

CARLO ROBERTO FERNANDES

**ESTUDO DA ALTERAÇÃO NO CAMPO PLÁSTICO DA LIGA
Ti6Al4V ELI DEVIDO AO TEMPO DE PERMANÊNCIA
EM TEMPERATURA CRIOGÊNICA**

**DOUTORADO EM
TECNOLOGIA EM SAÚDE COM
ÊNFASE EM BIOENGENHARIA**

PUCPR
CURITIBA
2020

PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DO PARANÁ
PÓS GRADUAÇÃO EM TECNOLOGIA EM SAÚDE

**ESTUDO DA ALTERAÇÃO NO CAMPO PLÁSTICO DA LIGA
TI6AL4V ELI DEVIDO AO TEMPO DE PERMANÊNCIA
EM TEMPERATURA CRIOGÊNICA**

TESE DE DOUTORADO

Carlos Roberto Fernandes

Orientadora: Prof^a. Dra. Beatriz Luci Fernandes - PUCPR

2020

TESE DE DOUTORADO

ESTUDO DA ALTERAÇÃO NO CAMPO PLÁSTICO DA LIGA Ti6Al4V ELI DEVIDO AO TEMPO DE PERMANÊNCIA EM TEMPERATURA CRIOGÊNICA

Tese apresentada ao curso de Pós-Graduação em Tecnologia em Saúde, da Pontifícia Universidade Católica do Paraná, como requisito à obtenção do título de Doutor.

Nome: Carlos Roberto Fernandes

Orientadora: Prof^ª Dra. Beatriz Luci Fernandes

CURITIBA

2020

Dados da Catalogação na Publicação
Pontifícia Universidade Católica do Paraná
Sistema Integrado de Bibliotecas – SIBI/PUCPR
Biblioteca Central
Pamela Travassos de Freitas – CRB 9/1960

F363e	Fernandes, Carlos Roberto
2020	Estudo da alteração no campo plástico da liga Ti6Al4V ELI devido ao tempo de permanência em temperatura criogênica / Carlos Roberto Fernandes ; orientadora: Beatriz Luci Fernandes. – 2020. 210 f. : il. ; 30 cm Tese (doutorado) – Pontifícia Universidade Católica do Paraná, Curitiba, 2020 Bibliografias: 177-192 1. Engenharia biomédica. 2. Baixa temperatura - Pesquisa. 3. Deformações térmicas. 4. Ligas (Metalurgia). 5. Ligas de titânio. I. Fernandes, Carlos Roberto. II. Fernandes, Beatriz Luci. III. Pontifícia Universidade Católica do Paraná. Pós-Graduação em Tecnologia em Saúde. IV. Título.
	CDD 20. ed. – 610.28



Pontifícia Universidade Católica do Paraná
Escola Politécnica
Programa de Pós-Graduação em Tecnologia em Saúde

TERMO DE APROVAÇÃO DE TESE N° 009

A Tese de Doutorado intitulada "ESTUDO DA ALTERAÇÃO NO CAMPO PLÁSTICO DA LIGA Ti6AL4V GRAU MÉDICO DEVIDO AO TEMPO DE PERMANÊNCIA EM TEMPERATURA CRIOGÊNICA" defendida em sessão pública pelo(a) candidato(a) Carlos Roberto Fernandes no dia 29 de maio de 2020, foi julgada para a obtenção do título de Doutor em Tecnologia em Saúde, e aprovada em sua forma final, pelo Programa de Pós-Graduação em Tecnologia em Saúde.

BANCA EXAMINADORA:

Prof. Dr. Beatriz Luci Fernandes – Orientador e Presidente – PUCPR

Prof. Dr. Mauren Abreu de Souza – PUCPR

Prof. Dr. João Antonio Palma Setti – UTFPR

Prof. Dr. Pedro Yoshito Noritomi – CTI

Prof. Dr. Osmar Roberto Bagnato – LNL5

A via original deste documento encontra-se arquivada na Secretaria do Programa, contendo a assinatura da Coordenação após a entrega da versão corrigida do trabalho.

