do número de revoluções completas impostas aos discos [36]. É evidente que há uma quase saturação depois de cerca de  $N = 2$  revoluções completas e, portanto, a diferença na deformação acumulada não é grande entre os pontos selecionados na periferia do disco a  $r = 10,0$  mm e pontos escolhidos perto do centro do disco em  $r = 1,0$  mm. Na verdade, mesmo para  $r = 0,1$  mm, o que corresponde a um ponto na vizinhança imediata do centro do disco, a tensão acumulada após 5 revoluções inteiras é igual a aproximadamente 4 e este só é inferior por um fator de aproximadamente 2,5x do que a deformação estimada na periferia [30].

Fazendo-se o arrazoado de que não há nenhuma deformação no centro do disco, onde  $r = 0$  existe uma probabilidade relativamente baixa de detectar o centro do disco com uma precisão melhor do que 0,1 mm. Além disso, é importante notar que os diâmetros utilizados em microscopia eletrônica de transmissão (MET) são de 3 mm de diâmetro, de modo que a localização precisa de uma área transparente produzido por o polimento eletrolítico ocorre de forma aleatória. Portanto, em termos práticos, é extremamente difícil, se não impossível, de detectar com precisão o centro preciso do disco de HPT. Com base nessas dificuldades e as incertezas associadas com os cálculos da deformação em HPT, parece razoável seguir a sugestão anterior, e

simplesmente especificar a deformação por HPT em termos do número de revoluções impostas à amostra [30].

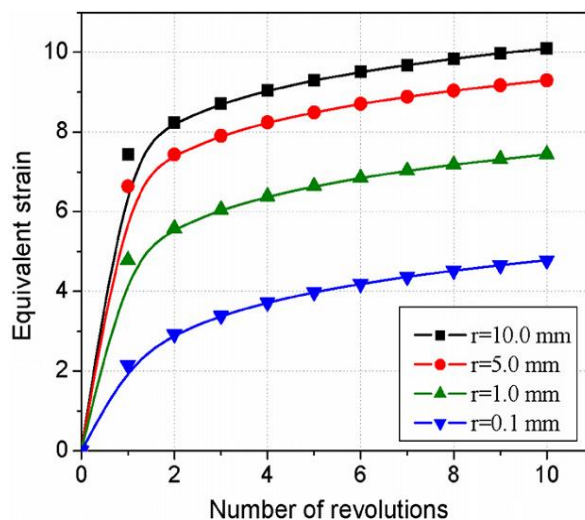


Figura 3.9. Deformações equivalentes como uma função do número de rotações para diferentes distâncias do centro dos discos HPT calculados utilizando as equações. (5) e (7) [36].

No processamento por HPT, três diferentes tipos de punção podem ser utilizados: matriz aberta (não constricto), como é visto na Figura 3.10(a), na qual dois punções em formato plano são prensados: matriz semi-aberta (punção quase-constricto) mostrado na Figura 3.10(b): a matriz fechada (punção constricto) composta por duas fêmeas mostradas na Figura 3.10(c) [27][30].

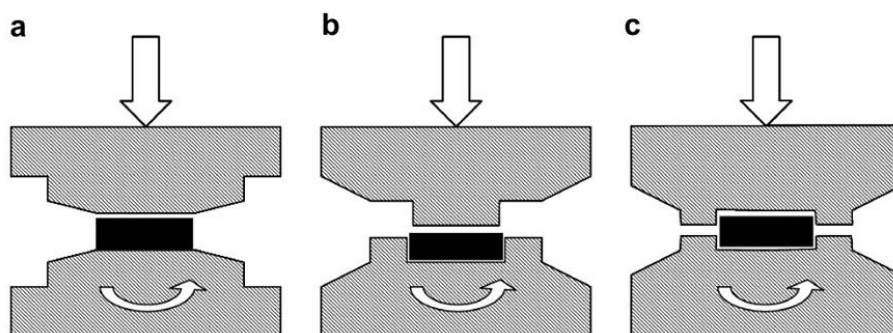


Figura 3.10. Diferentes esquemas de representação das punções utilizadas em HPT (a) matriz aberta (não constricto), (b) matriz semi-aberta (quase-constricto) e (c) matriz fechada (constricto) [30].

De acordo com o tipo de punção, a espessura final da amostra irá variar, assim como a homogeneidade na microestrutura final e suas propriedades mecânicas em relação ao centro e bordas da amostra [27].

A principal vantagem do HPT é que se trabalha sob altas pressões sem a ruptura da amostra, então outros mecanismos de evolução microestrutural podem evoluir uma vez que tensões elevadas são atingidas e microestruturas com tamanhos de grão menores podem ser gerados [34]. Mesmo materiais metálicos difíceis de deformar tais como o tungstênio [37], podem ser submetidos ao processamento por HPT devido às altas pressões aplicadas. Existem dois problemas principais no processo de HPT (i) amostras de tamanho reduzido e (ii) tensões não homogêneas induzidas em discos, levando a uma microestrutura não homogênea ao longo do raio do disco [18]. Este último pode ser resolvido através do aumento da deformação (número de voltas HPT), levando a uma microestrutura mais homogênea ao longo do raio do disco através de uma pequena área não processada no centro do disco [18].

### **3.6 Titânio para engenharia biomédica**

Durante muito tempo, os biomateriais metálicos têm sido utilizados com sucesso para a fabricação de implantes cirúrgica, devido à sua alta resistência mecânica e elevada conformabilidade, com propriedades de fadiga suficientes, e alta resistência à fratura. [38]. Além da estabilidade mecânica sob tensões e deformações fisiológicas, os materiais para implantes devem ser biocompatíveis. Isto significa que um material tem que atuar e não permanecer simplesmente nos tecidos, a sua resposta a solicitações mecânicas tem que ser apropriada para a aplicação, e que a natureza da resposta a um material específico e a sua adequação pode variar de uma situação para outra. A chave para compreender biocompatibilidade é a determinação de que produtos químicos, bioquímicos, fisiológicos, físicos, ou outros mecanismos tornem-se operacionais, sob as condições altamente específicas associadas ao contato entre os biomateriais e os tecidos do corpo [39].

Hoje em dia, apenas três sistemas metálicos à base de Co-Cr, ligas de Fe-Cr-Ni (aços inoxidáveis), Ti puro e ligas à base de Ti, têm sido utilizados



para o implante [38]. Ligas de Co-Cr são utilizadas em aplicações médicas devido à sua combinação de resistência á corrosão, resistência ao desgaste e alta resistência mecânica [18]. Quantidades crescentes de Cr adicionado em solução sólida ao Co, até 35% em peso, melhoram a resistência à corrosão através da presença de uma película passiva de óxido de cromo. Os aços inoxidáveis são a família mais amplamente utilizada de ligas para aplicações médicas. Eles contêm 17-21% em peso de Cr os quais conferem boa resistência à corrosão devido à película de óxido de cromo formada na presença de oxigênio. Do ponto de vista da resistência à corrosão, Ti é superior a outros metais cirúrgicos, devido à formação de uma camada passiva muito estável de  $TiO_2$  na sua superfície. Além disso, Ti tem baixo módulo de elasticidade (duas vezes menor em comparação com ligas de Co-Cr ou aços inoxidáveis), o que resulta em menor redução na densidade do osso (osteopenia) (stress shielding) e a reabsorção óssea associada a esta ao redor de implantes, sendo esta menor em implantes de Ti.



## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

A Figura 4.1 apresenta o fluxograma das atividades experimentais desenvolvidas no presente trabalho.

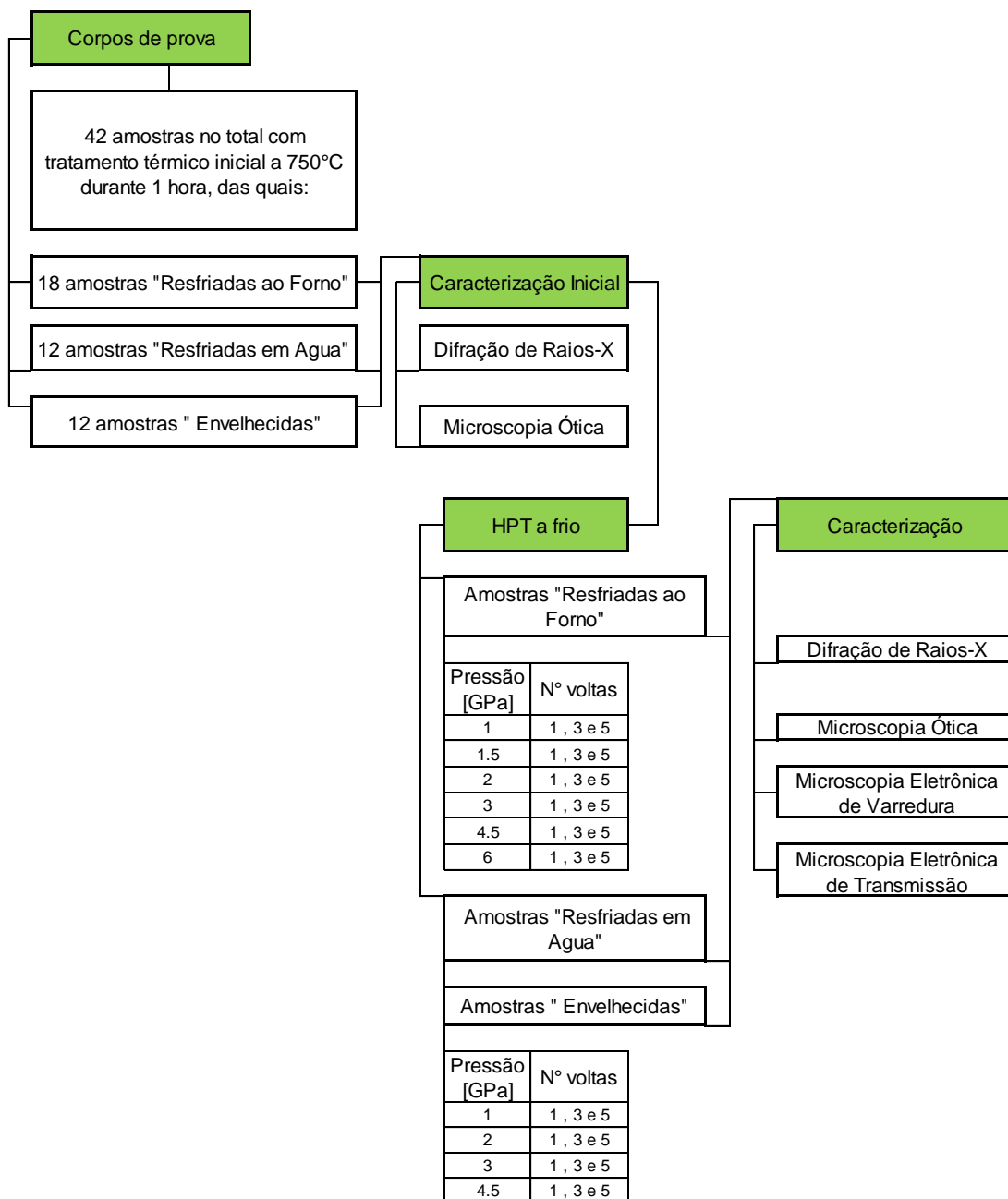


Figura 4.1. Fluxograma das atividades experimentais utilizadas neste trabalho.

#### 4.1 Materiais utilizados para o processamento por HPT

O material utilizado neste estudo foi a liga biomédica Ti-13Nb-13Zr (ERCATA GmbH, Development Co., Ltd., Alemanha). A análise química da liga é apresentada na Tabela 4.1

Tabela 4.1. Composição química da liga utilizada.

	O	N	C	Fe	Zr	Nb	Ti
Wt%	0.13	0.007	0.018	0.08	13.7	13.6	Bal.

#### 4.2 Processamento por HPT

O processo HPT foi realizado em discos polidos com um diâmetro de 7,0 mm e uma espessura de 0,6 mm.

As amostras foram deformadas através do método de High Pressure Torsion (HPT) e foram realizadas no Laboratório de Materiais Nanocristalinos do Departamento de Materiais na UFSCar. O punção de matriz semi-aberta foi acoplado em um dispositivo montado em uma máquina universal de testes EMIC (Figura 4.2).



Figura 4.2. Máquina universal de testes EMIC e detalhe do punção utilizado.

### 4.3 Tratamentos térmicos

Previamente às deformações as amostras foram submetidas a tratamento térmico de solubilização ( $\beta$  ST - Solution treatment in the  $\beta$  phase field, em inglês) em um forno de aquecimento resistivo ligado a uma bomba de vácuo (Figura 4.3). Previamente ao tratamento térmico, as amostras foram encapsuladas em um tubo de quartzo. A temperatura do tratamento foi de 750 °C, mantido durante 1 hora seguida por resfriamento dentro do forno (FC – Furnace cooling) e resfriamento com água (WQ - Water quenching). Um conjunto de amostras resfriadas a água foram envelhecidas (AT - Aging treatment) a 500 °C durante 5 horas e resfriadas ao ar (AC - Air cooling). O esquema de tratamento térmico da liga Ti-13Nb-13Zr é apresentado esquematicamente na Figura 4.4.



Figura 4.3. Forno resistivo a vácuo que trabalha com atmosfera controlada, utilizado para os tratamentos térmicos das amostras iniciais.

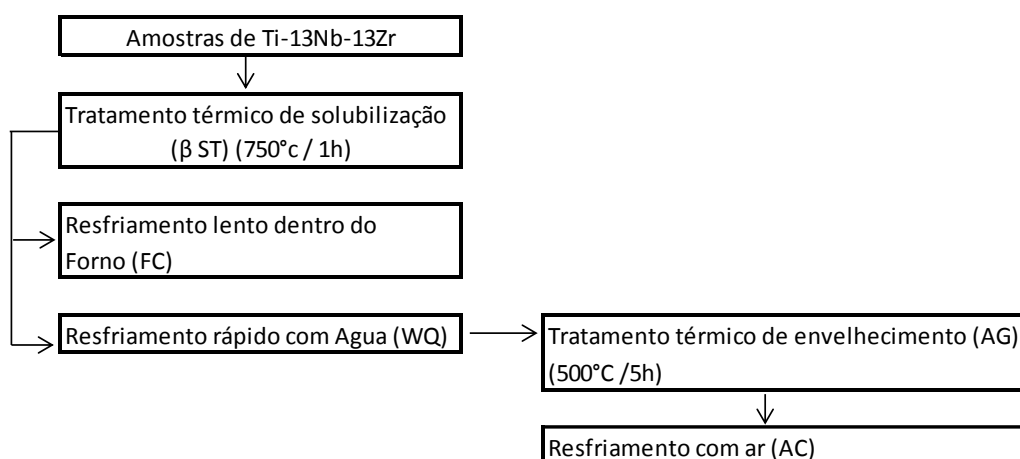


Figura 4.4. Fluxograma ilustrando o tratamento térmico das amostras da liga Ti-13Nb-13Zr.

#### 4.4 Parâmetros no processo de HPT

O processamento por HPT foi realizado à temperatura ambiente. A Tabela 4.2 resume os parâmetros utilizados no processamento por HPT.

Tabela 4.2. Parâmetros utilizados no processo de HPT.

Material	Tratamento Térmico	Abreviação	Pressão ( GPa)	Nº de voltas
Ti-13Nb-13Zr	750°C/ 1h + FC	β ST FC	1,0	1,3 e 5
			1,5	1,3 e 5
			2,0	1,3 e 5
			3,0	1,3 e 5
			4,5	1,3 e 5
			6,0	1,3 e 5
Ti-13Nb-13Zr	750°C/ 1h + WQ	β ST WQ	1,0	1,3 e 5
			2,0	1,3 e 5
			3,0	1,3 e 5
			4,5	1,3 e 5
Ti-13Nb-13Zr	β ST FC + 500°C/5h +AC	β ST WQAT	1,0	1,3 e 5
			2,0	1,3 e 5
			3,0	1,3 e 5
			4,5	1,3 e 5

#### 4.5 Difração de raios X

A identificação das fases foi realizada utilizando-se um difratômetro de raios X, Rigaku ME210GF2 (Figura 4.5), utilizando-se a tensão de 40 kV, corrente de 30 mA e faixa de observação compreendida entre  $30^\circ \leq 2\theta \leq 90^\circ$ . Foi utilizado um tubo de cobre com radiação  $K\alpha$ , com comprimento de onda monocromático,  $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ .

Na tabela 4.3 mostramos as fichas cristalográficas utilizadas para a identificação das fases  $\alpha$ ,  $\alpha''$ ,  $\beta$  e  $\omega$ .



Figura 4.5. Equipamento de difração de raio-X.

Tabela 4.3. Fichas cristalograficas.

Fase	Estrutura cristalina	Ficha cristalográfica
$\alpha$	Hexagonal compacta	43416-ICSD
$\alpha''$	Ortorrômbica	166688-ICSD
$\beta$	Cúbica de corpo centrado	76165-ICSD
$\omega$	Hexagonal	653277-ICSD

#### 4.6 Microdureza Vickers

A microdureza Vickers (Hv) foi realizada utilizando o microdurômetro Stiefelmayer (Figura 4.6) aplicando uma carga de 300 gramas durante 15 segundos. O mapeamento de microdureza na superfície dos discos deformados foi realizado com medições em intervalos de 1 mm e um ângulo de

45 ° , entre as posições de medição ao longo do raio do centro para a borda em direções radiais diferentes como é exibido na Figura 4.6.

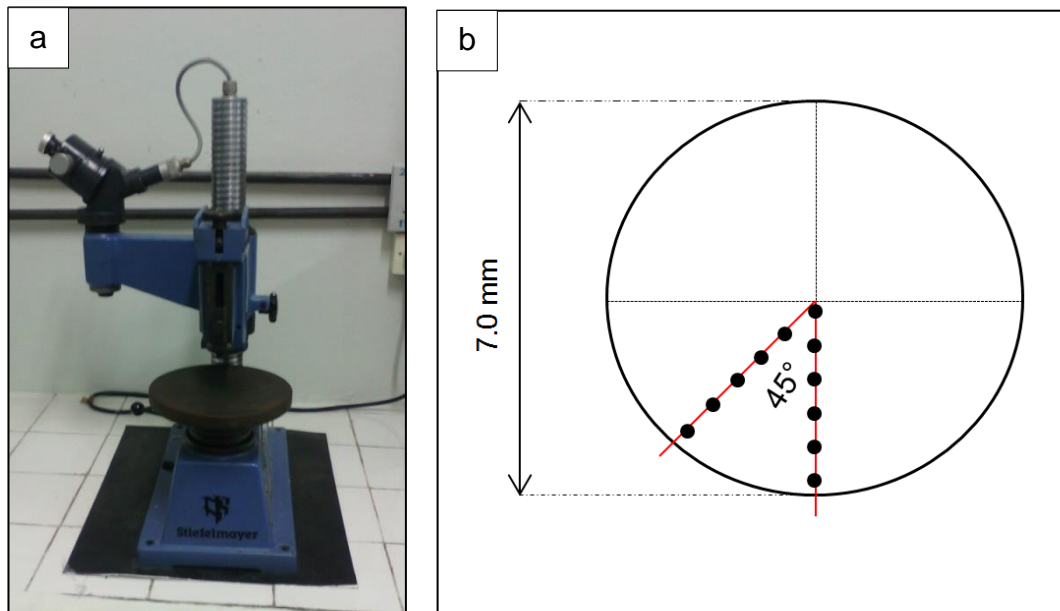


Figura 4.6. (a) Medidor de dureza Vickers ; (b) Esquema das posições das medições de dureza.

#### 4.7 Caracterização microestrutural

A análise metalográfica envolveu a preparação adequada das amostras de acordo com a norma ASTM E3-01. O lixamento destas foi realizado utilizando-se lixas grana 320, 400, 600, 1200 e 2000 nesta ordem. Após do polimento, utilizou-se a solução Keller de ataque químico para revelar a microestrutura (1,5 ml de ácido clorídrico, 1 ml de ácido fluorídrico 2,5 ml de ácido nítrico e 95 ml de água destilada).

Após o ataque químico as amostras, foram analisadas por microscopia. Inicialmente, as microestruturas foram analisadas através de microscopia ótica, empregando-se microscópio ótico modelo ZEISS Imager A1.m mostrado na Figura 4.7.



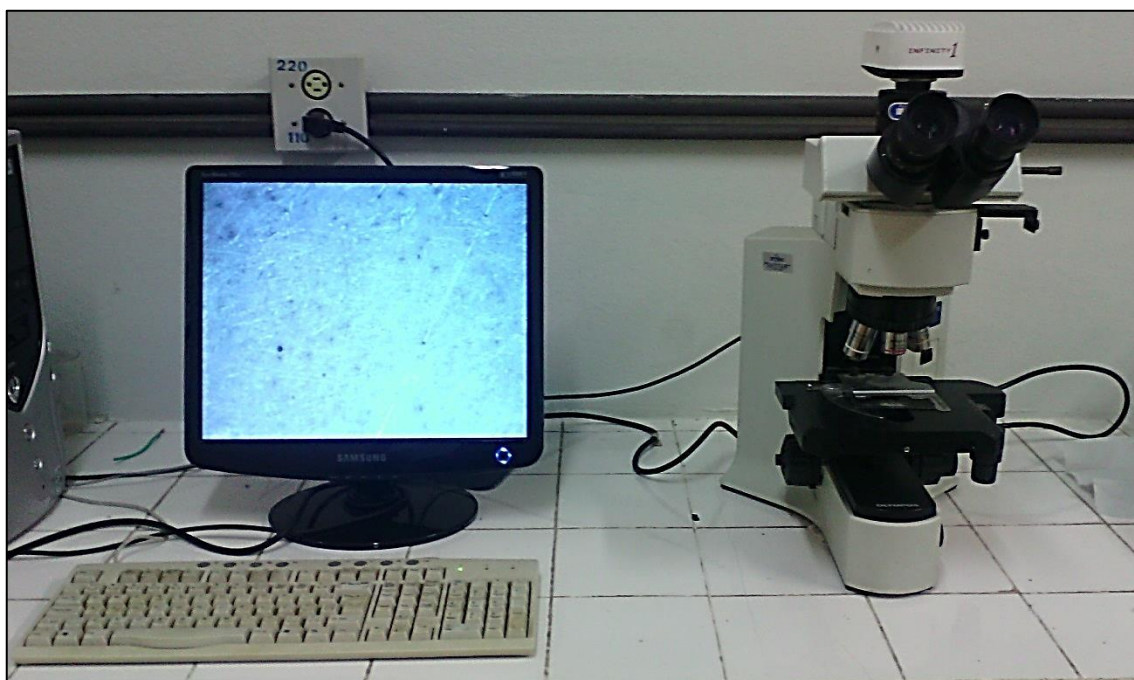


Figura 4.7. Microscópio óptico.

A análise microestrutural mais detalhada foi realizada em microscópio eletrônico de varredura (MEV) utilizando os microscópios Phillips XL 30 FEG e FEI Inspect S50, que são apresentados na Figura 4.8. As imagens das microestruturas foram obtidas por elétrons secundários. A preparação das amostras para a análise por microscopia eletrônica envolveu o procedimento semelhante ao da análise por microscopia óptica.

A microscopia de transmissão convencional e o mapeamento de fase de orientação foram realizados por microscopia eletrônica de transmissão (MET) utilizando um MET TECNAI G2 FEI operado a 200 KV (Figura 4.9). Esta instalação está equipada com uma unidade de processamento de mapeamento de fase de orientação NanoMEGAS (modelo ASTAR) e com uma unidade Digistar P1000, para a realização de mapeamento de fase.

As amostras MET foram polidas até 10  $\mu\text{m}$  utilizando-se um Gatan Dimple Grinder (modelo 656) usando pasta de polimento de diamante e alumina em suspensão. A etapa final da preparação da amostra foi o polimento iônico usando um Sistema de Polimento Iônico de Precisão Gatan (modelo 691) em condições nas quais o dano é evitado na estrutura durante o desbaste

aplicando-se uma tensão inicial de 2,5 keV no estágio inicial de polimento e 1,6 keV no estágio final.

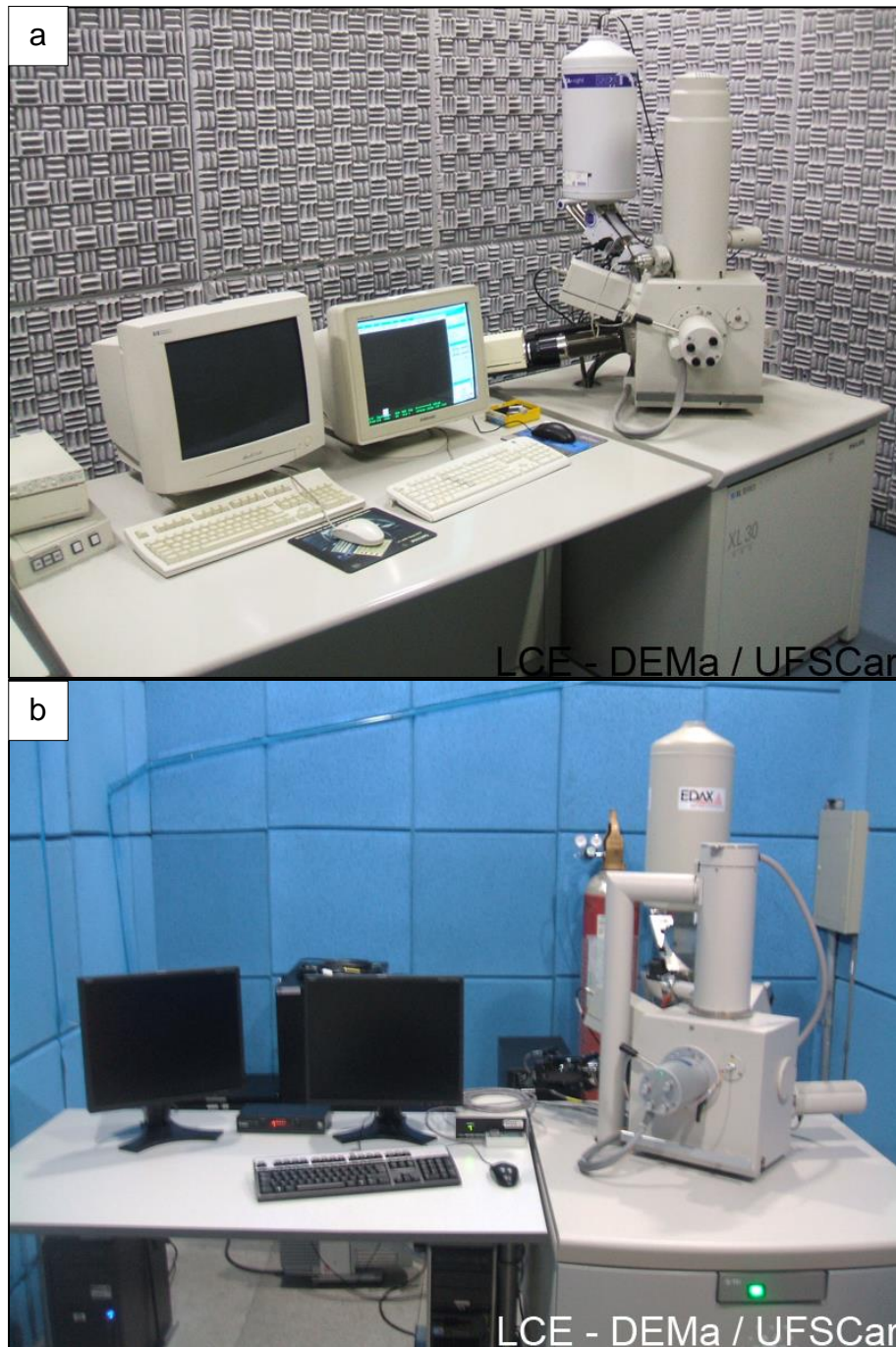


Figura 4.8. Microscópio eletrônico de varredura ; a) Microscópio Phillips XL 30 FEG ; b) Microscópio FEI Inspect S50.

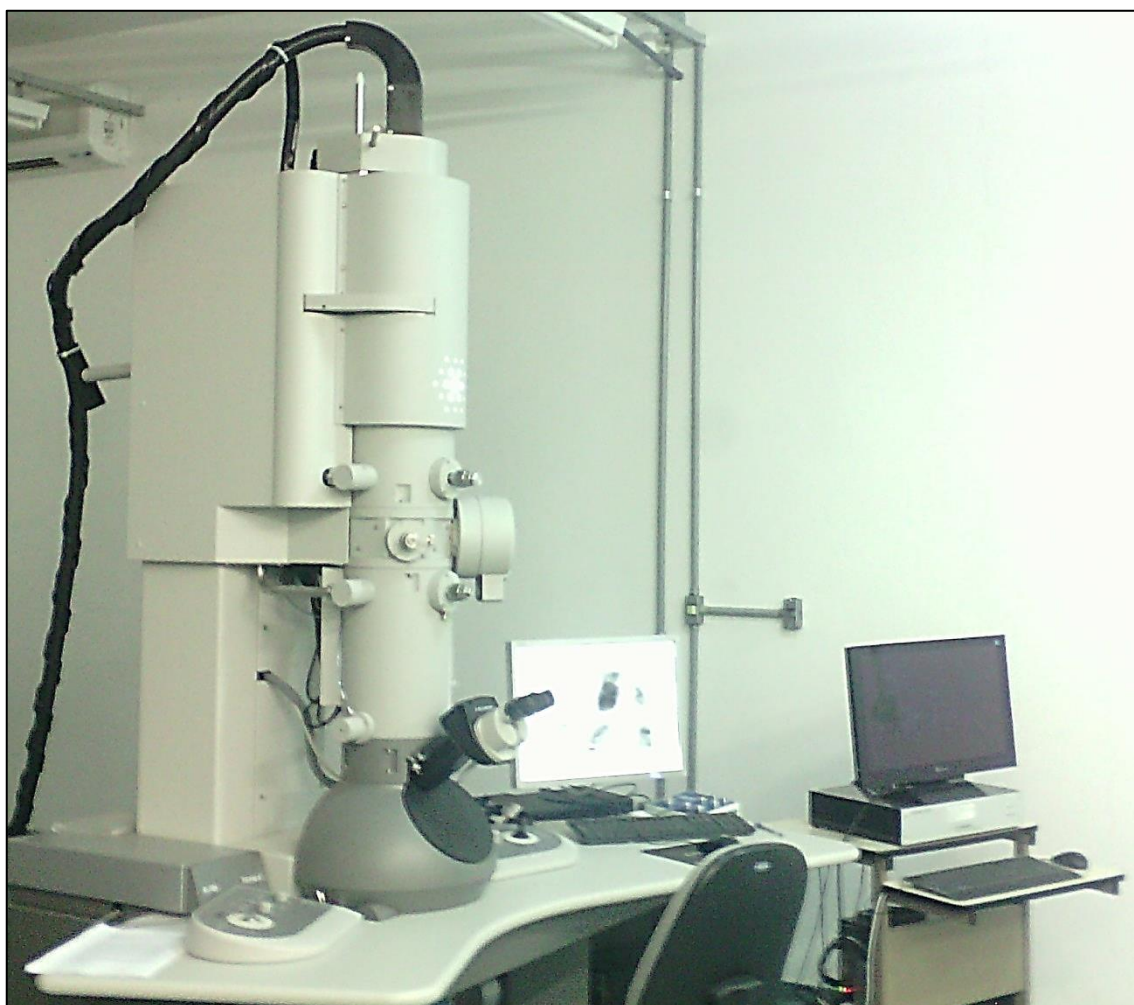


Figura 4.9. Microscópio eletrônico de transmissão.

#### **4.8 Orientação nanocristalina automática e mapeamento de fases**

A difração de elétrons retroespalhados (EBSD), acessório utilizado nos microscópios eletrônicos de varredura (MEV), ganhou popularidade durante a última década como uma ferramenta eficaz para a caracterização de materiais cristalinos. As fases e orientações cristalinas das amostras mapeadas por o EBSD tem uma resolução típica de 50 nm. A técnica é baseada em medições de padrões retroespalhados das linhas de Kikuchi. A qualidade desses padrões é conhecida por serem sensíveis à rugosidade da superfície de mapeamento por isso as amostras têm que estar bem polidas [40].



Por outro lado, há uma necessidade crescente de caracterizar materiais nanocristalinos com resoluções maiores, assim como as obtidas em microscópios eletrônicos de transmissão (MET).

No caso do MET, mapeamentos automáticos de orientação e fases nanocristalinas são realizados utilizando-se nanodifração. Padrões de spots são coletados sequencialmente com uma câmera CCD acoplada no lugar da binocular (Figura 4.10), enquanto que a área da amostra (tipicamente dezenas de microns quadrados) é varrida por um feixe de elétrons. A varredura do feixe e precessão são controlados por um dispositivo externo, isto é, dispositivo de precessão de difração, chamado "DIGISTAR (Nanomegas – Bélgica)", assumindo o controle de diversas lentes defletoras do microscópio[40].



Figura 4.10. Detalhe da câmera acoplada no lugar da binocular do MET.

O conjunto de programas utilizados para coleta e análise do arquivo de padrões de difração é denominado ASTAR (Nanomegas – Bélgica). O ASTAR é um sistema muito rápido podendo realizar uma aquisição entre 5 a 10 minutos em uma área de 5x5 microns (500x500 pontos) com a câmera CCD dedicada. Uma vez obtido este arquivo de padrões, é possível construir um mapa de campo claro virtual através da construção de um mapa da intensidade

dos feixes transmitido e difratados que passam por uma abertura da objetiva virtual aplicada aos padrões de difração [27]. Quando combinado com o sistema de precessão permite a obtenção de mapas de orientação e de fases com extrema precisão. Inicialmente são carregados os arquivos com os padrões teóricos a serem utilizados na identificação das fases, devendo-se ter em conta o desvio da excitação, que é relacionado com a espessura da amostra, e o ângulo do espaço recíproco a ser utilizado, que depende da relação entre comprimento de câmera e parâmetro de rede. O passo seguinte é calibração do comprimento de câmera e das distorções dos padrões. Feitos estes ajustes, o software automaticamente identifica cada figura de difração realizada na área varrida [27].

O grau de correspondência para um determinado modelo é caracterizada por um índice de correlação definido por a seguinte relação (equação 9) [41]:

$$Q(i) = \frac{\sum_{j=1}^m P(x_j, y_j) T_i(x_j, y_j)}{\sqrt{\sum_{j=1}^m P^2(x_j, y_j)} \sqrt{\sum_{j=1}^m T_i^2(x_j, y_j)}} \quad (9)$$

Nesta equação o padrão de difração experimental é representado pela função de intensidade  $P(x,y)$  enquanto a distribuição de intensidades do padrão de difração calculado para cada possível orientação  $i$  é dada pela função discreta  $T_i(x,y)$ [41]. Os valores de  $Q(i)$  para um dado padrão pode ser exibido no chamado índice de correlação no qual o valor mais alto corresponde ao mais provável orientação.

Com o arquivo gerado, é possível obter um mapa do índice de confiabilidade, um mapa do índice de correlação, mapa de orientação e mapa de fases. Os arquivos são analisados no programa TSL OIM Analysis, o qual utiliza um critério de cálculo da estrutura de materiais mais próxima dos limites de grão com o método de votação tripla, que emparelha com o índice de Confiança, fornecendo um padrão superior de separação e indexação dos contornos de grão.

É importante mencionar que alterando os parâmetros de processamento

tais como calibração do comprimento de câmera e os parâmetros para cálculo dos padrões teóricos o resultado do mapeamento de fases e de orientação pode ser consideravelmente diferente, introduzindo certa subjetividade na decisão da melhor identificação[27]. Esta dificuldade é particularmente grave nos casos em que há fases com parâmetros de rede muito próximos, como é o caso das fases  $\alpha$  e  $\alpha'$  nas ligas de Titânio como podem ser vistos na Figura 4.11.

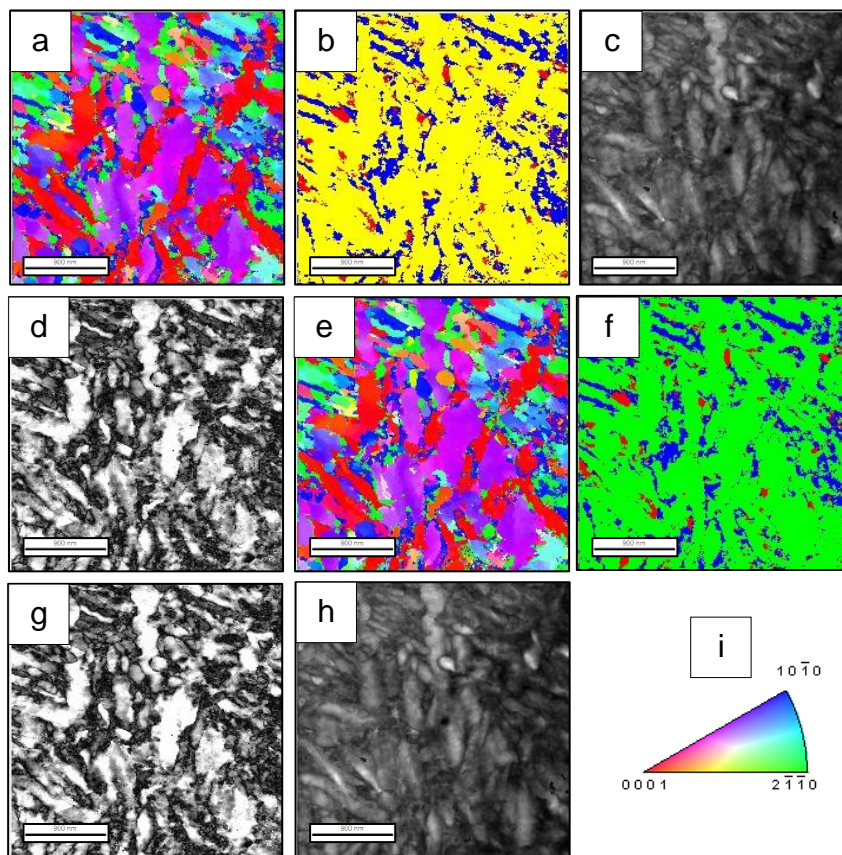


Figura 4.11. (a) Mapa de orientação para a liga Ti-13Nb-13Zr deformada severamente pelo processo de HPT , (b) mapa de fases (cor amarelo fase  $\alpha$  e cor azul fase  $\beta$ ) ,(c) mapa de índice de correlação ,(d) mapa de confiabilidade, (e) Mapa de orientação para a liga Ti-13Nb-13Zr deformada severamente pelo processo de HPT , (f) mapa de fases (cor verde fase  $\alpha'$  e cor azul fase  $\beta$ ) ,(g) mapa de índice de correlação ,(h) mapa de confiabilidade e (i) referência de cores de uma Figura de polo inversa. (barra = 900 nm).

Observa-se da Figura 4.11 que as fases  $\alpha$  e  $\alpha'$  são detectadas da mesma forma ao ter os parâmetros de redes muito similares. Na presença desse obstáculo, a análise do mapa de fases foi efetuada unindo-se a técnica de difração de raios X e a microscopia eletrônica de transmissão.





## 5 RESULTADOS

Os resultados apresentados e discutidos neste capítulo estão associados à análise das amostras processadas pelo processo de HPT. A caracterização microestrutural foi realizada por meio de Microscopia Ótica (MO), Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET), difratogramas de raios X também contribuíram para identificação das fases. O estudo foi finalizado com a análise de dureza Vickers (HV).

### 5.1 Caracterização inicial das amostras sem deformação

### 5.2 Amostras Resfriadas ao Forno

A Figura 5.1 apresenta as microestruturas obtidas por microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura para a liga de Ti-13Nb-13Zr submetidas ao tratamento térmico de solubilização a 750 °C durante 1 hora ( $\beta$  ST), e seguido de resfriamento lento no interior do forno (FC). Nota-se através de microscopia ótica que a amostra é constituída essencialmente por uma estrutura granular inicialmente grosseira. As microestruturas obtidas por microscopia eletrônica de varredura (Figura 5.1) e microscopia eletrônica de transmissão (ver Figura 5.2) mostram que, conforme esperado, as amostras resfriadas ao forno apresentaram estrutura  $\alpha+\beta$  em equilíbrio, com morfologia lamelar. Como a fase em equilíbrio é dependente do teor de elemento de liga, e considerando que o Nióbio é um elemento de liga  $\beta$  estabilizador, teores elevados de Nióbio conduzem a maiores quantidades de fase  $\beta$ .

A Figura 5.3 são mapeamentos por MET/ASTAR a partir da varredura automática de uma pequena região da amostra inicial, que mostra a imagem do mapa de fases e o mapa de orientação. O mapa de fases mostra as fases  $\alpha$  e  $\beta$ , onde a fase  $\alpha$  aparece com a cor amarela e porcentagem volumétrica de 52,4%, por outro lado à fase  $\beta$  com cor azul e representa 47,6% do volume total da amostra. Observa-se no mapa de orientação, que não existe uma orientação preferencial.

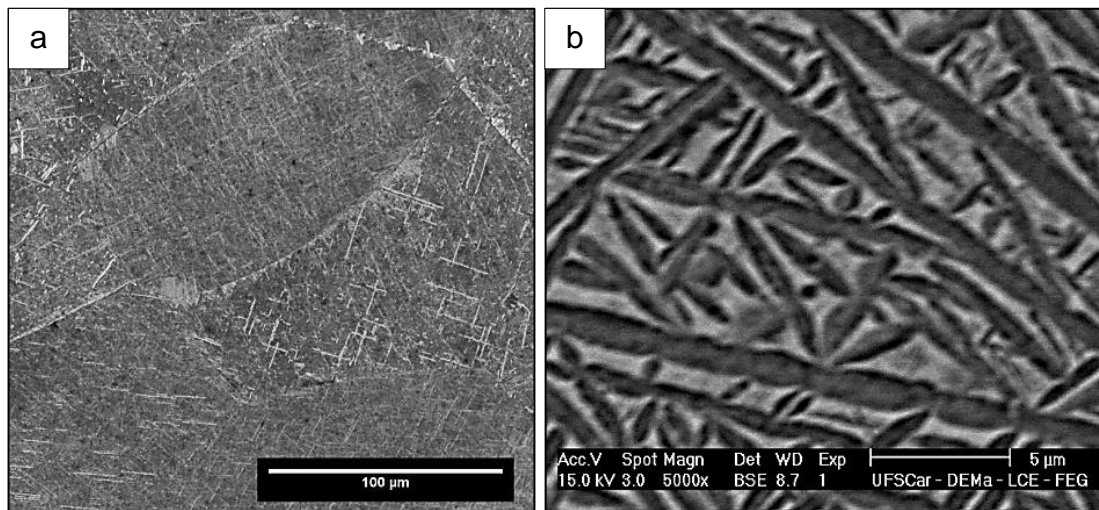


Figura 5.1. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e sem deformação;(a) microscopia óptica (MO) (barra = 100  $\mu\text{m}$ ) e (b) microscopia eletrônica de varredura (MEV) (barra = 5  $\mu\text{m}$ ).

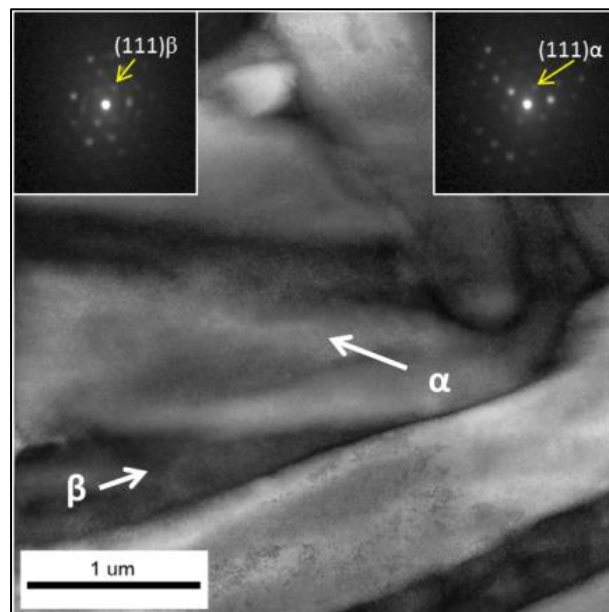


Figura 5.2. Micrografia de campo claro virtual obtida via MET/ASTAR para a liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e sem deformação , mostrando os padrões de difração do eixo de zona (111) da fase  $\alpha$  e o eixo de zona (111) da fase  $\beta$  (barra = 1  $\mu\text{m}$ ).

O tamanho de grão medido por MET/ASTAR é realizado tipicamente em uma área de uns poucos microns ou nanômetros quadrados, por isso, é

importante mencionar que para a maioria das análises realizadas a área de varredura correspondera a uma região do grão, significando que se medira o refino de microestrutura. Neste caso o tamanho de grão medido por MET/ASTAR entre as fases  $\alpha$  e  $\beta$  é 1353 nm.

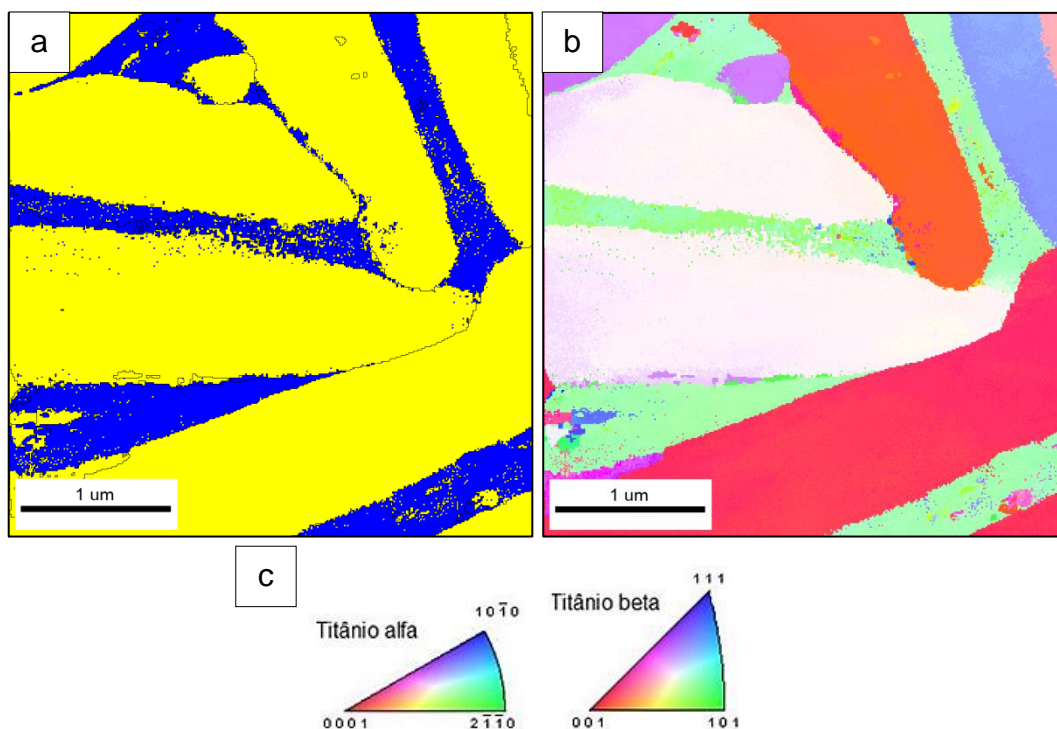


Figura 5.3. Mapeamentos por MET/ASTAR da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e sem deformação. (a) mapa de fases (cor amarelo fase  $\alpha$  e cor azul fase  $\beta$ ), (b) mapa de orientação por identificação automática em MET, (c) referência de cores de uma Figura de polo inversa (barra = 1  $\mu$ m).

O padrão de DRX da liga com  $\beta$  ST FC é visto na Figura 5.4. Como pode ser verificado, na amostra resfriada lentamente, somente picos das fases  $\alpha$  e  $\beta$  foram identificados, o que está de acordo com os resultados da análise microscópica.

A Figura 5.4 mostra o mapa de dureza Vickers, onde é possível ver que a região mapeada próxima ao centro apresenta valores de dureza de 223 Hv. Por outro lado, a região mapeada próxima à borda da amostra apresenta valores de dureza de 227 Hv. Isto pode indicar que o material de partida

apresenta uma dureza inicial uniforme produto do resfriamento lento que proporciona homogeneidade na microestrutura.

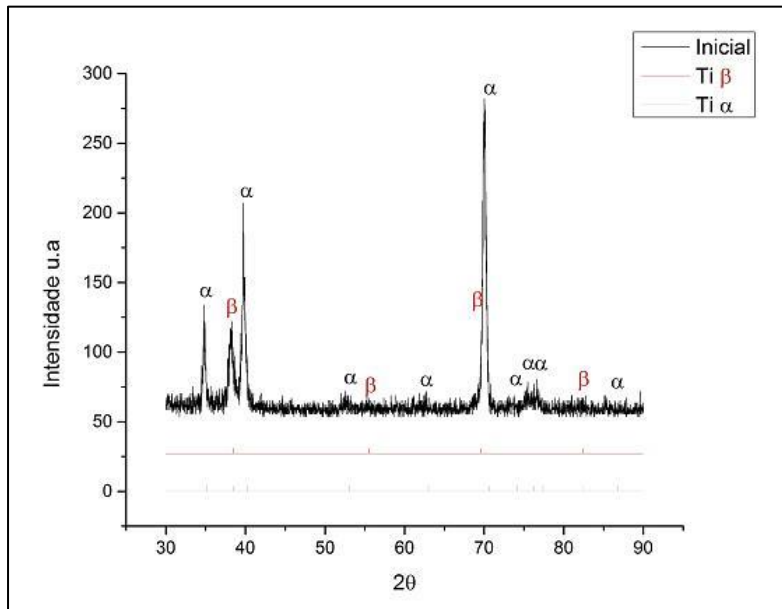


Figura 5.4. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr submetida a resfriamento lento no forno à partir do campo β.

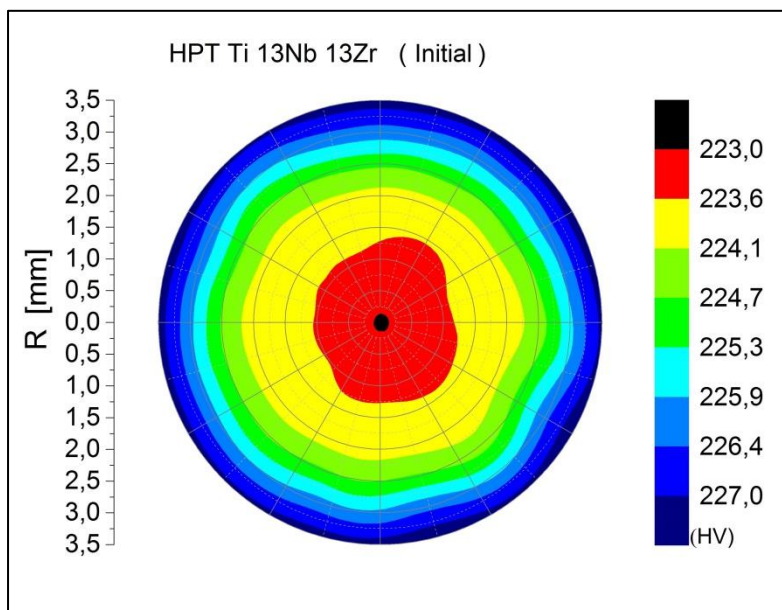


Figura 5.5. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com β ST FO e sem deformação.

### 5.3 Amostras Resfriadas em Água

As imagens de microestruturas obtidas mediante MO e MEV após  $\beta$  ST e subsequente resfriamento em água (WQ) são exibidas, respectivamente, nas Figuras 5.6 (a), e 5.6 (b). A microestrutura da amostra  $\beta$  ST WQ é formada pela fase  $\beta$  retida com estruturas martensíticas, além disso, observa-se através de MEV que a amostra é constituída essencialmente por uma estrutura granular inicialmente grosseira. Em relação à morfologia da fase martensítica, constata-se que ela depende da taxa de resfriamento e possui característica acicular.

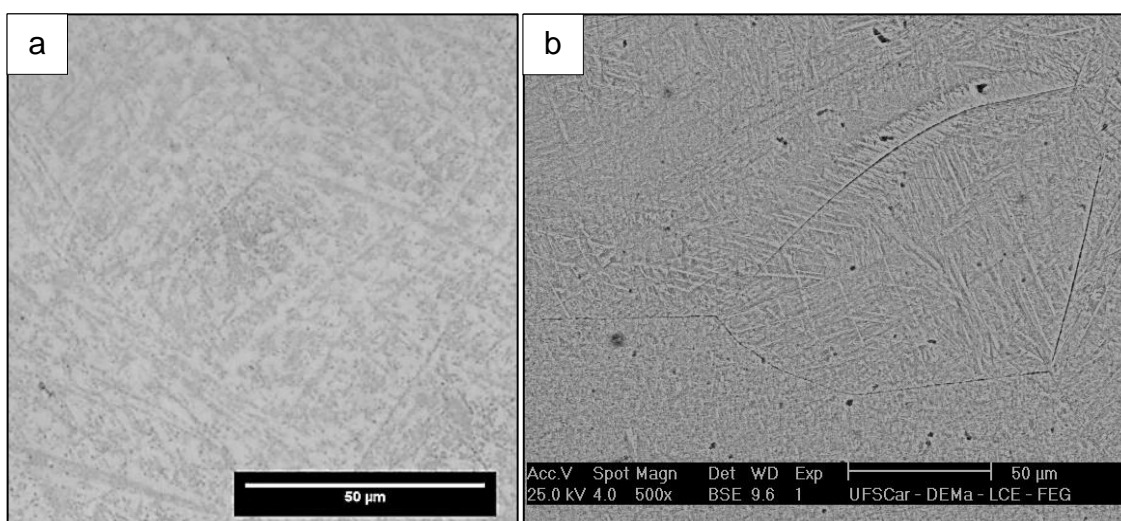


Figura 5.6. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQ e sem deformação;(a) MO (barra = 50  $\mu$ m) e (b) MEV (barra = 50  $\mu$ m).

O padrão de DRX mostrado na Figura 5.7 revela claramente a presença das fases  $\alpha'$  e  $\beta$ .

A Figura 5.8 mostra o mapa de dureza Vickers, onde é possível identificar que a região mapeada próxima ao centro apresenta valores de dureza de 235 Hv. Por outro lado, a região mapeada próxima à borda da amostra apresenta valores de dureza de 247 Hv. Isto pode indicar que o material de partida apresenta uma microestrutura inicial heterogênea produto de uma velocidade de resfriamento heterogênea por ser resfriada rapidamente em

água, provocando que seções mais espessas resfriam mais lentamente do que seções mais finas.

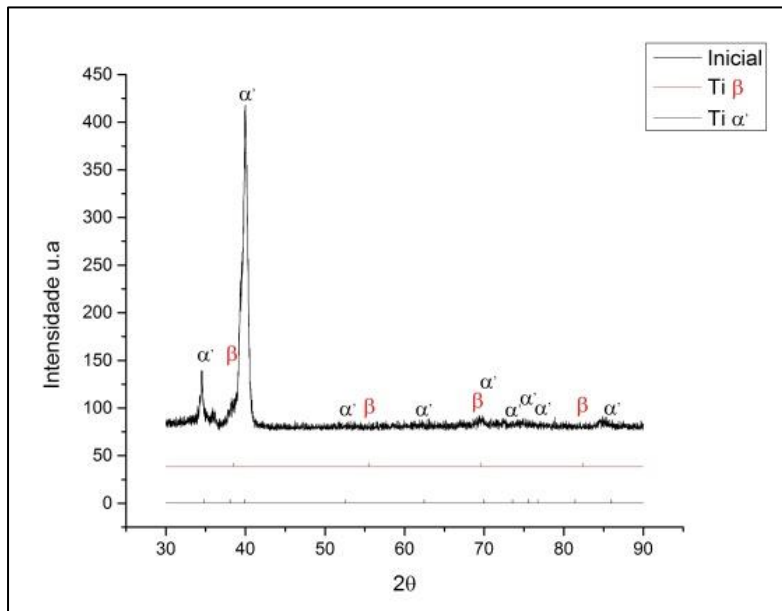


Figura 5.7. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr submetida a resfriamento rápido à partir do campo  $\beta$ .

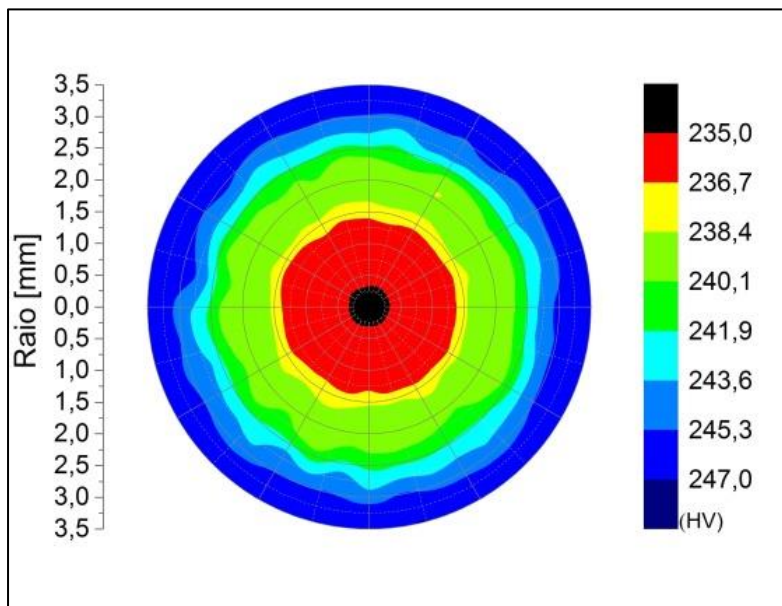
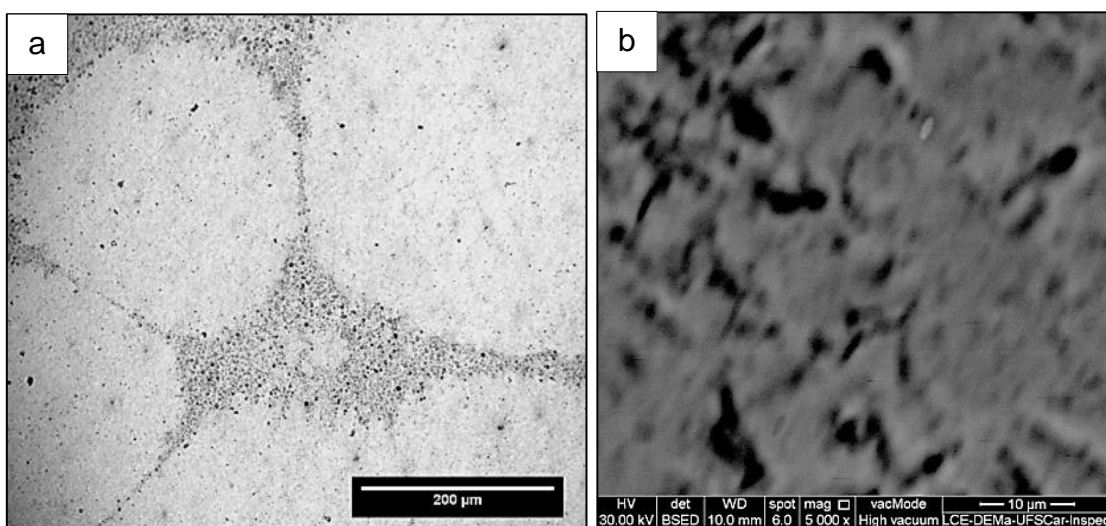


Figura 5.8. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQ e sem deformação.



#### 5.4 Amostras Envelhecidas

As microestruturas do último conjunto de amostras são apresentadas na Figura 5.9. Estas amostras que foram solubilizadas a 750°C durante 1 hora e resfriadas em água, em seguida submetidas à tratamento térmico de envelhecimento a 500° C durante 5 horas com resfriamento ao ar ( $\beta$  ST WQAT). Este último transformou a martensita obtida pela tempera em fases  $\alpha$  e  $\beta$ , e produzindo uma distribuição de  $\alpha$  globular fina ao longo das placas de martensita pré-existent. Nota-se através de microscopia óptica que a amostra é constituída essencialmente por uma estrutura granular inicialmente grosseira.



O padrão de DRX revela a presença das fases  $\alpha$  e  $\beta$  (Figura 5.10), o que está de acordo com os resultados da análise microscópica.

A Figura 5.11 mostra o mapa de dureza Vickers, nota-se que a região mapeada próxima ao centro apresenta valores de dureza de 270 Hv. Por outro lado, a região mapeada próxima à borda da amostra apresenta valores de dureza de 287 Hv. Isto pode indicar que o material de partida apresenta uma microestrutura inicialmente heterogênea produto de uma velocidade de resfriamento heterogênea por ser resfriada ao ar, provocando que seções mais espessas resfriam mais lentamente do que seções mais finas.

Uma tendência de aumento de dureza foi identificada para a condição de envelhecimento comparando-as com as duas condições iniciais. Entretanto, os valores mais altos de dureza são atribuídos à fase  $\alpha$ , a qual se encontra distribuída em forma globular fina na matriz de fase  $\alpha+\beta$ , permitindo concluir que a precipitação dessa fase aumenta a dureza da liga.

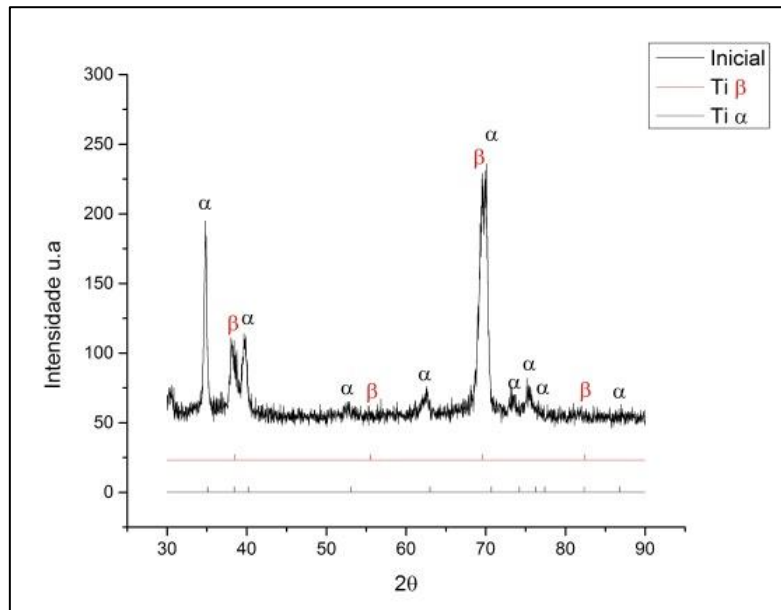


Figura 5.10. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr submetida a resfriamento rápido à partir do campo  $\beta$ .

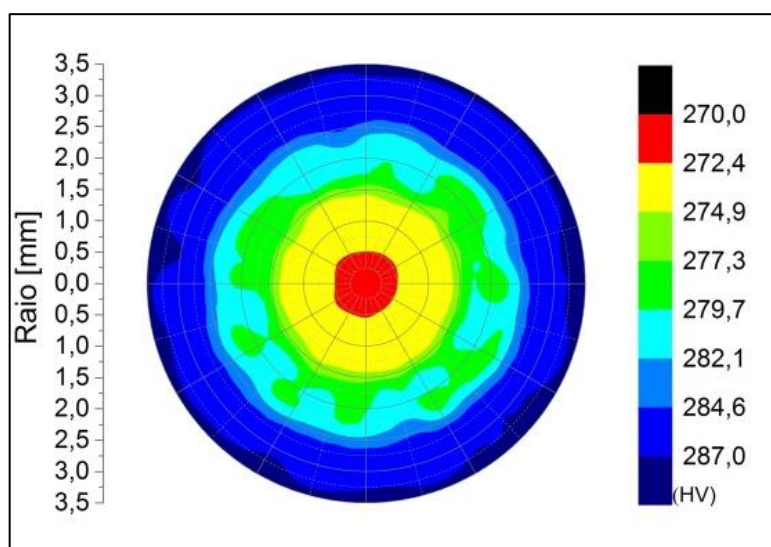


Figura 5.11. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQAC e sem deformação.



## 5.4 Caracterização das amostras deformadas pela tecnica de HPT.

## 5.5 Amostras Resfriadas ao Forno processadas por HPT.

A caracterização das amostras deformadas é apresentada nas Tabelas resumo 5.1 e 5.2.

Tabela 5.1. Tabela resumo amostras deformadas com resfriamento no forno.

	MO	MEV	MET	Padrão de DRX	Fases	Mapas de dureza (Vickers)	Pág.
1GPa 1Volta					$\alpha/\alpha'$ $\beta$		49
1GPa 3Voltas					$\alpha/\alpha'$ $\beta$		52
1GPa 5Voltas					$\alpha/\alpha'$ $\beta$		55
1.5GPa 1Volta					$\alpha/\alpha'$ $\beta$		58
1.5GPa 3Voltas					$\alpha/\alpha'$ $\beta$		60
1.5GPa 5Voltas					$\alpha/\alpha'$ $\beta$		61
2GPa 1Volta					$\alpha/\alpha'$ $\beta$		64
2GPa 3Voltas					$\alpha/\alpha'$ $\beta$		66
2GPa 5Voltas					$\alpha/\alpha'$ $\beta$		68

Tabela 5.2. Tabela resumo amostras deformadas com resfriamento no forno.

	MO	MEV	MET	Padrão de DRX	Fases	Mapas de dureza (Vickers)	Pág.
3GPa 1Volta					$\alpha/\alpha'$ $\beta$		70
3GPa 3Volts					$\alpha/\alpha'$ $\beta$		72
3GPa 5Volts					$\alpha/\alpha'$ $\beta$		75
4.5GPa 1Volta					$\alpha/\alpha'$ $\beta$ $\omega$		76
4.5GPa 3Volts					$\alpha/\alpha'$ $\beta$ $\omega$		78
4.5GPa 5Volts					$\alpha/\alpha'$ $\beta$ $\omega$		81
6GPa 1Volta					$\alpha/\alpha'$ $\beta$ $\omega$		83
6GPa 3Volts					$\alpha/\alpha'$ $\beta$ $\omega$		85
6GPa 5Volts					$\alpha/\alpha'$ $\beta$ $\omega$		87

As Figuras 5.12 e 5.13 apresentam respectivamente, os resultados de MO, MEV e campo claro virtual obtida por MET/ASTAR obtidos para as amostras com  $\beta$  ST FO após de ser deformada pela técnica de HPT. A primeira deformação foi na condição de 1 GPa e 1 volta. Nessa condição podem ser observados por microscopia MO e MEV uma morfologia do tipo lamelar similar que a condição não deformada (Fig.5.1). A microestrutura obtida por MET permite distinguir as fases  $\alpha$  e  $\beta$ , é possível também verificar que ocorre dispersão da fase  $\alpha$ , onde a mesma apresenta evolução morfológica da forma de lamelas para pequenos precipitados de  $\alpha$  nos grãos de fase  $\beta$ .

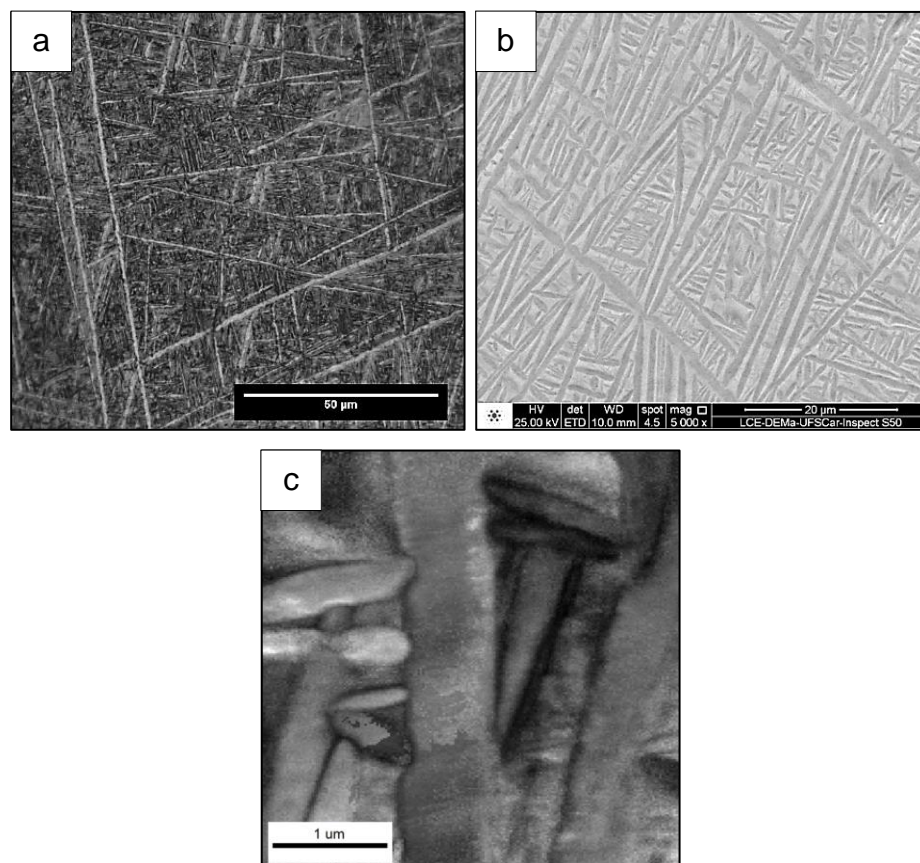


Figura 5.12. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e deformada a 1 GPa e 1 volta por HPT;(a) MO (barra = 50  $\mu\text{m}$ ) ; (b) MEV (barra = 20  $\mu\text{m}$ ) e (c) MET/ASTAR campo claro virtual (barra = 1  $\mu\text{m}$ ).

A interpretação e análise do mapa de fases obtido para as deformações por HPT envolvem em nível de dificuldade elevado, em razão que as estruturas



crystalinas das fases  $\alpha$  e  $\alpha'$ , respectivamente, são as fases esperadas sob tal condição de deformação plástica severa, exibem fichas cristalográficas muito parecidas. Isso ocorre devido ao fato de que ambas as fases citadas apresentam estrutura cristalina hexagonal compacta, com parâmetros de rede com valores muito parecidos (diferença menor que 2%) [42]. Na presença desse obstáculo, a análise das fases presentes na microestrutura foi efetuada unindo-se a técnica de difração de raios X e a microscopia eletrônica de transmissão.

O mapa de fases da Figura 5.13 mostra as fases  $\alpha$  e  $\beta$ . Como as fases  $\alpha$  e  $\alpha'$  são detectadas da mesma forma por terem parâmetros de redes muito similares, somente a fase  $\alpha$  foi quantificada. No mapa de fases as fases  $\alpha/\alpha'$  aparecem em amarelo com uma porcentagem volumétrica de 65,8%, por outro lado à fase  $\beta$  (em azul) representa 34,2% do volume total da amostra.

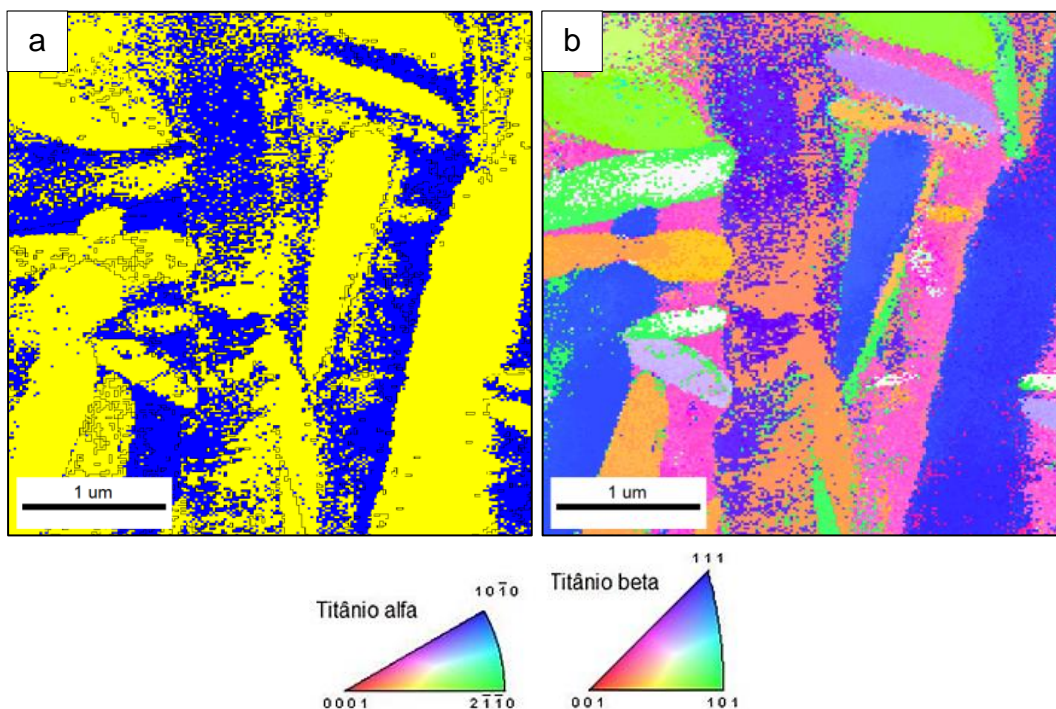


Figura 5.13. Micrografia por MET/ASTAR da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e deformada a 1 GPa e 1 volta por HPT. (a) mapa de fases (cor amarelo fase  $\alpha$  e cor azul fase  $\beta$ ), (b) mapa de orientação por identificação automática em MET (barra = 1  $\mu$ m).

Existe uma diminuição de fase  $\beta$ , quando comparada com a condição não deformada (Fig.5.13), isto pode ser explicado por uma transformação de fase induzida pela pressão e deformação, onde a fase  $\beta$  se transforma para uma estrutura hexagonal do tipo martensítica ( $\beta \rightarrow \alpha'$ ), mudando para uma morfologia com característica acicular [43].

Constatou-se ausência de textura e o tamanho de grão medido por MET/ASTAR entre as fases  $\alpha$  e  $\beta$  é 752 nm. O padrão de DRX da liga com  $\beta$  ST FC com deformação a 1 GPa e 1 volta é apresentado na Figura 5.14 mostra as fases  $\alpha$  e  $\alpha'$ , como ambas fases tem um padrão de difração muito similar são identificadas como uma só, a fase  $\beta$  também foi detectada.

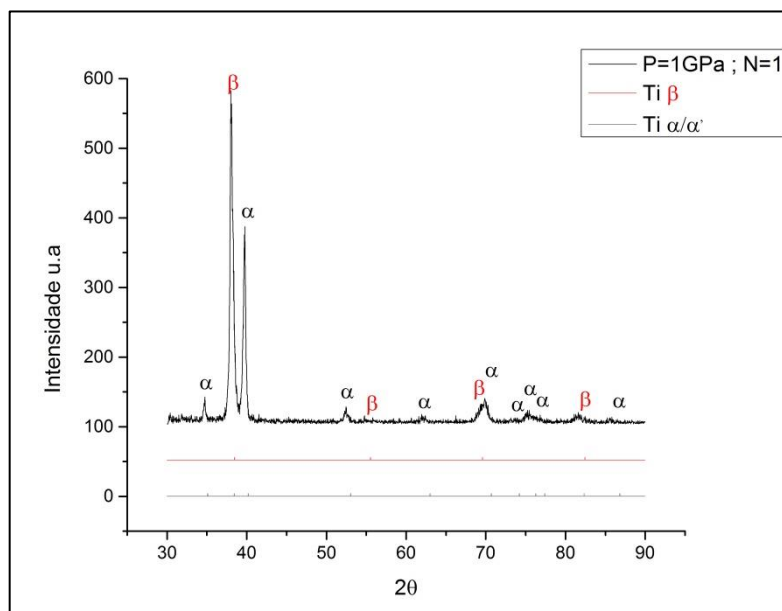


Figura 5.14. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e deformada a 1 GPa e 1 volta por HPT .

A Figura 5.15 mostra o mapa de dureza Vickers, é possível ver que a região mapeada próxima ao centro apresenta valores de dureza de 255 Hv, devido ao menor cisalhamento imposto a amostra. Por outro lado, a região mapeada próxima à borda da amostra apresenta valores de dureza de 279 Hv. É notada também uma grande heterogeneidade nos valores de dureza no processo de HPT, porém tais resultados foram amplamente abordados por Alexander, Zhilyaev e Langdon em um artigo escrito em 2008, intitulado “Using

high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications” [30]. Neste artigo, os pesquisadores explicam a variação da homogeneidade na dureza em um disco processado por HPT, acontecendo que nos estágios iniciais de deformação a região central a microdureza é menor comparada com valores de microdureza mais elevados nas regiões periféricas. Por outro lado quando a deformação provocada pela torção é continuada para um nível suficientemente alto as microdurezas parecem-se tornar razoavelmente mais homogênea através dos discos [30].

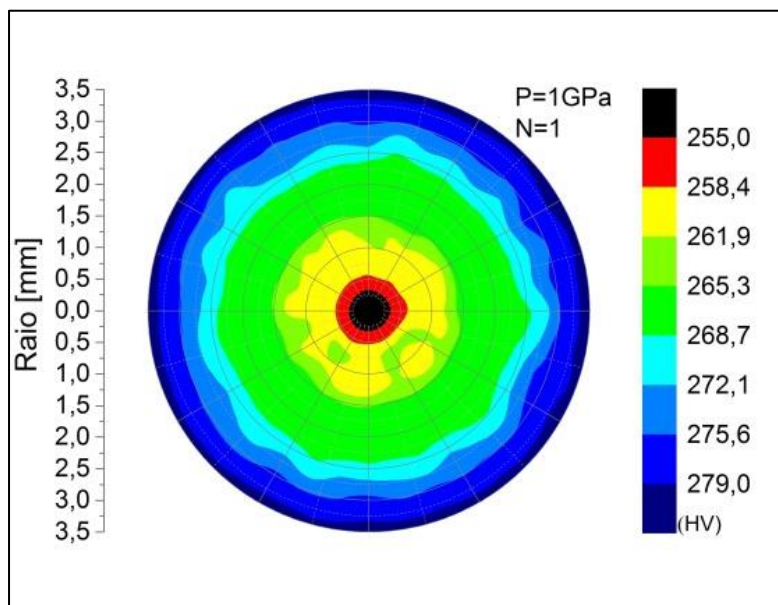


Figura 5.15. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO com deformação de 1 GPa e 1 volta por HPT.

Os resultados de microscopia, mapa de fases e o mapa de orientação para a condição de 1 GPa e 3 voltas por HPT podem ser vistos nas Figuras 5.16 e 5.17 respectivamente. As análises através de MO, MEV e MET revelaram que a amostra da liga Ti-13Nb-13Zr apresenta uma morfologia lamelar do tipo Widmanstätten entre as fases  $\alpha + \beta$  (Figura 5.16 (c)). O padrão de DRX mostrado na Figura 5.18 confirma a presença das fases  $\alpha$ ,  $\alpha'$  e  $\beta$ . Ao aumentar o número de voltas (condição de 1 GPa e 3 voltas), observa-se no mapa de fases mostrado na Figura 5.17 (a) uma distribuição de 67,0% de fases  $\alpha/\alpha'$  e 33,0% de fase  $\beta$ . Existe uma diminuição de fase  $\beta$ , quando comparada com a

condição não deformada, associada com a transformação de fase ( $\beta \rightarrow \alpha'$ ) induzida pela pressão e deformação. Ausência de orientação preferencial e tamanho de grão medido por MET/ASTAR é 497 nm.

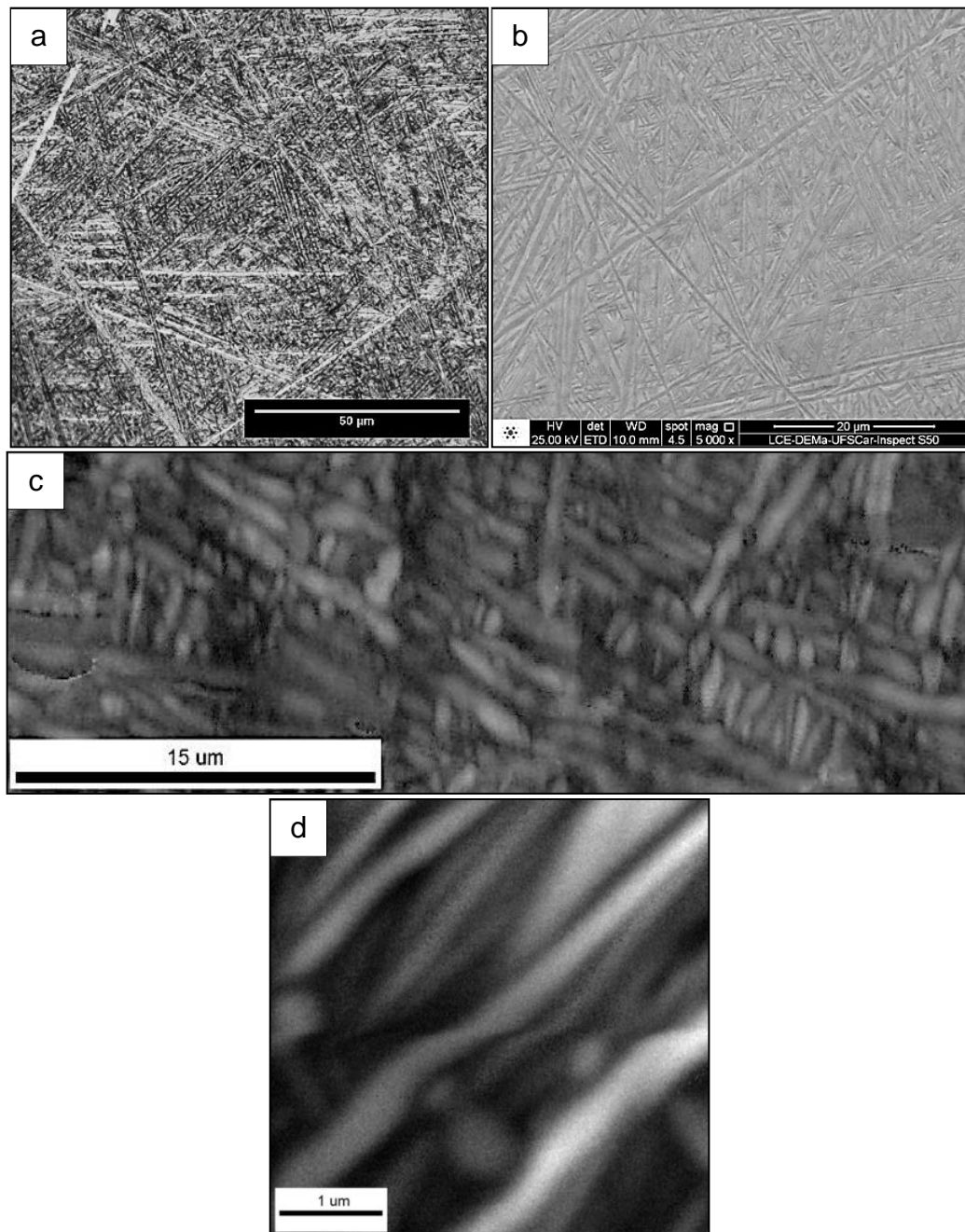


Figura 5.16. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e deformada a 1 GPa e 3 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50  $\mu\text{m}$ ) ; (b) e (c) MEV ((b) barra = 20  $\mu\text{m}$ ) ,((c) barra = 15  $\mu\text{m}$ ) e (d) MET/ASTAR Figura de campo claro virtual (barra = 1  $\mu\text{m}$ ).



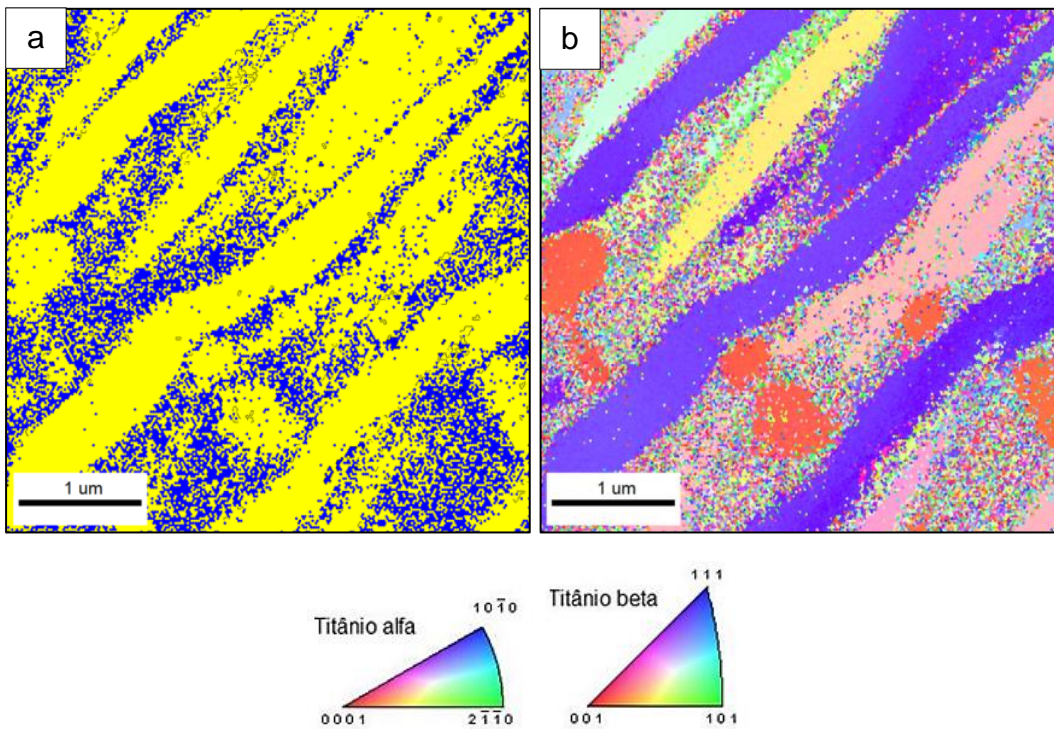


Figura 5.17. Micrografia por MET/ASTAR da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e deformada a 1 GPa e 3 voltas por HPT. (a) mapa de fases (cor amarelo fase  $\alpha$  e cor azul fase  $\beta$ ), (b) mapa de orientação por identificação automática em MET (barra = 1  $\mu\text{m}$ ).

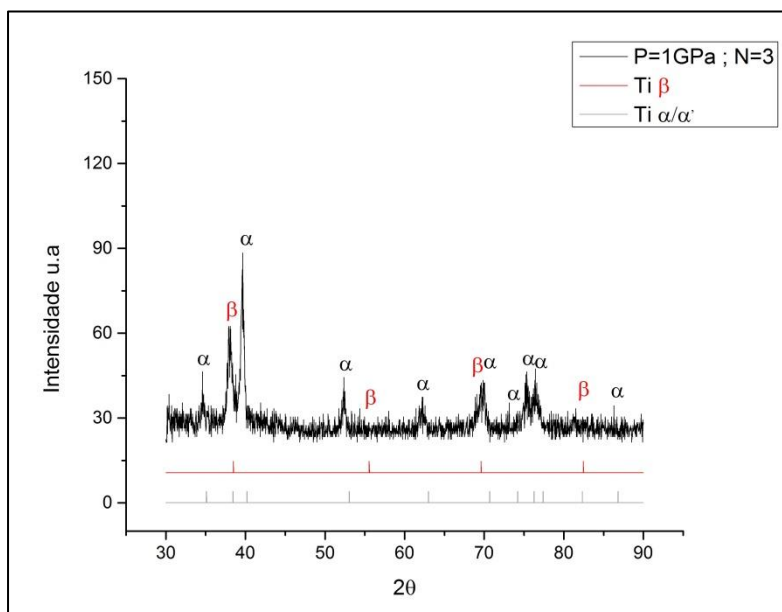


Figura 5.18. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e deformada a 1 GPa e 3 voltas por HPT.



A Figura 5.19 mostra o mapa de dureza Vickers, é possível ver que a região mapeada próxima ao centro apresenta valores de dureza de 255 Hv, devido ao menor cisalhamento imposto à amostra. Por outro lado, a região mapeada próxima da borda da amostra apresenta valores de dureza de 282 Hv.

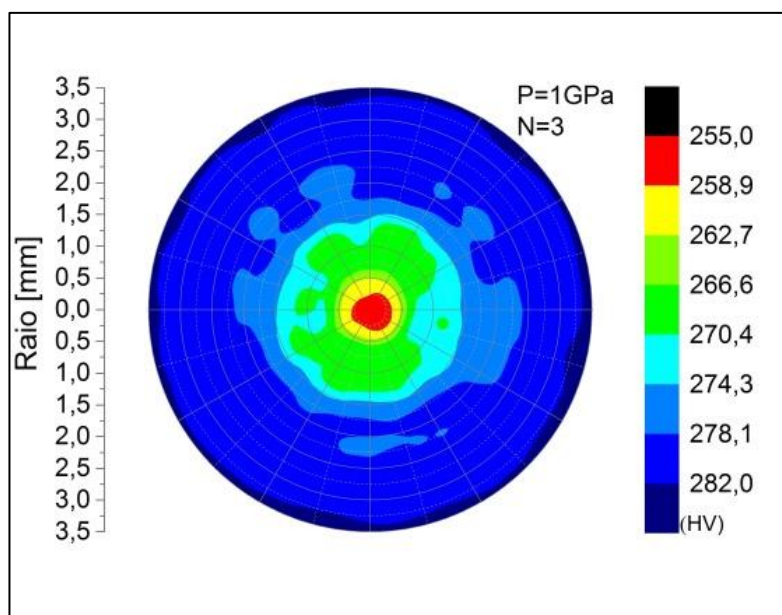


Figura 5.19. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO com deformação de 1 GPa e 3 voltas por HPT.

As Figuras 5.20 e 5.21 respectivamente, apresentam os resultados de microscopia, mapa de fases e mapa de orientação, obtidos para as amostras com deformação por HPT a 1 GPa e 5 voltas. As análises através de MO, MEV e MET revelaram que a amostra da liga Ti-13Nb-13Zr apresenta um refino microestrutural. O padrão de DRX mostrados na Figura 5.22 confirma a presença das fases  $\alpha$ ,  $\alpha'$  e  $\beta$ . O mapa de fases da Figura 5.21 (a) apresenta uma distribuição de 67,0% de fase  $\alpha$ , e 33,0% de fase  $\beta$ , a qual foi a mesma da condição anterior de 1 GPa e 3 voltas. Isto confirma que para a condição de 1 GPa de pressão existe transformação de fase de ( $\beta \rightarrow \alpha'$ ) induzida pela pressão e deformação. Ausência de orientação preferencial e tamanho de grão medido por MET/ASTAR é 246 nm.

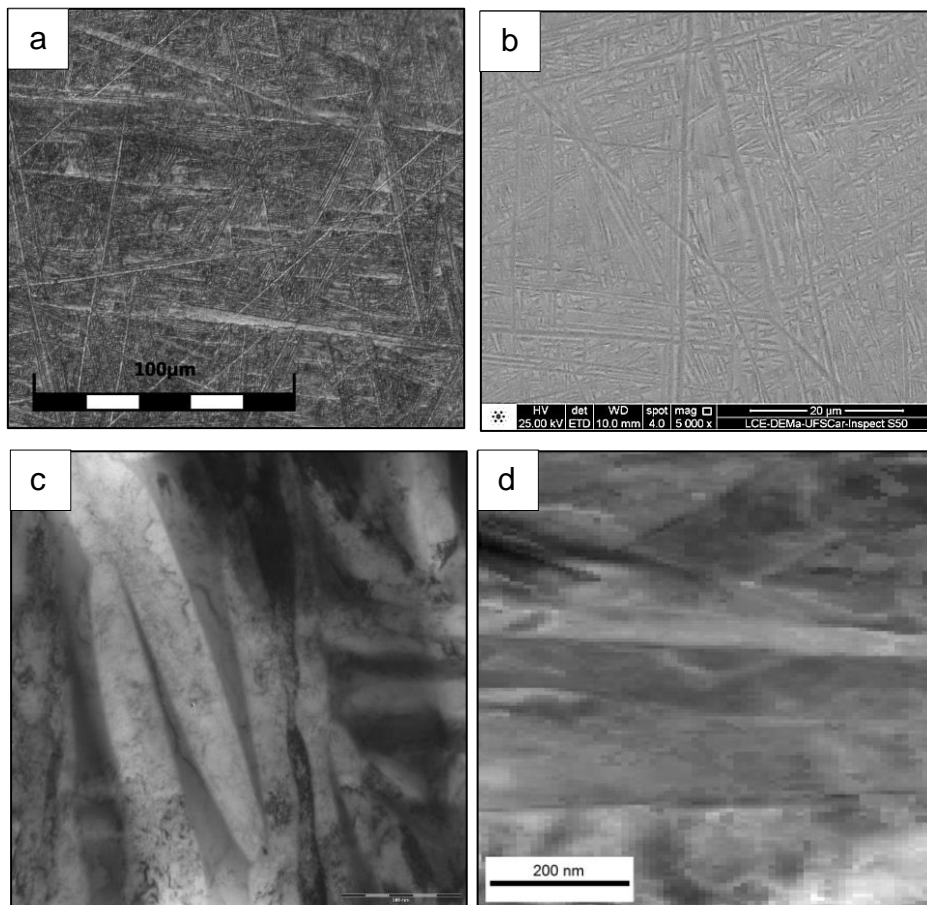


Figura 5.20. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e deformada a 1 GPa e 5 voltas por HPT;(a) MO (barra = 100  $\mu$ m) ; (b) MEV (barra = 20  $\mu$ m) ;(c) MET de campo claro (barra = 500 nm) e (d) MET/ASTAR Figura de campo claro virtual (barra = 200 nm).

A dureza para esta condição tem um aumento mais homogêneo dentro do disco processado por HPT, o qual é visto no mapa de durezas da Figura 5.23. Observa-se que na região mapeada próxima ao centro apresenta valores de dureza de 276 Hv assim como, a região mapeada próxima da borda amostra apresenta valores de dureza de 290 Hv. Isto é explicado por o aumento de voltas no processo de HPT o qual tem um efeito de homogeneizar a microestrutura dando propriedades mecânicas neste caso de dureza mais uniformes.

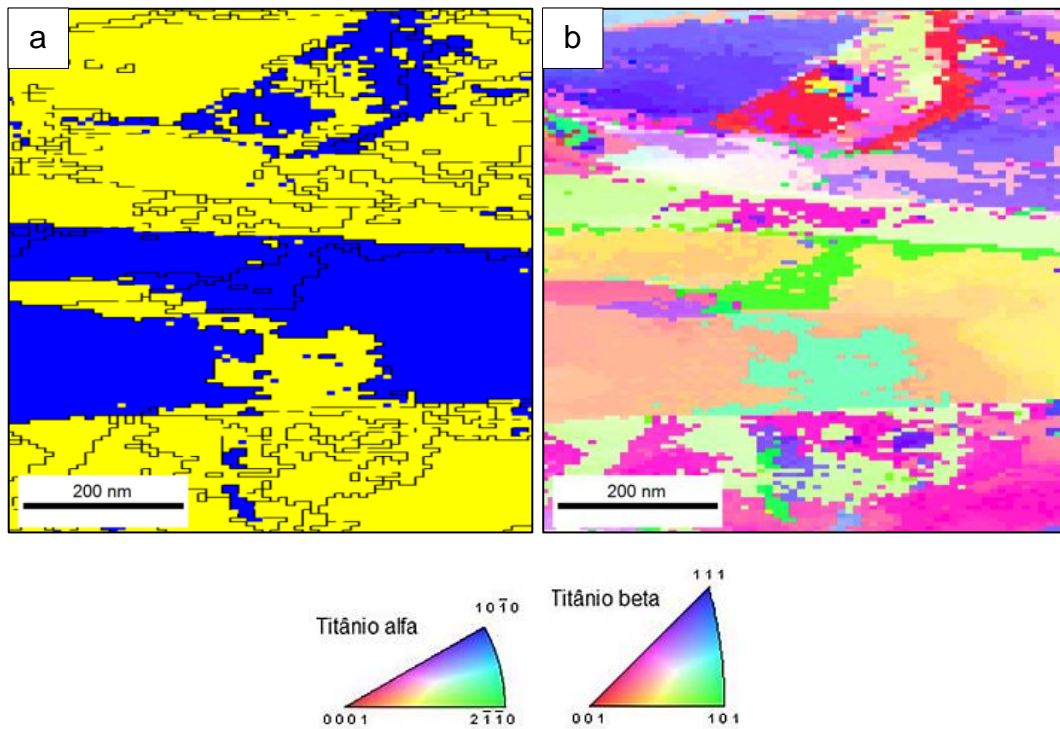


Figura 5.21. Micrografia por MET/ASTAR da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e deformada a 1 GPa e 5 voltas por HPT. (a) mapa de fases (cor amarelo fase  $\alpha$  e cor azul fase  $\beta$ ), (b) mapa de orientação por identificação automática em MET (barra = 200 nm).

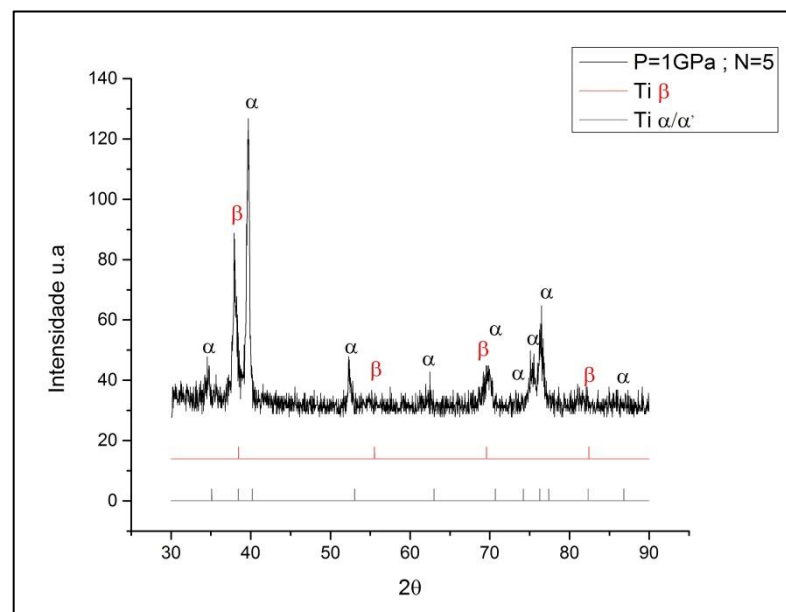


Figura 5.22. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e deformada a 1 GPa e 5 voltas por HPT.

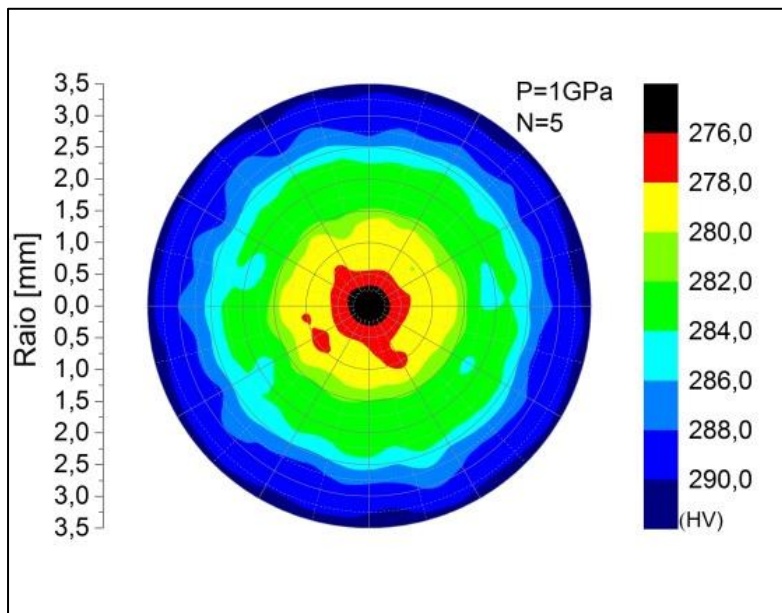


Figura 5.23. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO com deformação de 1 GPa e 5 voltas por HPT.

Ao aumentar a pressão para 1.5 GPa no processo de HPT, e dando uma volta completa a frio, os resultados de microscopia, difração de raios X e dureza podem ser vistos nas Figuras 5.24, 5.25 e 5.26 respectivamente. Nesta condição também são vistas as fases  $\alpha$ ,  $\alpha'$  e  $\beta$  no padrão de DRX, as quais também possuem microestrutura do tipo lamelar Widmanstatten.

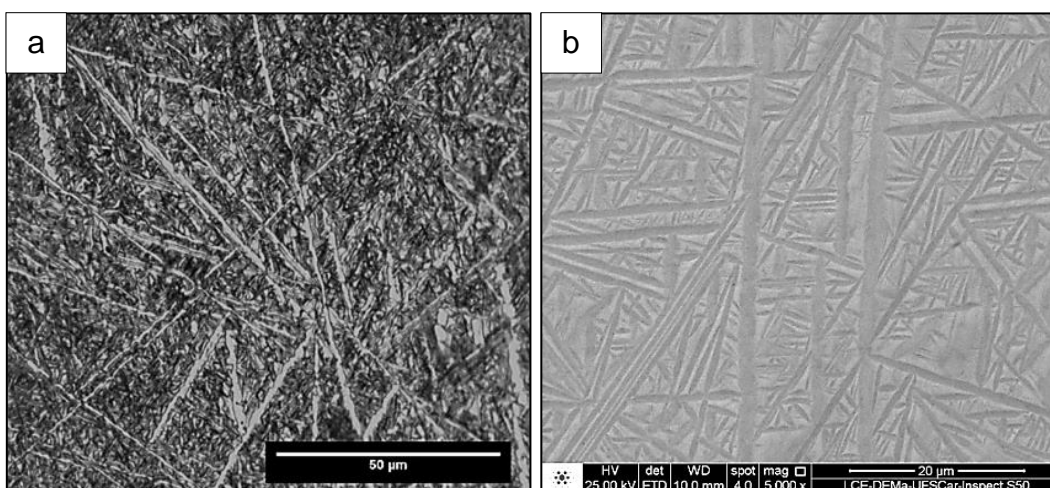


Figura 5.24. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e deformada a 1.5 GPa e 1 volta por HPT;(a) MO (barra = 50  $\mu$ m) ; (b) MEV (barra = 20  $\mu$ m).

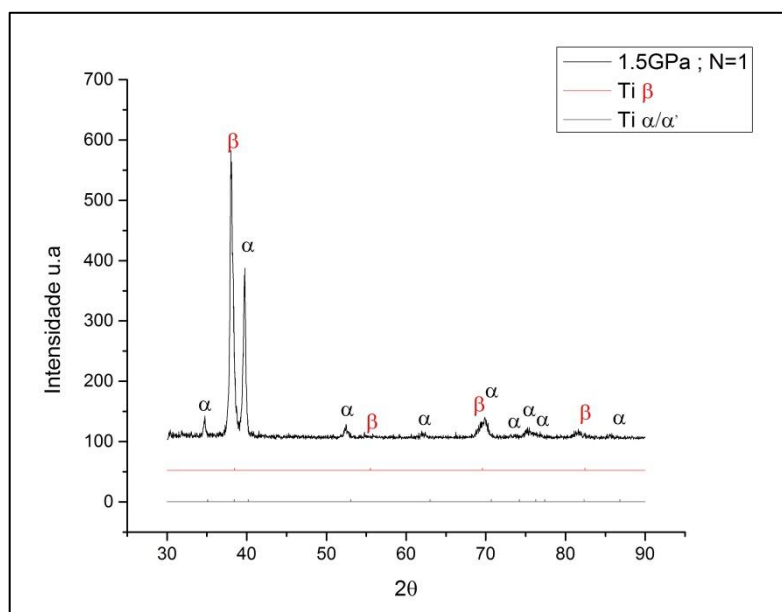


Figura 5.25. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e deformada a 1.5 GPa e 1 volta por HPT.

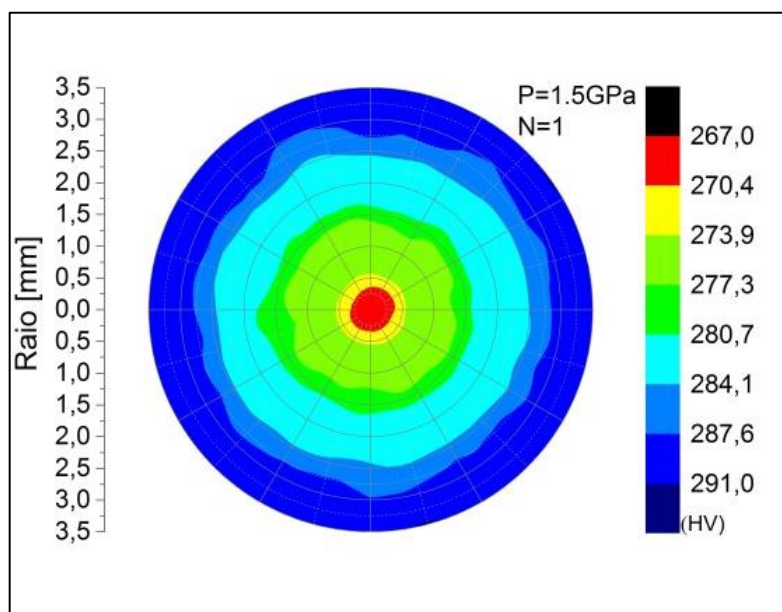


Figura 5.26. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO com deformação de 1.5 GPa e 1 volta por HPT.

Com relação à dureza, é possível ver que a região mapeada próxima ao centro apresenta valores de dureza de 267 Hv, por outro lado, a região mapeada próxima à borda apresenta valores de dureza de 279 Hv.



Os resultados de microscopia, difração de raios X e durezas para a condição de 1.5 GPa e 3 voltas podem ser vistos nas Figuras 5.27 ,5.28 e 5.29 respectivamente.

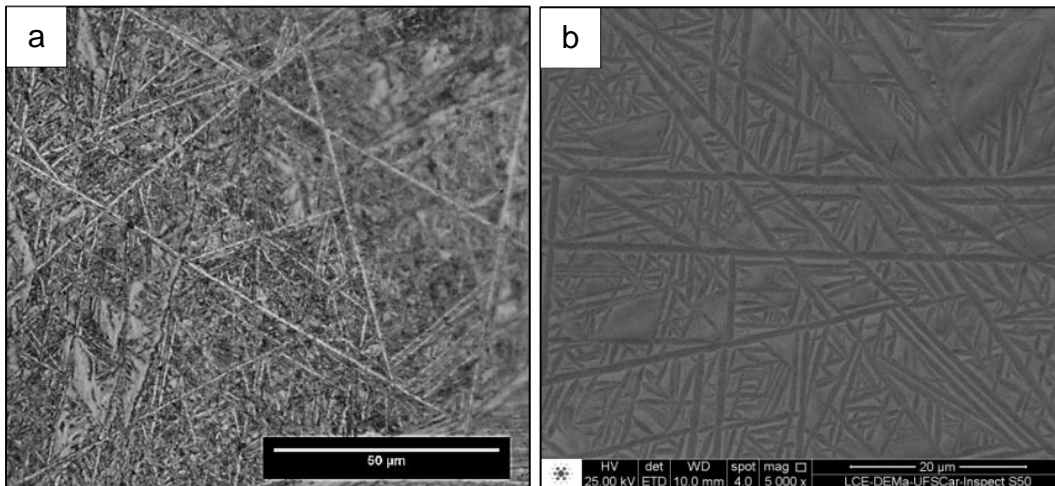


Figura 5.27. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e deformada a 1.5 GPa e 3 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50  $\mu$ m) ; (b) MEV (barra = 20  $\mu$ m).

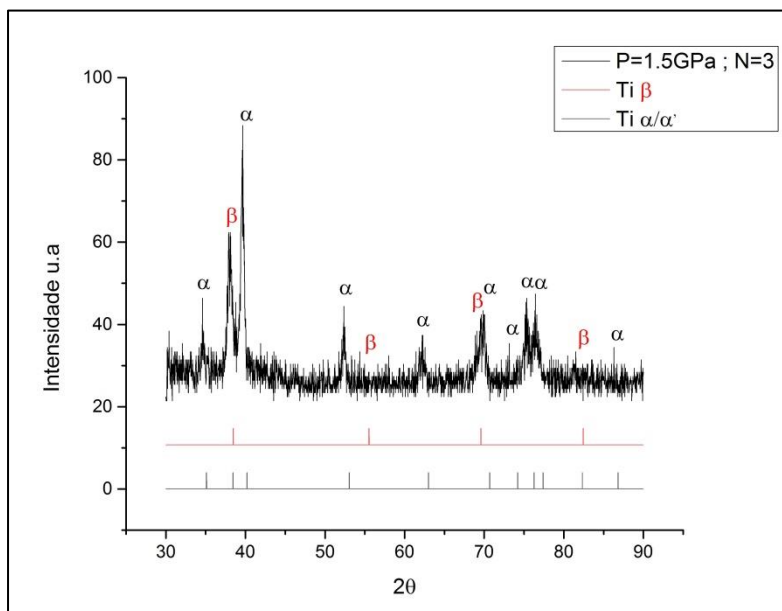


Figura 5.28. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e deformada a 1.5 GPa e 3 voltas por HPT.

As análises através de MO e MEV revelaram uma microestrutura do tipo lamelar  $\alpha+\beta$ . O padrão de DRX mostrado na Figura 5.28 confirma a presença das fases  $\alpha$ ,  $\alpha'$  e  $\beta$ .

A dureza mapeada próxima ao centro apresenta valores de dureza de 271 Hv, já a região próxima à borda apresenta valores de dureza de 296 Hv.

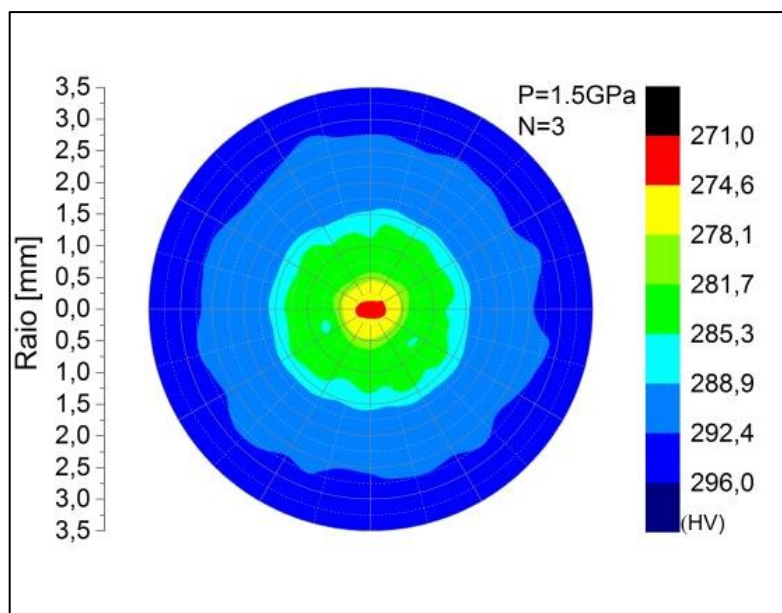


Figura 5.29. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO com deformação de 1.5 GPa e 3 voltas por HPT.

As Figuras 5.30 e 5.31 apresentam respectivamente, resultados de microscopia, mapa de fases e mapa de orientação, obtidos para as amostras com deformação por HPT a 1.5 GPa e 5 voltas. As análises através de MO, MEV e MET revelaram que a amostra da liga Ti-13Nb-13Zr apresenta uma microestrutura lamelar com fase  $\alpha$  e  $\alpha'$  de forma acicular nas bordas do grão (Figura 5.30 (c)). O padrão de DRX mostrados na Figura 5.22 confirma a presença das fases  $\alpha$ ,  $\alpha'$  e  $\beta$  o qual tem relação com as micrografias obtidas. Para esta condição, observa-se no mapa de fases uma distribuição de 67,2% de fase  $\alpha$  e 32,8% de fase  $\beta$ . Confere-se uma diminuição de fase  $\beta$ , quando comparada com a condição não deformada, associada com a transformação de fase ( $\beta \rightarrow \alpha'$ ). Ausência de orientação preferencial e tamanho de grão medido por MET/ASTAR entre as fases  $\alpha$  e  $\beta$  é 182 nm.

A dureza para esta condição tem um aumento com valores 283 Hv na região próxima ao centro do disco e valores de 301 Hv para as bordas.

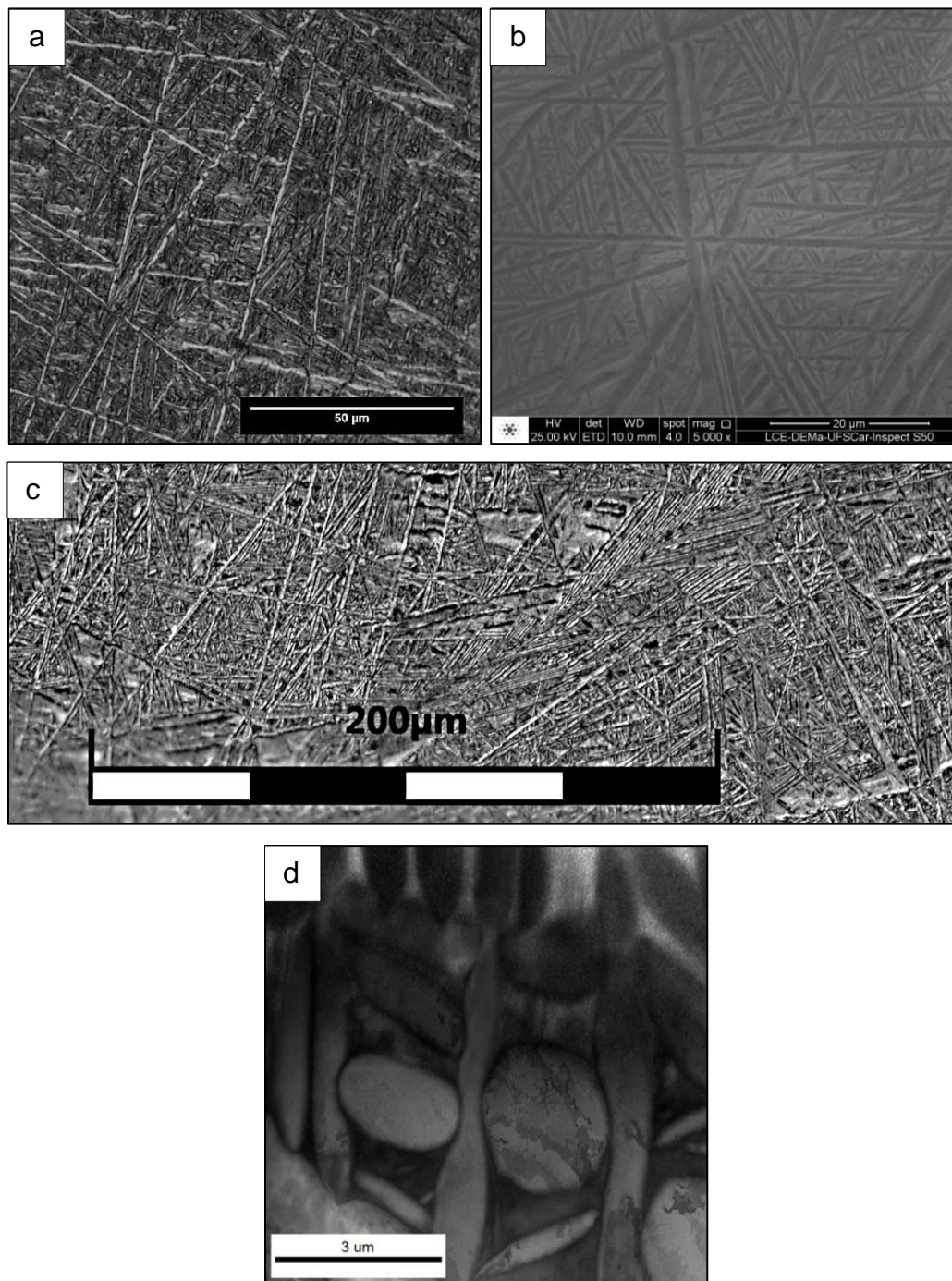


Figura 5.30. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e deformada a 1.5 GPa e 5 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50  $\mu\text{m}$ ), (b) MEV (barra = 20  $\mu\text{m}$ ); (c) MO (barra = 200  $\mu\text{m}$ ) e (d) MET/ASTAR figura de campo claro virtual (barra = 3  $\mu\text{m}$ ).



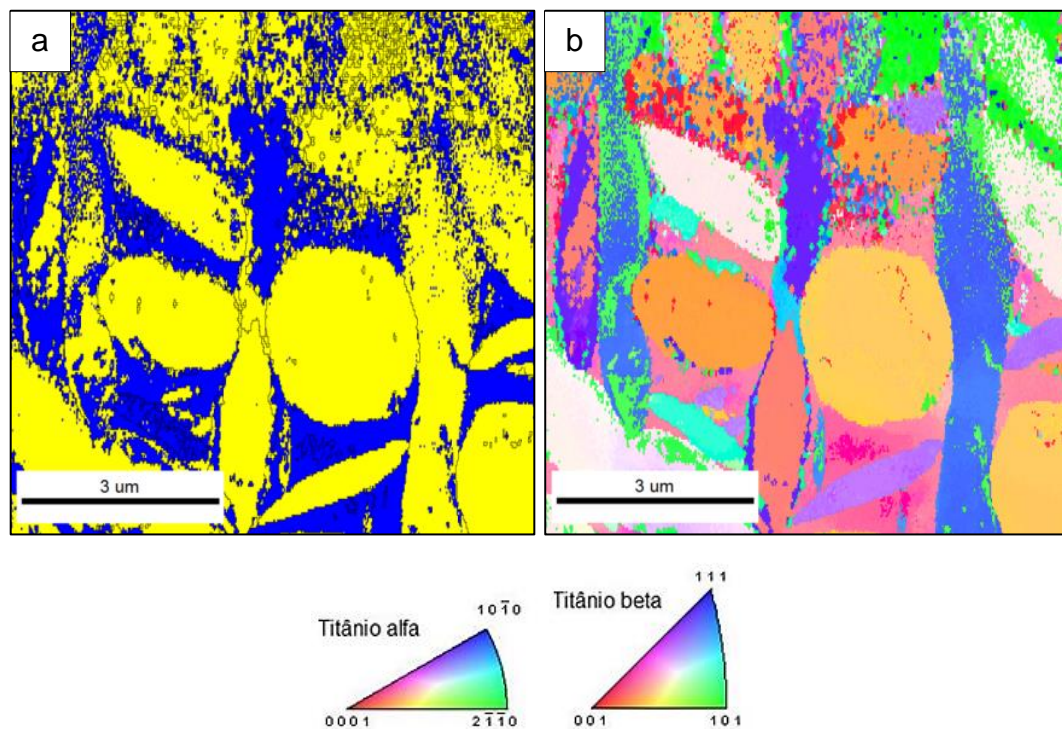


Figura 5.31. Micrografia por MET/ASTAR da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e deformada a 1.5 GPa e 5 voltas por HPT. (a) mapa de fases (cor amarelo fase  $\alpha$  e cor azul fase  $\beta$ ), (b) mapa de orientação por por identificação automática em MET (barra = 3  $\mu\text{m}$ ).

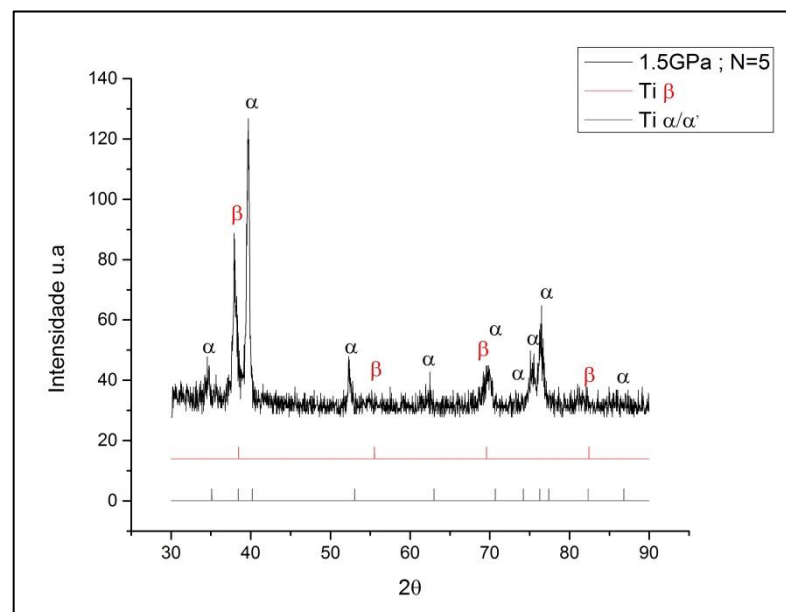


Figura 5.32. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e deformada a 1.5 GPa e 5 voltas por HPT.

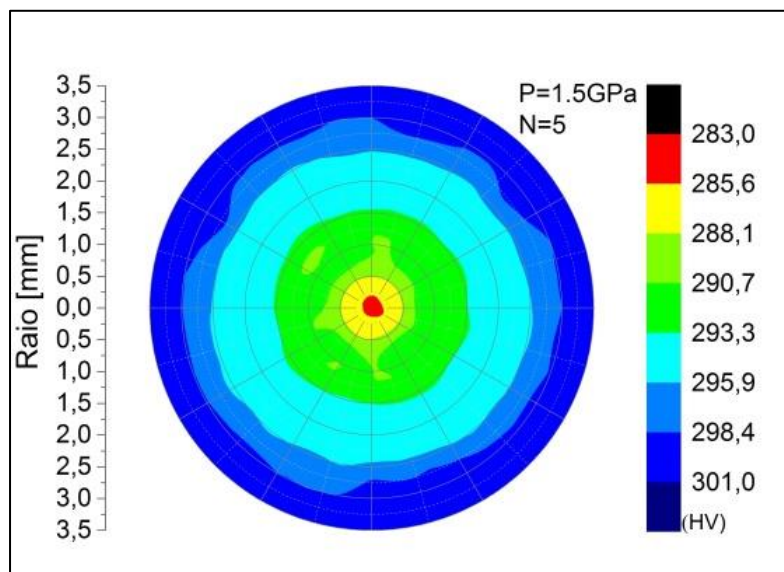


Figura 5.33. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO com deformação de 1.5 GPa e 5 voltas por HPT.

As Figuras 5.34, 5.35 e 5.36 apresentam respectivamente os resultados de microscopia, difração de raios X e dureza, obtidos para as amostras com deformação por HPT 2 GPa e 1 volta. As análises através de MO e MEV revelaram uma microestrutura do tipo lamelar  $\alpha+\beta$ . O padrão de DRX confirma a presença das fases  $\alpha$ ,  $\alpha'$  e  $\beta$ .

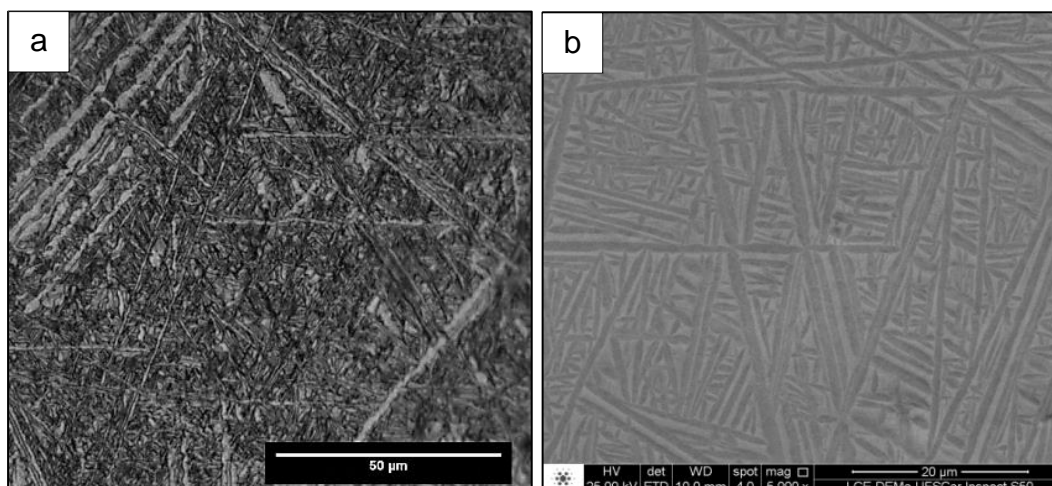


Figura 5.34. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e deformada a 2 GPa e 1 volta por HPT;(a) MO (barra = 50  $\mu\text{m}$ ) ; (b) MEV (barra = 20  $\mu\text{m}$ ).

Os resultados de dureza Vickers para esta condição têm valores mínimos para o centro do disco de 278,0 Hv, e valores máximos na borda de 301,0 Hv.

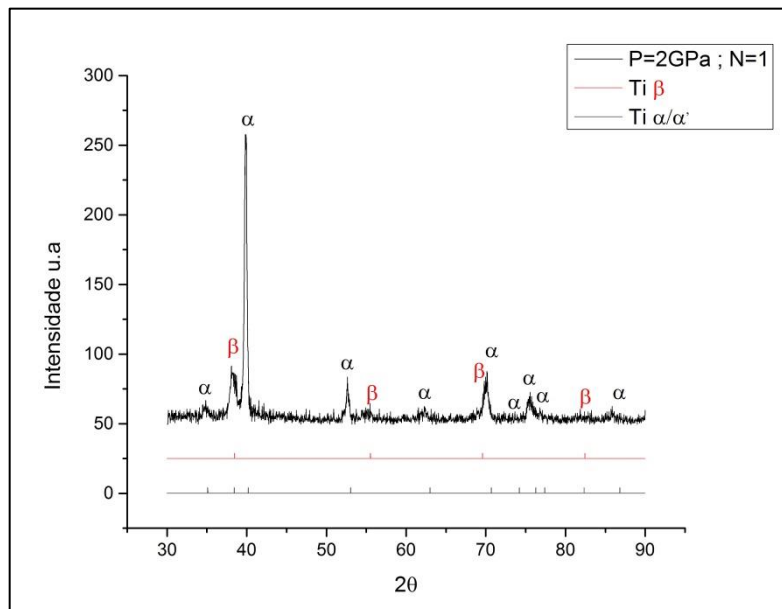


Figura 5.35. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com β ST FO e deformada a 2 GPa e 1 volta por HPT.

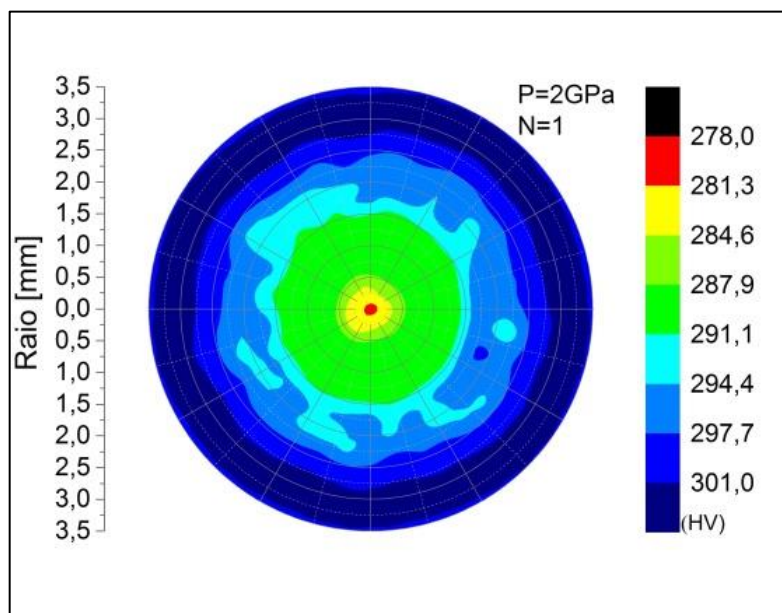


Figura 5.36. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com β ST FO com deformação de 2 GPa e 1 volta por HPT.

As Figuras 5.37 e 5.38 apresentam respectivamente os resultados de microscopia, mapa de fases e o mapa de orientação, obtidos para as amostras com deformação por HPT a 2 GPa e 3 voltas. As análises através de MO, MEV e MET revelaram uma distorção da morfologia lamelar, produto da grande deformação aplicada. O padrão de DRX confirma a presença das fases  $\alpha$ ,  $\alpha'$  e  $\beta$ .

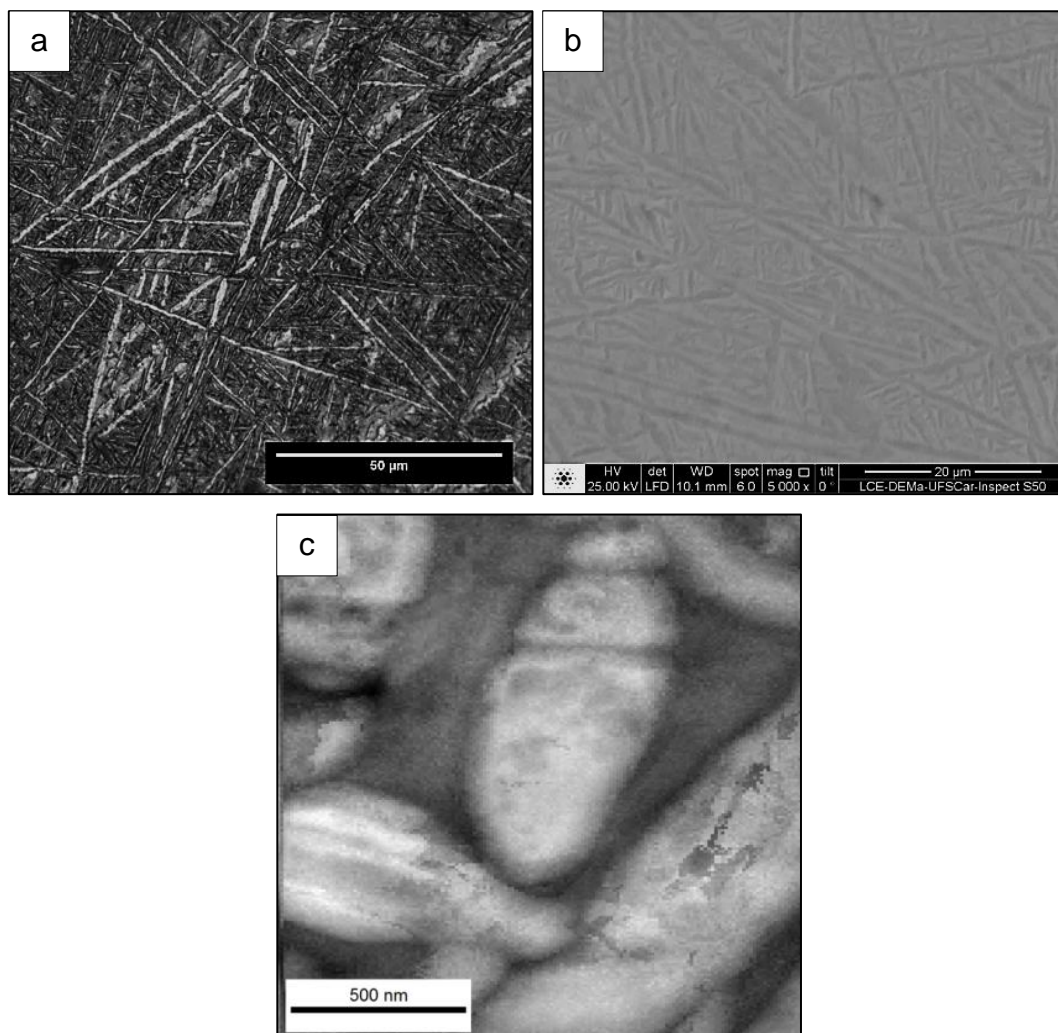


Figura 5.37. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e deformada a 2 GPa e 3 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50  $\mu\text{m}$ ) ; (b) MEV (barra = 20  $\mu\text{m}$ ) e (c) MET/ASTAR figura de campo claro virtual (barra = 500 nm).



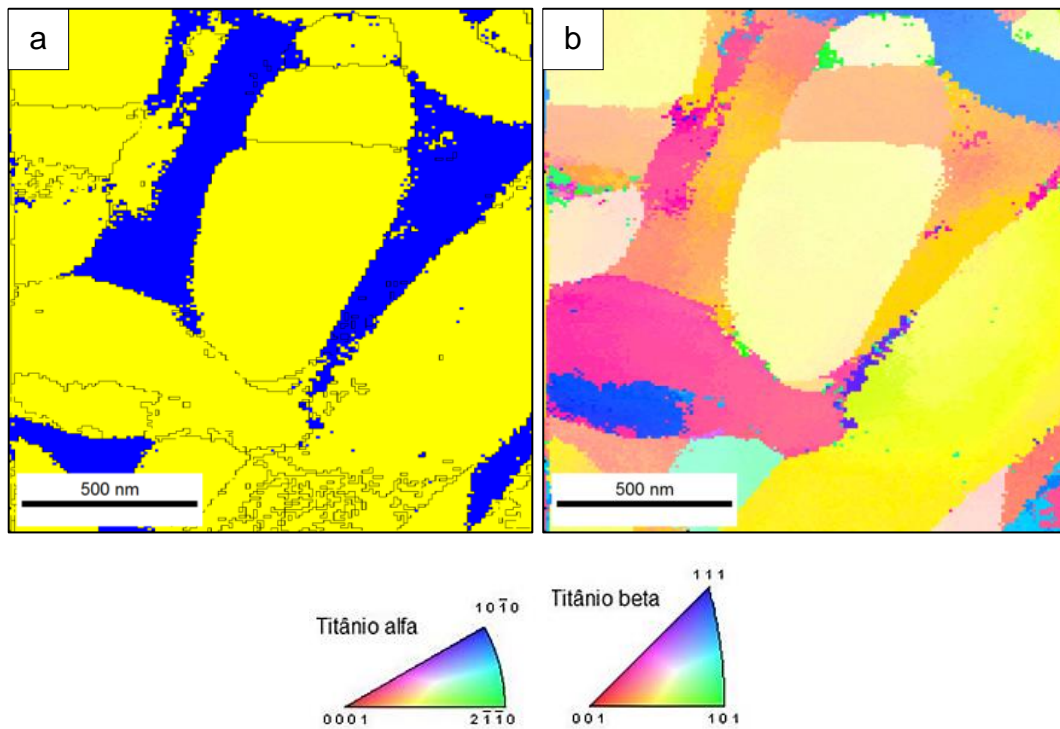


Figura 5.38. Micrografia por MET/ASTAR da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e deformada a 2 GPa e 3 voltas por HPT. (a) mapa de fases (cor amarelo fase  $\alpha$  e cor azul fase  $\beta$ ), (b) mapa de orientação por identificação automática em MET (barra = 500 nm).

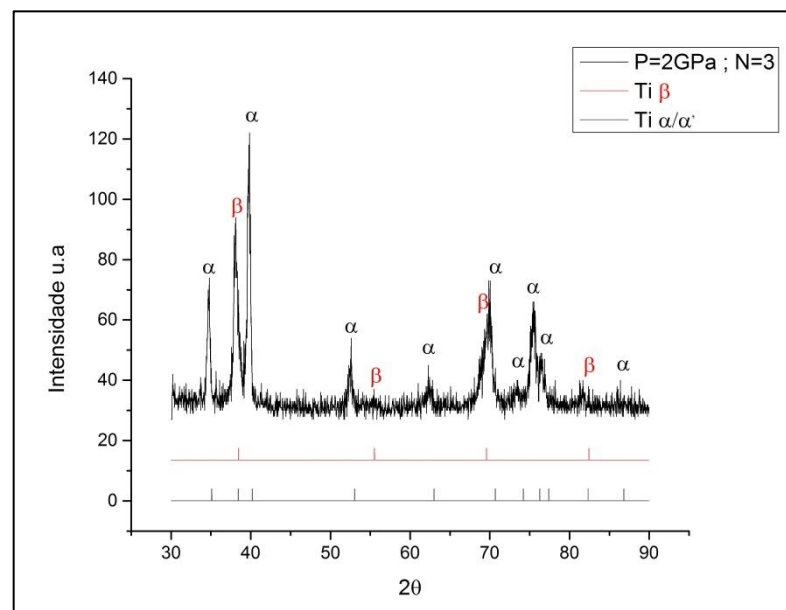


Figura 5.39. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e deformada a 2 GPa e 3 voltas por HPT.

Para esta condição, observa-se no mapa de fases da Figura 5.38(a) uma distribuição de 73,2% das fases  $\alpha/\alpha'$  e 26,8% de fase  $\beta$ . Existe uma diminuição de fase  $\beta$ , quando comparada com a condição não deformada, associada com a transformação de fase ( $\beta \rightarrow \alpha'$ ) induzida pela pressão e deformação aplicada. Ausência de orientação preferencial e por outro lado o tamanho de grão medido por MET/ASTAR é 298 nm.

Os resultados de dureza Vickers para esta condição têm valores mínimos para o centro do disco de 286,0 Hv, e valores máximos na borda de 308,0 Hv.

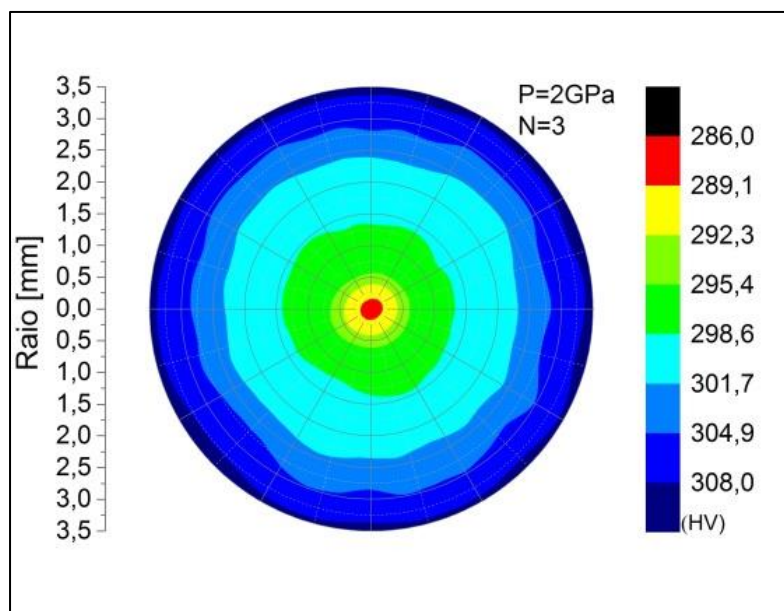


Figura 5.40. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO com deformação de 2 GPa e 3 voltas por HPT.

As Figuras 5.41, 5.42 e 5.43 apresentam respectivamente, resultados de microscopia, difração de raios X e durezas, obtidos para as amostras com deformação por HPT a 2 GPa e 5 voltas. As análises através de MO e MEV revelaram uma microestrutura do tipo lamelar  $\alpha+\beta$  com agulhas do tipo martensítica de  $\alpha'$  induzidas pela deformação severa. O padrão de DRX confirma que as fases  $\alpha$ ,  $\alpha'$  e  $\beta$  estão presentes.

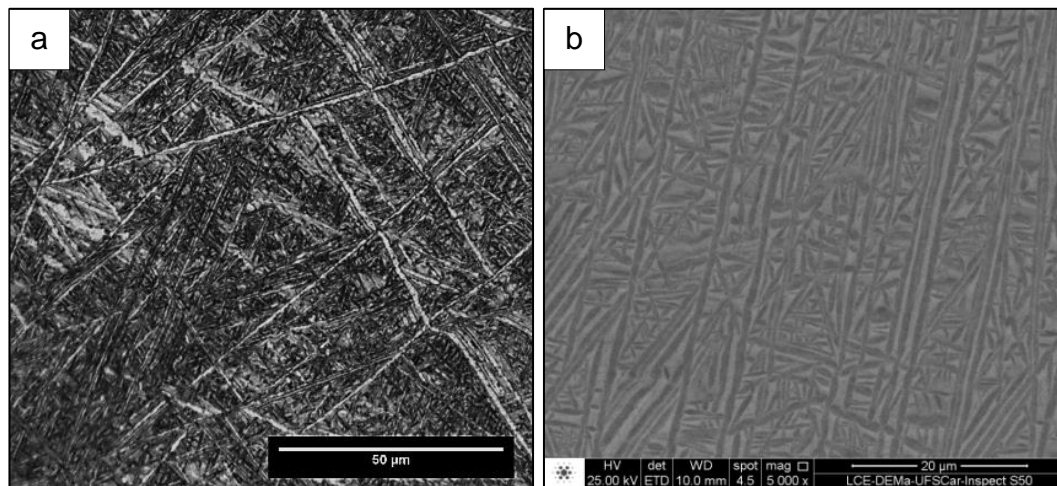


Figura 5.41. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e deformada a 2 GPa e 5 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50  $\mu\text{m}$ ) ; (b) MEV (barra = 20  $\mu\text{m}$ ).

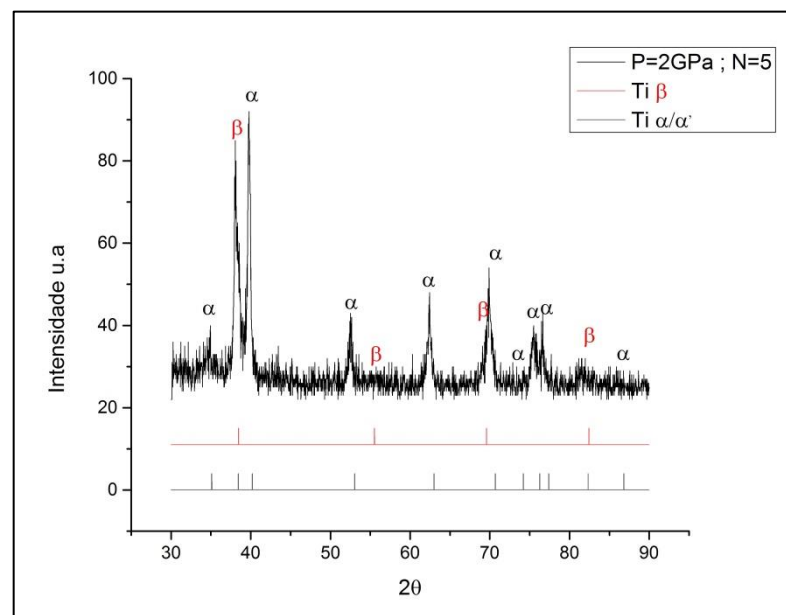


Figura 5.42. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e deformada a 2 GPa e 5 voltas por HPT.

Os resultados de dureza Vickers para esta condição têm valores mínimos para o centro do disco de 289,0 Hv, e valores máximos na borda de 310,0 Hv.

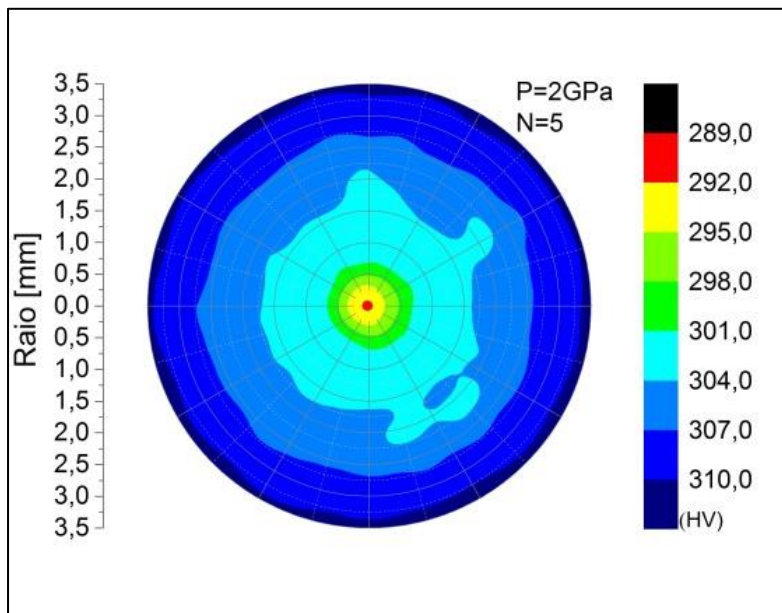


Figura 5.43. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO com deformação de 2 GPa e 3 voltas por HPT.

As Figuras 5.44, 5.45 e 5.46 apresentam respectivamente, os resultados de microscopia, difração de raios X e dureza, obtidas para as amostras com deformação por HPT a 3 GPa e 1 volta. As análises através de MO e MEV revelaram uma microestrutura do tipo  $\alpha+\beta$  com presença de martensita  $\alpha'$ . O padrão de DRX confirma que as fases  $\alpha$ ,  $\alpha'$  e  $\beta$  estão presentes.

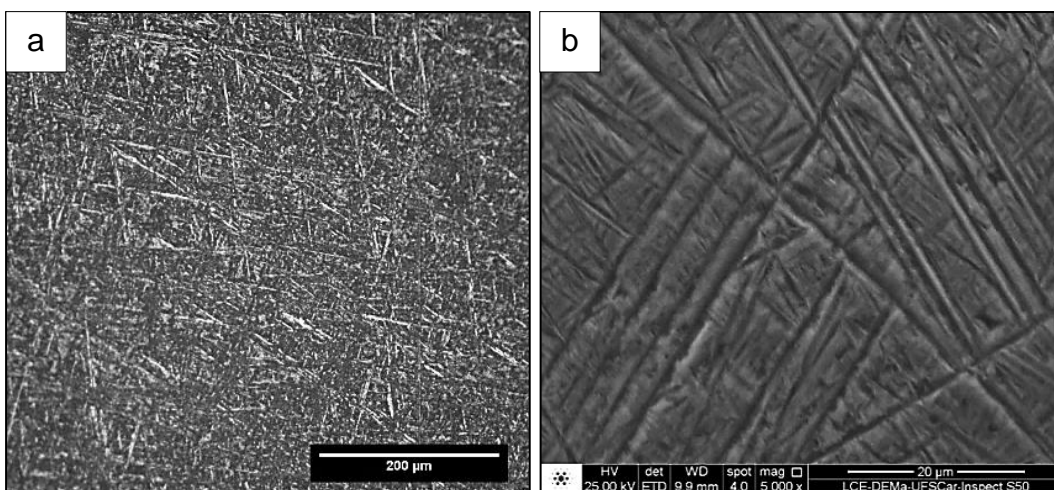


Figura 5.44. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e deformada a 3 GPa e 1 volta por HPT; (a) MO (barra = 200  $\mu\text{m}$ ) ; (b) MEV (barra = 20  $\mu\text{m}$ ).



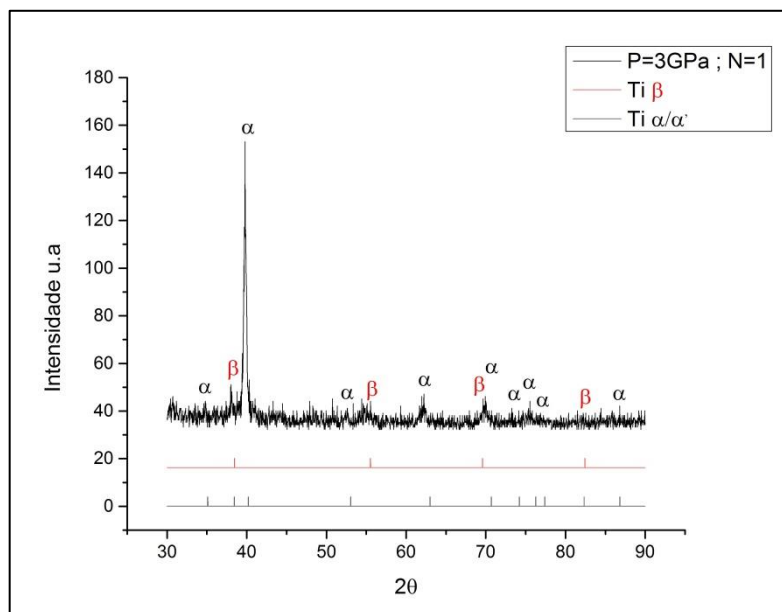


Figura 5.45. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e deformada a 3 GPa e 1 volta por HPT.

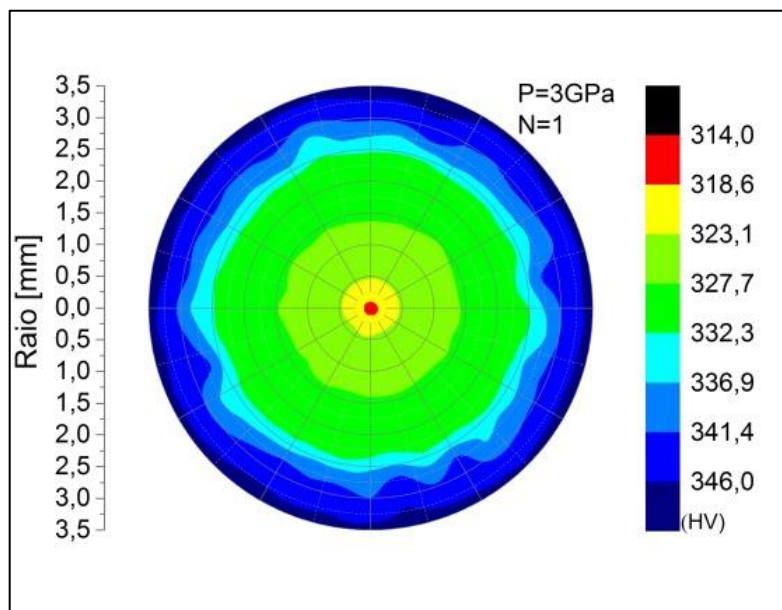


Figura 5.46. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO com deformação de 3 GPa e 1 volta por HPT.

Resultados de dureza Vickers para esta condição atingem valores mínimos para o centro do disco de 314,0 Hv e valores máximos na borda de 346,0 Hv.

As Figuras 5.47 e 5.48 apresentam respectivamente os resultados de microscopia, mapa de fases e o mapa de orientação, obtidas para as amostras com deformação por HPT a 3 GPa e 3 voltas. As análises através de MO, MEV e MET revelaram que a amostra da liga Ti-13Nb-13Zr apresenta um refino microestrutural.

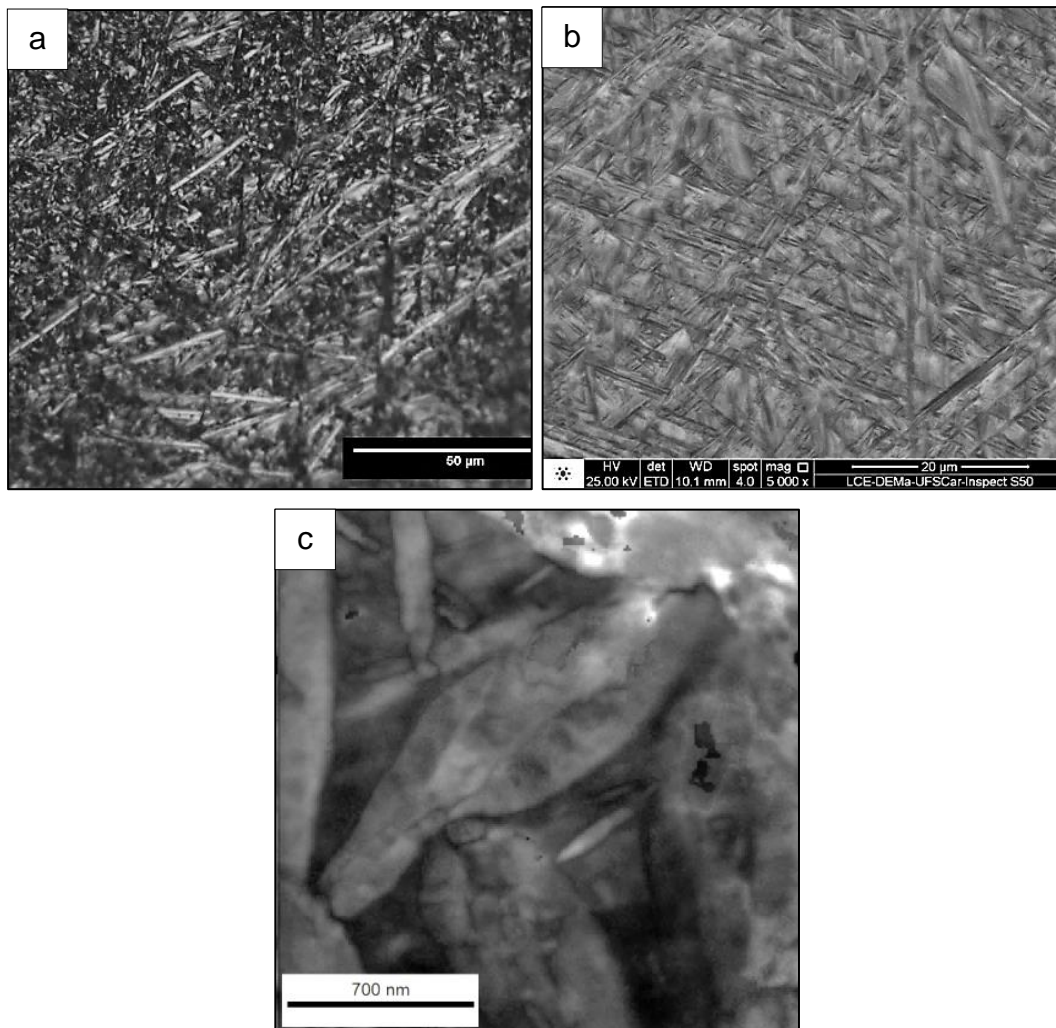


Figura 5.47. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e deformada a 3 GPa e 3 voltas por HPT; (a) MO (barra = 50  $\mu\text{m}$ ) ; (b) MEV (barra = 20  $\mu\text{m}$ ) e (c) MET/ASTAR figura de campo claro virtual (barra = 700 nm).

O padrão de DRX mostrado na Figura 5.49 confirma a presença das fases  $\alpha$ ,  $\alpha'$  e  $\beta$ . Por outra parte, observa-se no mapa de fases uma distribuição de 79,6% das fases  $\alpha/\alpha'$  e 20,4% de fase  $\beta$ . Para esta condição se observa a

maior diminuição de fase  $\beta$ , quando comparada com a condição não deformada, associada com a transformação de fase ( $\beta \rightarrow \alpha'$ ). Não há uma orientação preferencial e tamanho de grão medido por MET/ASTAR é 253 nm.

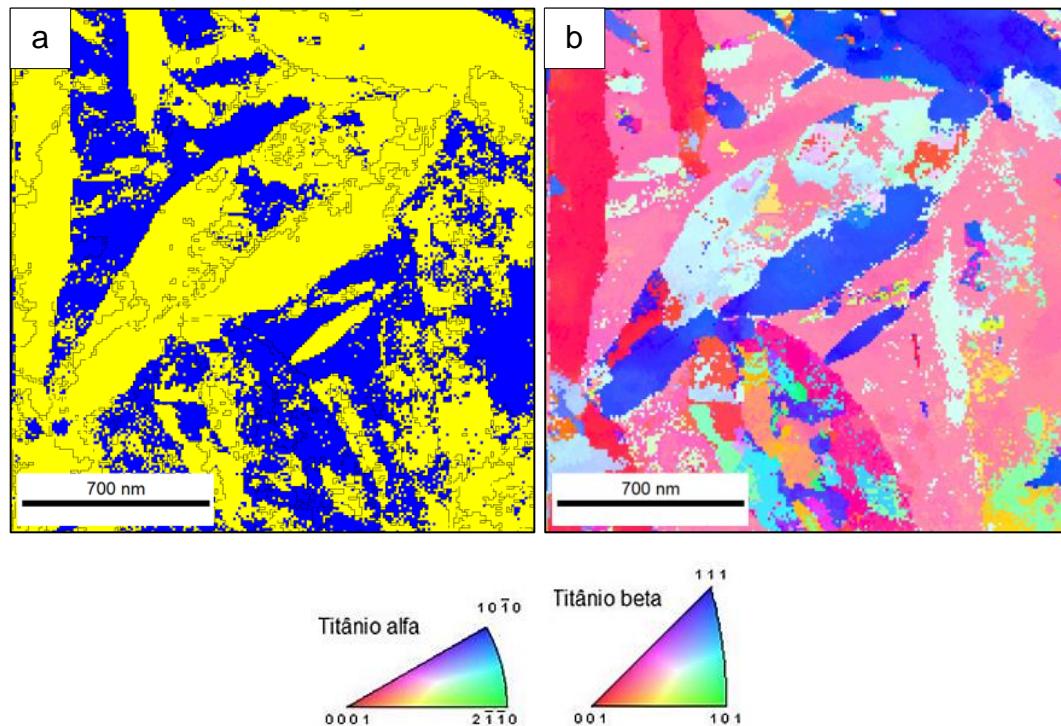


Figura 5.48. Micrografia por MET/ASTAR da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e deformada a 3 GPa e 3 voltas por HPT. (a) mapa de fases (cor amarelo fase  $\alpha$  e cor azul fase  $\beta$ ), (b) mapa de orientação por identificação automática em MET (barra = 700 nm).

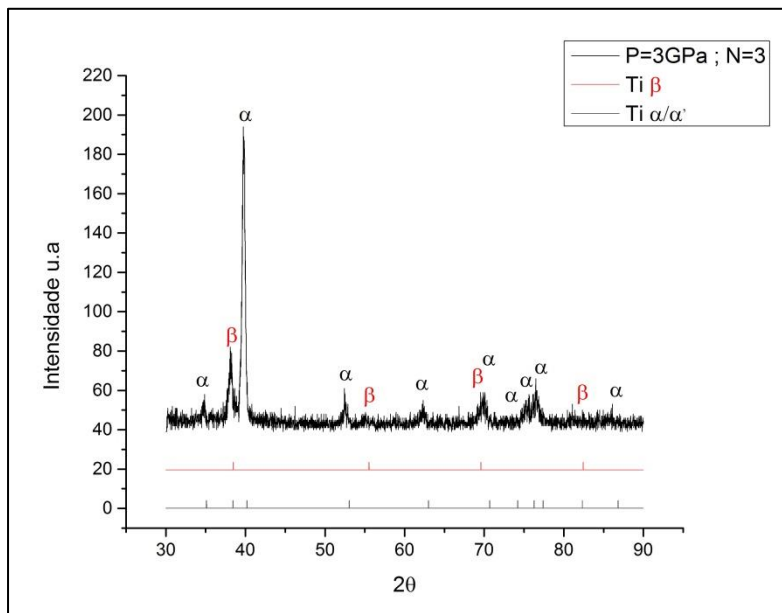


Figura 5.49. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e deformada a 3 GPa e 3 voltas por HPT.

Resultados de dureza Vickers para esta condição têm valores mínimos para o centro do disco de 319,0 Hv, e valores máximos de 354,0 Hv nas bordas.

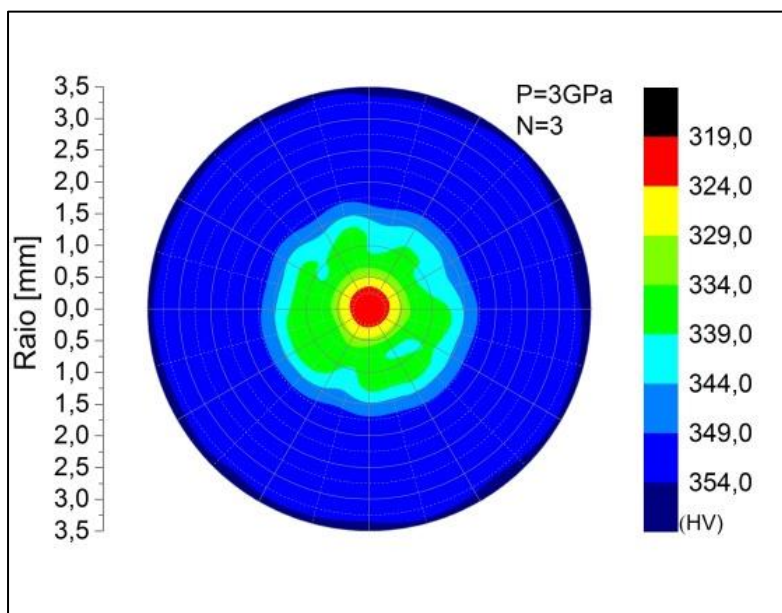


Figura 5.50. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO com deformação de 3 GPa e 3 voltas por HPT.

As Figuras 5.51 e 5.52 apresentam respectivamente os resultados de microscopia ótica e de varredura, obtidos para as amostras com deformação por HPT a 3 GPa e 5 voltas. As análises através de MO e MEV, revelaram que a amostra da liga Ti-13Nb-13Zr apresenta um refino microestrutural mostrando uma morfologia de lamelas quebradas.

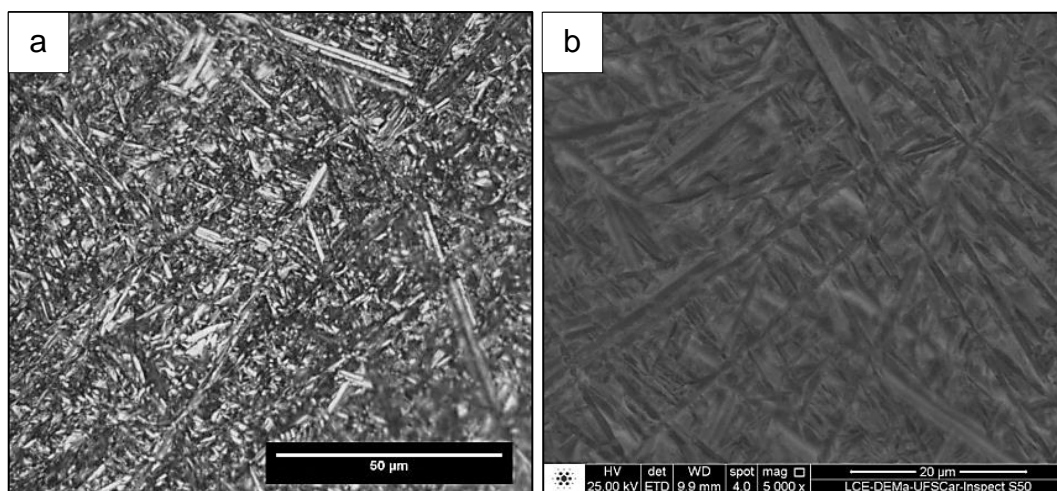


Figura 5.51. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e deformada a 3 GPa e 5 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50  $\mu\text{m}$ ) ; (b) MEV (barra = 20  $\mu\text{m}$ ).

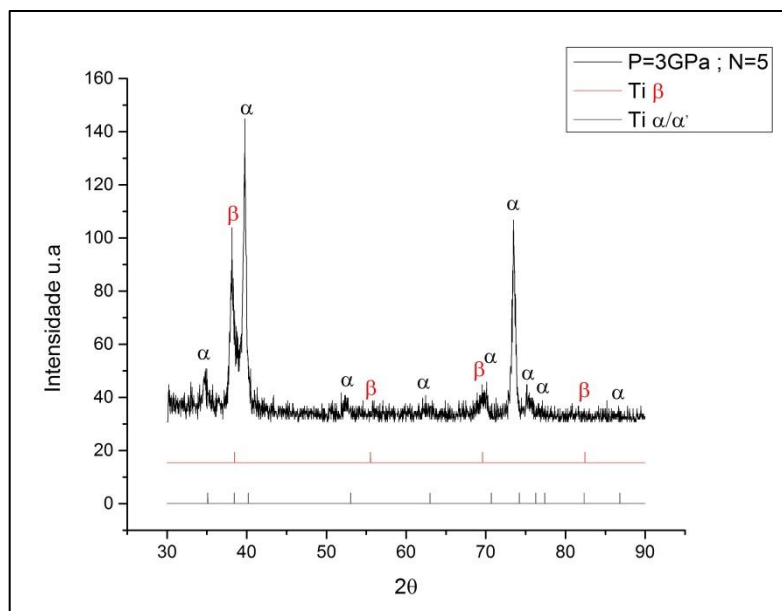


Figura 5.52. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e deformada a 3 GPa e 5 voltas por HPT.



O padrão de DRX mostrados na Figura 5.52 confirma a presença das fases  $\alpha$ ,  $\alpha'$  e  $\beta$ . Por outro lado os resultados de dureza Vickers para esta condição têm valores mínimos para o centro do disco de 331,0 Hv, e valores máximos nas bordas de 358,0 Hv.

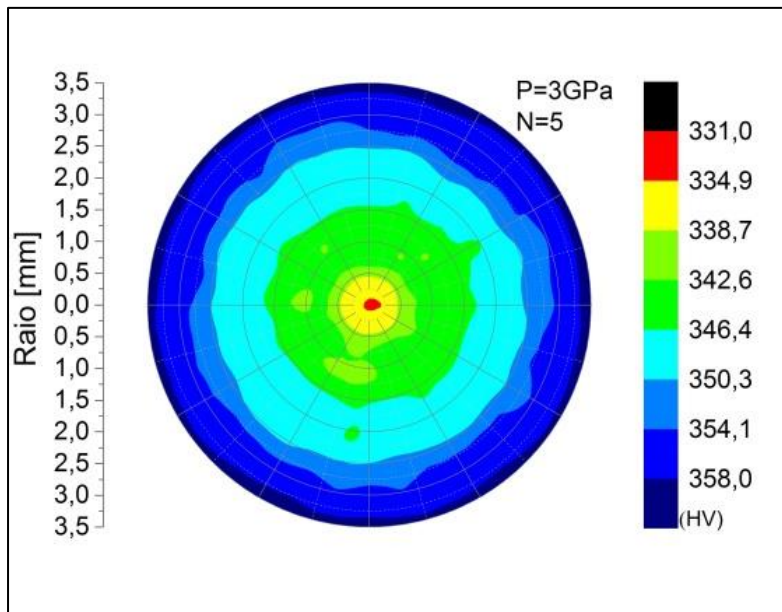


Figura 5.53. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO com deformação de 3 GPa e 5 voltas por HPT.

As Figuras 5.54, 5.55 e 5.56 apresentam respectivamente os resultados de MO e de MEV, obtidos para as amostras com deformação por HPT a 4.5 GPa e 1 volta. As análises através de MO e MEV revelaram uma microestrutura com lamelas quebradas de fase  $\alpha$  e  $\alpha'$ . O padrão de DRX mostrado na Figura 5.55 confirma a presença das fases  $\alpha$ ,  $\alpha'$ ,  $\alpha''$ ,  $\beta$  e  $\omega$ . Com aumento da pressão é possível obter fases metaestável do tipo martensítica ortorrômbico  $\alpha''$  e a fase hexagonal  $\omega$ .

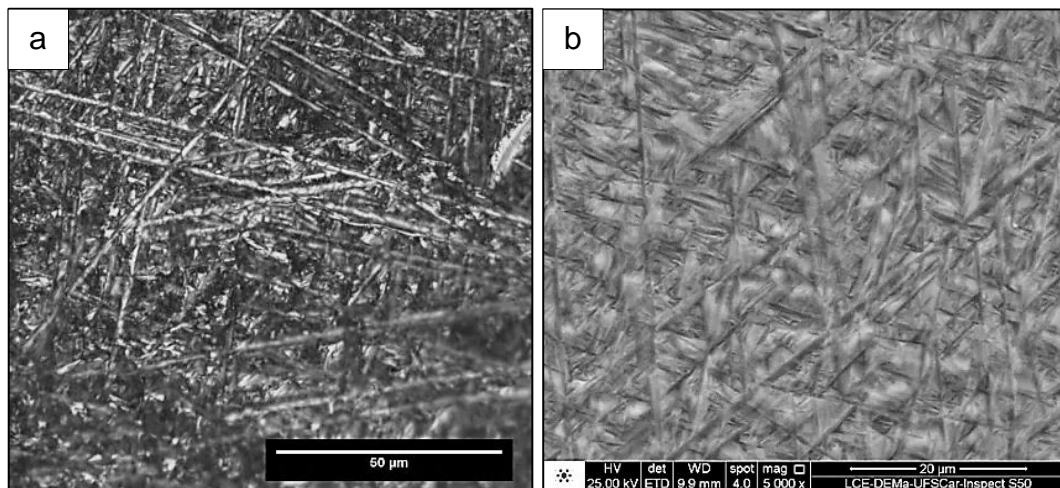


Figura 5.54. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e deformada a 4.5 GPa e 1 volta por HPT;(a) MO (barra = 50  $\mu\text{m}$ ) ; (b) MEV (barra = 20  $\mu\text{m}$ ).

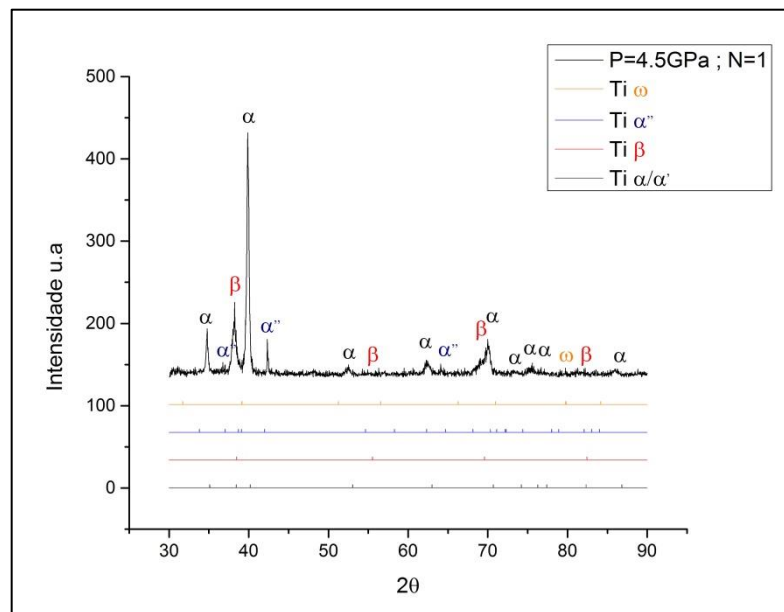


Figura 5.55. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e deformada a 4.5 GPa e 1 volta por HPT.

Valores mínimos dureza Vickers para esta condição no centro do disco são de 352,0 Hv, e valores máximos nas bordas de 401,0 Hv.

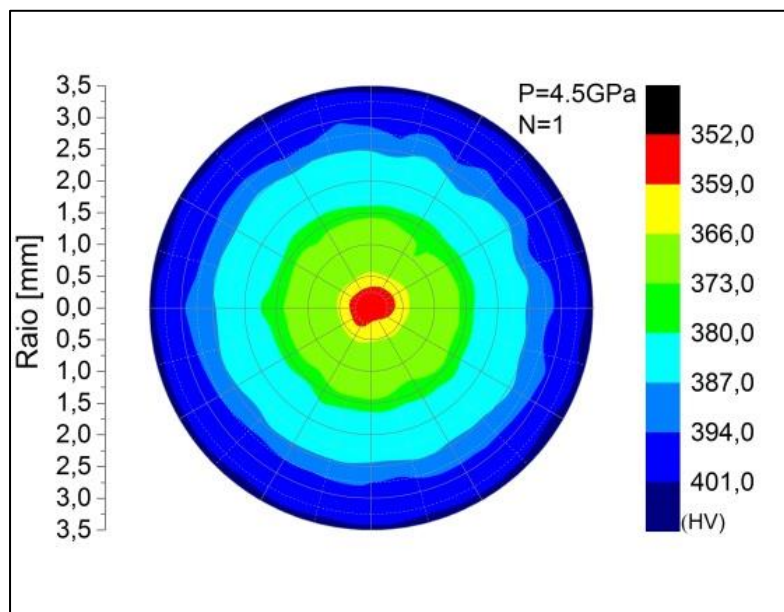


Figura 5.56. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO com deformação de 4.5 GPa e 1 volta por HPT.

As Figuras 5.57 e 5.58 respectivamente, apresentam os resultados de microscopia ótica, MEV, campo claro de MET e campo claro virtual MET/ASTAR com difrações indicando as fases, obtidos para as amostras com deformação por HPT a 4.5 GPa e 3 voltas. As análises através de MO, MEV e MET revelaram que a amostra da liga Ti-13Nb-13Zr apresenta um refino microestrutural e uma distorção da morfologia lamelar resultado da deformação aplicada. O padrão de DRX mostrados na Figura 5.59 confirma a presença das fases  $\alpha$ ,  $\alpha'$ ,  $\beta$  e  $\omega$ .



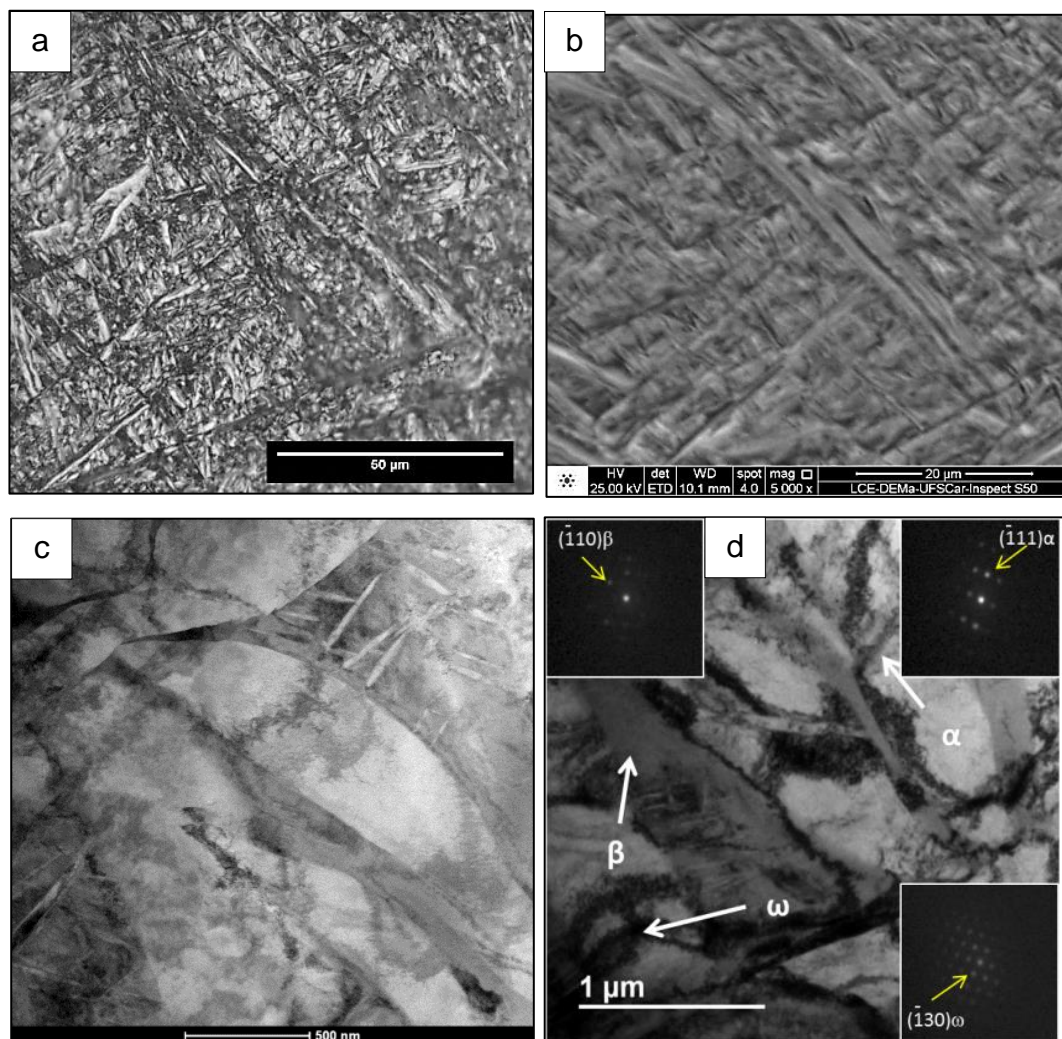


Figura 5.57. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e deformada a 4.5 GPa e 3 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50  $\mu\text{m}$ ) ; (b) MEV (barra = 20  $\mu\text{m}$ ); (c) MET (barra = 500 nm) e (d) MET/ASTAR figura de campo claro virtual com padrões de difração do eixo de zona  $(-111)$  da fase  $\alpha$  , eixo de zona  $(-110)$  da fase  $\beta$  e o eixo de zona  $(-130)$  da fase  $\omega$  (barra = 1  $\mu\text{m}$ ).

Para esta condição, observa-se no mapa de fases da Figura 5.58 (a), uma distribuição de 40,5% de fase  $\alpha$ , 42,1% de fase  $\beta$  e 17,4% de fase  $\omega$ . Não existe uma orientação preferencial, o tamanho de grão medido por MET/ASTAR é 126 nm.

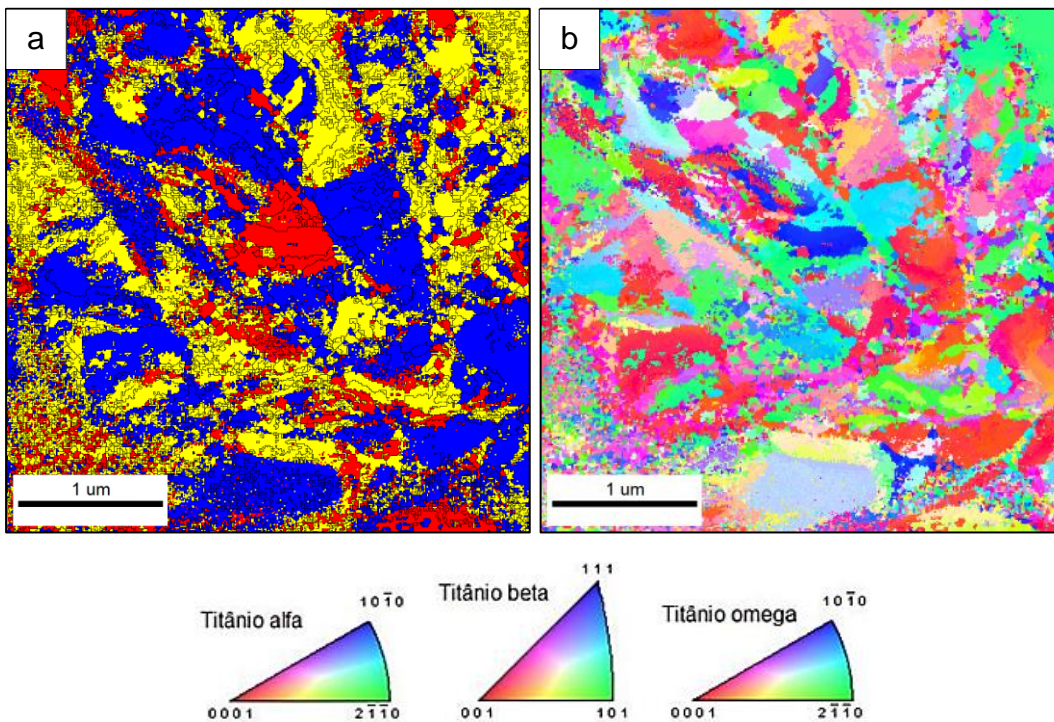


Figura 5.58. Micrografia por MET/ASTAR da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e deformada a 4.5 GPa e 3 voltas por HPT. (a) mapa de fases (cor amarelo fase  $\alpha$ , cor azul fase  $\beta$  e cor vermelho fase  $\omega$ ), (b) mapa de orientação por por identificação automática em MET (barra = 1  $\mu\text{m}$ ).

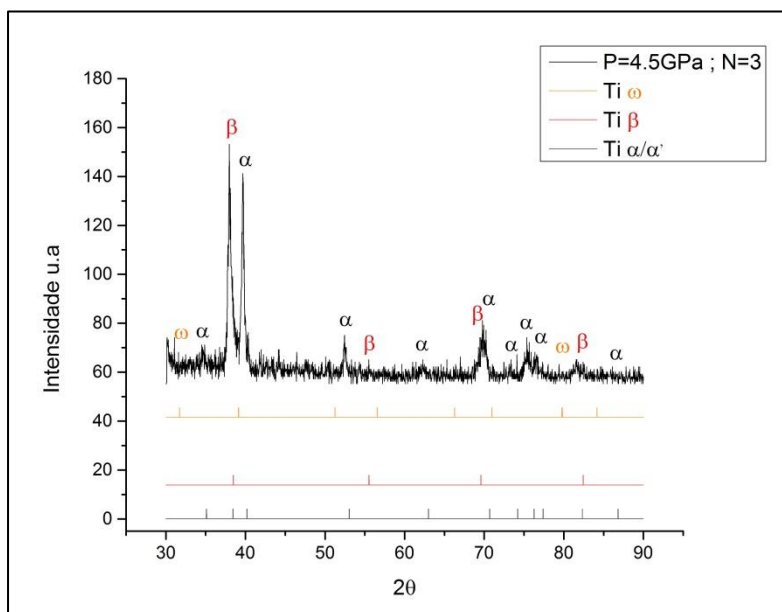


Figura 5.59. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e deformada a 4.5 GPa e 3 voltas por HPT.

Valores mínimos de dureza Vickers para esta condição no centro do disco de 384,0 Hv, e valores máximos nas bordas de 402,0 Hv.

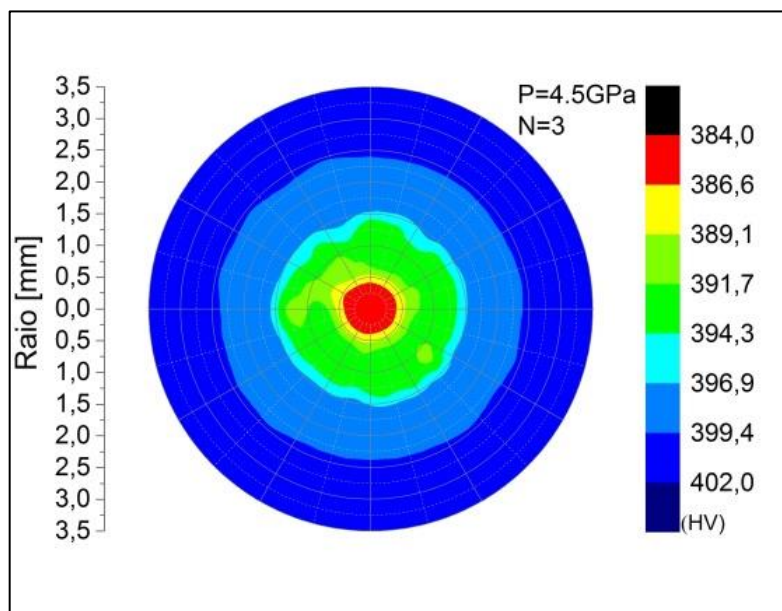


Figura 5.60. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO com deformação de 4.5 GPa e 3 voltas por HPT.

As Figuras 5.61, 5.62 e 5.63 apresentam respectivamente, os resultados de microscopia, difração de raios X e durezas, obtidos para as amostras com deformação por HPT a 4.5 GPa e 5 voltas. As análises através de MO e MEV revelaram que a amostra da liga Ti-13Nb-13Zr apresenta um refino microestrutural e uma distorção da morfologia lamelar resultado da deformação aplicada. O padrão de DRX mostrados na Figura 5.62 confirma a presença das fases  $\alpha$ ,  $\alpha'$ ,  $\beta$  e  $\omega$ .



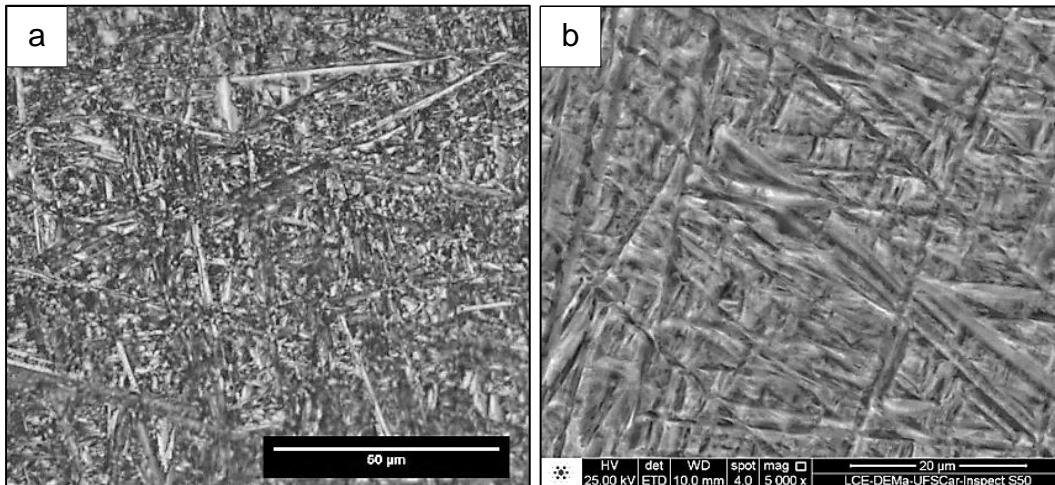


Figura 5.61. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e deformada a 4.5 GPa e 5 volta por HPT;(a) MO (barra = 50  $\mu\text{m}$ ) ; (b) MEV (barra = 20  $\mu\text{m}$ ).

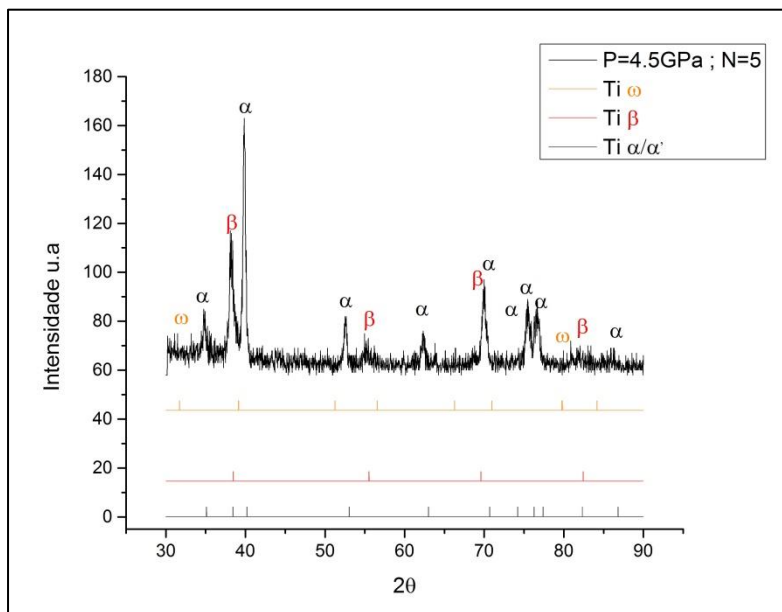


Figura 5.62. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e deformada a 4.5 GPa e 5 voltas por HPT.

Valores mínimos de dureza Vickers para esta condição no centro do disco é de 396,0 Hv, e valores máximos nas bordas de 405,0 Hv.

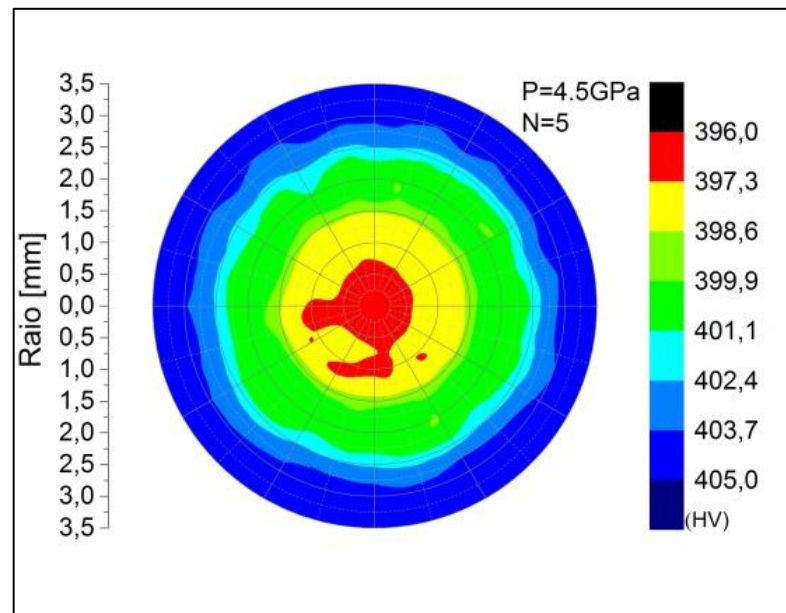


Figura 5.63. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO com deformação de 4.5 GPa e 5 voltas por HPT.

As Figuras 5.64, 5.65 e 5.66 respectivamente, apresentam os resultados de microscopia, difração de raios X e dureza, obtidos para as amostras com deformação por HPT a 6 GPa e 1 volta. As análises através de MO e MEV revelaram uma microestrutura onde a deformação plástica severa fratura a microestrutura inicial lamelar.

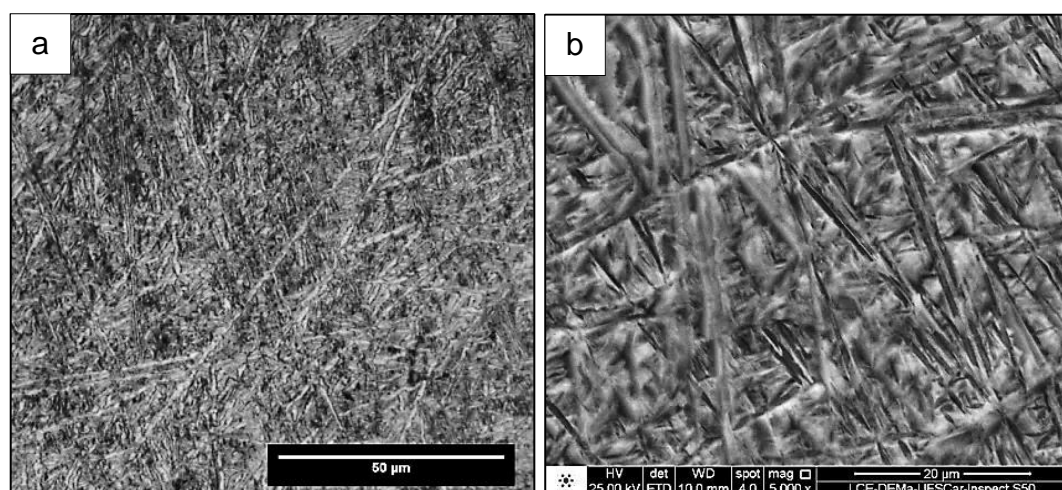


Figura 5.64. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e deformada a 6 GPa e 1 volta por HPT;(a) MO (barra = 50  $\mu\text{m}$ ) ; (b) MEV (barra = 20  $\mu\text{m}$ ).

O padrão de DRX mostrado na Figura 5.65 confirma a presença das fases  $\alpha$ ,  $\alpha'$ ,  $\beta$  e  $\omega$ .

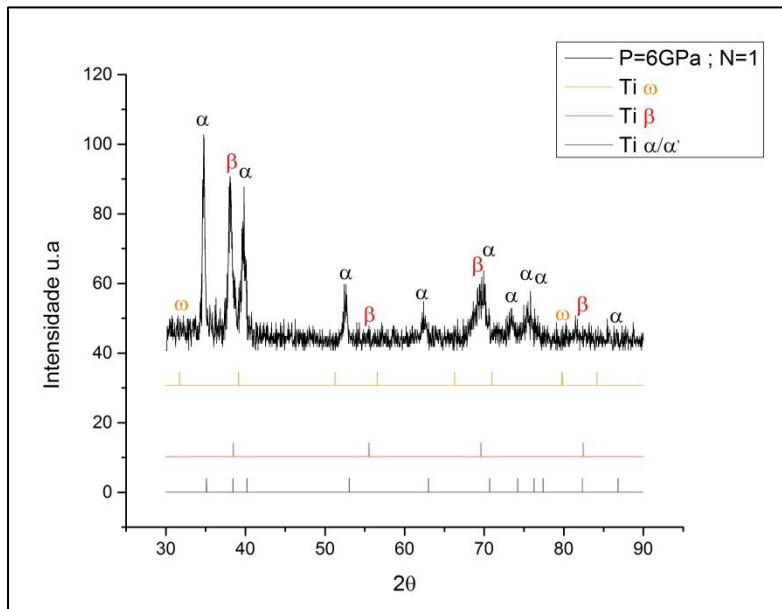


Figura 5.65. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e deformada a 6 GPa e 1 volta por HPT.

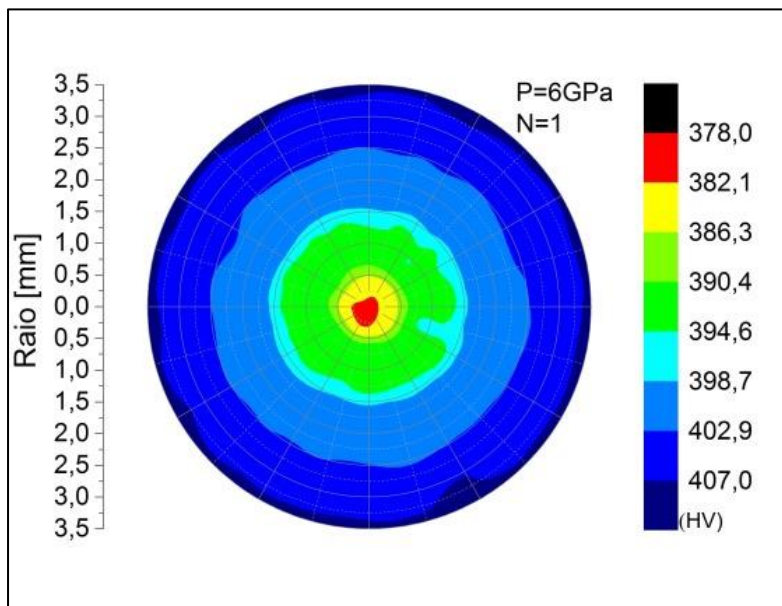


Figura 5.66. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO com deformação de 6 GPa e 1 volta por HPT.



Resultados de dureza Vickers para esta condição de 6 GPa e 1 volta por HPT tem valores mínimos para o centro do disco de 378,0 Hv, e valores máximos nas bordas de 407,0 Hv.

As Figuras 5.67 e 5.68 apresentam respectivamente, os resultados de microscopia, mapa de fases e o mapa de orientação, obtidos para as amostras com deformação por HPT a 6 GPa e 3 voltas. As análises através de MO, MEV e MET revelaram que a amostra da liga Ti-13Nb-13Zr apresenta um refino microestrutural, e uma distorção das morfologia lamelar produto da deformação aplicada.

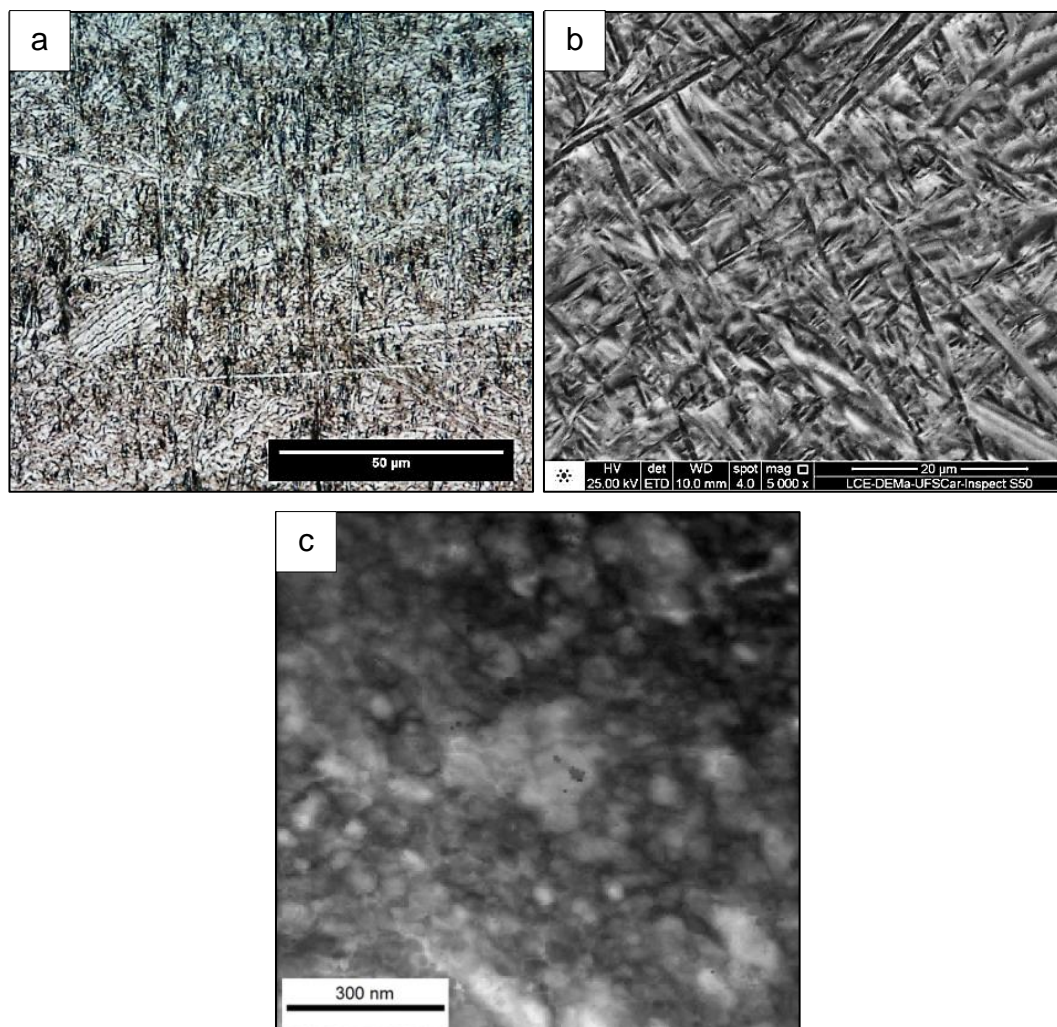


Figura 5.67. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e deformada a 6 GPa e 3 voltas por HPT; (a) MO (barra = 50  $\mu$ m) ; (b) MEV (barra = 20  $\mu$ m) e (c) MET/ASTAR figura de campo claro virtual (barra = 300 nm).

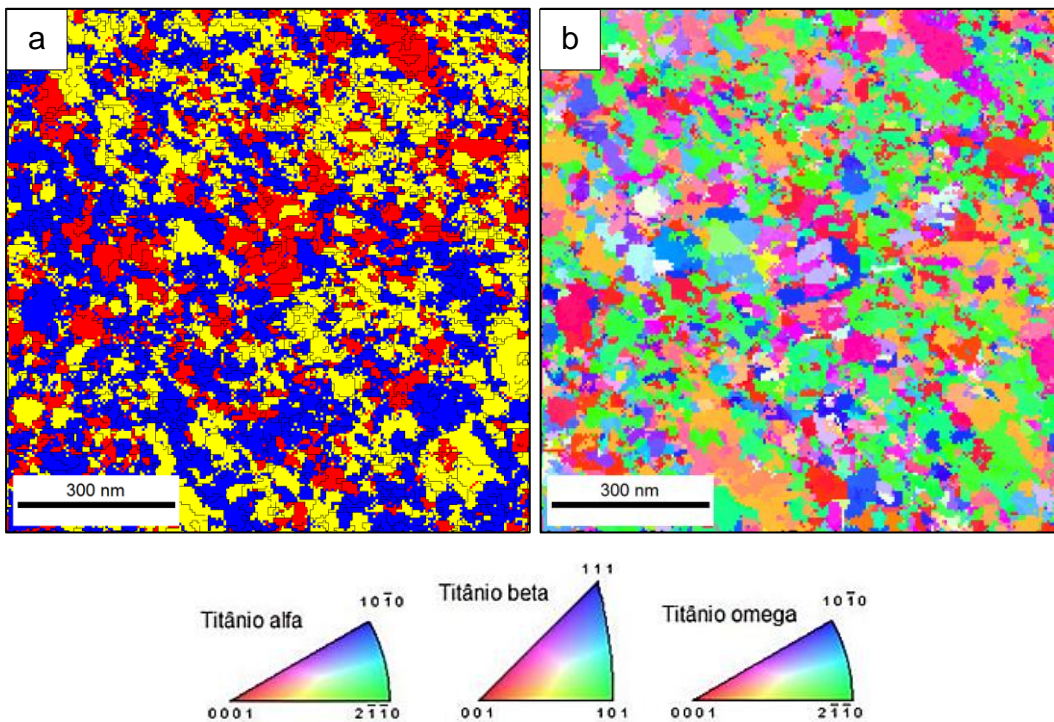


Figura 5.68. Micrografia por MET/ASTAR da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e deformada a 6 GPa e 3 voltas por HPT. (a) mapa de fases (cor amarelo fase  $\alpha$ , cor azul fase  $\beta$  e cor vermelho fase  $\omega$ ), (b) mapa de orientação por por identificação automática em MET (barra = 300 nm).

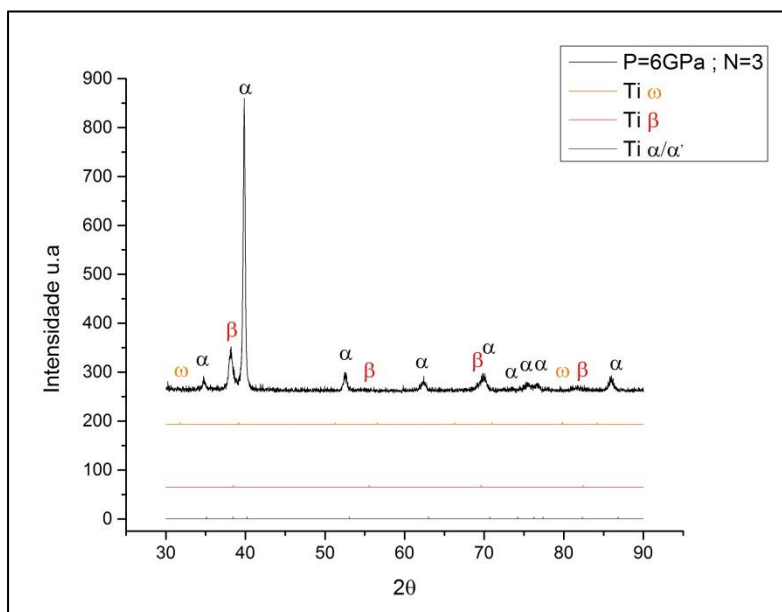


Figura 5.69. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e deformada a 6 GPa e 3 voltas por HPT.



Para esta condição, observa-se no mapa de fases da Figura 5.68 (a), uma distribuição de 36,2% de fase  $\alpha$ , 42,4% de fase  $\beta$  e 21,1% de fase  $\omega$ . Não existe uma orientação preferencial e tamanho de grão medido por MET/ASTAR é 15 nm.

O padrão de DRX mostrado na Figura 5.69 confirma a presença das fases  $\alpha$ ,  $\alpha'$ ,  $\beta$  e  $\omega$ . Por outro lado resultados de dureza Vickers para esta condição têm valores mínimos para o centro do disco de 396,0 Hv, e valores máximos nas bordas com 412,0 Hv.

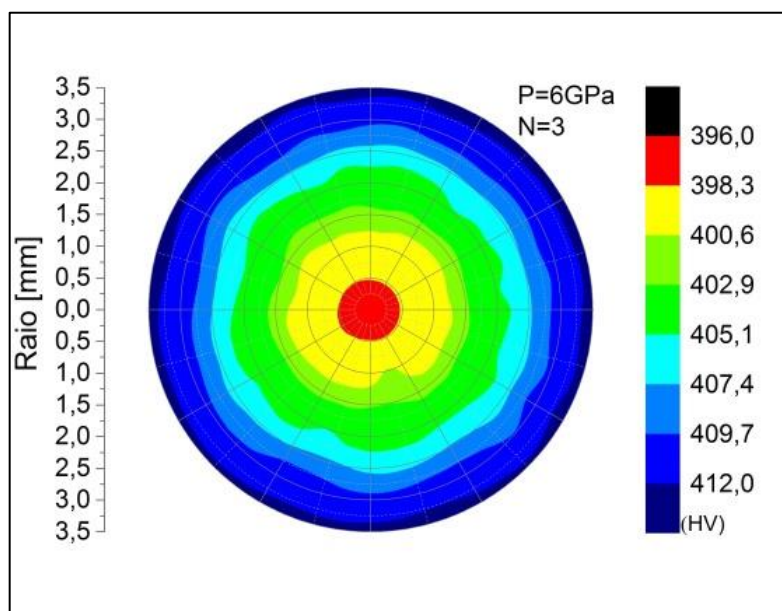


Figura 5.70. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO com deformação de 6 GPa e 3 voltas por HPT.

As Figuras 5.71, 5.72 e 5.73 apresentam respectivamente, resultados de microscopia, difração de raios X e dureza, obtidos para as amostras com deformação por HPT a 6 GPa e 5 voltas. As análises através de MO e MEV revelaram uma microestrutura bastante refinada, onde a morfologia evoluiu de lamelar para globulizada. Notam-se as diferenças entre as Figura 5.71 (b) e Figura 5.71 (c) ambas obtidas por MEV, onde a primeira micrografia mostra a condição na qual recebeu ataque químico e a segunda micrografia mostra amostra somente polida, onde é possível observar uma estrutura granular

refinada. O padrão de DRX mostrado na Figura 5.72 confirma a presença das fases  $\alpha$ ,  $\alpha'$ ,  $\beta$  e  $\omega$ ,

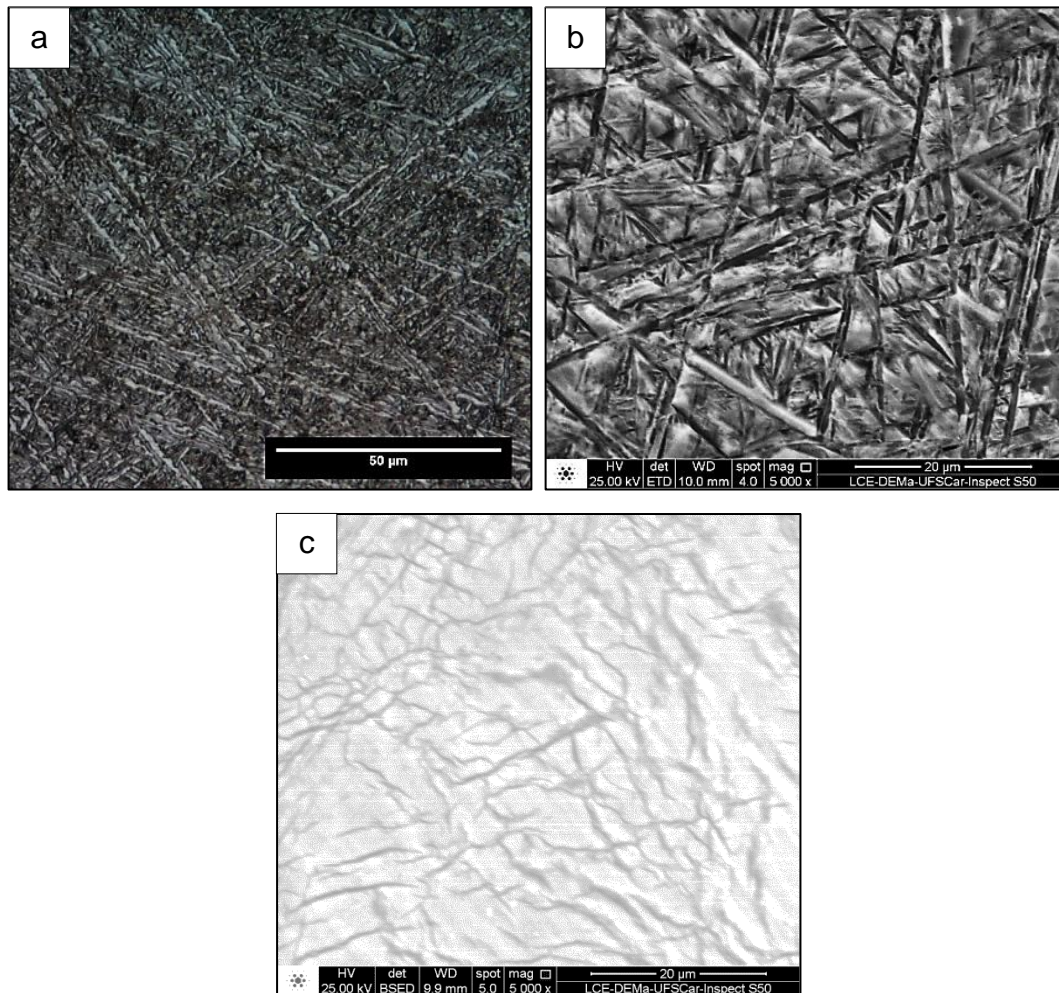


Figura 5.71. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e deformada a 6 GPa e 5 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50  $\mu\text{m}$ ) ; (b) e (c) MEV (barra = 20  $\mu\text{m}$ ).

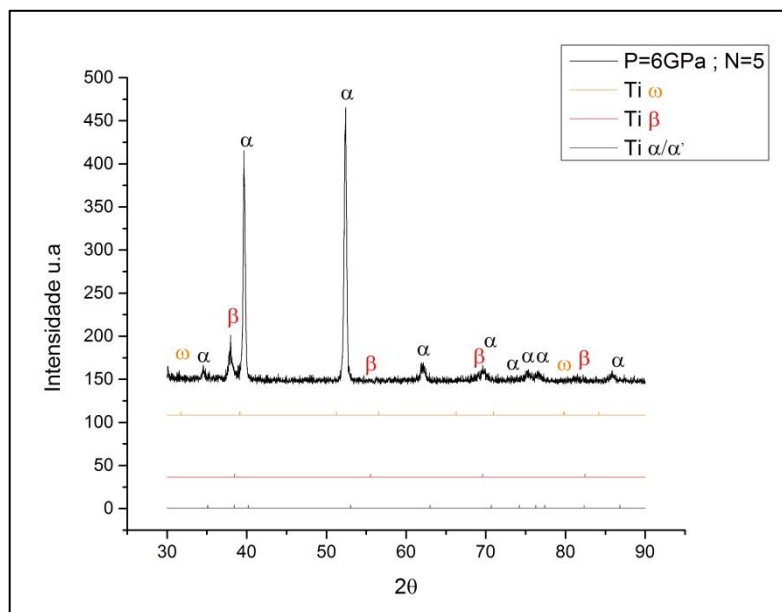


Figura 5.72. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO e deformada a 6 GPa e 5 voltas por HPT.

Os resultados de dureza Vickers para esta condição têm valores mínimos para o centro do disco de 398,0 Hv, e valores máximos nas bordas do disco de 412,0 Hv.

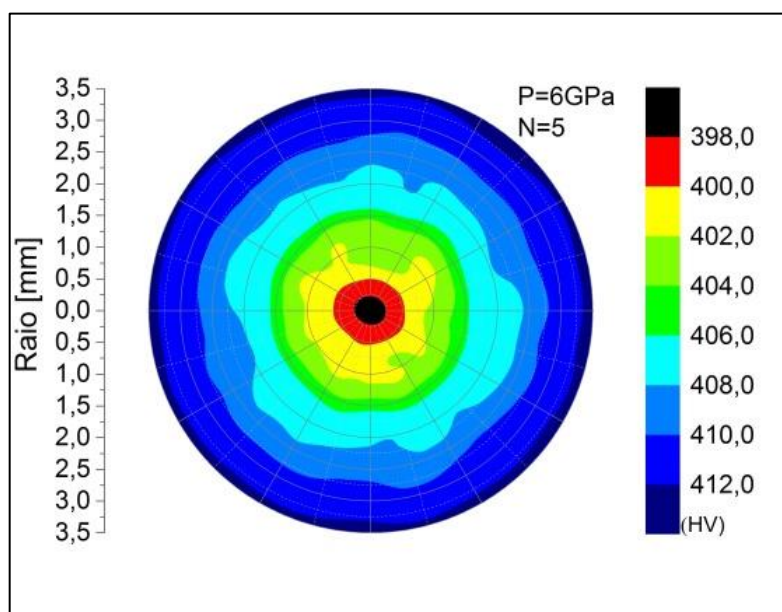


Figura 5.73. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FO com deformação de 6 GPa e 5 voltas por HPT.

### 5.6 Amostras Resfriadas em Água processadas por HPT.

A caracterização das amostras deformadas após o processo de HPT é apresentada na Tabela resumo 5.3.

Tabela 5.3. Tabela resumo amostras deformadas com resfriamento em água.

	MO	MEV	MET	Padrão de DRX	Fases	Mapas de dureza (Vickers)	Pág.
1GPa 1Volta					$\alpha'$ $\beta$		91
1GPa 3Volts					$\alpha'$ $\beta$		92
1GPa 5Volts					$\alpha'$ $\beta$		94
2GPa 1Volta					$\alpha'$ $\beta$		96
2GPa 3Volts					$\alpha'$ $\beta$		98
2GPa 5Volts					$\alpha'$ $\beta$		100
3GPa 1Volta					$\alpha'$ $\beta$		102
3GPa 3Volts					$\alpha'$ $\beta$		104
3GPa 5Volts					$\alpha'$ $\beta$		107
4.5GPa 1Volta					$\alpha'$ $\beta$		108
4.5GPa 3Volts					$\alpha'$ $\beta$		110
4.5GPa 5Volts					$\alpha'$ $\beta$		113



As Figuras 5.74, 5.75 e 5.76 apresentam os resultados de microscopia, difração de raios X e dureza respectivamente, obtidos para as amostras com  $\beta$  ST WQ após receber deformação plástica severa pela técnica de HPT a uma pressão de 1 GPa e 1 volta.

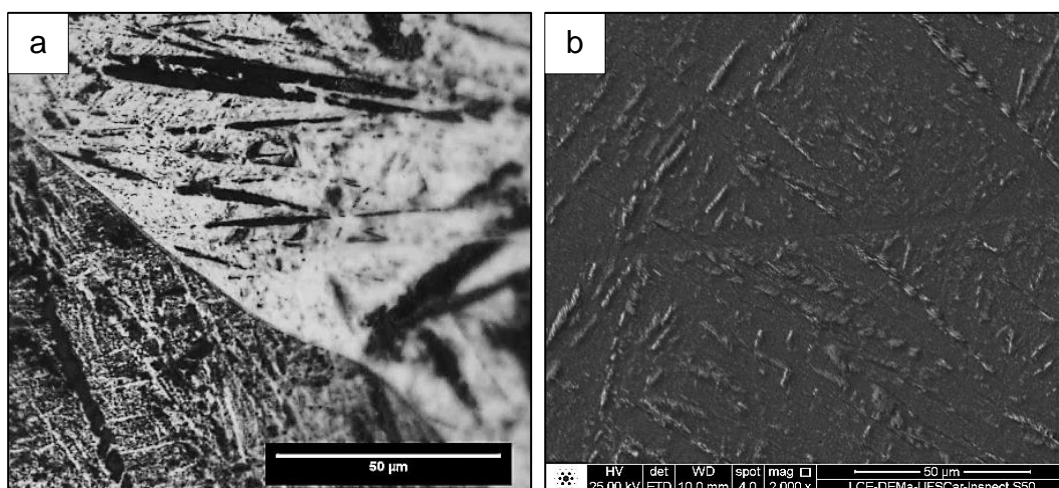


Figura 5.74. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQ e deformada a 1 GPa e 1 volta por HPT;(a) MO (barra = 50  $\mu$ m) ; (b) MEV (barra = 50  $\mu$ m).

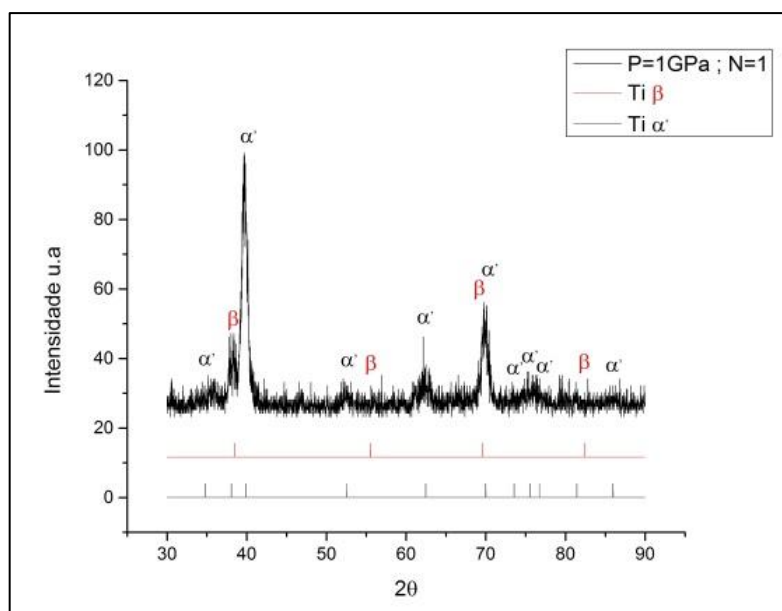


Figura 5.75. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQ e deformada a 1 GPa e 1 volta por HPT.

As análises através de MO e MEV revelaram uma microestrutura do tipo martensítica com presença de agulhas de fase  $\alpha'$ .

O padrão de DRX mostrado na Figura 5.75 confirma a presença das fases  $\alpha'$  e  $\beta$ . Por outro lado valores mínimos de dureza Vickers para esta condição no centro do disco é de 257,0 Hv, e valores máximos nas bordas com 289,0 Hv.

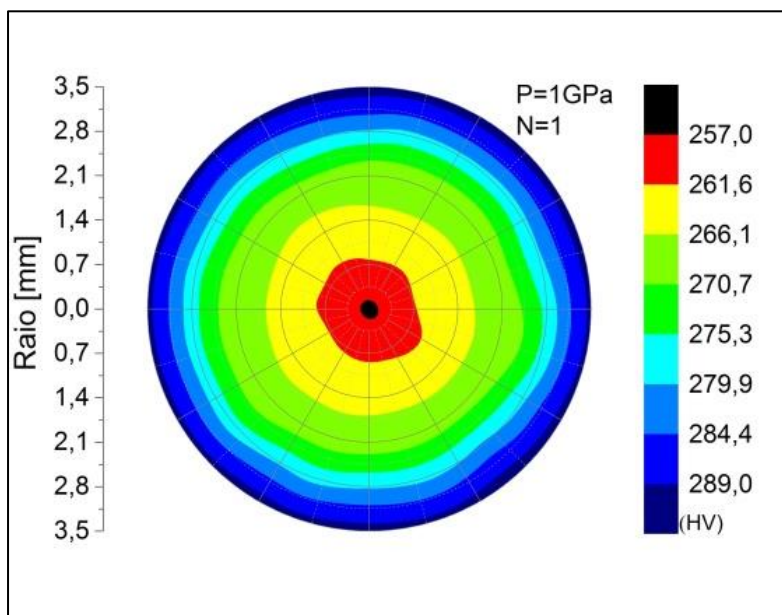


Figura 5.76. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQ com deformação de 1 GPa e 1 volta por HPT.

As Figuras 5.77, 5.78 e 5.79 apresentam os resultados de microscopia, difração de raios X e dureza respectivamente, obtidos para as amostras com deformação por HPT a 1 GPa e 3 voltas. As análises através de MO e MEV revelaram uma microestrutura do tipo martensítica. O padrão de DRX mostrado na Figura 5.78 confirma a presença das fases  $\alpha'$  e  $\beta$ .

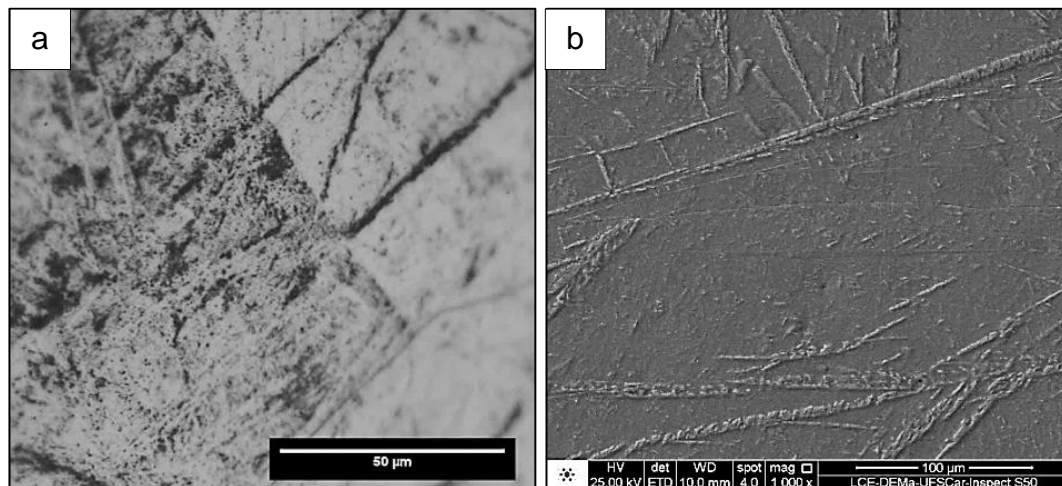


Figura 5.77. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQ e deformada a 1 GPa e 3 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50  $\mu\text{m}$ ); (b) MEV (barra = 100  $\mu\text{m}$ ).

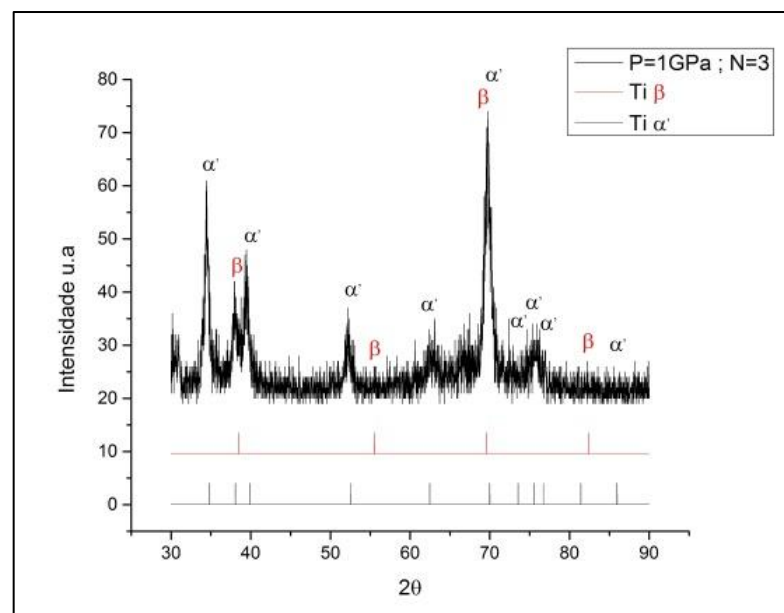


Figura 5.78. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQ e deformada a 1 GPa e 3 voltas por HPT.

Resultados de dureza Vickers para esta condição têm valores mínimos para o centro do disco de 266,0 Hv, e valores máximos nas bordas de 301,0 Hv.

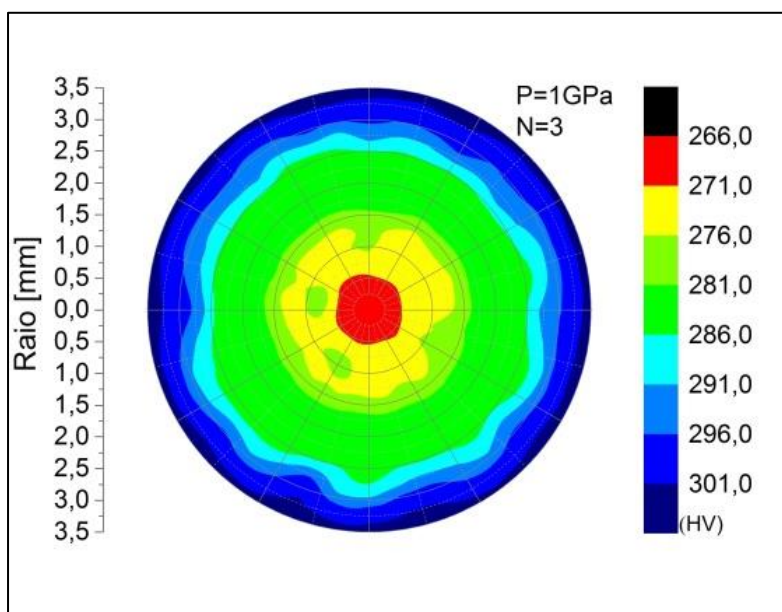


Figura 5.79. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQ com deformação de 1 GPa e 3 voltas por HPT.

As Figuras 5.80, 5.81 e 5.82 apresentam respectivamente, os resultados de microscopia, difração de raios X e dureza, obtidos para as amostras com  $\beta$  ST WQ após receber deformação pela técnica de HPT a uma pressão de 1 GPa e 5 voltas. As análises através de MO e MEV revelaram uma microestrutura do tipo martensítica. O padrão de DRX mostrado na Figura 5.81 confirma a presença das fases  $\alpha'$  e  $\beta$ .

Valores de dureza Vickers para esta condição no centro do disco e nas bordas são de 278,0 Hv, e 301,0 Hv respectivamente.



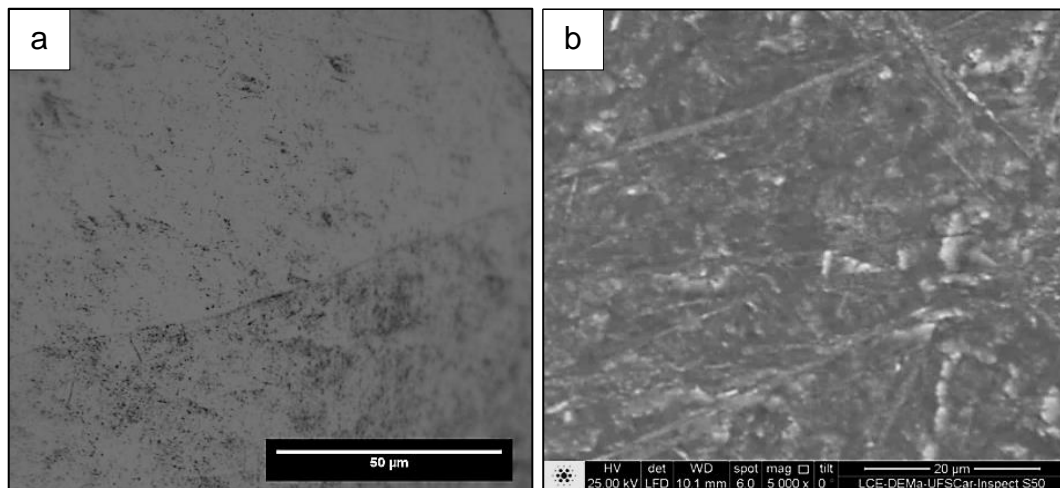


Figura 5.80. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQ e deformada a 1 GPa e 5 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50  $\mu\text{m}$ ); (b) MEV (barra = 20  $\mu\text{m}$ ).

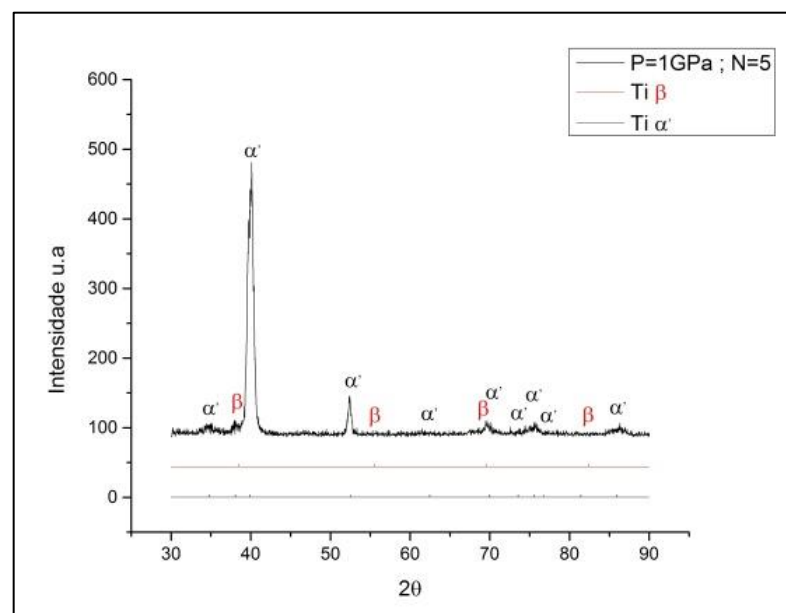


Figura 5.81. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQ e deformada a 1 GPa e 5 voltas por HPT.

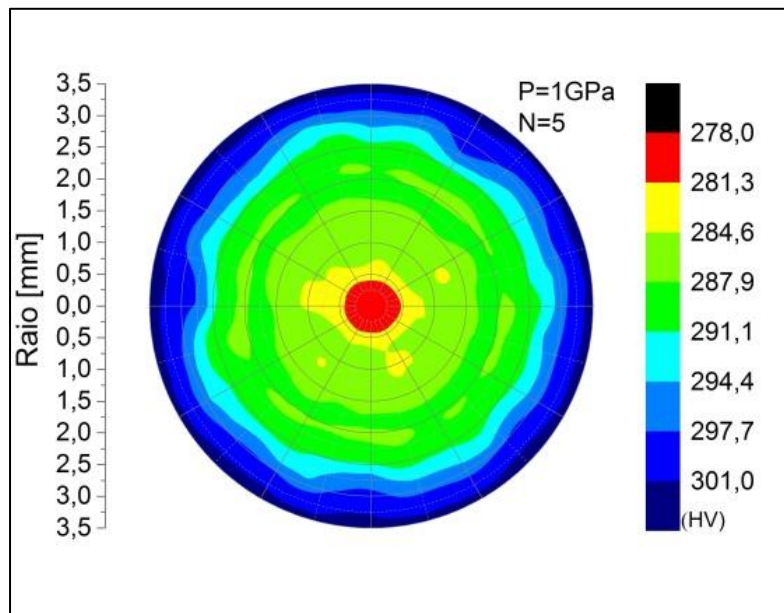


Figura 5.82. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQ com deformação de 1 GPa e 5 voltas por HPT.

As Figuras 5.83, 5.84 e 5.85 apresentam respectivamente, os resultados de microscopia, difração de raios X e dureza, obtidas para as amostras com  $\beta$  ST WQ após receber deformação pela técnica de HPT a uma pressão de 2 GPa e 1 volta. As análises através de MO e MEV revelaram uma microestrutura do tipo martensítica com morfologia de agulhas.

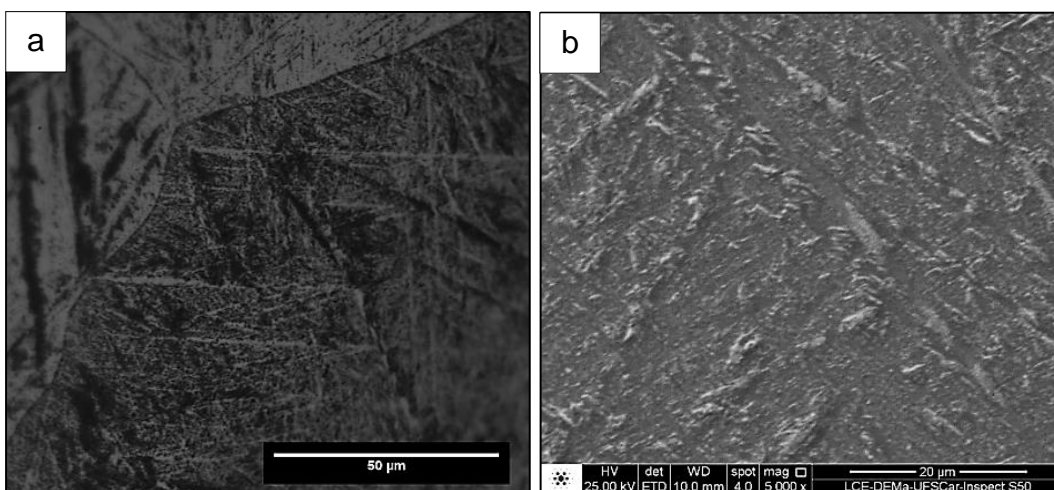


Figura 5.83. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQ e deformada a 2 GPa e 1 volta por HPT; (a) MO (barra = 50  $\mu$ m) ; (b) MEV (barra = 20  $\mu$ m).

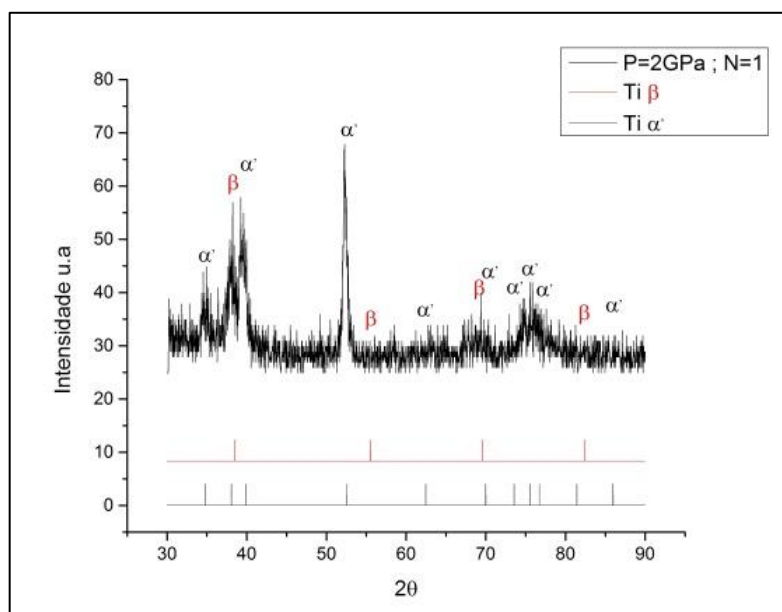


Figura 5.84. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQ e deformada a 2 GPa e 1 volta por HPT.

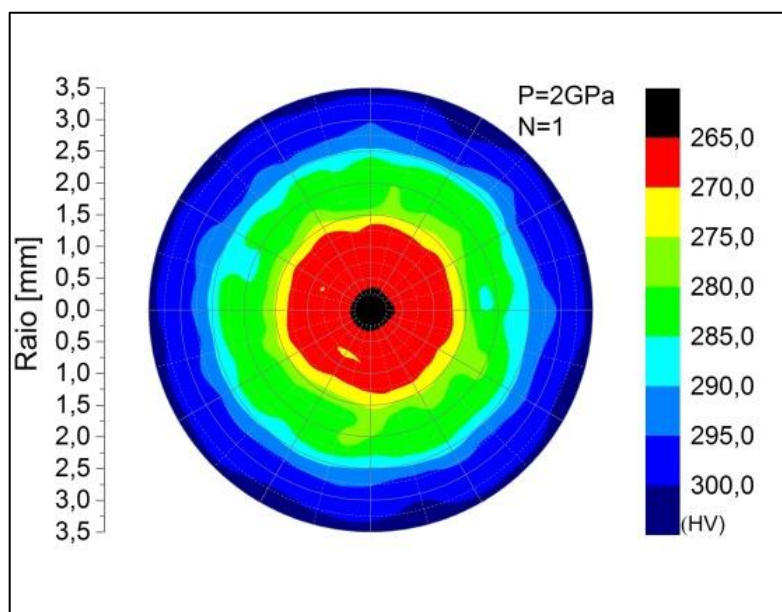


Figura 5.85. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQ com deformação de 2 GPa e 1 volta por HPT.

O padrão de DRX mostrado na Figura 5.84 confirma a presença das fases  $\alpha'$  e  $\beta$ . Por outra parte os resultados de dureza Vickers para esta condição têm valores mínimos para o centro do disco de 265,0 Hv e valores máximos nas bordas de 300,0 Hv.

As Figuras 5.86 e 5.87 apresentam respectivamente, os resultados de microscopia, mapa de fases e o mapa de orientação, obtidos para as amostras com deformação por HPT a 2 GPa e 3 voltas. As análises através de MO, MEV e MET revelaram que a amostra da liga Ti-13Nb-13Zr apresenta um refino microestrutural, e uma distorção da morfologia de agulha produto da deformação aplicada. O padrão de DRX mostrado na Figura 5.88 confirma a presença das fases  $\alpha'$  e  $\beta$ . Para esta condição, observa-se no mapa de fases uma distribuição de 68,0% da fase  $\alpha'$  e 32% de fase  $\beta$ . Não existe uma orientação preferencial e tamanho de grão medido por MET/ASTAR é 650 nm.

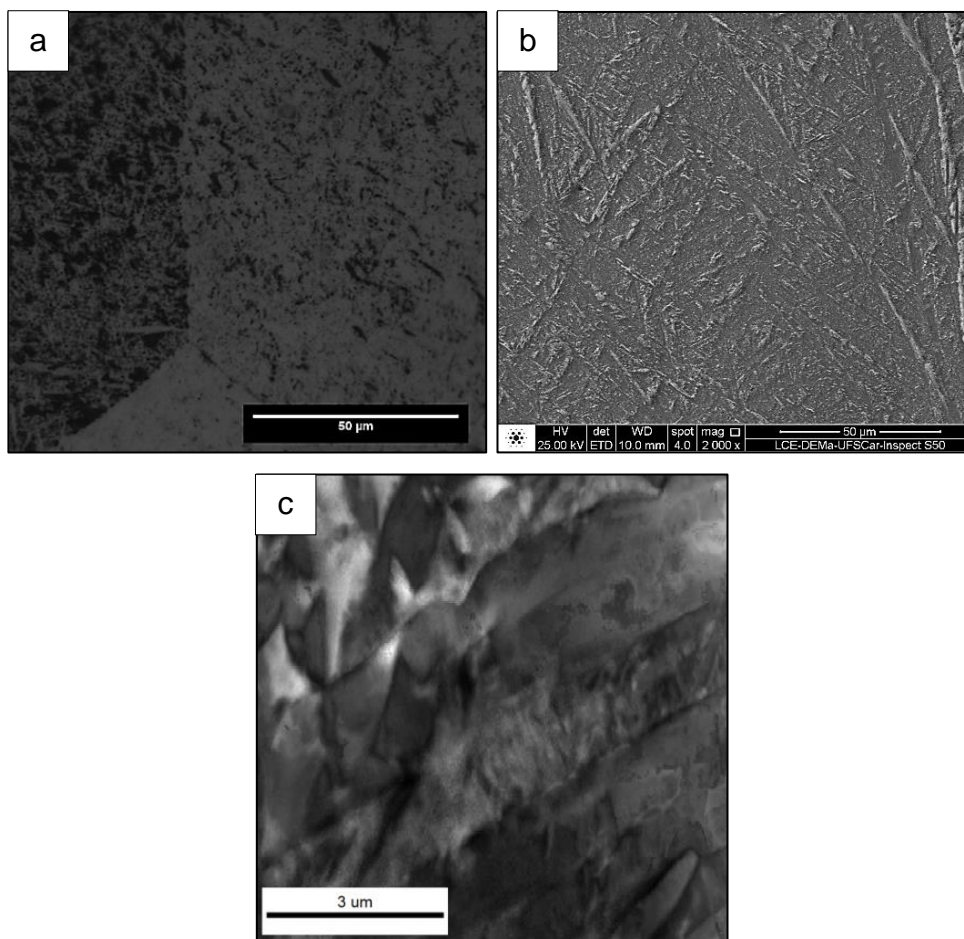


Figura 5.86. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQ e deformada a 2 GPa e 3 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50  $\mu\text{m}$ ); (b) MEV (barra = 50  $\mu\text{m}$ ) e (c) MET/ASTAR figura de campo claro virtual (barra = 3  $\mu\text{m}$ ).

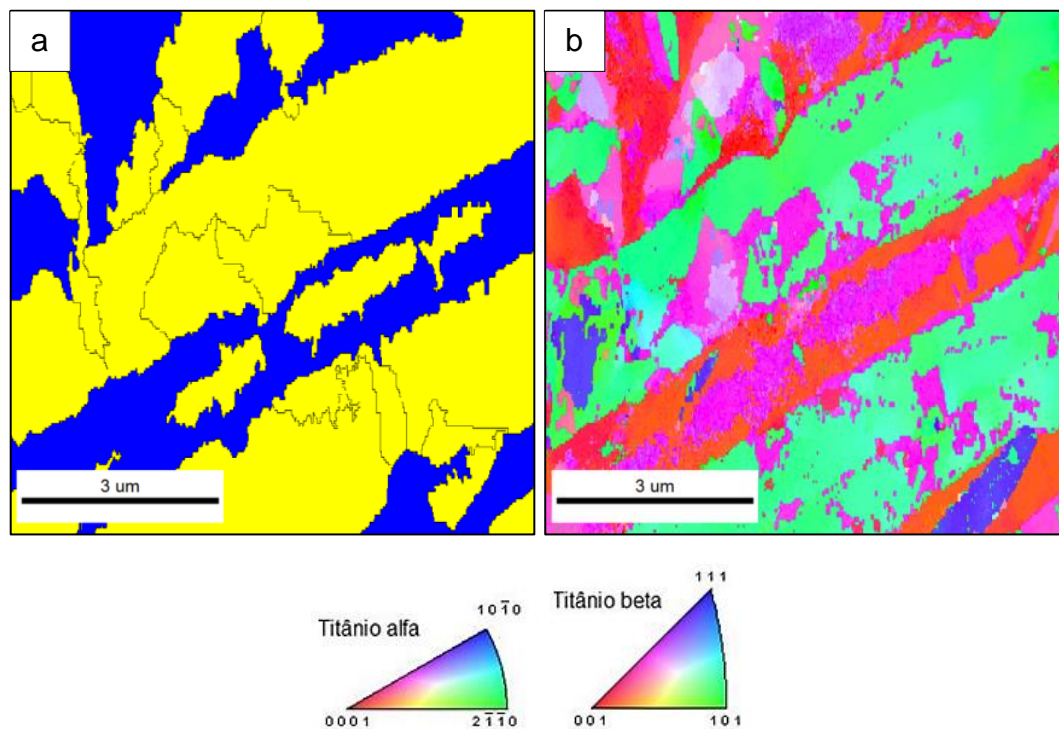


Figura 5.87. Micrografia por MET/ASTAR da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQ e deformada a 2 GPa e 3 voltas por HPT. (a) mapa de fases (cor amarelo fase  $\alpha'$  e cor azul fase  $\beta$ ), (b) mapa de orientação por identificação automática em MET (barra = 3  $\mu\text{m}$ ).

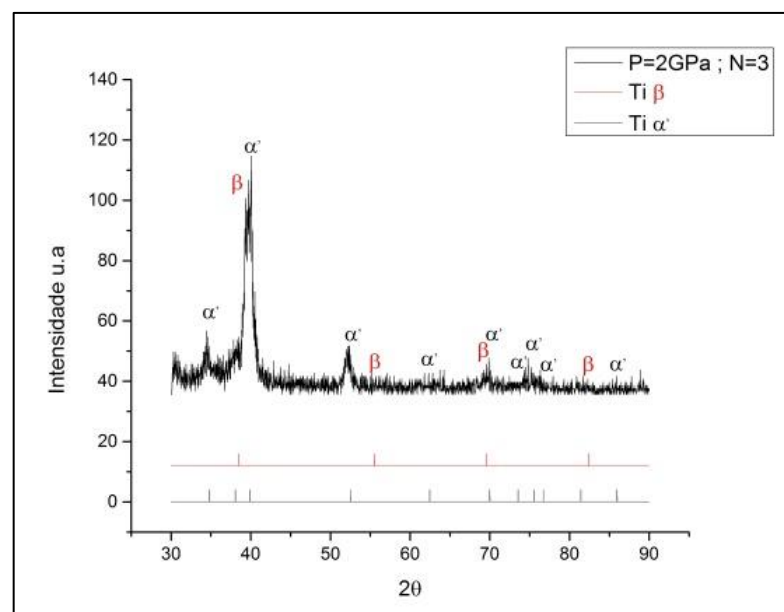


Figura 5.88. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQ e deformada a 2 GPa e 3 voltas por HPT.



A dureza Vickers para esta condição tem valores mínimos para o centro do disco de 274,0 Hv e valores máximos nas bordas de 314,0 Hv.

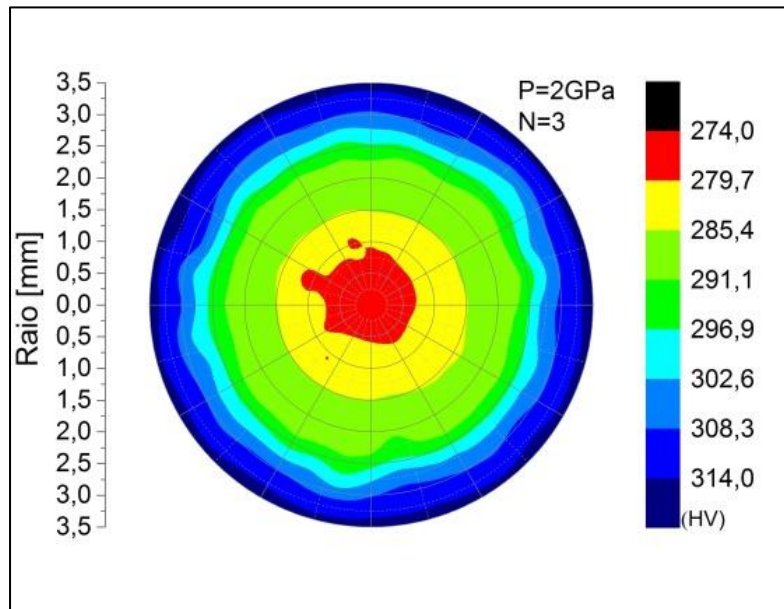


Figura 5.89. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQ com deformação de 2 GPa e 3 voltas por HPT.

As Figuras 5.90, 5.91 e 5.92 apresentam respectivamente, os resultados de microscopia, difração de raios X e durezas, obtidos para as amostras com  $\beta$  ST WQ após receber deformação pela técnica de HPT a uma pressão de 2 GPa e 5 voltas. As análises através de MO e MEV revelaram uma morfologia em forma de agulhas. Nessa condição podem ser observados no padrão de DRX da Figura 5.91 picos de difração das fases  $\alpha'$ ,  $\beta$ .

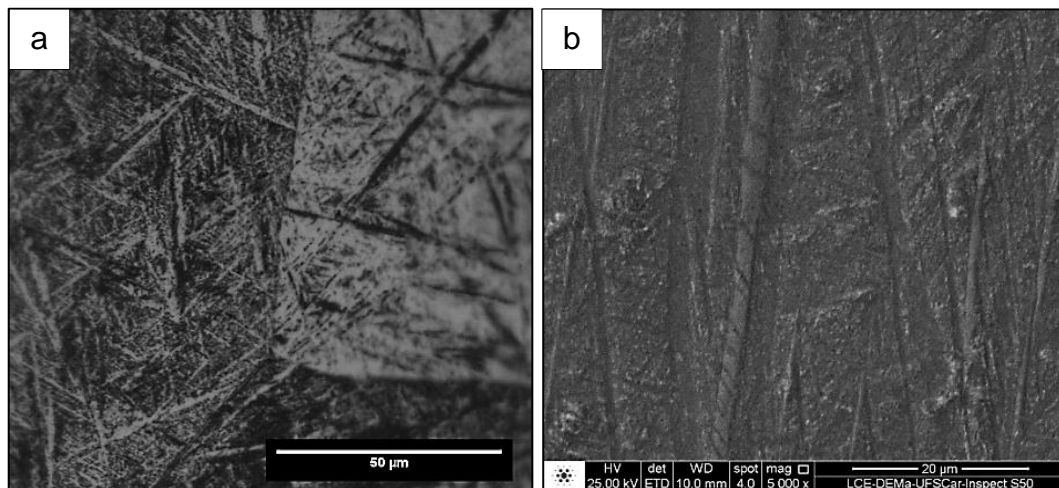


Figura 5.90. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQ e deformada a 2 GPa e 5 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50  $\mu\text{m}$ ); (b) MEV (barra = 20  $\mu\text{m}$ ).

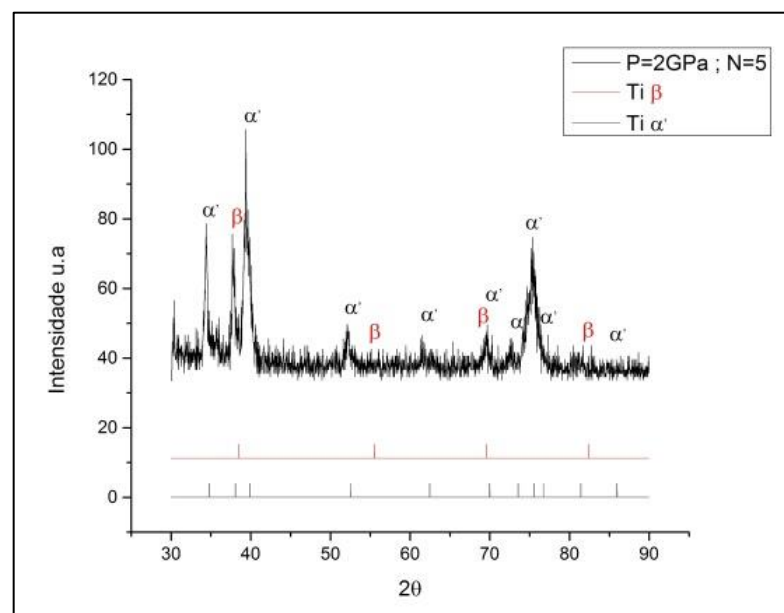


Figura 5.91. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQ e deformada a 2 GPa e 5 voltas por HPT.

A dureza Vickers para esta condição tem valores mínimos para o centro do disco de 284,0 Hv, e máximo nas bordas de 316,0 Hv.

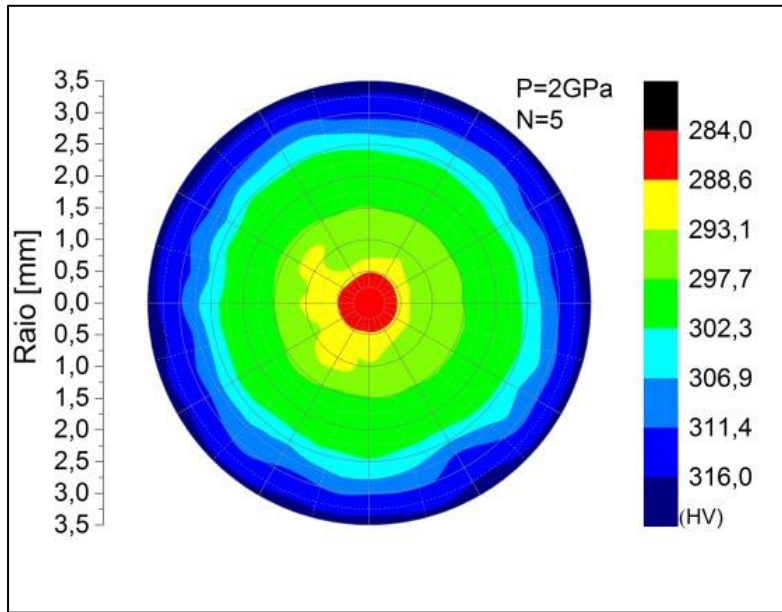


Figura 5.92. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQ com deformação de 2 GPa e 5 voltas por HPT.

As Figuras 5.93, 5.94 e 5.95 apresentam respectivamente, os resultados de microscopia, difração de raios X e dureza, obtidos para as amostras com  $\beta$  ST WQ após receber deformação pela técnica de HPT a uma pressão de 3 GPa e 1 volta.

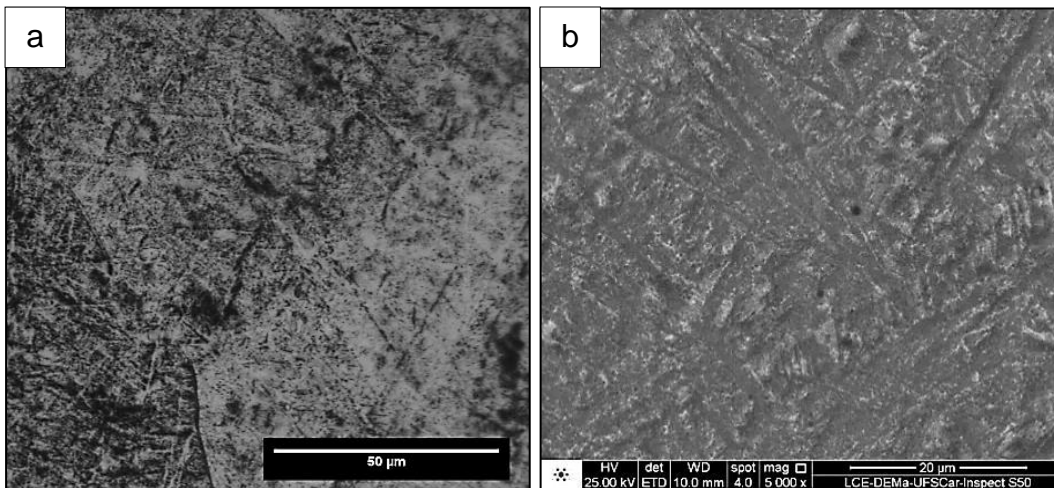


Figura 5.93. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQ e deformada a 3 GPa e 1 volta por HPT; (a) MO (barra = 50  $\mu$ m); (b) MEV (barra = 20  $\mu$ m).



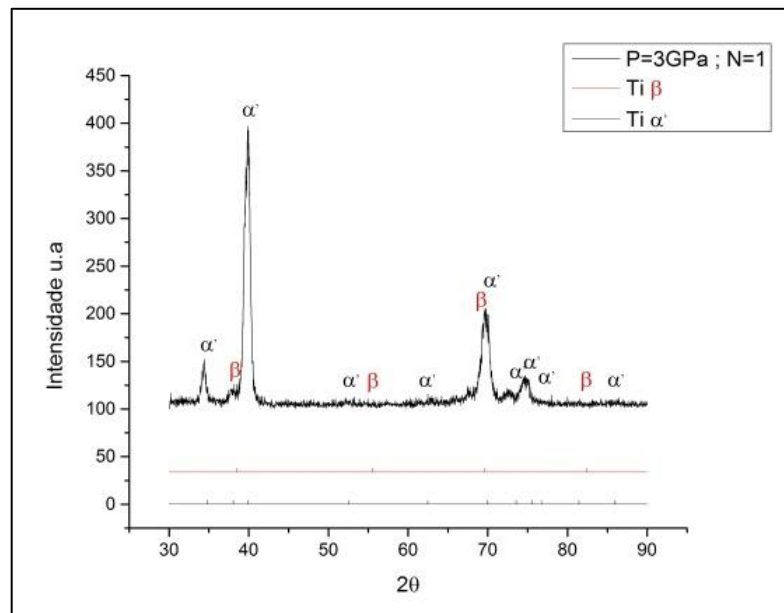


Figura 5.94. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQ e deformada a 3 GPa e 1 volta por HPT.

As análises através de MO e MEV revelaram que a amostra da liga Ti-13Nb-13Zr apresenta um refino microestrutural, e uma distorção na morfologia de agulha produto da deformação aplicada. O padrão de DRX da Figura 5.94 mostra os picos de difração das fases  $\alpha'$  e  $\beta$ .

A dureza Vickers para esta condição tem valores mínimos para o centro do disco de 305,0 Hv, e máximos nas bordas do disco com 351,0 Hv.

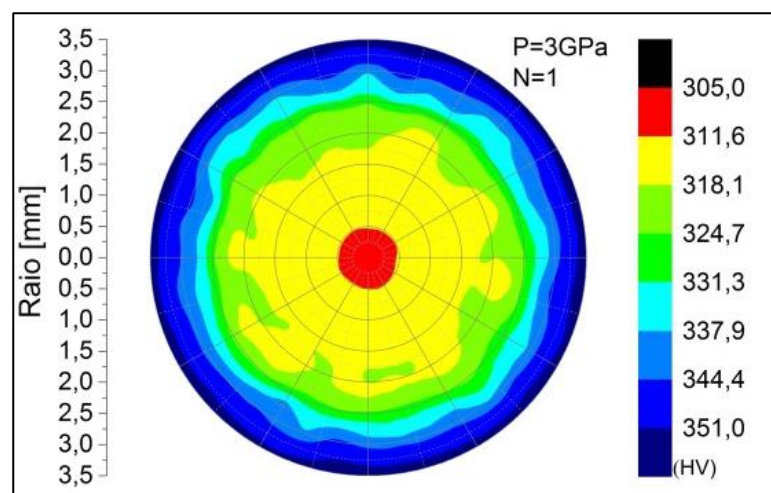


Figura 5.95. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQ com deformação de 3 GPa e 1 volta por HPT.

As Figuras 5.96 e 5.97 apresentam respectivamente, os resultados de microscopia, mapa de fases e o mapa de orientação, obtidos para as amostras com deformação por HPT a 3 GPa e 3 voltas. As análises através de MO, MEV e MET revelaram que a amostra da liga Ti-13Nb-13Zr apresenta um refino de microestrutura e uma distorção das morfologia martensítica. O padrão de DRX mostrado na Figura 5.98 confirma a presença das fases  $\alpha'$  e  $\beta$ .

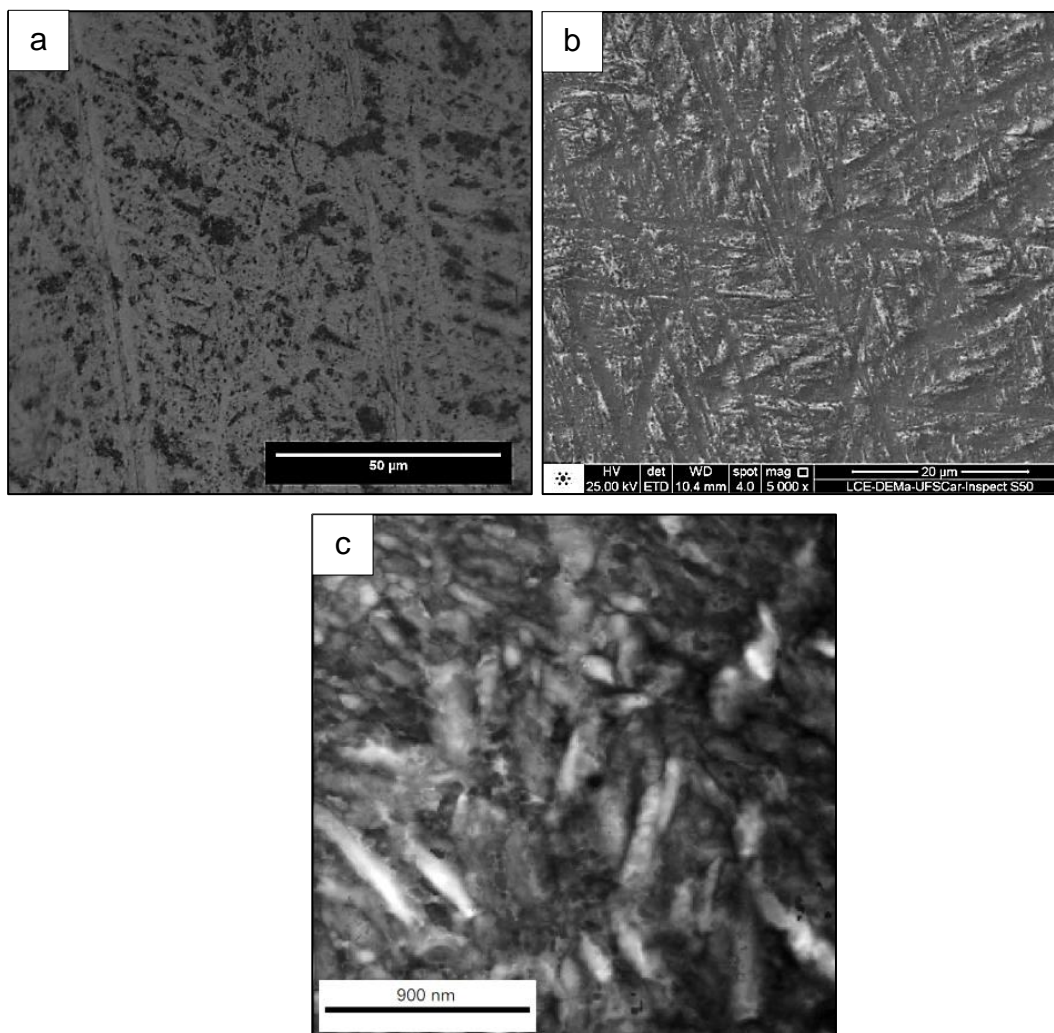


Figura 5.96. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQ e deformada a 3 GPa e 3 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50  $\mu\text{m}$ ); (b) MEV (barra = 20  $\mu\text{m}$ ) e (c) MET/ASTAR figura de campo claro virtual (barra = 900 nm).

Para esta condição, observa-se no mapa de fases uma distribuição de 53,6% da fase  $\alpha'$  e 46,4% de fase  $\beta$ . Ausência de orientação preferencial e tamanho de grão medido por MET/ASTAR é 225 nm.

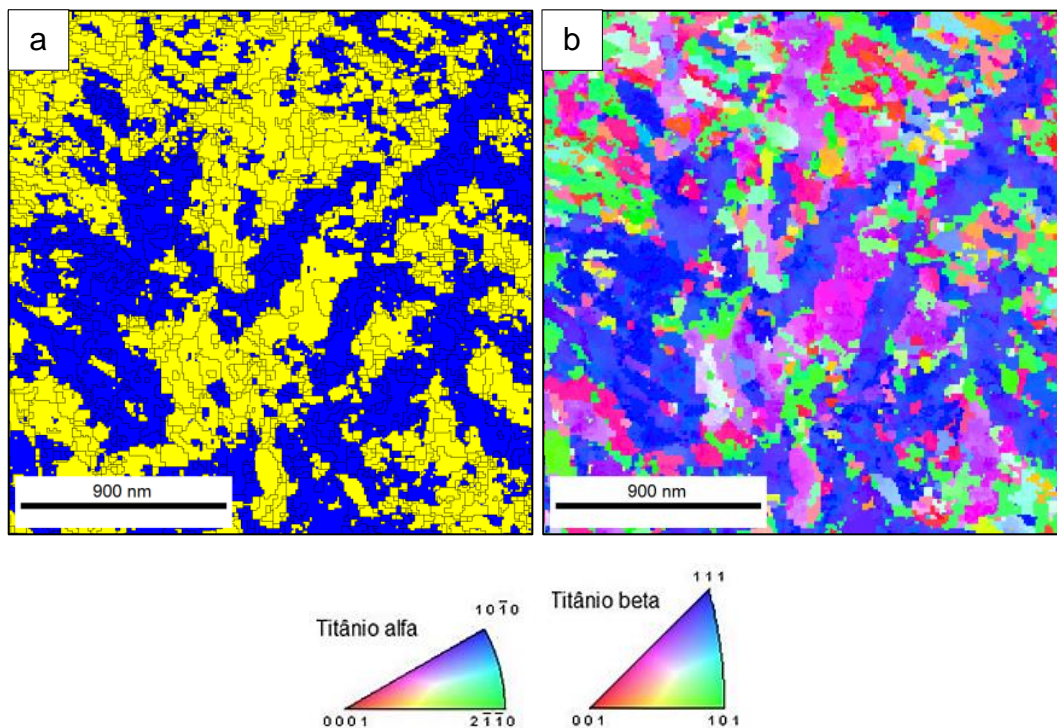


Figura 5.97. Micrografia por MET/ASTAR da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQ e deformada a 3 GPa e 3 voltas por HPT. (a) mapa de fases (cor amarelo fase  $\alpha'$  e cor azul fase  $\beta$ ), (b) mapa de orientação por identificação automática em MET (barra = 900 nm).

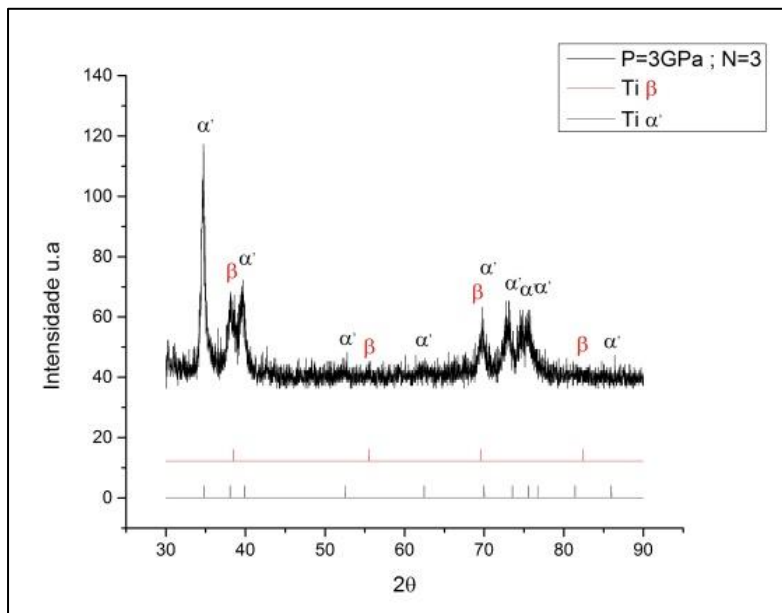


Figura 5.98. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQ e deformada a 3 GPa e 3 voltas por HPT.

Resultados de dureza Vickers para esta condição têm valores mínimos para o centro do disco de 322,0 Hv, e valores máximos nas bordas do disco com 363,0 Hv.

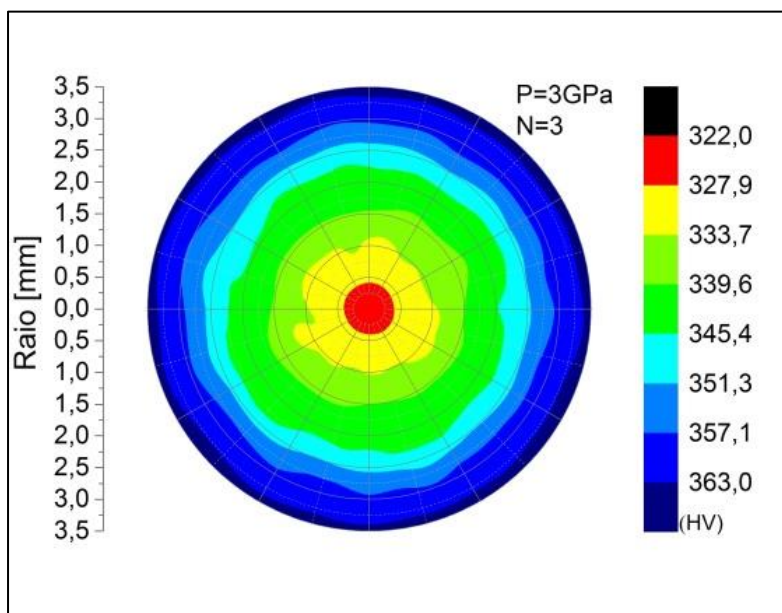


Figura 5.99. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQ com deformação de 3 GPa e 3 voltas por HPT.



As Figuras 5.100, 5.101 e 5.102 apresentam respectivamente, os resultados de MO, MEV, difração de raios X e dureza, obtidos para as amostras com  $\beta$  ST WQ após receber deformação pela técnica de HPT, a uma pressão de 3 GPa e 5 voltas. O padrão de DRX observado na Figura 5.101 mostra os picos de difração das fases  $\alpha'$  e  $\beta$ .

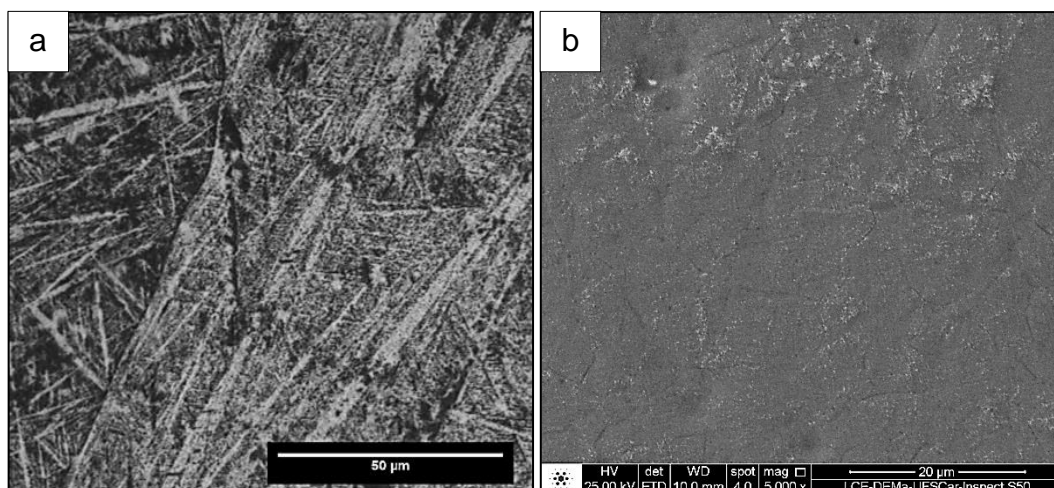


Figura 5.100. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQ e deformada a 3 GPa e 5 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50  $\mu$ m); (b) MEV (barra = 50  $\mu$ m).

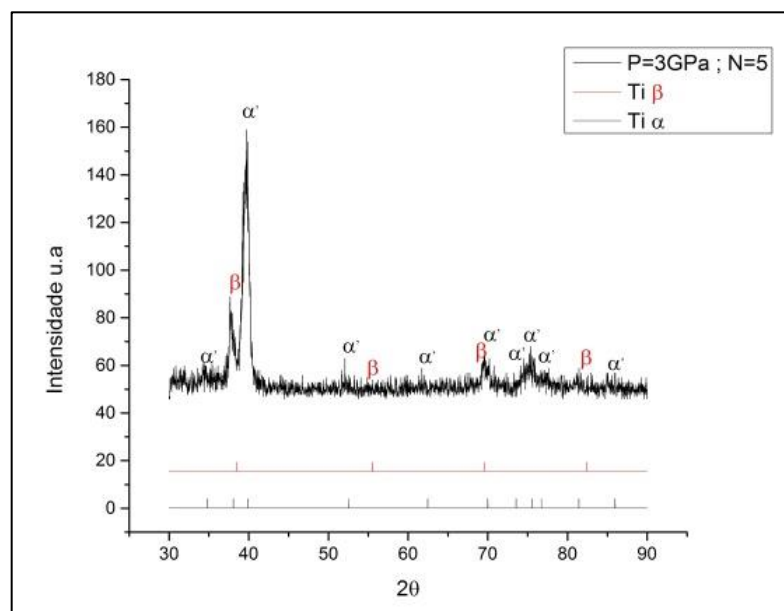


Figura 5.101. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQ e deformada a 3 GPa e 5 voltas por HPT.

Os valores de dureza Vickers para esta condição têm mínimos para o centro do disco com um valor de 340,0 Hv, e valores máximos nas bordas do disco com 366,0 Hv.

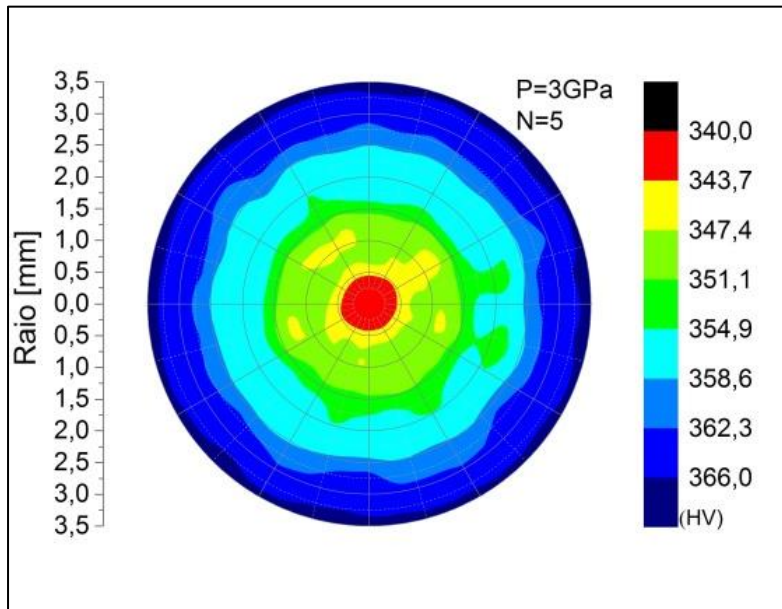


Figura 5.102. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQ com deformação de 3 GPa e 5 voltas por HPT.

As Figuras 5.103, 5.104 e 5.105 apresentam respectivamente, os resultados de microscopia ótica e de varredura, difração de raios X e dureza, obtidos para as amostras com  $\beta$  ST WQ após receber deformação pela técnica de HPT a uma pressão de 4.5 GPa e 1 volta.

As análises através de MO e MEV revelaram um refino microestrutura, juntamente com uma distorção da morfologia martensítica. Observam-se no padrão de DRX da Figura 5.104 picos de difração das fases  $\alpha'$  e  $\beta$ .

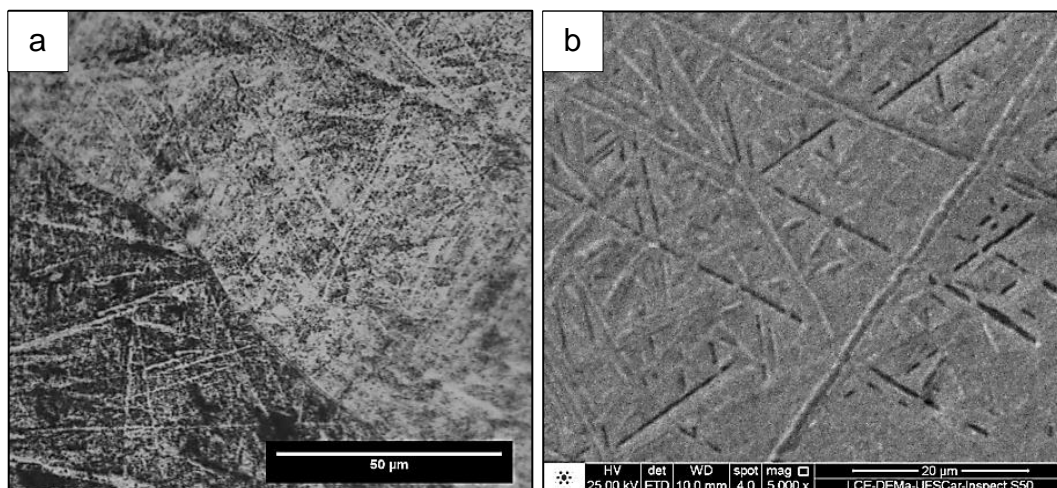


Figura 5.103. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQ e deformada a 4.5 GPa e 1 volta por HPT;(a) MO (barra = 50  $\mu\text{m}$ ); (b) MEV (barra = 20  $\mu\text{m}$ ).

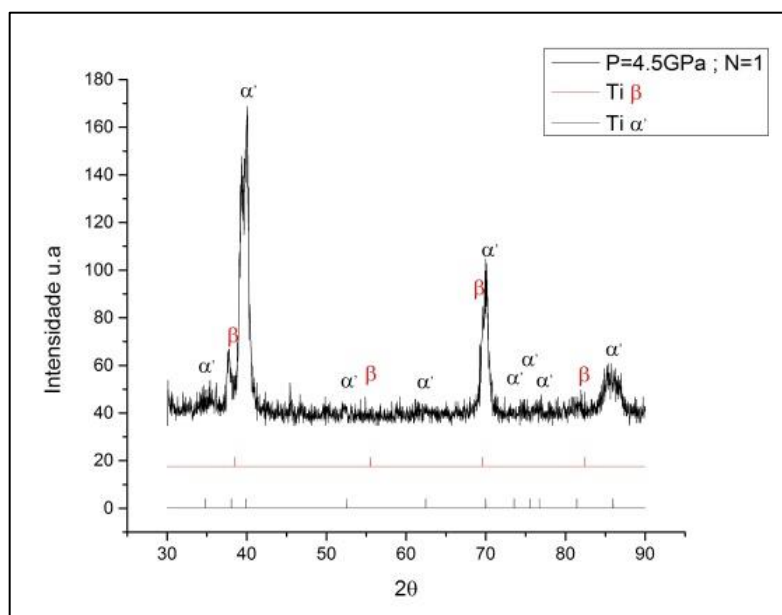


Figura 5.104. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQ e deformada a 4.5 GPa e 1 volta por HPT.

Para esta condição valores mínimos de dureza Vickers para o centro do disco são de 375,0 Hv, e máximos para as bordas do disco com 398,0 Hv.

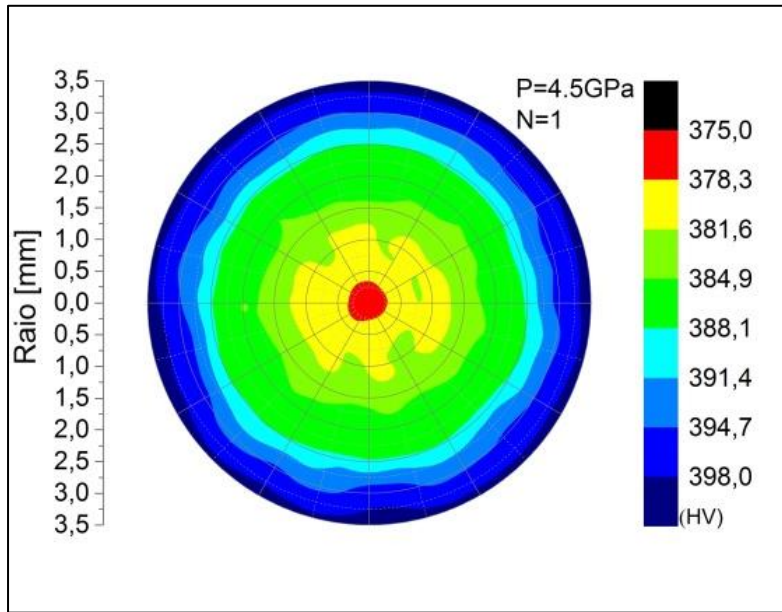


Figura 5.105. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQ com deformação de 4.5 GPa e 1 volta por HPT.

As Figuras 5.106 e 5.107 apresentam respectivamente, os resultados de microscopia, mapa de fases e o mapa de orientação, obtidos para as amostras com deformação por HPT a 4.5 GPa e 3 voltas.

As análises através de MO, MEV e MET revelaram que a amostra da liga Ti-13Nb-13Zr apresenta um refino da morfologia de agulhas produto da grande deformação. O padrão de DRX mostrado na Figura 5.108 confirma a presença das fases  $\alpha'$  e  $\beta$ .

Para esta condição, observa-se no mapa de fases (Figura 5.107 (a)) uma distribuição de 76,6% das fases  $\alpha'$  e 23,4% de fase  $\beta$ . Ausência de orientação preferencial e tamanho de grão medido por MET/ASTAR é 203 nm.



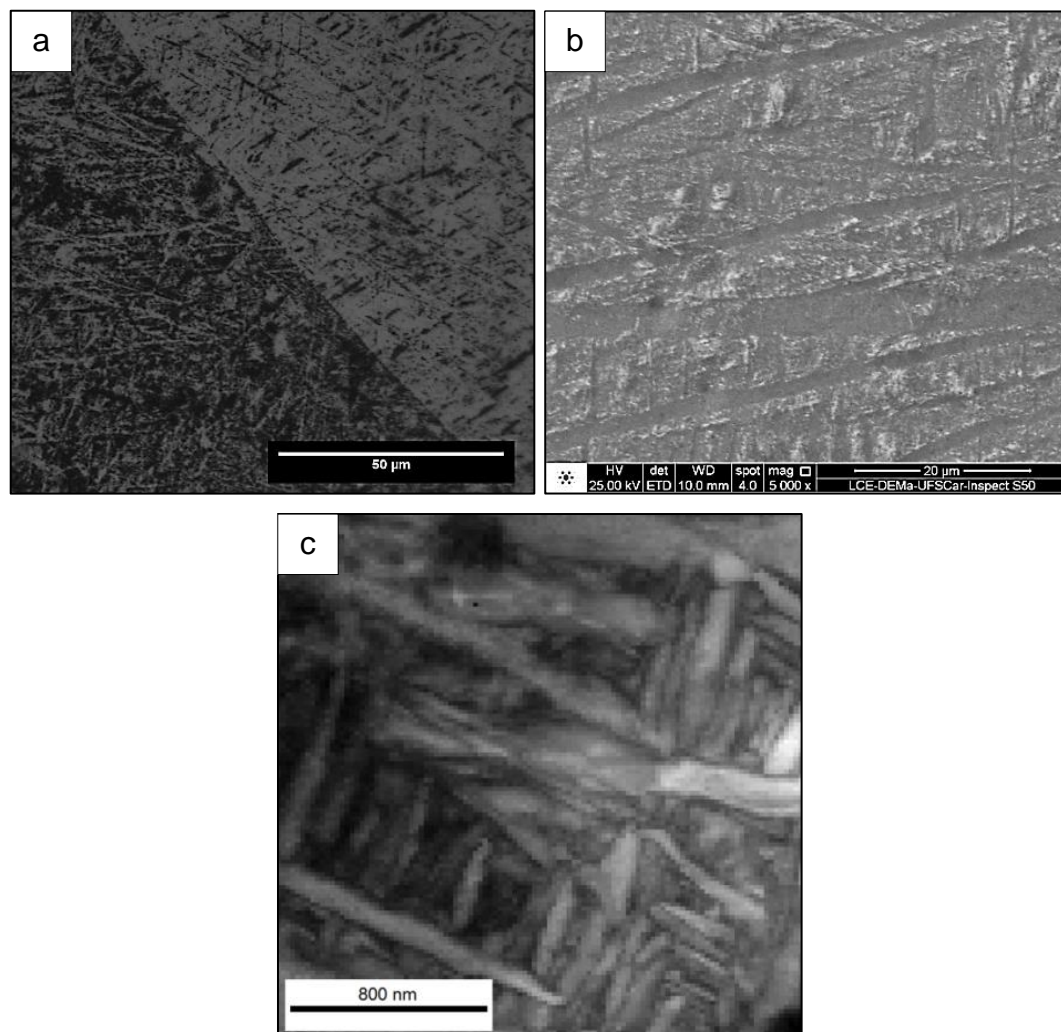


Figura 5.106. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQ e deformada a 4.5 GPa e 3 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50  $\mu\text{m}$ ); (b) MEV (barra = 20  $\mu\text{m}$ ) e (c) MET/ASTAR figura de campo claro virtual (barra = 800 nm).

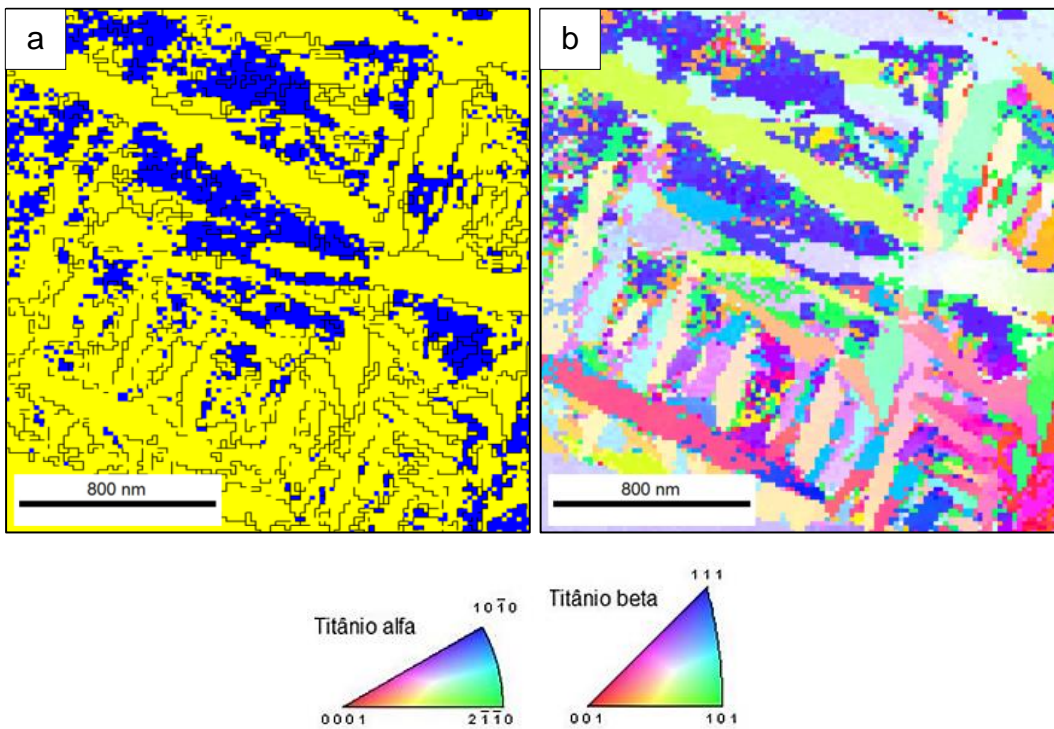


Figura 5.107. Micrografia por MET/ASTAR da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQ e deformada a 4.5 GPa e 3 voltas por HPT. (a) mapa de fases (cor amarelo fase  $\alpha'$  e cor azul fase  $\beta$ ), (b) mapa de orientação por identificação automática em MET (barra = 800 nm).

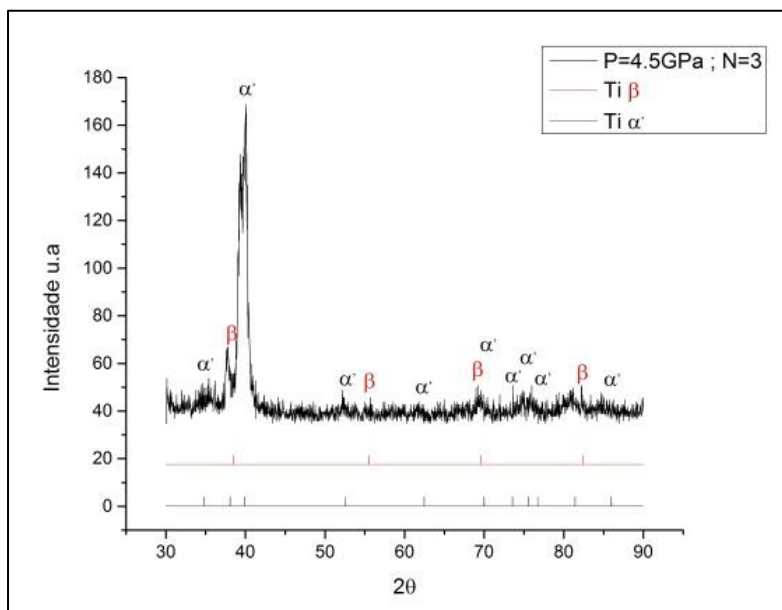


Figura 5.108. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQ e deformada a 4.5 GPa e 3 voltas por HPT.

Para esta condição valores mínimos de dureza Vickers para o centro do disco são de 389,0 Hv, e máximos para as bordas do disco com 399,0 Hv.

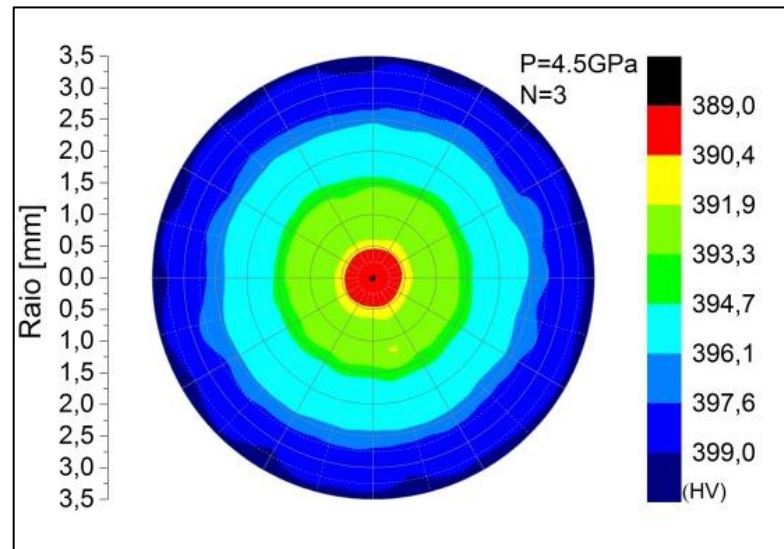


Figura 5.109. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQ com deformação de 4.5 GPa e 3 voltas por HPT.

As Figuras 5.110, 5.111 e 5.112 apresentam respectivamente, os resultados de microscopia, difração de raios X e dureza, obtidos para as amostras com  $\beta$  ST WQ após receber deformação plástica severa pela técnica de HPT a uma pressão de 4.5 GPa e 5 voltas.

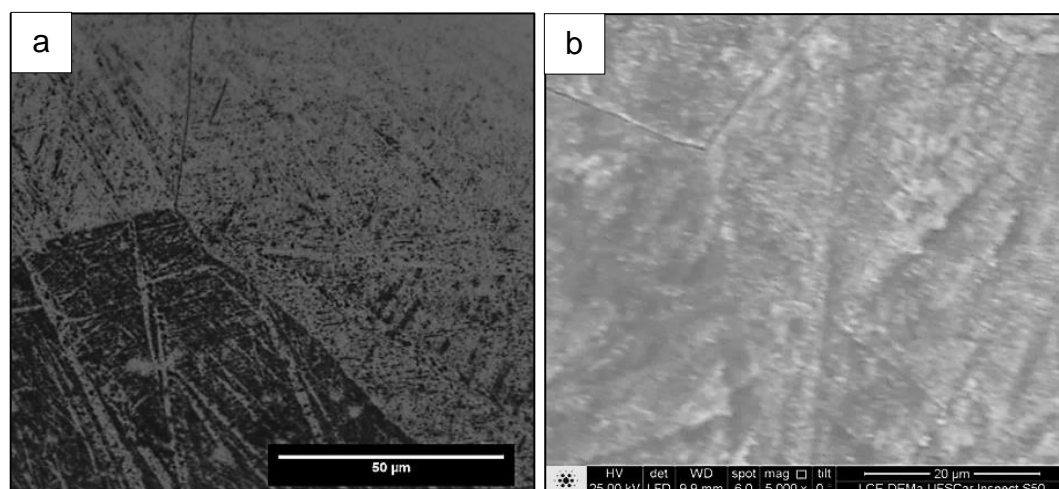


Figura 5.110. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQ e deformada a 4.5 GPa e 5 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50  $\mu$ m); (b) MEV (barra = 20  $\mu$ m).

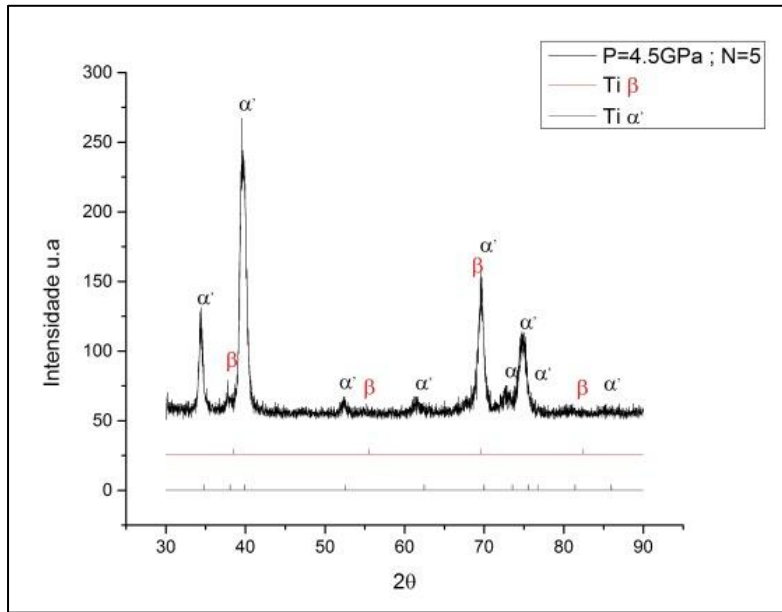


Figura 5.111. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQ e deformada a 4.5 GPa e 5 voltas por HPT.

As análises através de MO e MEV revelaram uma microestrutura do tipo martensítica, onde há a presença de agulhas de fase  $\alpha'$ . O padrão de DRX mostrado na Figura 5.111 confirma a presença das fases  $\alpha'$ ,  $\beta$ . Resultados de dureza Vickers para esta condição têm valores mínimos para o centro do disco de 399,0 Hv, e máximos nas bordas do disco com 403,0 Hv.

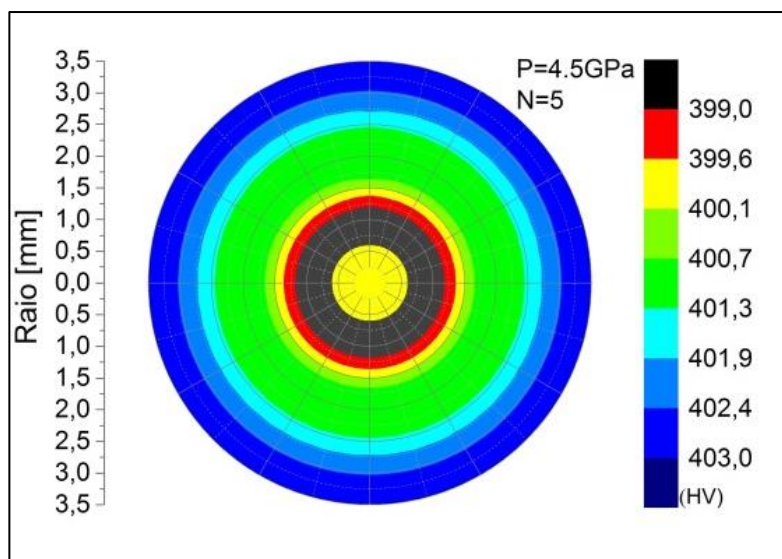


Figura 5.112. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQ com deformação de 4.5 GPa e 5 voltas por HPT



## 5.7 Amostras Envelhecidas processadas por HPT.

A caracterização das amostras deformadas após o processo de HPT é apresentada na Tabela resumo 5.4.

Tabela 5.4. Tabela resumo amostras deformadas com envelhecimento.

	MO	MEV	MET	Padrão de DRX	Fases	Mapas de dureza (Vickers)	Pág.
1GPa 1Volta					$\alpha/\alpha'$ $\beta$ $\omega$		116
1GPa 3Volts					$\alpha/\alpha'$ $\beta$ $\omega$		117
1GPa 5Volts					$\alpha/\alpha'$ $\beta$ $\omega$		119
2GPa 1Volta					$\alpha/\alpha'$ $\beta$ $\omega$		121
2GPa 3Volts					$\alpha/\alpha'$ $\beta$ $\omega$		123
2GPa 5Volts					$\alpha/\alpha'$ $\beta$ $\omega$		126
3GPa 1Volta					$\alpha/\alpha'$ $\beta$ $\omega$		127
3GPa 3Volts					$\alpha/\alpha'$ $\beta$ $\omega$		129
3GPa 5Volts					$\alpha/\alpha'$ $\beta$ $\omega$		132
4.5GPa 1Volta					$\alpha/\alpha'$ $\beta$ $\omega$		134
4.5GPa 3Volts					$\alpha/\alpha'$ $\beta$ $\omega$		135
4.5GPa 5Volts					$\alpha/\alpha'$ $\beta$ $\omega$		137

As Figuras 5.113, 5.114 e 5.115 apresentam respectivamente, os resultados de microscopia, difração de raios X e dureza, obtidos para as amostras com  $\beta$  ST WQAT, após receber deformação plástica severa pela técnica de HPT a uma pressão de 1 GPa e 1 volta.

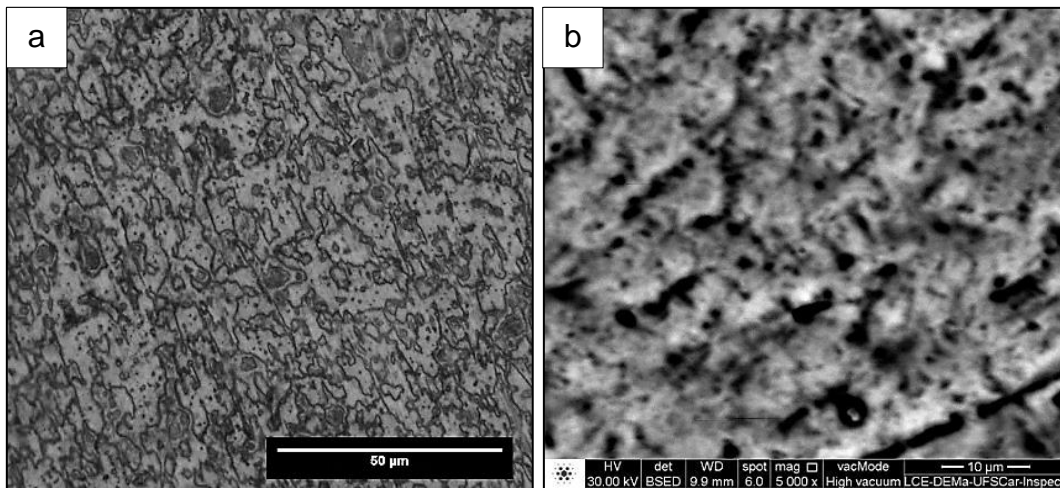


Figura 5.113. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQAT e deformada a 1 GPa e 1 volta por HPT; (a) MO (barra = 50  $\mu$ m); (b) MEV (barra = 10  $\mu$ m).

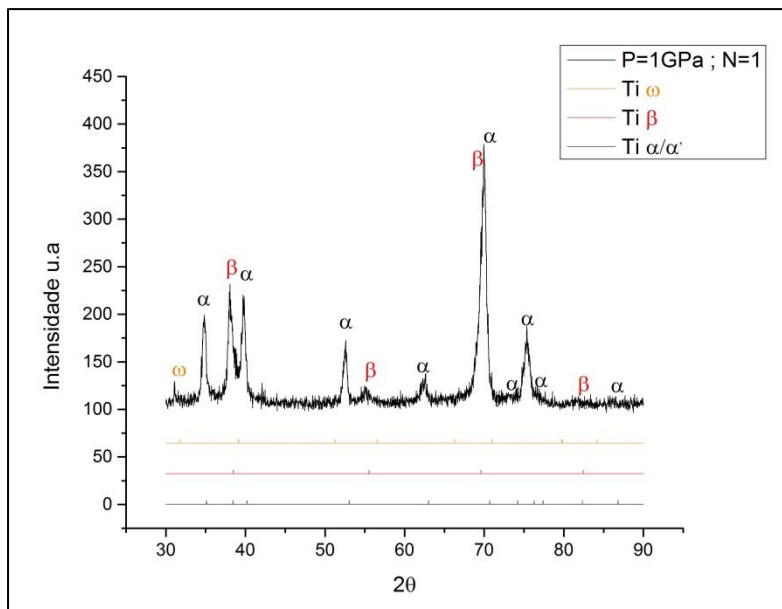


Figura 5.114. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQAT e deformada a 1 GPa e 1 volta por HPT.

As análises através de MO e MEV revelaram uma microestrutura com fase  $\alpha$  com morfologia globular com distribuição fina entre as placas de martensita formadas previamente com o tratamento térmico de tempera. Observam-se no padrão de DRX da Figura 5.11 picos de difração das fases  $\alpha$ ,  $\alpha'$ ,  $\beta$  e  $\omega$ .

A dureza Vickers para esta condição tem valores mínimos para o centro do disco de 275,0 Hv, e máximos nas bordas do disco com 297,0 Hv.

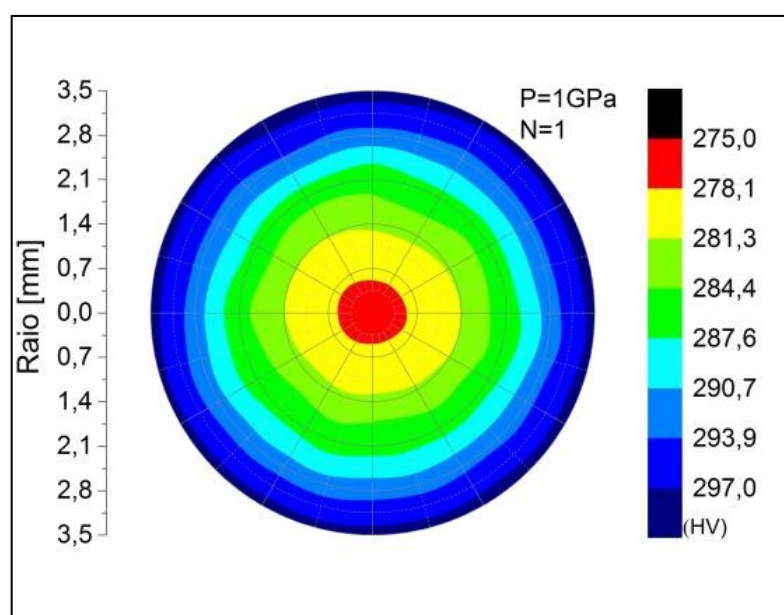


Figura 5.115. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQAT com deformação de 1 GPa e 1 volta por HPT.

As Figuras 5.116, 5.117 e 5.118 apresentam respectivamente, os resultados de microscopia, difração de raios X e dureza, obtidos para as amostras com  $\beta$  ST WQAT após receber deformação plástica severa pela técnica de HPT a uma pressão de 1 GPa e 3 voltas.

As análises através de MO e MEV revelaram uma microestrutura com fase  $\alpha$  com morfologia globular com distribuição fina entre as placas de martensita formadas previamente com o tratamento térmico de tempera. Observam-se no padrão de DRX da Figura 5.117 picos de difração das fases  $\alpha$ ,  $\alpha'$ ,  $\beta$  e  $\omega$ .





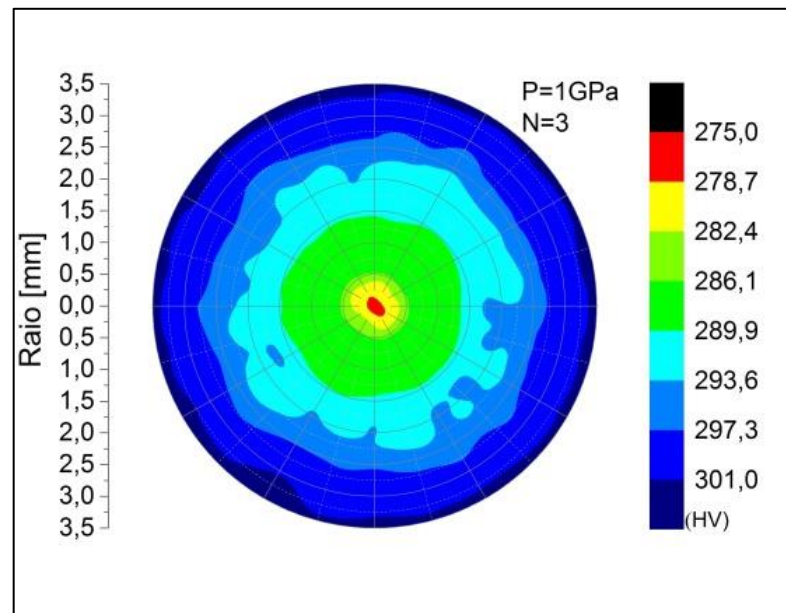


Figura 5.118. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQAT com deformação de 1 GPa e 3 voltas por HPT.

As Figuras 5.119, 5.120 e 5.121 apresentam respectivamente os resultados de microscopia, difração de raios X e dureza, obtidos para as amostras com  $\beta$  ST WQAT, após receber deformação plástica severa pela técnica de HPT a uma pressão de 1 GPa e 5 voltas. As análises através de MO e MEV revelaram uma microestrutura com fase  $\alpha$  com morfologia globular, nota-se também um aumento de martensita com morfologia de agulhas. O padrão de DRX mostrado na Figura 5.120 confirma a presença das fases  $\alpha$ ,  $\alpha'$ ,  $\beta$  e  $\omega$ .

A dureza Vickers para esta condição alcançou valores mínimos para o centro do disco com 289,0 Hv, e máximos nas bordas do disco com 305,0 Hv

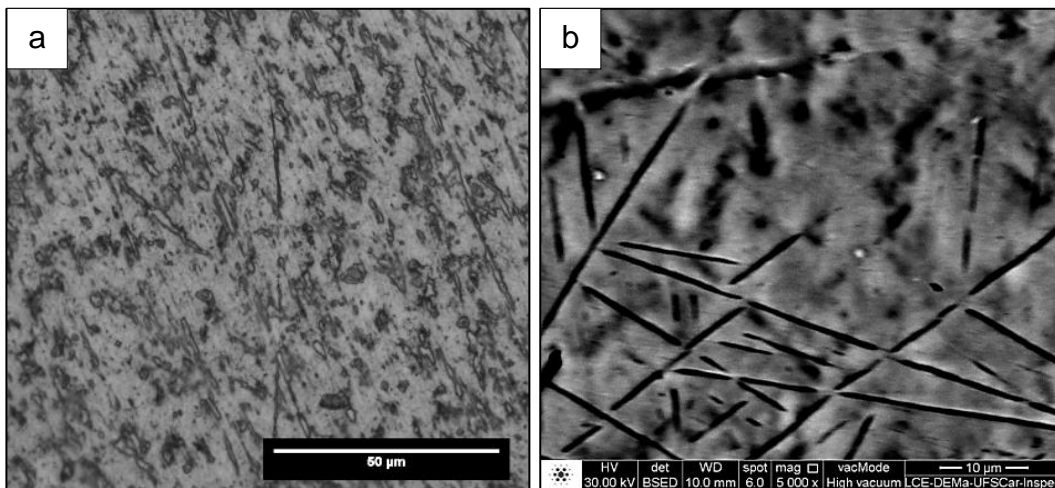


Figura 5.119. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQAT e deformada a 1 GPa e 5 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50  $\mu$ m); (b) MEV (barra = 10  $\mu$ m).

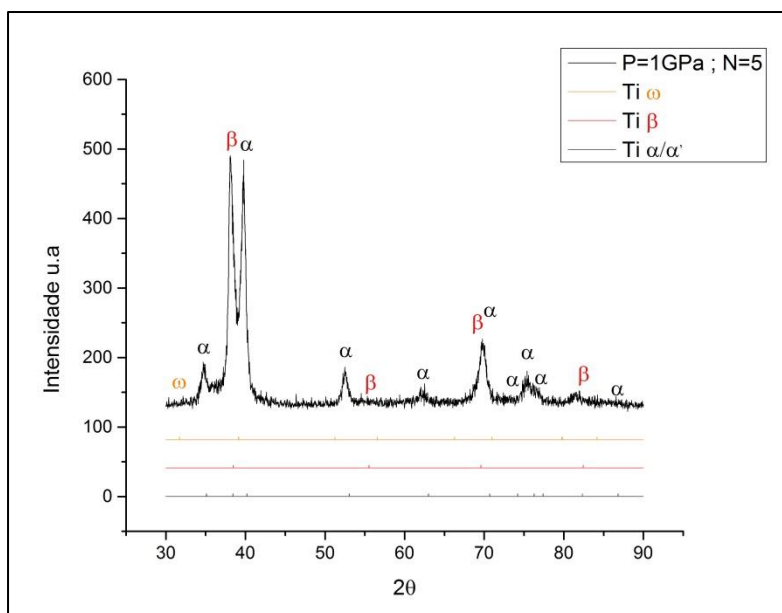


Figura 5.120. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQAT e deformada a 1 GPa e 5 voltas por HPT.

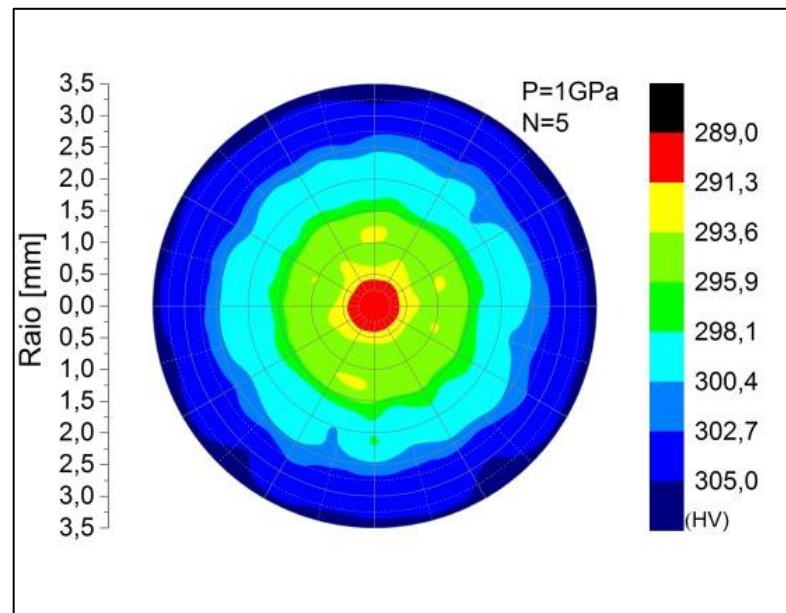


Figura 5.121. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQAT com deformação de 1 GPa e 5 voltas por HPT.

As Figuras 5.122, 5.123 e 5.124 apresentam respectivamente, os resultados de microscopia, difração de raios X e durezas, obtidas para as amostras com  $\beta$  ST WQAT, após receber deformação plástica severa pela técnica de HPT a uma pressão de 2 GPa e 1 volta

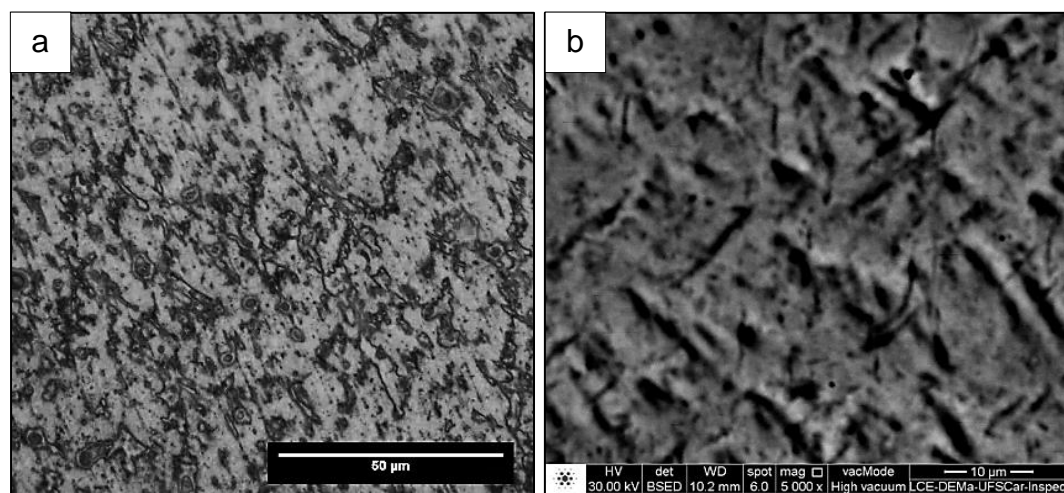


Figura 5.122. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQAT e deformada a 2 GPa e 1 volta por HPT;(a) MO (barra = 50  $\mu$ m); (b) MEV (barra = 10  $\mu$ m).

As análises através de MO e MEV revelaram uma microestrutura contendo a fase  $\alpha$  com morfologia globular, nota-se também um aumento de martensita com morfologia de agulhas. Observam-se no padrão de DRX da Figura 5.123 picos de difração das fases  $\alpha$ ,  $\alpha'$ ,  $\beta$  e  $\omega$ .

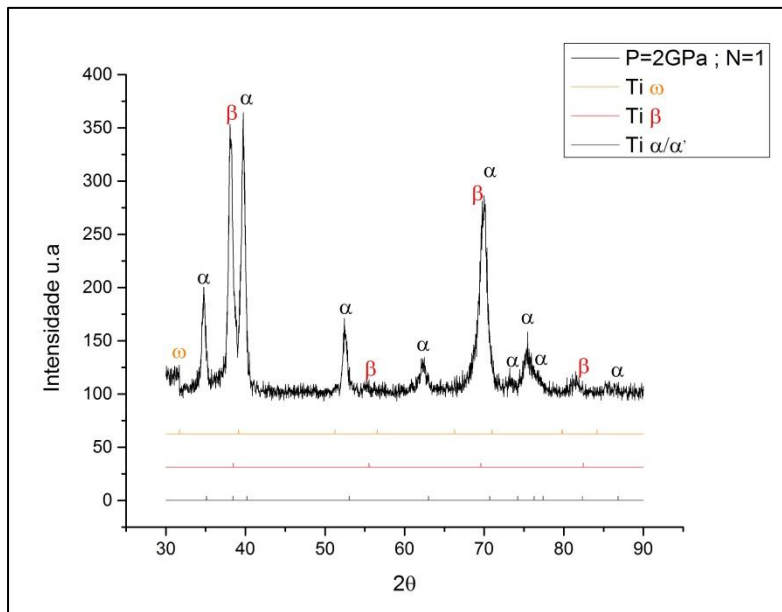


Figura 5.123. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQAT e deformada a 2 GPa e 1 volta por HPT.

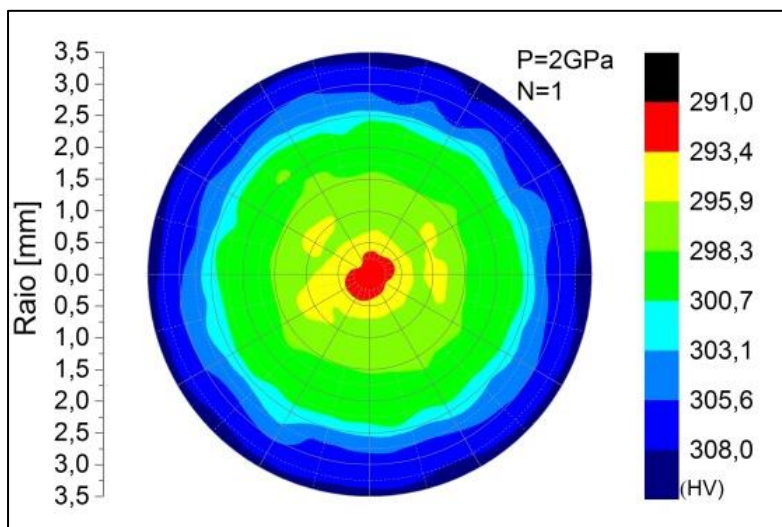


Figura 5.124. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQAT com deformação de 2 GPa e 1 volta por HPT.



Valores de dureza Vickers para esta condição de 2 GPa e 1 volta são de 291,0 Hv para o centro do disco, e 308,0 Hv nas bordas do disco.

As Figuras 5.125 e 5.126 apresentam respectivamente, os resultados de microscopia, mapa de fases e o mapa de orientação, obtidos para as amostras com deformação por HPT a 2 GPa e 3 voltas.

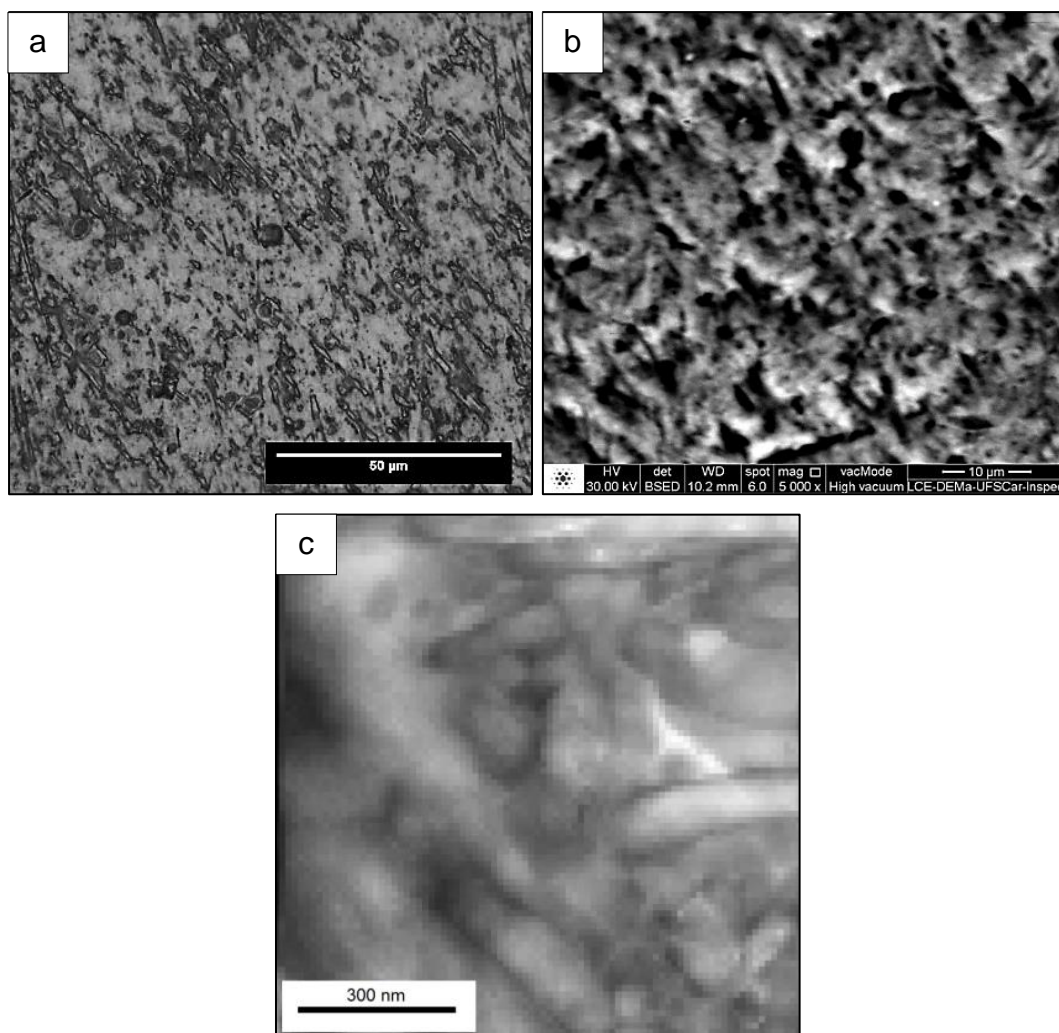


Figura 5.125. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQAT e deformada a 2 GPa e 3 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50  $\mu$ m); (b) MEV (barra = 10  $\mu$ m) e (c) MET/ASTAR figura de campo claro virtual (barra = 300 nm).

As análises através de MO, MEV e MET revelaram que a amostra da liga Ti-13Nb-13Zr apresenta uma morfologia globular distorcida, aparentemente a morfologia de agulha antes vista, começa a refinar e a diminuir seu

comprimento resultado da quebra das agulhas. O padrão de DRX mostrado na Figura 5.127 confirma a presença das fases  $\alpha$ ,  $\alpha'$ ,  $\beta$  e  $\omega$ .

Para esta condição, observa-se no mapa de fases uma distribuição de 65,6% da fase  $\alpha/\alpha'$ , 30,5% de fase  $\beta$  e 3,9% da fase  $\omega$ . Não existe uma orientação preferencial, o tamanho de grão medido por MET/ASTAR é de 168 nm.

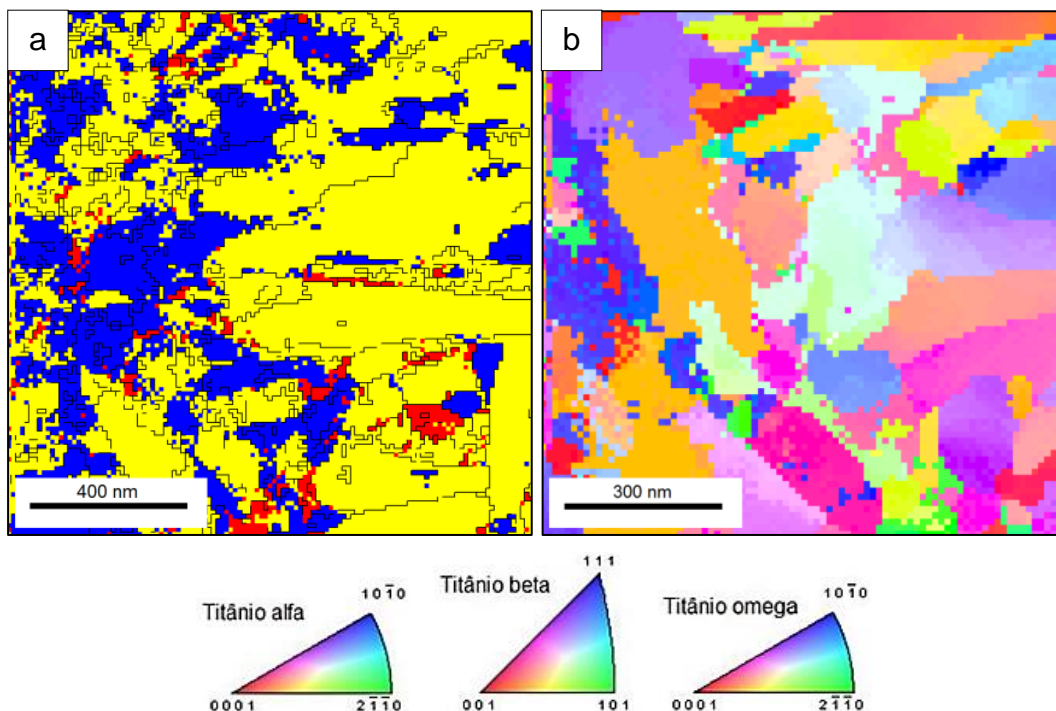


Figura 5.126. Micrografia por MET/ASTAR da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQAT e deformada a 2 GPa e 3 voltas por HPT. (a) mapa de fases (cor amarelo fase  $\alpha$ , cor azul fase  $\beta$  e cor vermelho fase  $\omega$ ), (b) mapa de orientação por identificação automática em MET (barra = 300 nm).



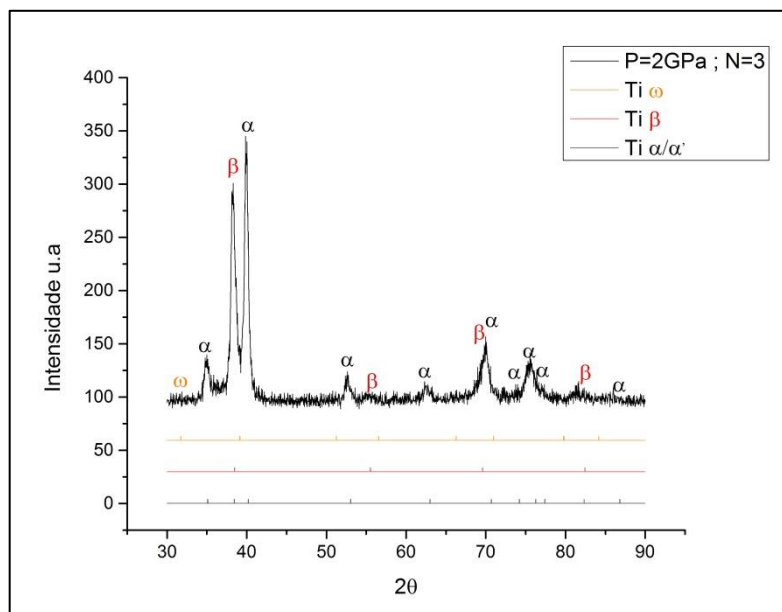


Figura 5.127. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQAT e deformada a 2 GPa e 3 voltas por HPT.

Resultados de dureza Vickers para esta condição têm valores mínimos para o centro do disco com 302,0 Hv, e máximos nas bordas com 313,0 Hv.

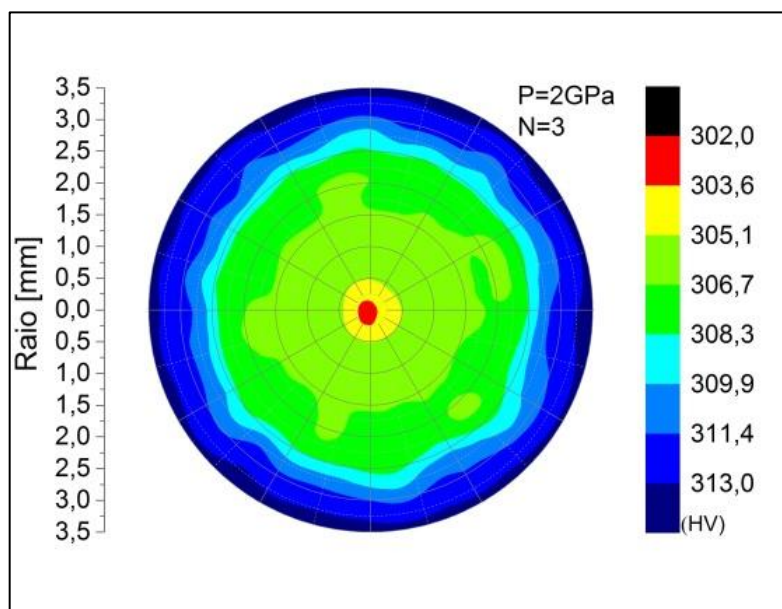


Figura 5.128. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQAT com deformação de 2 GPa e 3 voltas por HPT.

As Figuras 5.129, 5.130 e 5.131 apresentam respectivamente, os resultados de microscopia, difração de raios X e dureza, obtidos para as amostras com  $\beta$  ST WQAT, após receber deformação plástica severa pela técnica de HPT a uma pressão de 2 GPa e 5 voltas.

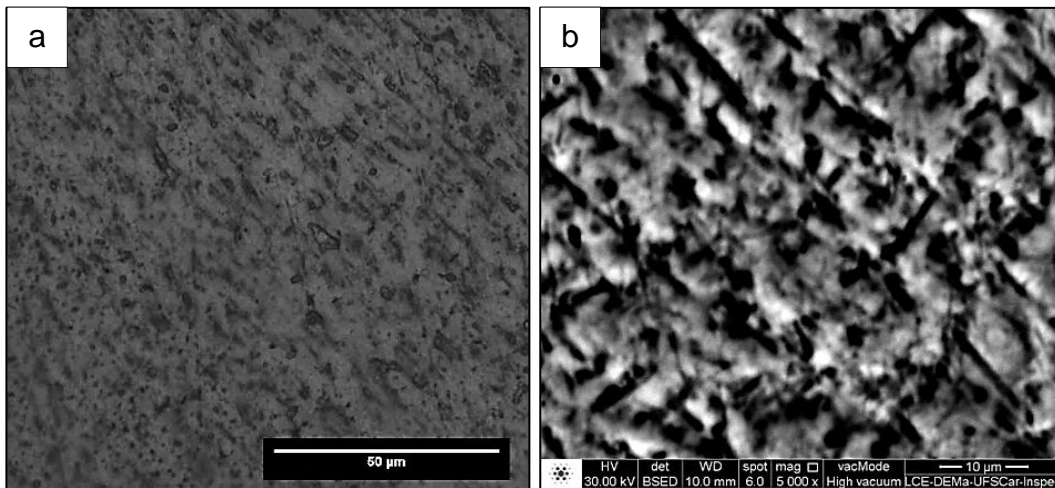


Figura 5.129. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQAT e deformada a 2 GPa e 5 voltas por HPT; (a) MO (barra = 50  $\mu$ m); (b) MEV (barra = 10  $\mu$ m).

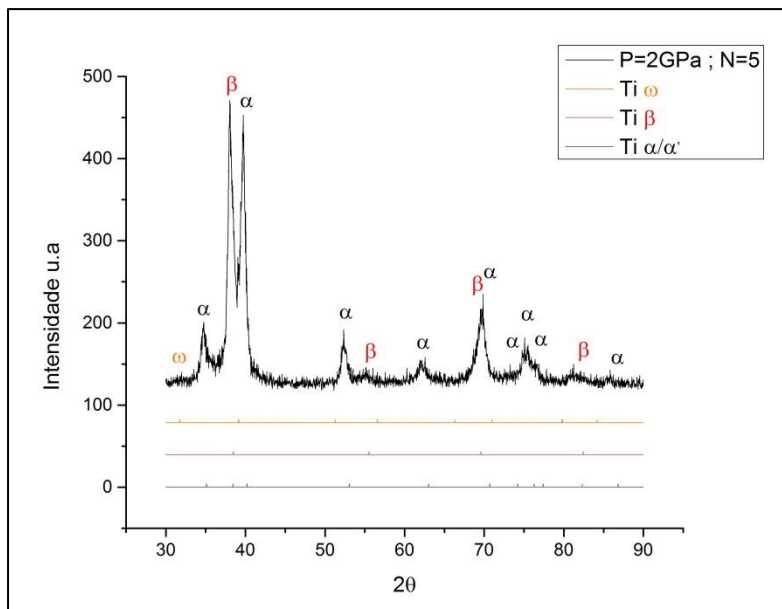


Figura 5.130. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQAT e deformada a 2 GPa e 5 voltas por HPT.

As análises através de MO e MEV revelaram uma microestrutura com fase  $\alpha$  com morfologia globular, nota-se também martensita com morfologia de agulhas. O padrão de DRX mostrado na Figura 5.130 confirma a presença das fases  $\alpha$ ,  $\alpha'$ ,  $\beta$  e  $\omega$ . Por outra parte valores de dureza Vickers para esta condição são mínimos para o centro do disco com 305,0 Hv, e máximos nas bordas com 318,0 Hv.

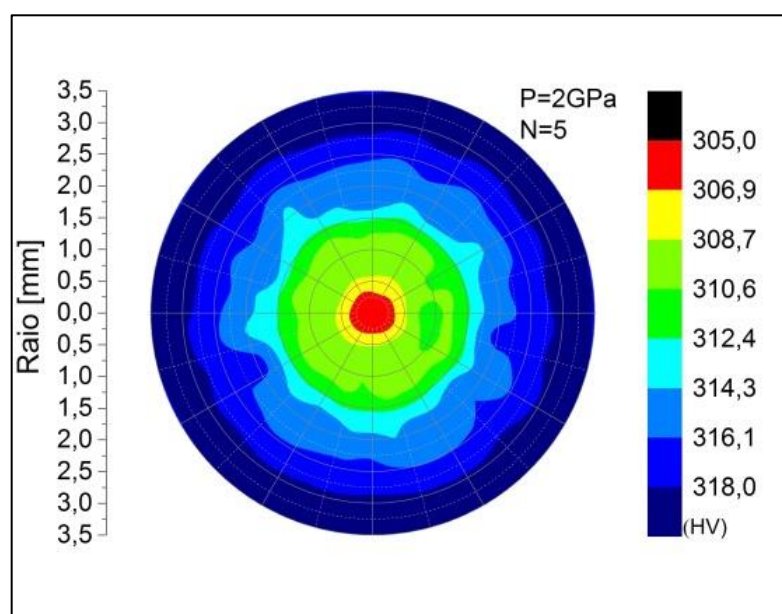


Figura 5.131. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQAT com deformação de 2 GPa e 5 voltas por HPT.

As Figuras 5.132, 5.133 e 5.134 apresentam respectivamente, os resultados de microscopia, difração de raios X e dureza, obtidos para as amostras com  $\beta$  ST WQAT, após receber deformação plástica severa pela técnica de HPT a uma pressão de 3 GPa e 1 volta. As análises através de MO e MEV revelaram uma microestrutura com fase  $\alpha$  com morfologia globular e também nota-se martensita com morfologia de agulhas. O padrão de DRX mostrado na Figura 5.133 confirma a presença das fases  $\alpha$ ,  $\alpha'$ ,  $\beta$  e  $\omega$ .

Resultados de dureza Vickers para esta condição têm valores mínimos para o centro do disco com 332,0 Hv, e máximos nas bordas com 356,0 Hv.

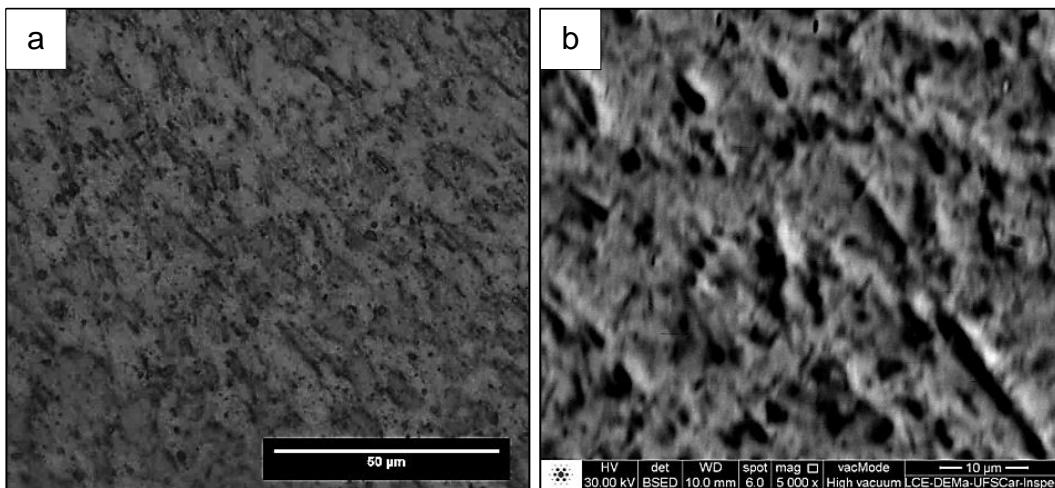


Figura 5.132. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQAT e deformada a 3 GPa e 1 volta por HPT;(a) MO (barra = 50  $\mu\text{m}$ ); (b) MEV (barra = 10  $\mu\text{m}$ ).

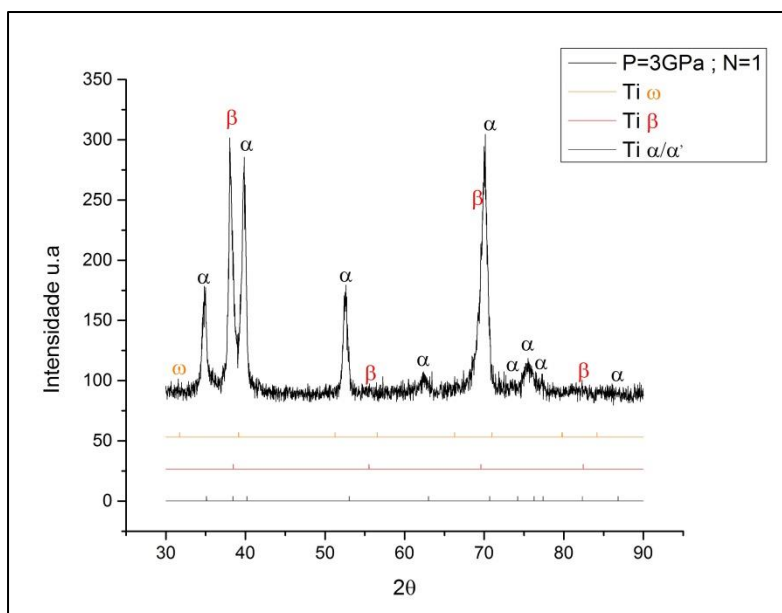


Figura 5.133. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQAT e deformada a 3 GPa e 1 volta por HPT.

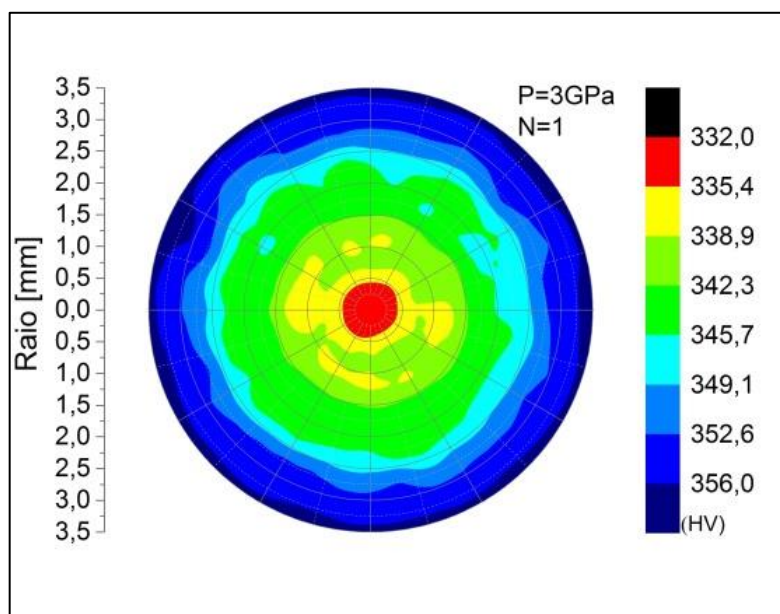


Figura 5.134. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com β ST WQAT com deformação de 3 GPa e 1 volta por HPT.

As Figuras 5.135 e 5.136 apresentam respectivamente, os resultados de microscopia, mapa de fases e o mapa de orientação, obtidos para as amostras com deformação por HPT a 3 GPa e 3 voltas. As análises através de MO, MEV e MET revelaram que a amostra da liga Ti-13Nb-13Zr apresenta um grande refino de estrutura com a presença de morfologia globular. O padrão de DRX mostrado na Figura 5.137 confirma a presença das fases  $\alpha$ ,  $\alpha'$ ,  $\beta$  e  $\omega$ .

Para esta condição, observa-se no mapa de fases uma distribuição de 53,0% da fase  $\alpha/\alpha'$ , 36,9% de fase  $\beta$  e 10,1% da fase  $\omega$ . Não existe uma orientação preferencial, o tamanho de grão medido por MET/ASTAR é de 128 nm.

Existe uma diminuição de fase  $\alpha$ , quando comparada com a condição analisada por MET/ASTAR de 2 GPa e 3 voltas de um 65,6% para um 53,0% , associada com a transformação de fase ( $\alpha \rightarrow \omega$ ) induzida pela pressão e deformação aplicada.

A dureza Vickers medida para esta condição tem valores mínimos para o centro do disco com 334,0 Hv, e máximos nas bordas com 365,0 Hv.



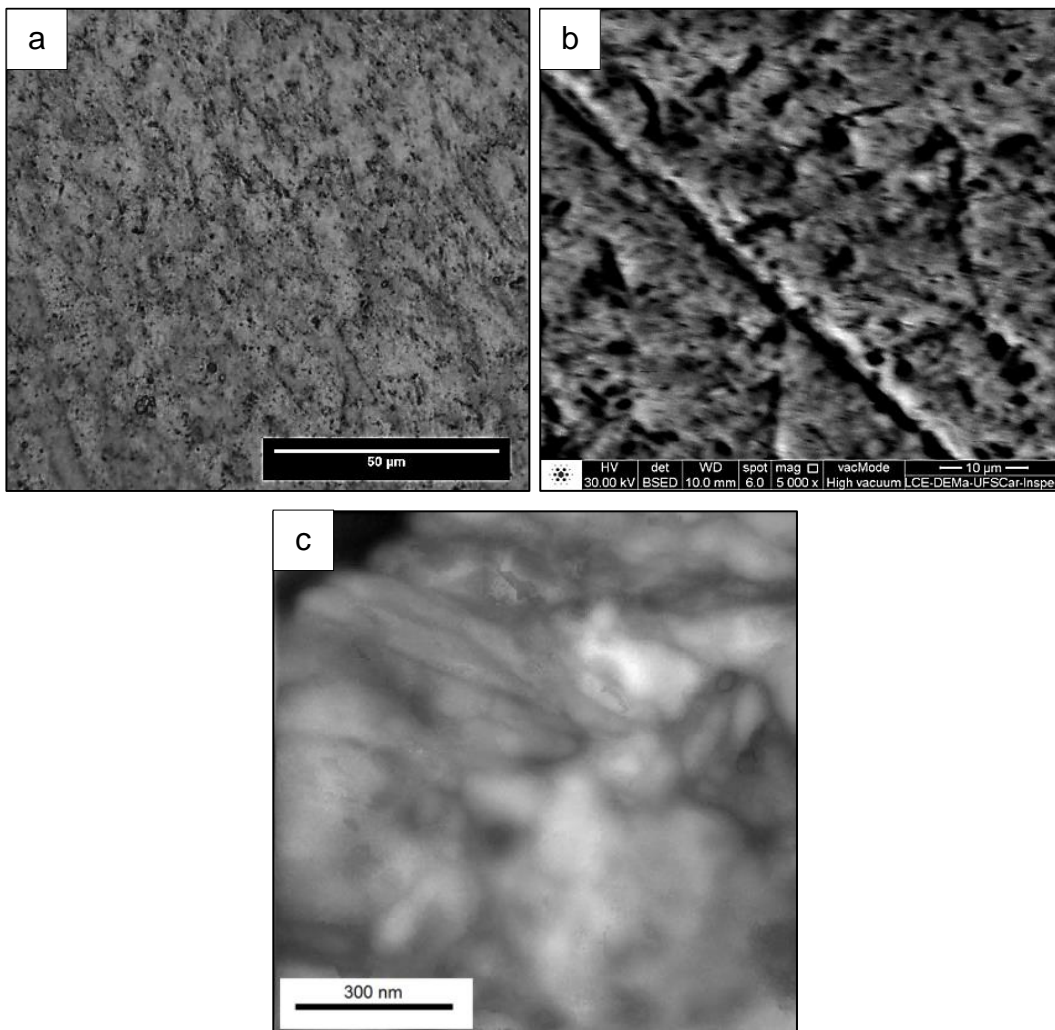


Figura 5.135. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQAT e deformada a 3 GPa e 3 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50  $\mu$ m); (b) MEV (barra = 10  $\mu$ m) e (c) MET/ASTAR figura de campo claro virtual (barra = 300 nm).

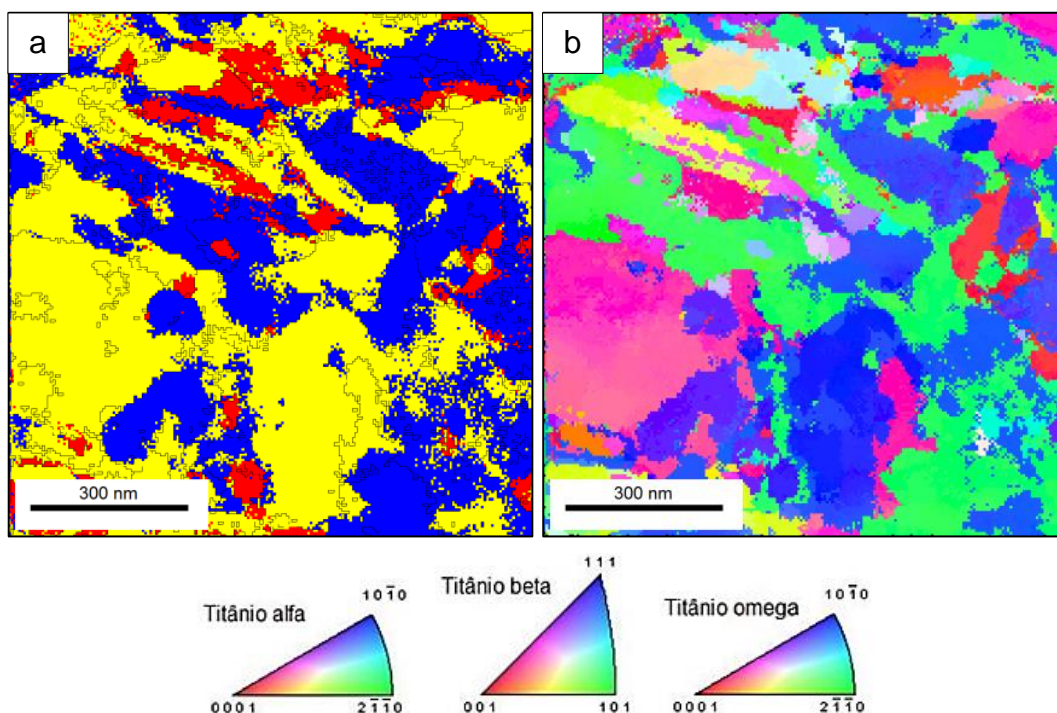


Figura 5.136. Micrografia por MET/ASTAR da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQAT e deformada a 3 GPa e 3 voltas por HPT. (a) mapa de fases (cor amarelo fase  $\alpha$ , cor azul fase  $\beta$  e cor vermelho fase  $\omega$ ), (b) mapa de orientação por identificação automática em MET (barra = 300 nm).

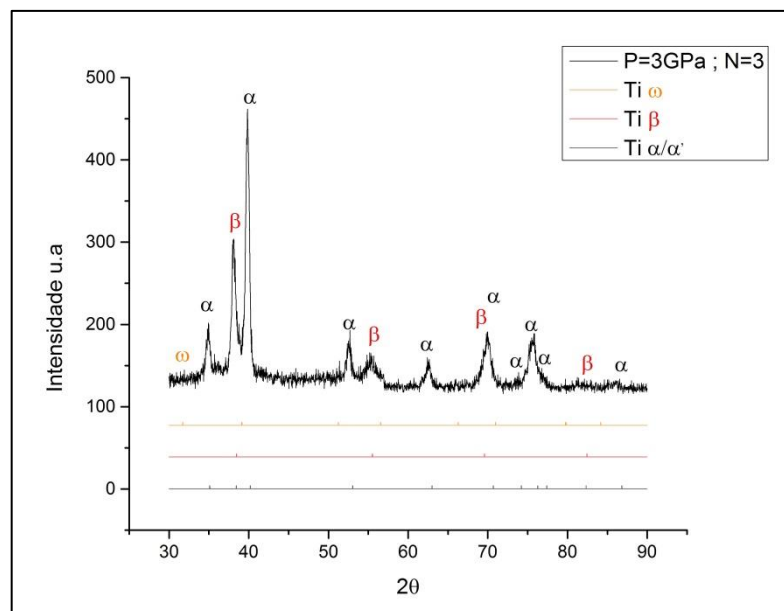


Figura 5.137. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQAT e deformada a 3 GPa e 3 voltas por HPT.



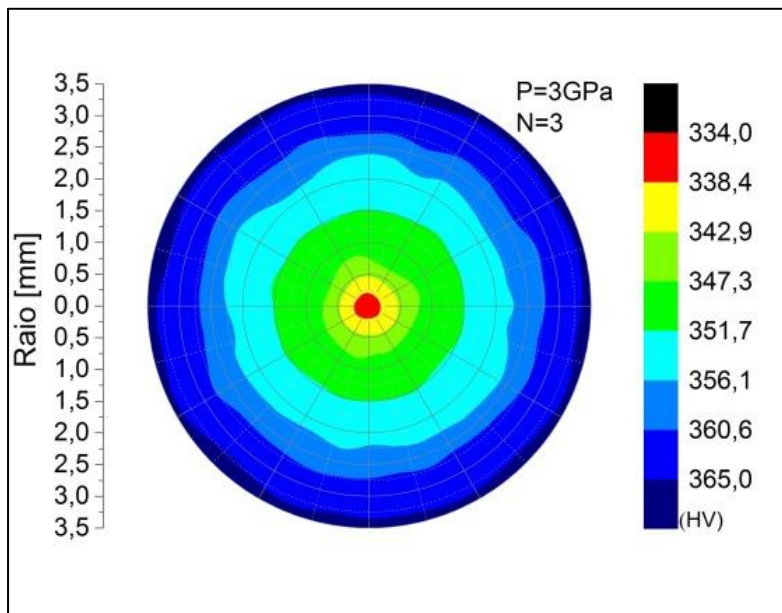


Figura 5.138. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQAT com deformação de 3 GPa e 3 voltas por HPT.

As Figuras 5.139, 5.140 e 5.141 apresentam respectivamente, os resultados de microscopia, difração de raios X e dureza, obtidos para as amostras com  $\beta$  ST WQAT, após receber deformação plástica severa pela técnica de HPT a uma pressão de 3 GPa e 5 voltas.

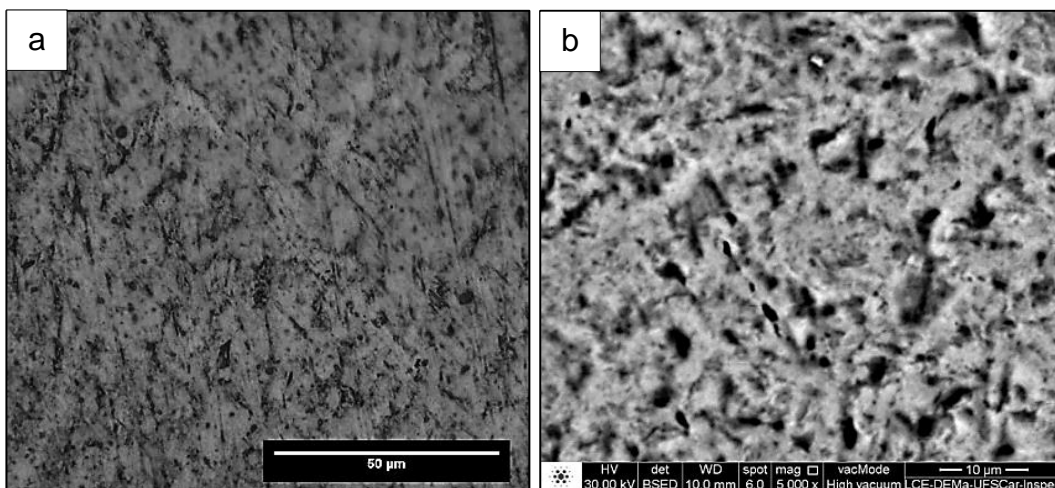


Figura 5.139. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQAT e deformada a 3 GPa e 5 voltas por HPT;(a) MO (barra = 50  $\mu\text{m}$ ); (b) MEV (barra = 10  $\mu\text{m}$ ).

As análises através de MO e MEV revelaram uma microestrutura distorcida com presença de morfologia globular. O padrão de DRX mostrado na Figura 5.140 confirma a presença das fases  $\alpha$ ,  $\alpha'$ ,  $\beta$  e  $\omega$ .

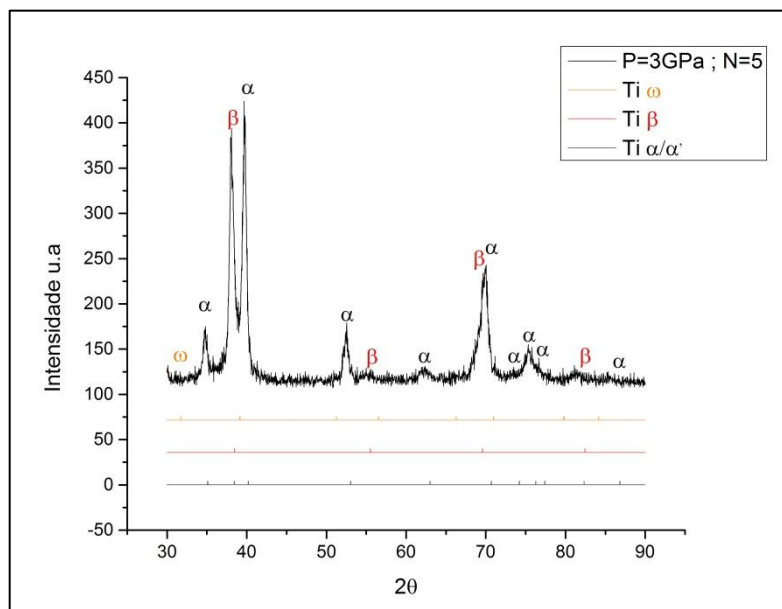


Figura 5.140. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQAT e deformada a 3 GPa e 5 voltas por HPT.

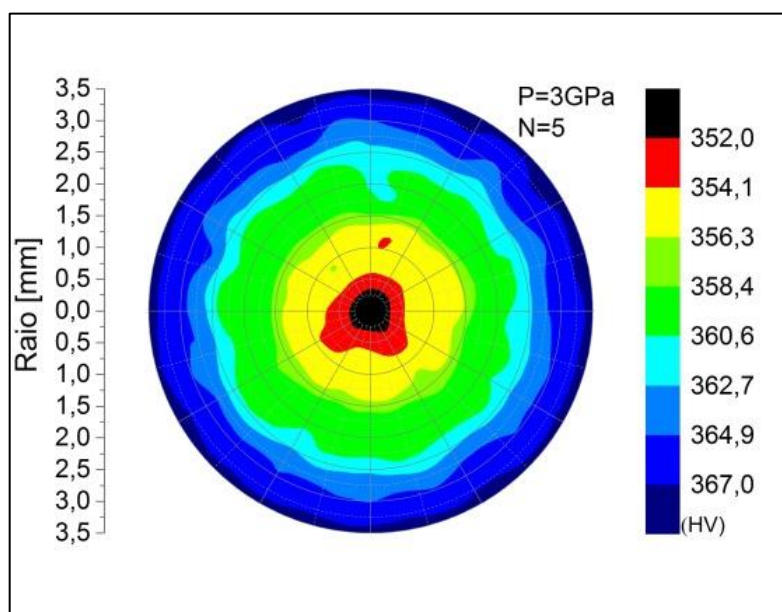


Figura 5.141 -Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQAT com deformação de 3 GPa e 5 voltas por HPT.

A dureza Vickers medida para esta condição tem valores mínimos para o centro do disco com 352,0 Hv, e máximos nas bordas com 367,0 Hv.

As Figuras 5.142, 5.143 e 5.144 apresentam respectivamente, os resultados de microscopia, difração de raios X e dureza, obtidos para as amostras com  $\beta$  ST WQAT, após receber deformação plástica severa pela técnica de HPT a uma pressão de 4.5 GPa e 1 volta.

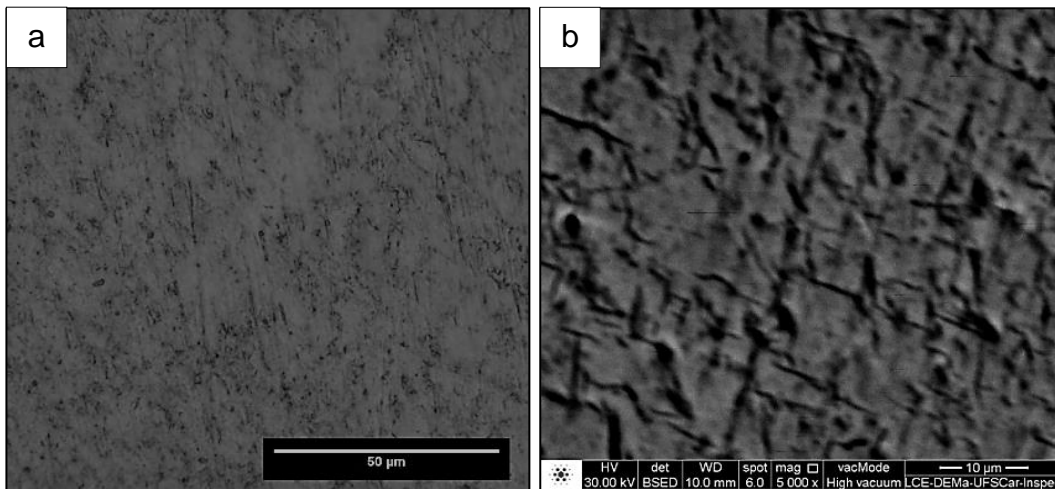


Figura 5.142. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQAT e deformada a 4.5 GPa e 1 volta por HPT;(a) MO (barra = 50  $\mu$ m); (b) MEV (barra = 10  $\mu$ m).

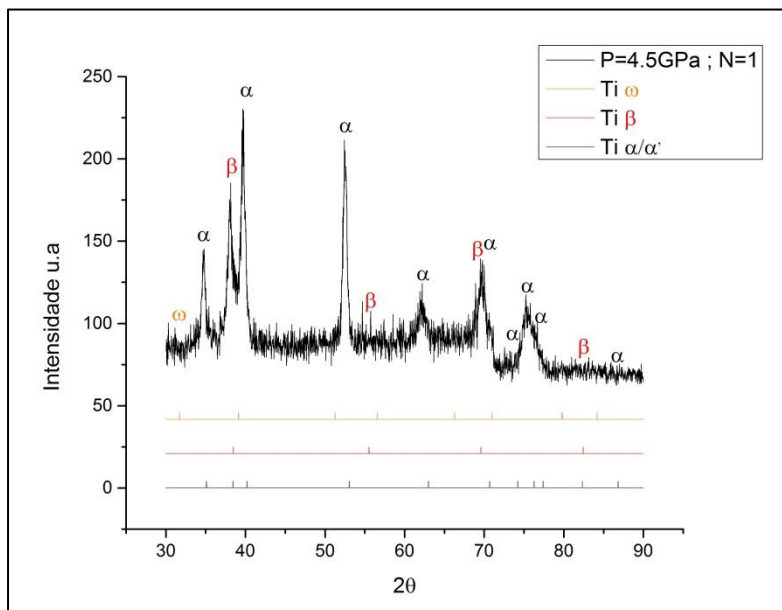


Figura 5.143. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQAT e deformada a 4.5 GPa e 1 volta por HPT.

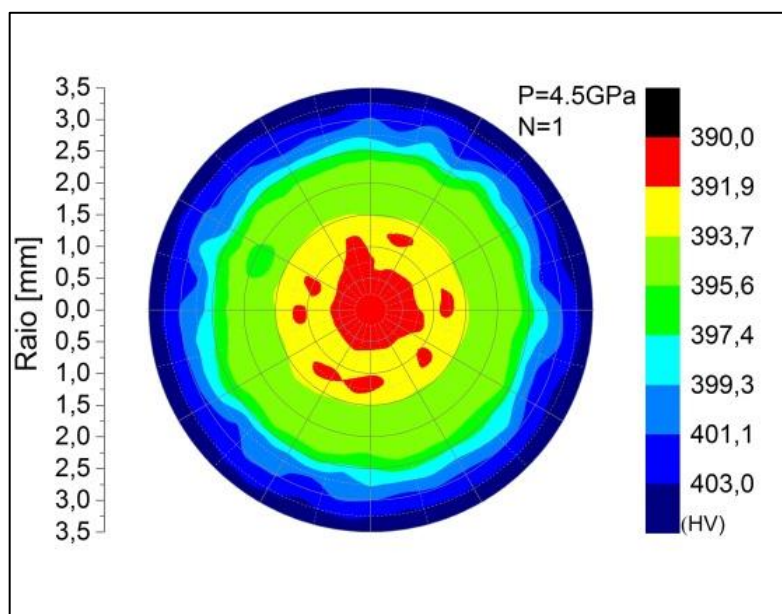


Figura 5.144. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQAT com deformação de 4.5 GPa e 1 volta por HPT.

As Figuras 5.145 e 5.146 apresentam respectivamente, os resultados de microscopia, mapa de fases e o mapa de orientação, obtidos para as amostras com deformação por HPT a 4.5 GPa e 3 voltas. As análises através de MO, MEV e MET revelaram que a amostra da liga Ti-13Nb-13Zr apresenta uma morfologia com característica globular. O padrão de DRX mostrado na Figura 5.147 confirma a presença das fases  $\alpha$ ,  $\alpha'$ ,  $\beta$  e  $\omega$ .

Para esta condição, observa-se no mapa de fases uma distribuição de 70,2% da fase  $\alpha/\alpha'$ , 17,6% de fase  $\beta$  e 12,2% de fase  $\omega$ . Existe uma diminuição de fase  $\beta$ , quando comparada com a condição analisada por MET/ASTAR de 3 GPa e 3 voltas de um 30,5% para um 17,6%, associada com a transformação de fase ( $\beta \rightarrow \omega$ ) induzida pela pressão e deformação aplicada.

Ausência de orientação preferencial e tamanho de grão medido por MET/ASTAR é 120 nm.

A dureza Vickers medida para esta condição tem valores mínimos para o centro do disco com 393,0 Hv, e máximos nas bordas com 408,0 Hv.

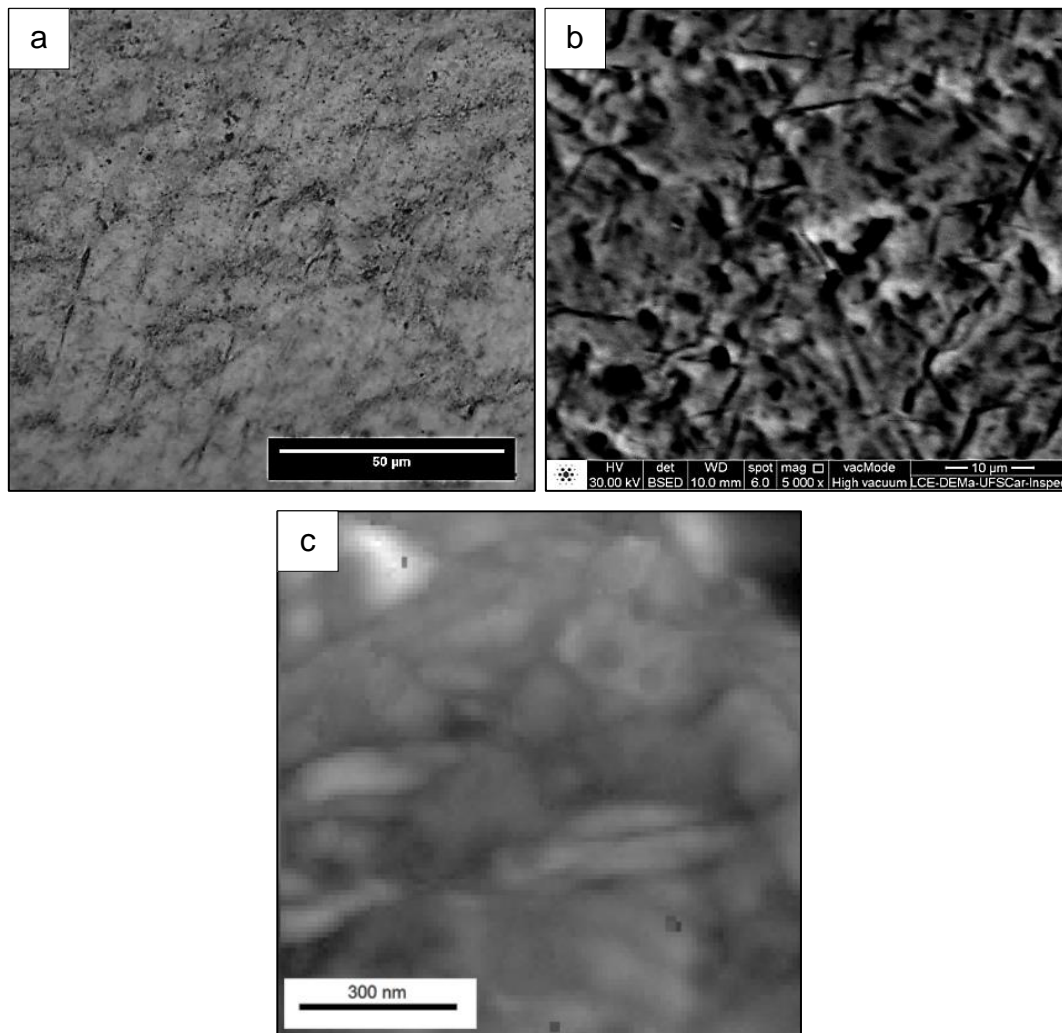


Figura 5.145. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQAT e deformada a 4.5 GPa e 3 voltas por HPT; (a) MO (barra = 50  $\mu\text{m}$ ); (b) MEV (barra = 10  $\mu\text{m}$ ) e (c) MET/ASTAR Figura de campo claro virtual (barra = 300 nm).



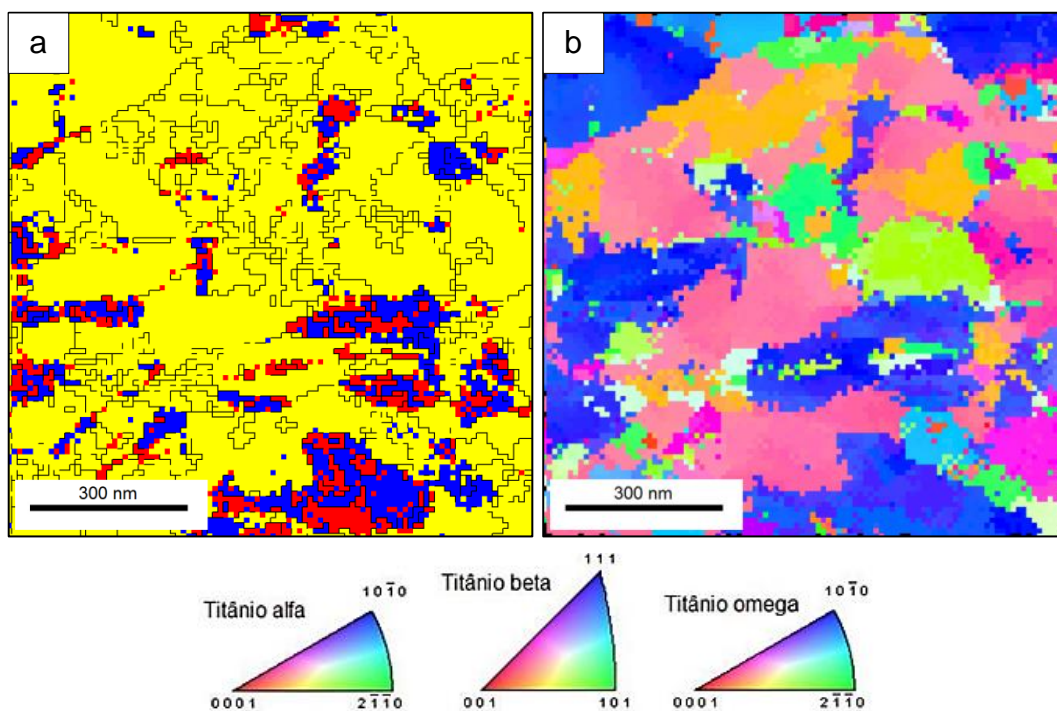


Figura 5.146. Micrografia por MET/ASTAR da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQAT e deformada a 4 GPa e 3 voltas por HPT. (a) mapa de fases (cor amarelo fase  $\alpha$ , cor azul fase  $\beta$  e cor vermelho fase  $\omega$ ), (b) mapa de orientação por identificação automática em MET (barra = 300 nm).

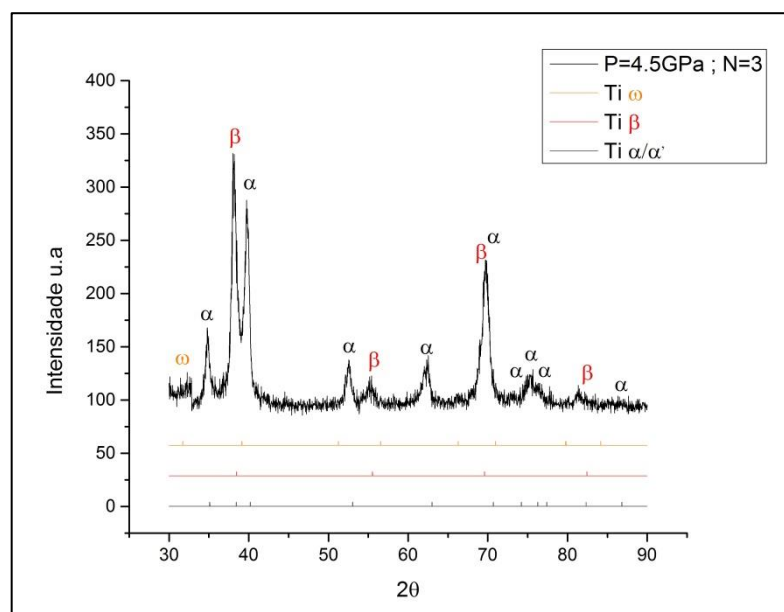


Figura 5.147. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQAT e deformada a 4.5 GPa e 3 voltas por HPT.



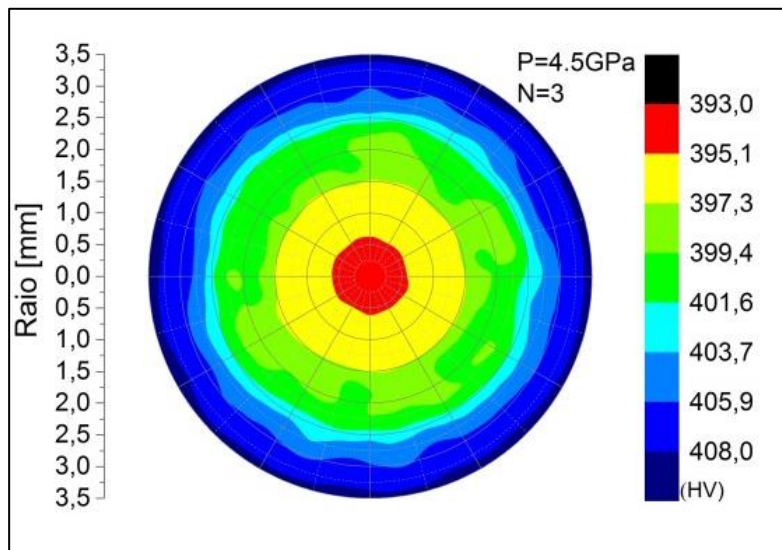


Figura 5.148. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQAT com deformação de 4.5 GPa e 3 voltas por HPT.

As Figuras 5.149, 5.150 e 5.151 apresentam respectivamente, os resultados de microscopia, difração de raios X e dureza, obtidos para as amostras com  $\beta$  ST WQAT, após receber deformação plástica severa pela técnica de HPT a uma pressão de 4.5 GPa e 5 voltas. As análises através de MO e MEV revelaram uma microestrutura com grande distorção, e a presença de morfologia globular e martensítica de forma de agulhas.

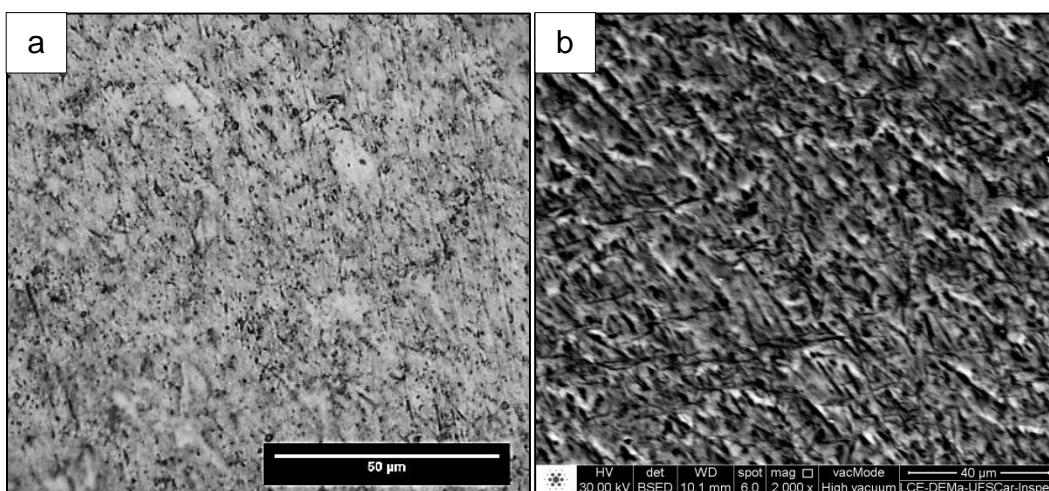


Figura 5.149. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQAT e deformada a 4.5 GPa e 5 voltas por HPT; (a) MO (barra = 50  $\mu$ m); (b) MEV (barra = 10  $\mu$ m).

O padrão de DRX mostrado na Figura 5.150 confirma a presença das fases  $\alpha$ ,  $\alpha'$ ,  $\beta$  e  $\omega$ .

A dureza Vickers medida para esta condição tem valores mínimos para o centro do disco com 406,0 Hv, e máximos nas bordas com 419,0 Hv.

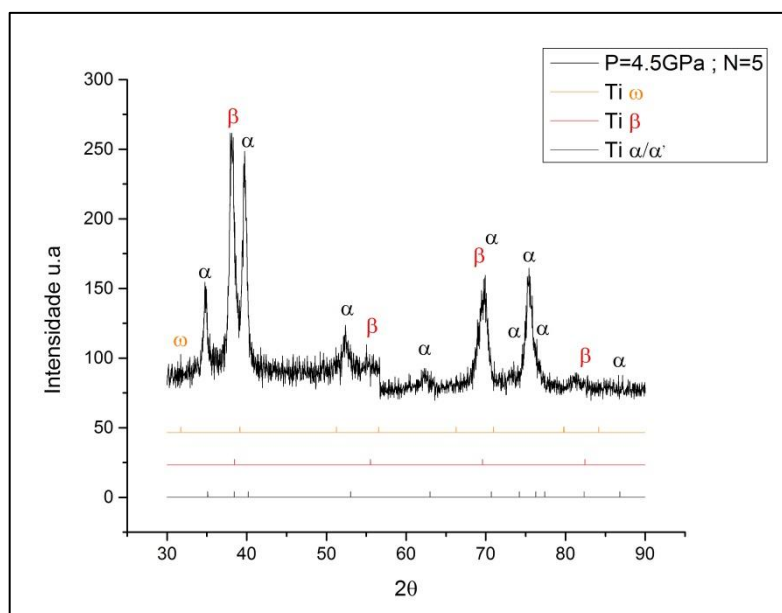


Figura 5.150. Padrão de DRX da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQAT e deformada a 4.5 GPa e 5 voltas por HPT.

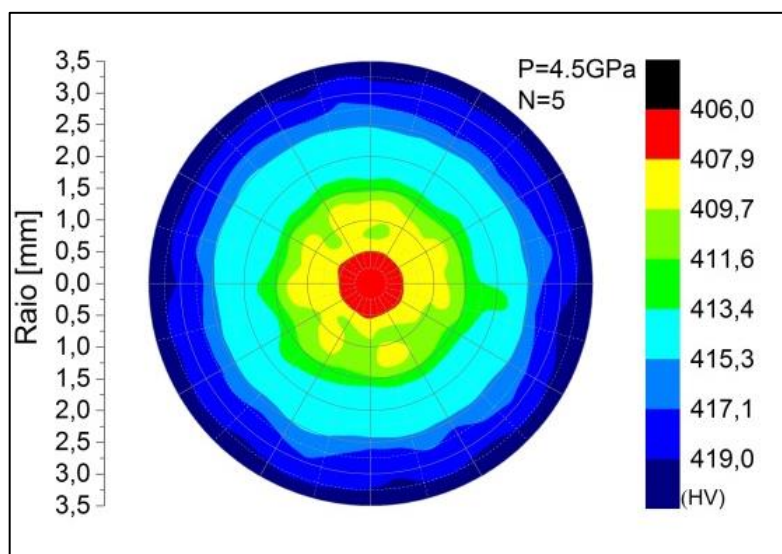


Figura 5.151. Mapas de dureza da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQAT com deformação de 4.5 GPa e 5 voltas por HPT.



## 6 DISCUSSÃO

As distribuições do tamanho de grão para as distintas amostras que foram obtidas por ASTAR são mostradas nas Figuras 6.1, 6.2 e 6.3 respectivamente. É importante mencionar que o tamanho de grão medido por MET/ASTAR é realizado em uma área de uns poucos microns ou nanômetros quadrados, por isso, as análises foram realizadas em uma área de varredura correspondente a uma região do grão deformado, significando que se mediu o refinamento de microestrutura entre as distintas fases. Utiliza-se o programa TSL OIM Analysis para obter a distribuição do tamanho de grão, desorientação cristalográfica, e transformações de fases nas amostras deformadas por HPT.

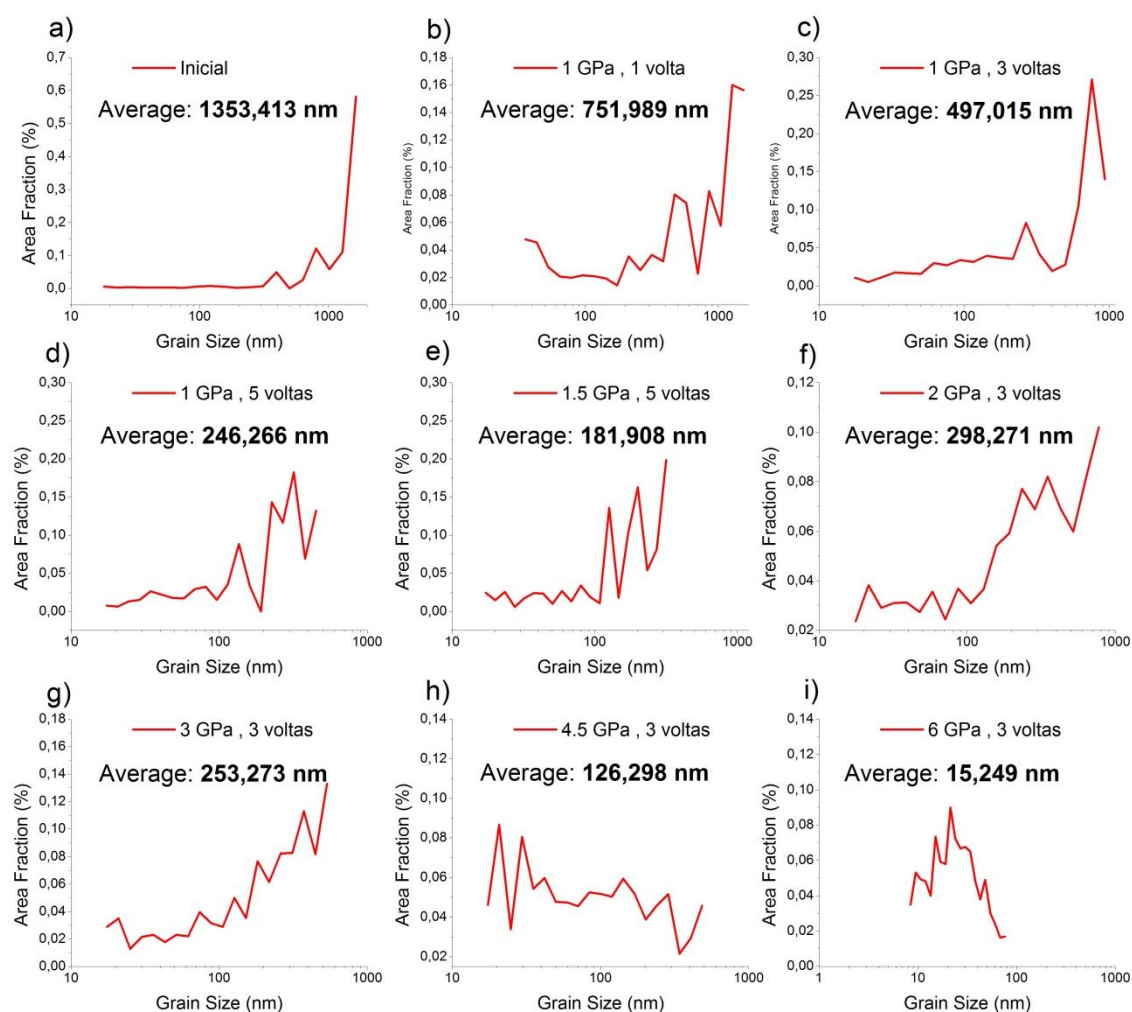


Figura 6.1. Distribuições do tamanho de grão medido por MET/ASTAR para as amostras com  $\beta$  ST FC com deformações por HPT.

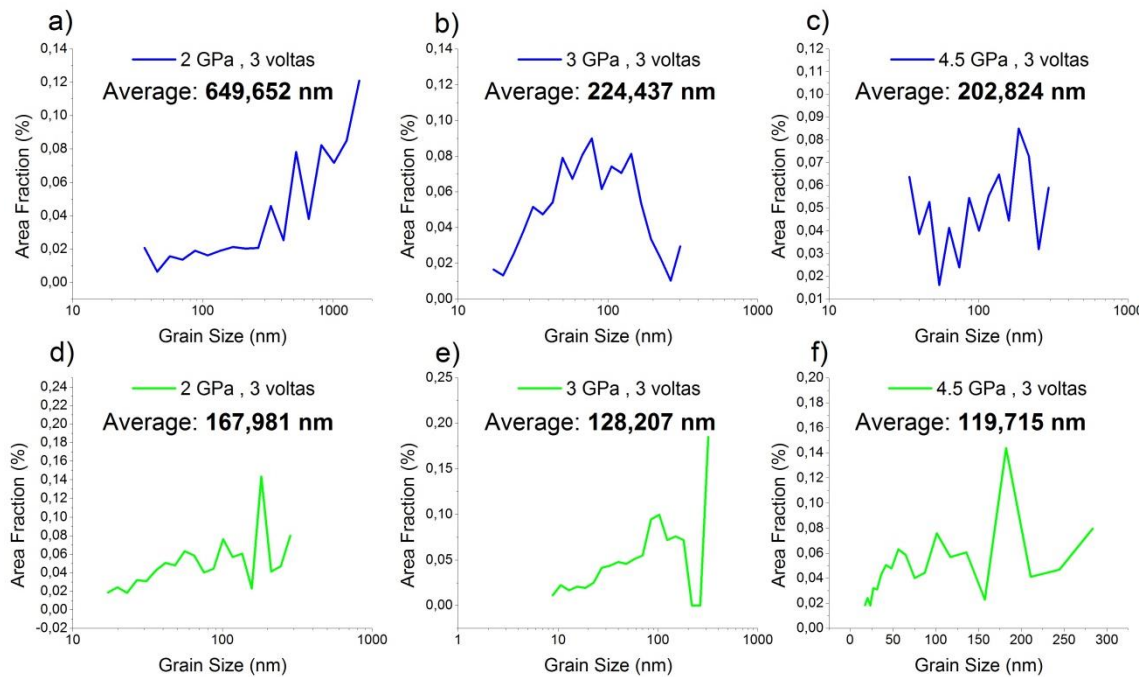


Figura 6.2. Distribuições do tamanho de grão medido por MET/ASTAR para as amostras  $\beta$  ST WQ (curvas de cor azul) e amostras  $\beta$  ST WQAT (curvas de cor verde) com deformações por HPT.

A Figura 6.3 mostra a relação de pressão aplicada no processo de HPT para a condição de 3 voltas completas a frio. Este gráfico foi desenvolvido a partir dos resultados obtidos por o programa TSL OIM Analysis para as imagens analisadas por ASTAR.

Existe uma diminuição do tamanho de grão medido por MET/ASTAR ao aumentar a pressão e numero de voltas dentro do processo de HPT. Apresenta-se um maior refino de grão para a condição de tratamento térmico de envelhecimento comparado com as demais condições de tratamento térmico.

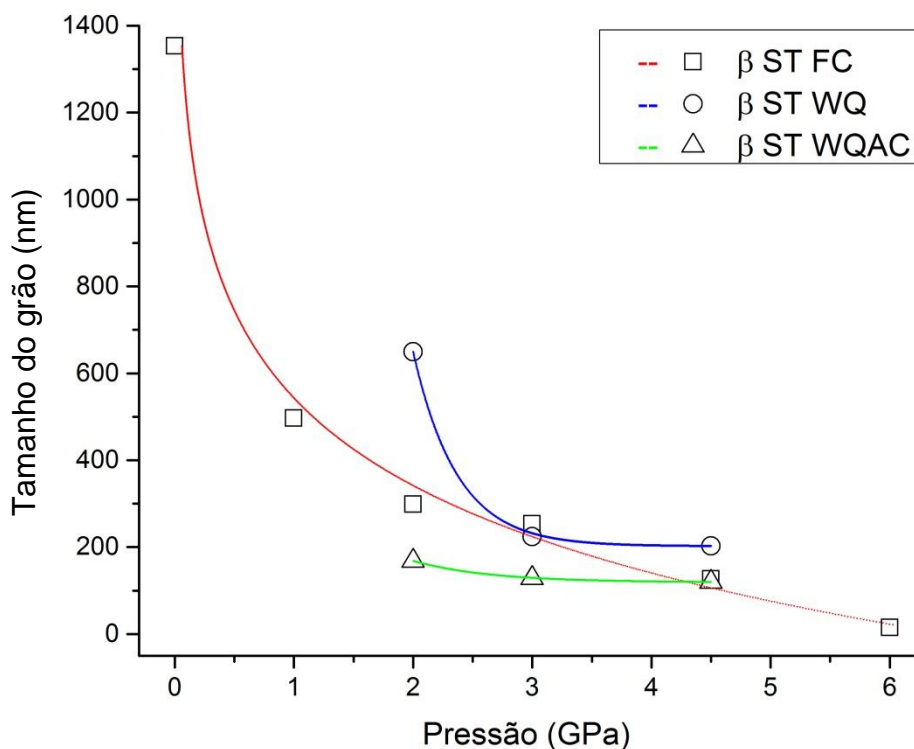


Figura 6.3. Tamanho do grão medido por MET/ASTAR em relação à pressão do processo HPT para a condição de 3 voltas completas a frio. As amostras  $\beta$  ST FC (Curva de cor vermelho), amostras  $\beta$  ST WQ (curva de cor azul) e amostras  $\beta$  ST WQAT (curva de cor verde).

Por outro lado o refinamento do tamanho de grão também foi observado a traves de MO e MEV para as três condições de microestrutura iniciais distintas. As Figuras 6.4 (a) e 6.4 (b) mostram as amostras  $\beta$  ST FC na condição sem deformar e deformada por HPT com uma pressão de 6 GPa e 5 voltas. Os contornos de grãos aparecem de cor vermelho e observa-se que inicialmente apresentava um tamanho de grão grosseiro de  $\sim 150 \mu\text{m}$  e ao sofrer deformação por HPT o tamanho de grão decresceu para  $\sim 5 \mu\text{m}$ .



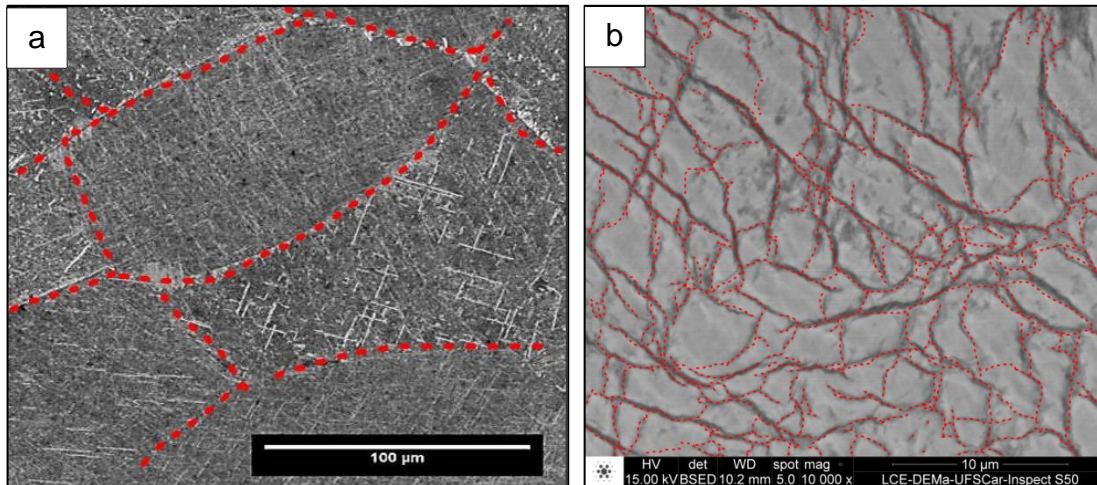


Figura 6.4. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST FC (a) MO da amostra sem deformar (barra = 100  $\mu\text{m}$ ); (b) MEV da amostra deformada com deformação de 6 GPa e 5 voltas por HPT (barra = 10  $\mu\text{m}$ ).

Por outro lado as Figuras 6.5 (a) e 6.5 (b) mostram as amostras  $\beta$  ST WQ na condição sem deformar e deformada por HPT com uma pressão de 3 GPa e 5 voltas. Os contornos de grão aparecem de cor vermelho e constata-se que inicialmente se tinha um tamanho de grão grosseiro de  $\sim 100 \mu\text{m}$  e ao processar a amostra por HPT o refinamento é significativo com tamanhos de grão  $\sim 10 \mu\text{m}$ .

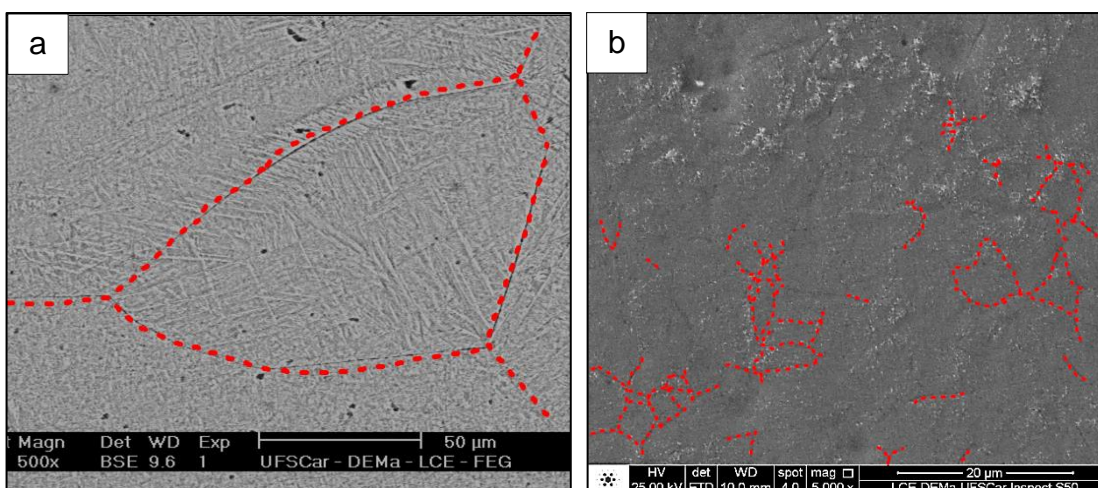


Figura 6.5. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQ (a) MEV da amostra sem deformar (barra = 50  $\mu\text{m}$ ); (b) MEV da amostra deformada com deformação de 3 GPa e 5 voltas por HPT (barra = 20  $\mu\text{m}$ ).

Finalmente as Figuras 6.6 (a) e 6.6 (b) mostram as amostras  $\beta$  ST WQAT na condição sem deformar e deformada por HPT com uma pressão de 4.5 GPa e 5 voltas. Os contornos de grão aparecem de cor vermelho e percebe-se um refinamento de grão com tamanho inicial  $\sim 250 \mu\text{m}$  e grãos após deformação de  $\sim 20 \mu\text{m}$ .

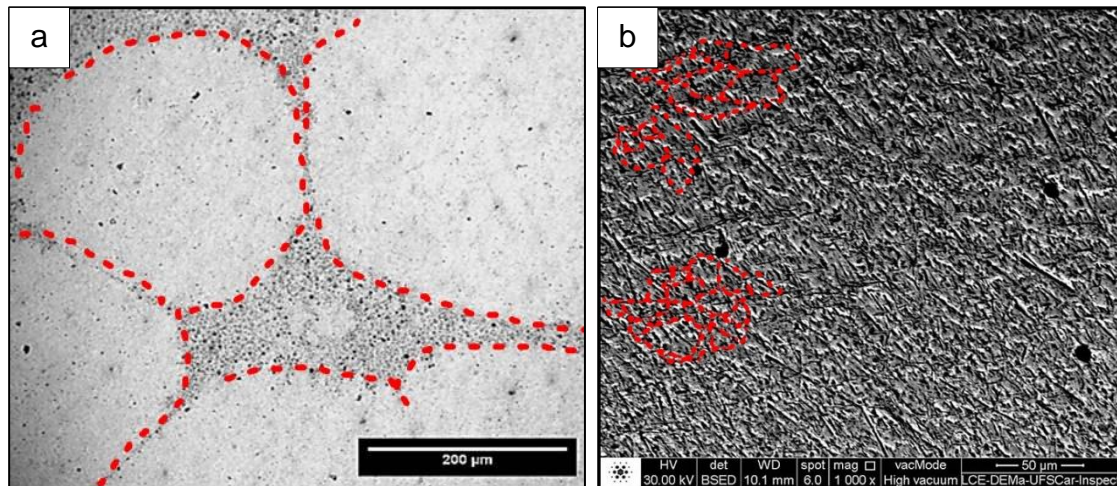


Figura 6.6. Micrografias da liga Ti-13Nb-13Zr com  $\beta$  ST WQAT (a) MO da amostra sem deformar (barra =  $200 \mu\text{m}$ ); (b) MEV da amostra deformada com deformação de 4.5 GPa e 5 voltas por HPT (barra =  $50 \mu\text{m}$ ).

O refinamento de grãos é formado pela subdivisão dos grãos originais em subgrãos nos primeiros estágios da deformação, e a recuperação e migração desses subgrãos para se formar contornos de alto ângulo nos estágios seguintes da deformação plástica [44]. Especificamente no processamento por HPT o presente trabalho demonstrou que a tensão de cisalhamento é de suma importância para o refinamento.

No processamento por HPT, a deformação equivalente de von Mises  $\varepsilon$  impostas ao disco durante o esforço de torção podem ser estimado usando a equação:

$$\varepsilon = \frac{2\pi Nr}{h\sqrt{3}}$$

Onde  $r$  é o raio do disco e  $h$  é a espessura. Foi sugerido em experimentos por HPT que as variações de dureza dentro dos discos processados podem ser correlacionados com a deformação equivalente de von Mises [45]. Utilizando este método, os valores de microdureza Vickers em função da distância do centro dos discos vistos para as distintas amostras deformadas pelo processo de HPT podem ser novamente traçada em função da deformação equivalente como é mostrado nas Figuras 6.7, 6.8 e 6.9.

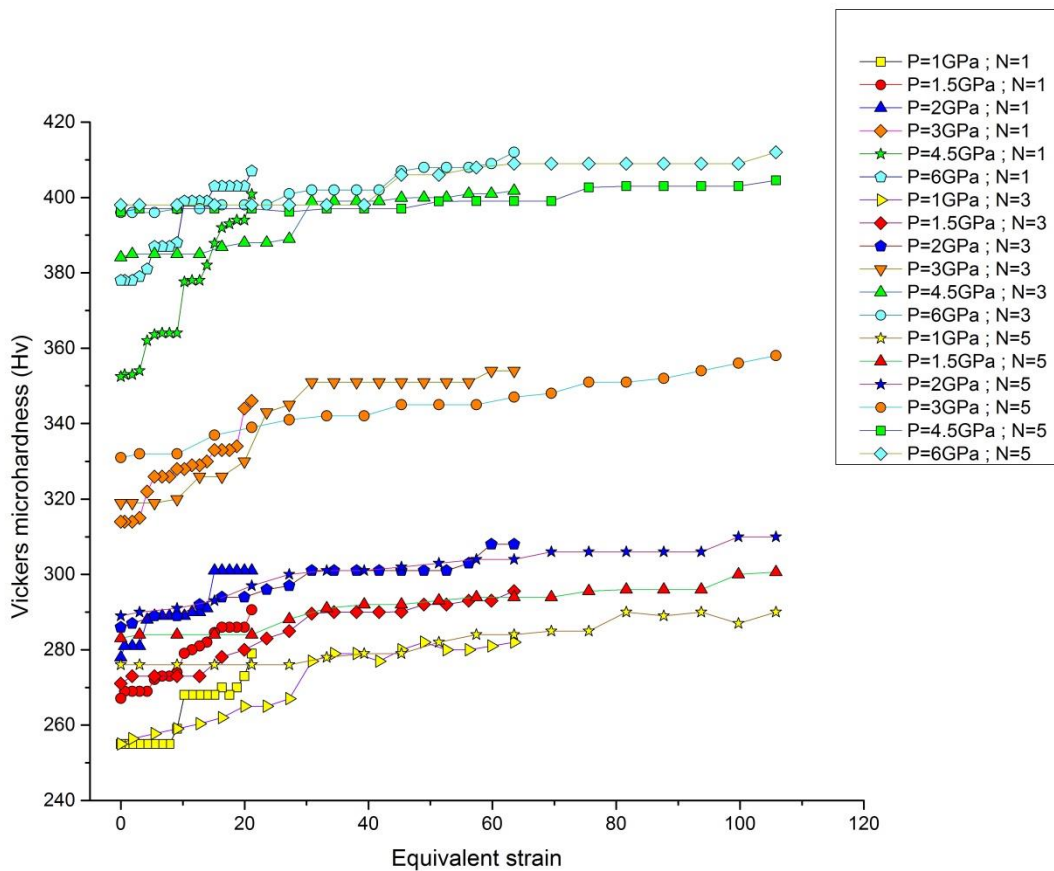


Figura 6.7. Dureza de Vickers traçada em relação à deformação equivalente após processamento por HPT para as amostras  $\beta$  ST FC.



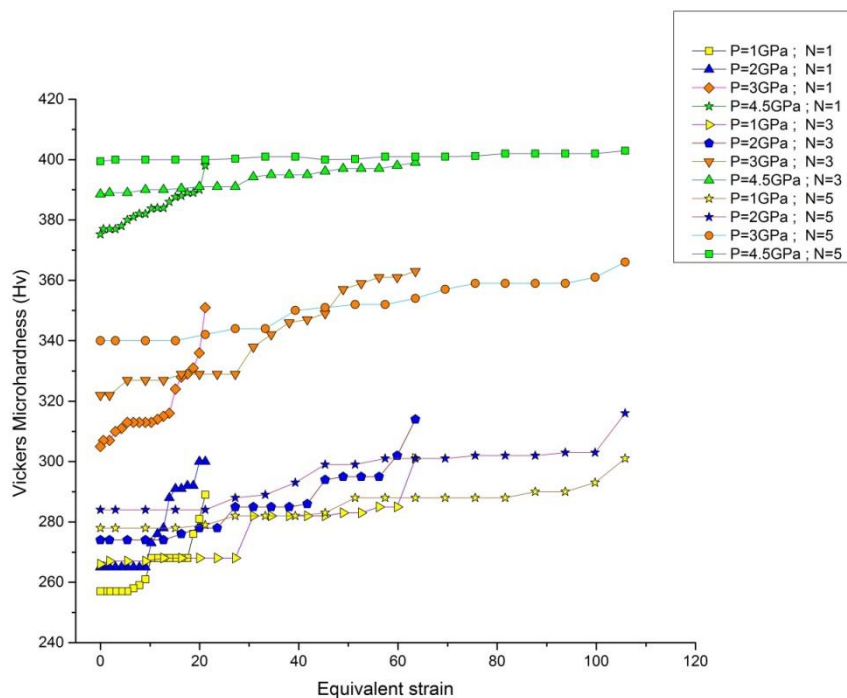


Figura 6.8. Dureza de Vickers traçada em relação à deformação equivalente após processamento por HPT para as amostras  $\beta$  ST WQ.

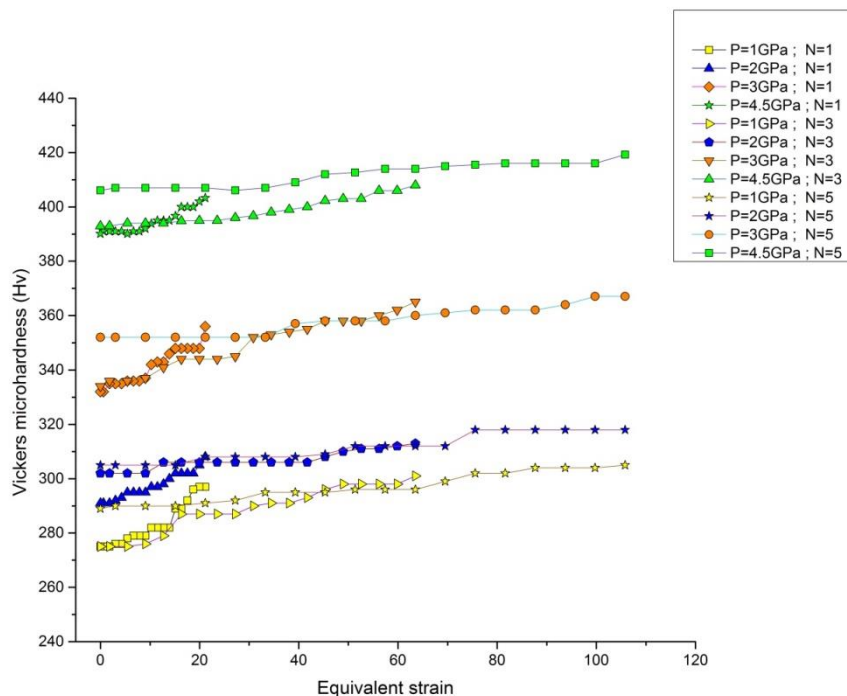


Figura 6.9. Dureza de Vickers traçada em relação à deformação equivalente após processamento por HPT para as amostras  $\beta$  ST WQAT.

Nota-se um aumento inicial da dureza ao nível mais baixo da deformação equivalente, com uma saturação na microdureza para valores de deformações equivalentes superiores a  $\sim 60$ .

Para uma melhor compreensão da influência da microestrutura no expoente de endurecimento na liga de Ti-13Nb-13Zr antes do processamento por HPT, as Figuras 6.10, 6.11 e 6.12 mostra a relação entre logaritmos naturais da dureza Vickers (Hv) e os logaritmos naturais das deformações equivalentes para as todas as amostras após processamento por HPT. Com um processamento linear e um processamento do antilogaritmo, as relações entre os valores de microdureza, Hv e as deformações equivalentes,  $\epsilon$ , podem ser expressas como (Ver Tabela 6.1):

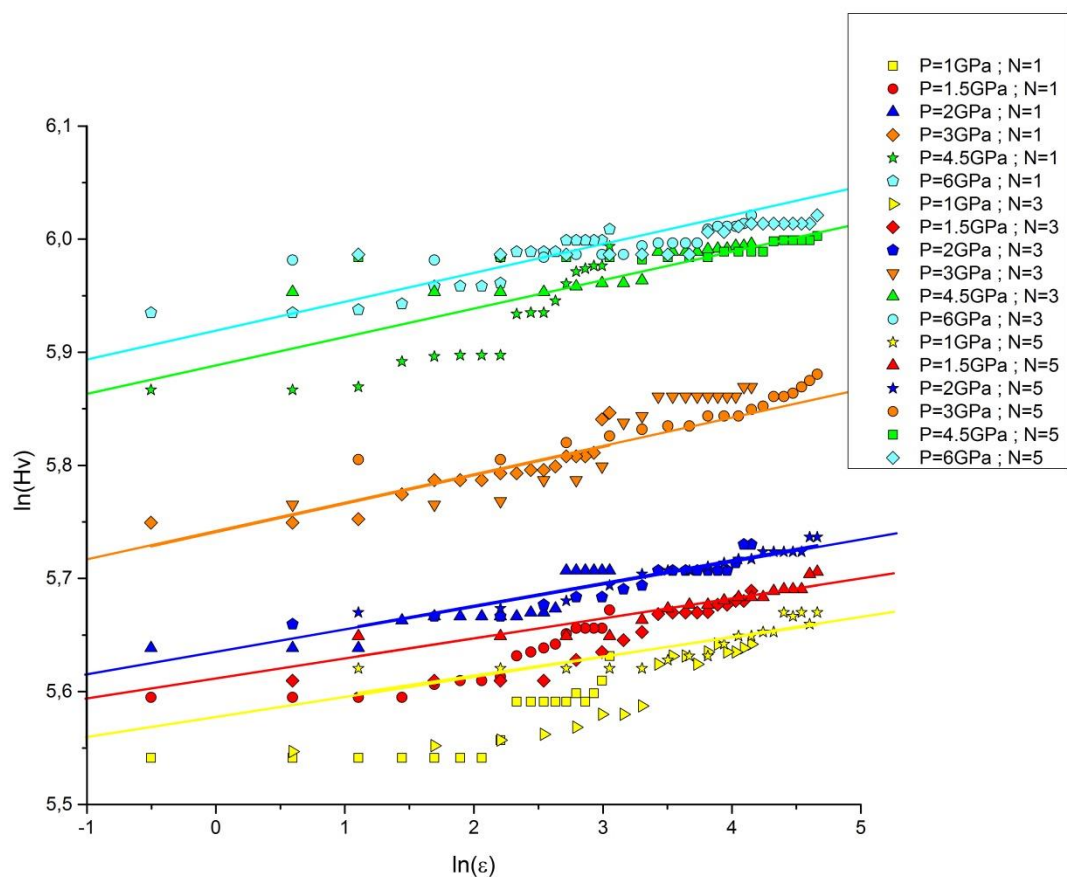


Figura 6.10. Relação entre o logaritmo natural da dureza (Hv) e o logaritmo natural da deformação equivalente após processamento por HPT para as amostras  $\beta$  ST FC.

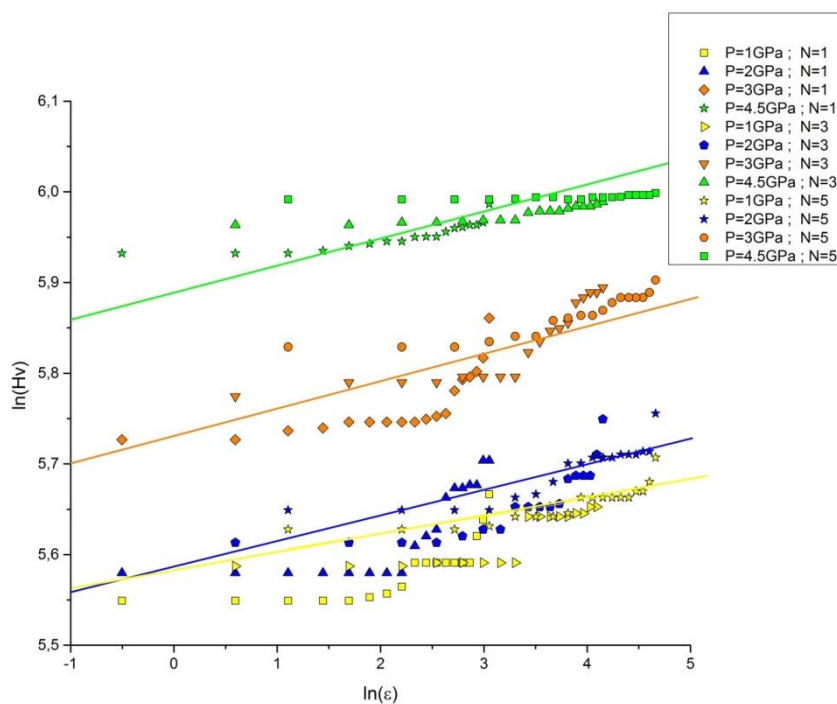


Figura 6.11. Relação entre o logaritmo natural da dureza (Hv) e o logaritmo natural da deformação equivalente após processamento por HPT para as amostras  $\beta$  ST WQ.

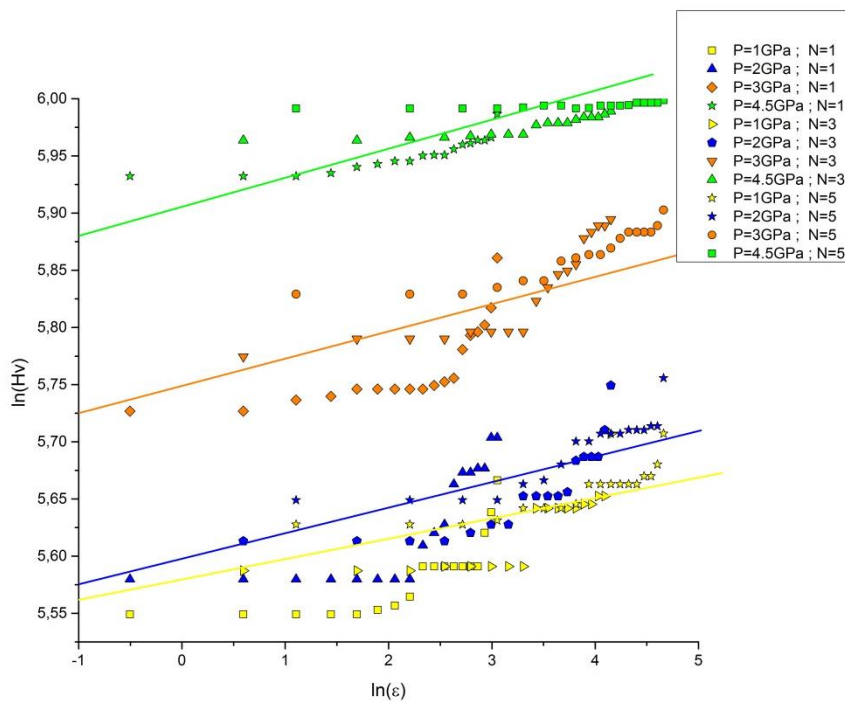


Figura 6.12. Relação entre o logaritmo natural da dureza (Hv) e o logaritmo natural da deformação equivalente após processamento por HPT para as amostras  $\beta$  ST WQAT.



Tabela 6.1. Relações entre os valores de microdureza, Hv e as deformações equivalentes,  $\epsilon$ .

<b>Amostras <math>\beta</math> ST FC</b>		
<b>Pressão (GPa)</b>	<b>Equação</b>	<b>R<sup>2</sup></b>
1	$Hv = 265 * \epsilon^{0,017}$	0,82
1.5	$Hv = 274 * \epsilon^{0,018}$	0,83
2	$Hv = 280 * \epsilon^{0,020}$	0,92
3	$Hv = 311 * \epsilon^{0,022}$	0,77
4.5	$Hv = 374 * \epsilon^{0,022}$	0,79
6	$Hv = 373 * \epsilon^{0,025}$	0,8
<b>Amostras <math>\beta</math> ST WQ</b>		
1	$Hv = 267 * \epsilon^{0,017}$	0,78
2	$Hv = 267 * \epsilon^{0,023}$	0,82
3	$Hv = 324 * \epsilon^{0,024}$	0,82
4.5	$Hv = 398 * \epsilon^{0,024}$	0,78
<b>Amostras <math>\beta</math> ST WQAT</b>		
1	$Hv = 265 * \epsilon^{0,018}$	0,83
2	$Hv = 267 * \epsilon^{0,022}$	0,86
3	$Hv = 324 * \epsilon^{0,024}$	0,78
4.5	$Hv = 398 * \epsilon^{0,026}$	0,76

O expoente da deformação equivalente pode ser considerado como o expoente de endurecimento que é causado pelas ações de compressão do

refinamento de grãos e qualquer transformação de fase e se relaciona com a relação entre força e tensão durante a deformação do processamento por HPT. Ao aumentar as pressões este coeficiente aumenta produto do refino de grão e início das transformações de fases o qual aumenta a dureza da liga.

Os expoentes de endurecimento mais alto correspondem para às amostras que inicialmente receberam tratamento térmico de envelhecimento, chegando a um valor de expoente de 0,026.

Por outro lado observam-se nas Figuras 6.13 e 6.14 as distribuições de desorientações para as distintas amostras deformadas por HPT e analisadas por ASTAR.

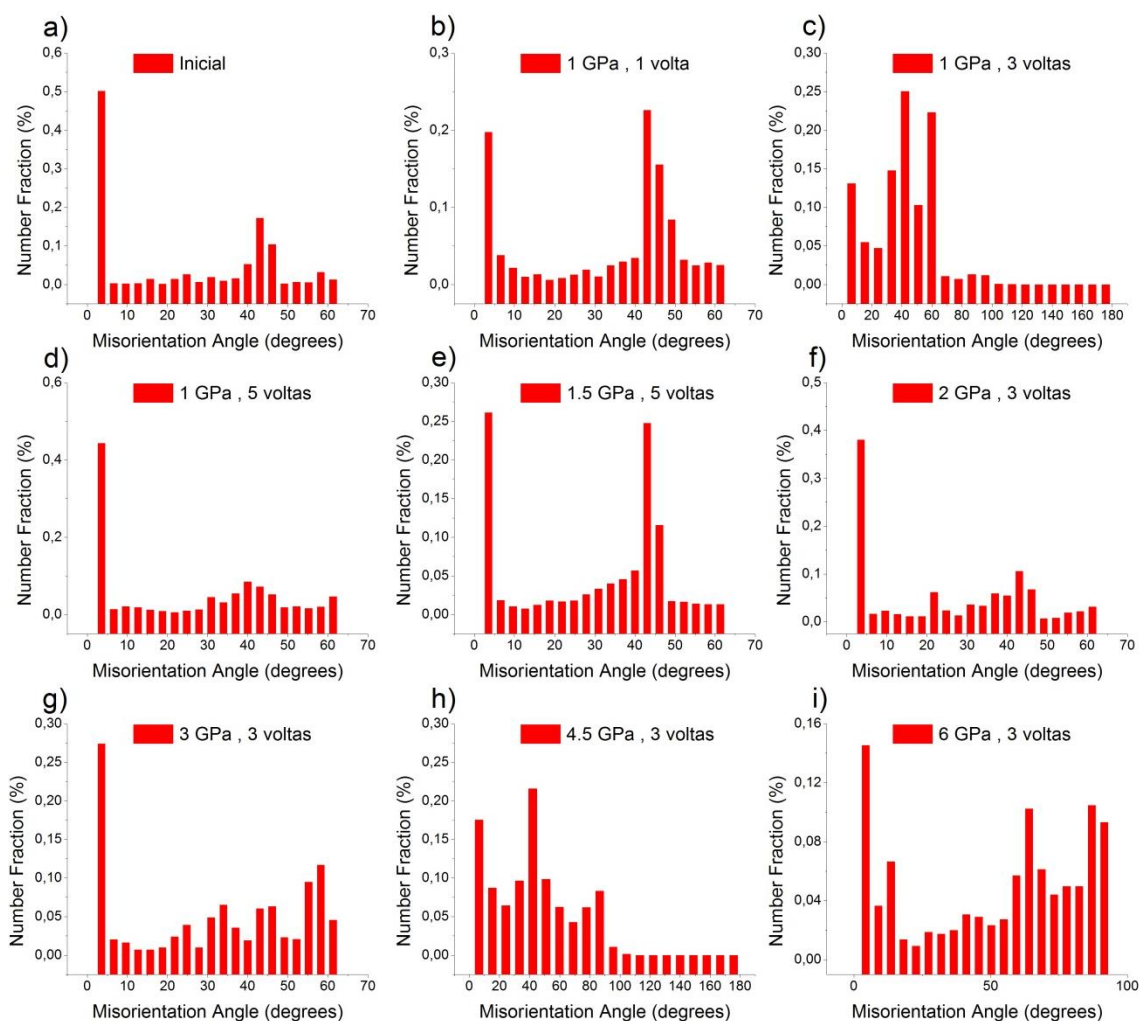


Figura 6.13. Distribuições de ângulo de desorientação para as amostras  $\beta$  ST FC com deformações por HPT.

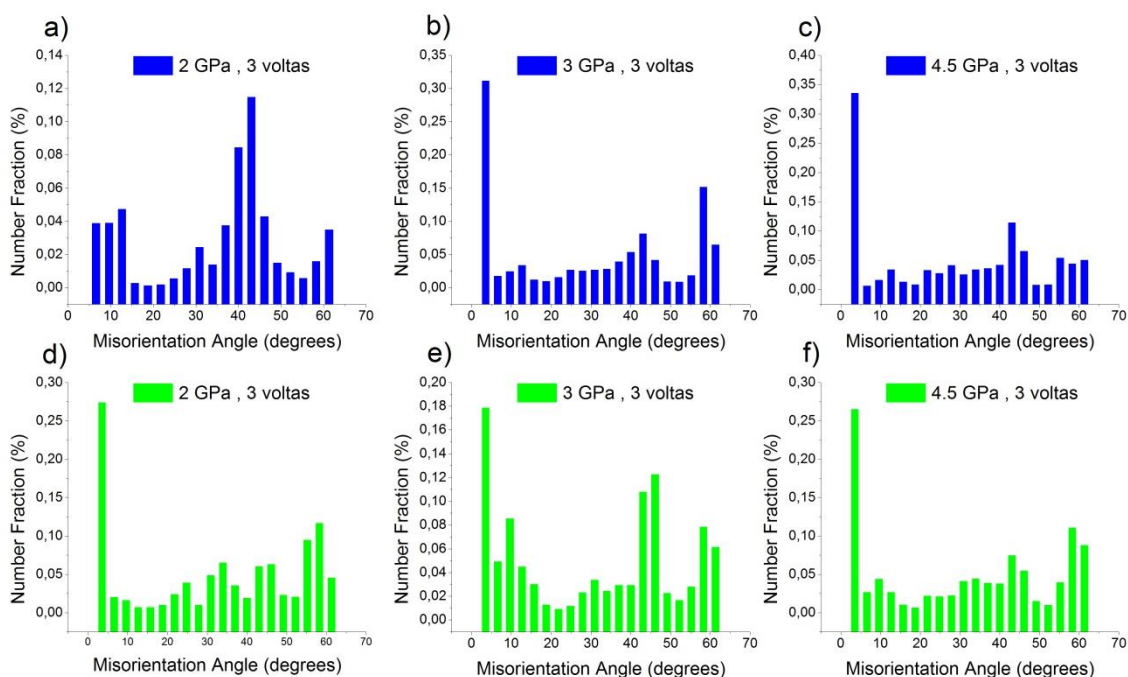


Figura 6.14. Distribuições de ângulo de desorientação para as amostras  $\beta$  ST WQ (curvas de cor azul) e amostras  $\beta$  ST WQAT (curvas de cor verde) com deformações por HPT.

Nota-se que ao aumentar a pressão existe um aumento na fração de contornos de alto ângulo, indicando recristalização, devido ao aumento da energia pela deformação o qual favorece o refino. Por conseguinte tão importante quanto os grãos que possuem grande desorientação entre si (contornos de grãos de alto ângulo) são os grãos que possuem uma pequena desorientação (subgrãos ou contornos de grãos de baixo ângulo), pois eles também têm influência importante na resistência mecânica dos materiais policristalinos[46]. A energia de ativação para a migração de contornos de pequeno ângulo é muito próxima da energia de ativação para difusão no volume (autodifusão), sugerindo que o processo seja controlado pelo mecanismo de escalagem de discordâncias ("dislocation climb") [47]. Por outro lado, a energia de ativação para a migração de contornos de alto ângulo é muito menor, cerca de 3/5 da energia de ativação para a migração de contornos de pequeno ângulo, indicando que a movimentação desses contornos é controlada pela transferência de átomos através dos contornos em migração [47].

As distribuições de fases são calculadas pelo programa TSL OIM Analysis mostradas nas Figuras 6.15 e 6.16. É importante mencionar que as propriedades mecânicas das ligas de titânio sofrem alterações drásticas com a precipitação da fase  $\omega$ , tal como um grande aumento na tensão de escoamento, que é invariavelmente acompanhada por uma redução significativa na ductilidade.

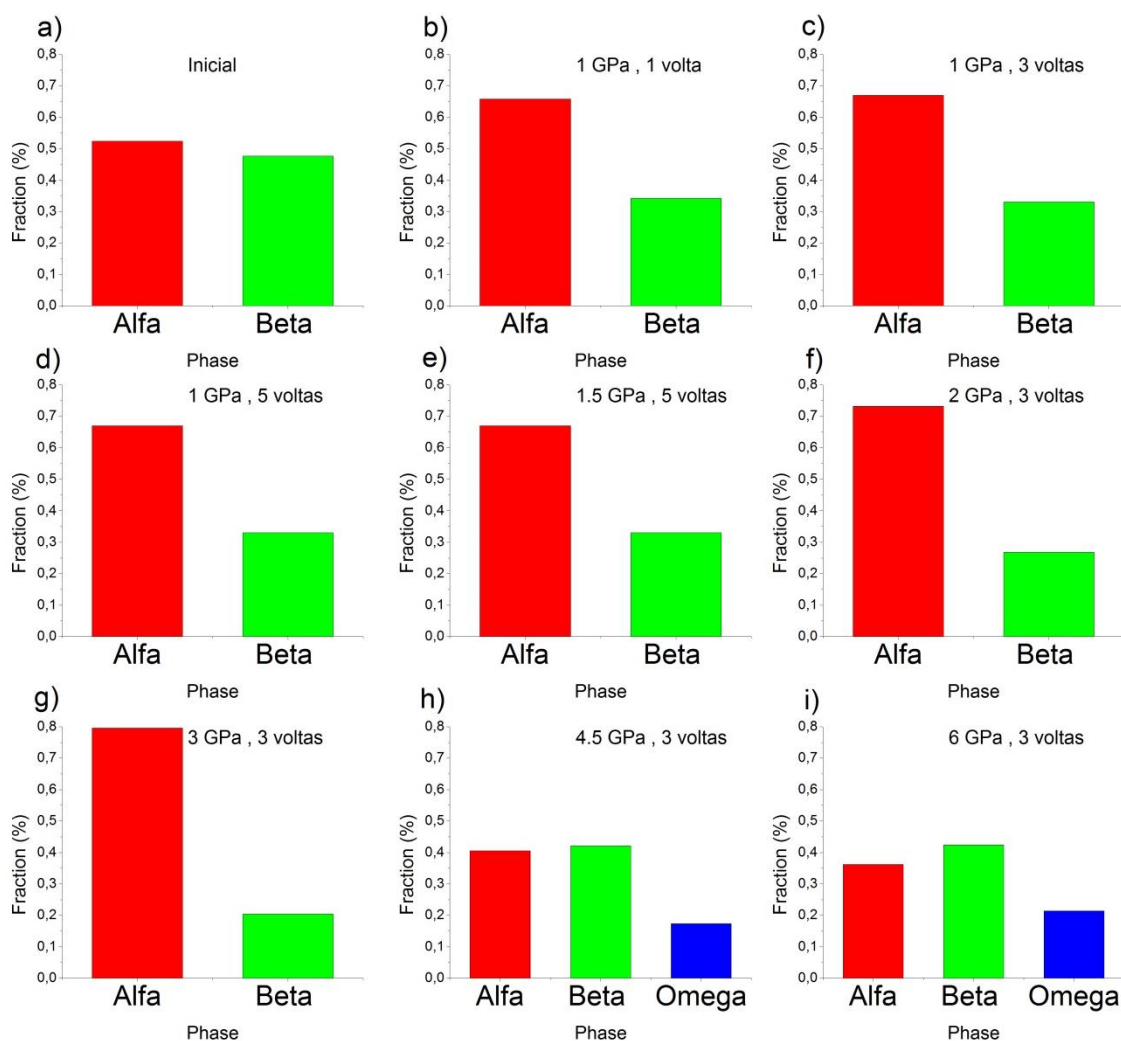


Figura 6.15. Distribuições de fases para as amostras  $\beta$  ST FC com deformações por HPT.

Constata-se que as amostras com tratamento térmico de solubilização e resfriados no forno aos seres deformados por HPT apresentam transformações de fases induzidas pelas altas pressões aplicadas. Existe uma tendência em

aumentar as fases  $\alpha/\alpha'$  ao aumentar a pressão para valores desde 1 GPa até 3 GPa para diferentes números de voltas no processo de HPT. Para pressões maiores entre 4.5 GPa e 6 GPa se tem uma diminuição das fases  $\alpha/\alpha'$  para dar começo à formação da fase  $\omega$ .

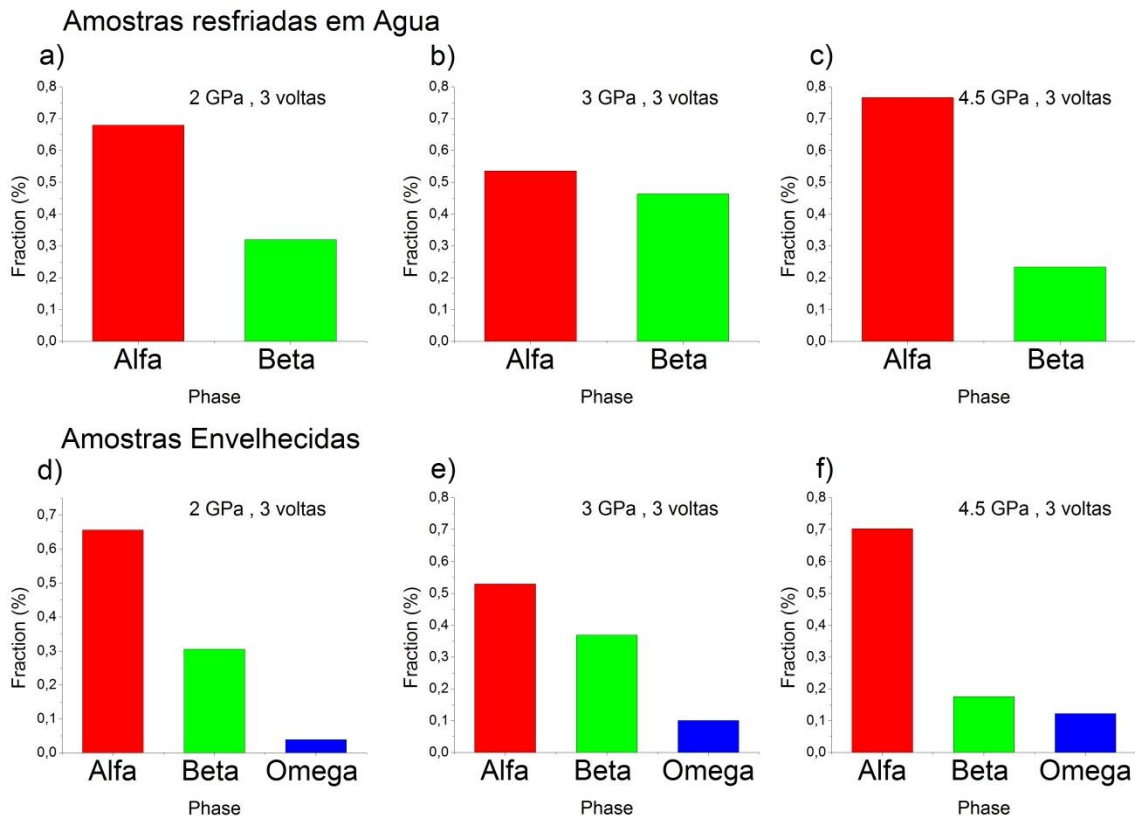


Figura 6.16. Distribuições de fases amostras deformadas por HPT ; (a),(b) e (c) Amostras  $\beta$  ST e WQ para as letras ; (d),(e) e (f) Amostras  $\beta$  ST WQAT.

As amostras com tratamento térmico de solubilização e resfriados com água aos serem deformadas por HPT apresentam transformações de fases induzidas pelas altas pressões aplicadas. Existe uma tendência em aumentar as fase  $\alpha'$  ao aumentar a pressão e as voltas no processo de HPT para a condição de 3 GPa e 3 voltas. Por outro lado às amostras  $\beta$  ST WQ com tratamento de envelhecimento por 5 horas a 500°C aos serem deformadas por HPT também apresentam transformações de fases induzidas pelas altas pressões aplicadas. Finalmente pode-se concluir que as fases  $\alpha$  e  $\beta$  sofrem transformações de fases as quais dão lugar à formação das fases  $\alpha'$  e  $\omega$ .

## 7 CONCLUSÕES

- A deformação por HPT da liga Ti-13Nb-13Zr resultou em considerável aumento de microdureza, fruto do grande refino de grão e das transformações das fases identificadas, tanto por identificação automática quanto por difração de raios X.
- A liga estudada submetida ao processo HPT resultou em grãos consideravelmente refinados, onde os grãos menores do que 1 micron colocam este material na categoria de grãos ultrafinos.
- A transformação da fase  $\beta$  para a fase  $\alpha'$ , é aumentada para pressões de 1 GPa até 3 GPa no processo HPT para a condição inicial de amostras solubilizadas com resfriamento no forno.
- A transformação da fase  $\alpha$  para a fase  $\omega$ , é aumentada para pressões de 4,5 GPa e 6 GPa no processo HPT para a condição inicial de amostras solubilizadas com resfriamento no forno.
- A transformação da fase  $\alpha$  para a fase  $\omega$ , são observadas a partir de pressões de 2 GPa no processo HPT para a condição inicial de amostras envelhecidas.
- A transformação da fase  $\beta$  para a fase  $\omega$ , são observadas a partir de pressões de 4.5 GPa no processo HPT para a condição inicial de amostras envelhecidas.
- O expoente de endurecimento mais alto corresponde para as amostras que inicialmente receberam tratamento térmico de envelhecimento.





## 8 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Estudo relacionado à fabricação de parafusos para implantes, com a liga Ti-13Nb-13Zr deformada por HPT.
- Neste trabalho a única propriedade mecânica estudada foi a dureza, seria interessante realizar outros ensaios mecânicos tais como, tração e fadiga, para avaliar o comportamento das amostras após o processo de HPT.
- Realizar deformação por ECAP com as mesmas condições de processamento que foram utilizadas neste estudo, e assim avaliar os efeitos pós-deformação.



## 9 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] R. Z. Valiev, "Paradoxes of Severe Plastic Deformation," *Adv. Eng. Mater.*, vol. 5, no. 5, pp. 296–300, 2003.
- [2] Y. T. Zhu, *Nanostructured Materials by High-Pressure Severe Plastic Deformation*. 2006.
- [3] Y. T. Zhu and T. G. Langdon, "The fundamentals of nanostructured materials processed by severe plastic deformation," *Jom*, vol. 56, no. 10, pp. 58–63, 2004.
- [4] R. Valiev, "Nanostructuring of metals by severe plastic deformation for advanced properties.," *Nat. Mater.*, vol. 3, no. 8, pp. 511–516, 2004.
- [5] F. H. Froes, *Titanium: Physical Metallurgy, Processing, and Applications*. ASM International, 2015.
- [6] T. C. Niemeyer, "Efeito de elementos intersticiais nas propriedades físicas e biocompatibilidade da liga Ti-13Nb-13Zr," 2008.
- [7] S. Malinov and W. Sha, "Application of artificial neural networks for modelling correlations in titanium alloys," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 365, no. 1–2, pp. 202–211, 2004.
- [8] C. Brooks, *Heat treatment, structure and properties of nonferrous alloys*, Met. Park, 1982.
- [9] G. Lütjering and J. C. Williams, *Titanium*, vol. 2. Springer, 2003.
- [10] V. A. Joshi, *Titanium alloys: an atlas of structures and fracture features*. Crc Press, 2006.
- [11] D. Q. Martins, "Efeito da adição de Zr no comportamento elastico de ligas Ti-Nb aplicadas em implantes ortopedicos," 2007.
- [12] W. Sha and S. Malinov, "Titanium alloys: modelling of microstructure, properties and applications," 2009.
- [13] R. Z. Valiev, R. K. Islamgaliev, and I. V Alexandrov, "Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation," *Prog. Mater. Sci.*, vol. 45, no. 2, pp. 103–189, 2000.
- [14] R. Z. Valiev, Y. Estrin, Z. Horita, T. G. Langdon, M. J. Zehetbauer, and Y. T. Zhu, "Producing bulk ultrafine-grained materials by severe plastic deformation," *Jom*, vol. 58, no. 4, pp. 33–39, 2006.

- [15] M. J. Zehetbauer and Y. T. Zhu, Bulk nanostructured materials. John Wiley & Sons, 2009.
- [16] R. Z. Valiev, N. a. Krasilnikov, and N. K. Tsenev, "Plastic deformation of alloys with submicron-grained structure," Mater. Sci. Eng. A, vol. 137, pp. 35–40, 1991.
- [17] R. Z. Z. Valiev, a. V. V Korznikov, and R. R. R. Mulyukov, "Structure and properties of ultrafine-grained materials produced by severe plastic deformation," Mater. Sci. Eng. A, vol. 168, no. 2, pp. 141–148, 1993.
- [18] I. Sabirov, N. A. Enikeev, M. Y. Murashkin, and R. Z. Valiev, "Bulk Nanostructured Materials with Multifunctional Properties." Springer, 2015.
- [19] E. O. Hall, "Deformation and ageing of mild steel: III discussion of results," Proc. Phys. Soc. A, vol. 64, pp. 747–753, 1951.
- [20] N. J. Petch, "The cleavage strength of polycrystals," J. Iron Steel Inst., vol. 174, pp. 25–28, 1953.
- [21] Y. T. Zhu, T. C. Lowe, and T. G. Langdon, "Performance and applications of nanostructured materials produced by severe plastic deformation," Scr. Mater., vol. 51, no. 8, pp. 825–830, 2004.
- [22] R. Z. Valiev and T. G. Langdon, "Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement," Prog. Mater. Sci., vol. 51, no. 7, pp. 881–981, 2006.
- [23] H. Lilholt, "Deformation of Polycrystals: Mechanisms and microstructures," 1981.
- [24] H. Gleiter, "Nanocrystalline materials," Prog. Mater. Sci., vol. 33, no. 4, pp. 223–315, 1989.
- [25] U. Erb, A. M. El-Sherik, G. Palumbo, and K. T. Aust, "Synthesis, structure and properties of electroplated nanocrystalline materials," Nanostructured Mater., vol. 2, no. 4, pp. 383–390, 1993.
- [26] C. C. Koch and Y. S. Cho, "Nanocrystals by high energy ball milling," Nanostructured Mater., vol. 1, no. 3, pp. 207–212, 1992.
- [27] M. V. P. Companhia, "Produção e caracterização de zircônio nanocristalino e suas ligas processados por deformação plástica severa e aplicação como biomaterial", 2012.

- [28] A. P. Zhilyaev, A. A. Gimazov, G. I. Raab, and T. G. Langdon, "Using high-pressure torsion for the cold-consolidation of copper chips produced by machining," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 486, no. 1, pp. 123–126, 2008.
- [29] J. T. Wang, "Historic retrospection and present status of severe plastic deformation in China," in *Materials Science Forum*, 2006, vol. 503, pp. 363–370.
- [30] A. Zhilyaev and T. Langdon, "Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications," *Prog. Mater. Sci.*, vol. 53, no. 6, pp. 893–979, 2008.
- [31] P. W. Bridgman, "On torsion combined with compression," *J. Appl. Phys.*, vol. 14, no. 6, pp. 273–283, 1943.
- [32] P. W. Bridgman, "Studies in large plastic flow and fracture", vol. 177. McGraw-Hill New York, 1952.
- [33] R. I. Kuznetsov, V. I. Bykov, V. P. Chernyshov, V. P. Pilyugin, N. A. Yefremov, and V. V. Posheyev, "Plastic deformation of solid bodies under pressure," *Sverdl. IFM UNTS RAN*, vol. 4, p. 85, 1985.
- [34] A. . Zhilyaev, G. . Nurislamova, B.-K. Kim, M. . Baró, J. . Szpunar, and T. . Langdon, "Experimental parameters influencing grain refinement and microstructural evolution during high-pressure torsion," *Acta Mater.*, vol. 51, no. 3, pp. 753–765, 2003.
- [35] F. Wetscher, R. Pippan, S. Sturm, F. Kauffmann, C. Scheu, and G. Dehm, "TEM investigations of the structural evolution in a pearlitic steel deformed by high-pressure torsion," *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 37, no. 6, pp. 1963–1968, 2006.
- [36] A. P. Zhilyaev, T. R. McNelley, and T. G. Langdon, "Evolution of microstructure and microtexture in fcc metals during high-pressure torsion," *J. Mater. Sci.*, vol. 42, no. 5, pp. 1517–1528, 2007.
- [37] M. Faleschini, H. Kreuzer, D. Kiener, and R. Pippan, "Fracture toughness investigations of tungsten alloys and SPD tungsten alloys," *J. Nucl. Mater.*, vol. 367–370 A, no. SPEC. ISS., pp. 800–805, 2007.
- [38] L. Mishnaevsky, E. Levashov, R. Z. Valiev, J. Segurado, I. Sabirov, N. Enikeev, S. Prokoshkin, A. V. Solov'Yov, A. Korotitskiy, E. Gutmanas, I.



- Gotman, E. Rabkin, S. Psakh'E, L. Dluho, M. Seefeldt, and A. Smolin, "Nanostructured titanium-based materials for medical implants: Modeling and development," *Mater. Sci. Eng. R Reports*, vol. 81, no. 1, pp. 1–19, 2014.
- [39] D. F. Williams, "On the mechanisms of biocompatibility," *Biomaterials*, vol. 29, no. 20, pp. 2941–2953, 2008.
- [40] E. F. Rauch and J. Portillo, "Automated Nanocrystal Orientation and Phase Mapping in the Transmission Electron Microscope on the Basis of Precession Electron Diffraction," vol. 3, pp. 103–109, 2010.
- [41] E. F. Rauch, J. Portillo, S. Nicolopoulos, D. Bultreys, S. Rouvimov, and P. Moeck, "Automated nanocrystal orientation and phase mapping in the transmission electron microscope on the basis of precession electron diffraction," *Zeitschrift für Krist. Int. J. Struct. Phys. Chem. Asp. Cryst. Mater.*, vol. 225, no. 2–3, pp. 103–109, 2010.
- [42] M. Geetha, a. . Singh, K. Muraleedharan, a. . Gogia, and R. Asokamani, "Effect of thermomechanical processing on microstructure of a Ti–13Nb–13Zr alloy," *J. Alloys Compd.*, vol. 329, no. 1–2, pp. 264–271, 2001.
- [43] A. Jaworski and S. Ankem, "The Effect of  $\alpha$  Phase on the Deformation Mechanisms of  $\beta$  Titanium Alloys," vol. 14, no. December, pp. 755–760, 2005.
- [44] W. R. Calado, "Ultra-refino de grão através de deformação plástica severa por ensaios de torção: simulação do processo ARB," 2012.
- [45] A. Vorhauer and R. Pippan, "On the homogeneity of deformation by high pressure torsion," vol. 51, pp. 921–925, 2004.
- [46] Welbert Ribeiro Calado, "Ultra-refino de grão através de deformação plástica severa por ensaios de torção : simulação do processo ARB," 2012.
- [47] A. F. Padilha and Fulvio Siciliano Jr., "Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura". 2005.