Curitiba, 03 de agosto de 2020.

Prof. Dr. Percy Nohama,

Coordenador do PPGTS PUCPR

AGRADECIMENTOS

À minha orientadora Dra. Beatriz Luci Fernandes pela dedicação, colaboração, estímulo, entusiasmo e parceria na realização deste trabalho. Pela inspiração que proporciona como pessoa e sua grande demonstração de competência científica, profissional e pessoal. Dedico esta tese a ela, que inspira a todos que a conhecem, sendo um grande modelo de espírito elevado.

À CAPES, pelo inestimável benefício da bolsa concedida, sem a qual este trabalho não teria sido conduzido.

À PUCPR, pelo suporte e uso dos laboratórios utilizados, sem os quais este trabalho não poderia ser realizado.

Aos funcionários do Programa de Pós-Graduação em Tecnologia em Saúde pelas orientações concedidas no decorrer do curso.

Aos professores que participaram da Comissão examinadora.

Aos meus amigos por todo apoio, paciência e compreensão.

RESUMO

Ligas metálicas têm sido estudadas com o intuito de buscar melhores propriedades mecânicas e, conseqüentemente, por melhor desempenho em serviço e novas aplicações. Os tratamentos térmicos, tanto de alta quanto de baixa temperatura, são comprovadamente um dos melhores meios de alcançar estes objetivos. Neste estudo foi investigado o impacto do tempo de permanência (TP) em temperatura de -196°C sobre as tensões e o módulo de elasticidade da liga Ti6Al4V ELI. Para a avaliação destas propriedades, foram imersos vários Corpos de Prova (CdP) em nitrogênio líquido (N₂L) dividido em diversos grupos piloto, que foram submetidos a Ensaio de Tração após permanecerem em diferentes TP como: 5min, 1 h, 3 h, 6 h, 12 h, 24 h, 36 h, 42 h e 48h. Os ensaios seguiram a norma ASTM E8/8M para o ensaio de tração, por um ensaio de nanoindentação para validar os valores do Módulo de Elasticidade, seguido pelo ensaio de sensor de temperatura e deformação com Rede de Bragg em Fibra Ótica (FBG). Os resultados mostraram que a liga Ti6Al4V ELI se tornou menos dúctil, dependente do TP no N₂L, revelando comportamento oscilatório das propriedades mecânicas e no Módulo de Elasticidade. Por fim, foi demonstrado que este comportamento é induzido pelo TP e a causa mais provável desta variação é a ação da precipitação da fase β e as nano deformações juntamente com os mecanismos de relaxamento e tensão, que ocorrem na estrutura cristalina da liga.

Palavras-chave: Ti6Al4V grau médico, Ti6Al4V ELI, propriedades do Titânio, tratamento criogênico, comportamento de deformações.

ABSTRACT

Metal alloys have been studied seeking for better mechanical properties and, consequently, for better performance in service and new applications. Thermal treatment, both at high and low temperatures, is proved to be one of the ways to reach those goals. In the present work, we investigated the impact of the time in -196°C on the tensile stress and Elastic Modulus of the Ti6Al4V ELI alloy. To evaluate these properties, we dipped several specimens in liquid nitrogen (LN2) divided into pilot groups to undergo the tensile test at different dipping time (DT): 5 min, 1 h, 3 h, 6 h, 12 h, 24 h, 36 h, 42 h and 48 h. The tensile tests were performed according to the ASTM E8-8M standard, by nanoindentation to validate values for Elastic Modulus, and followed by a Bragg Grating on Optical Fiber (FBG) as temperature and deformation sensor. The results showed that the Ti6Al4V ELI alloy becomes more and less ductile, depending on the DT in LN2, revealed by the oscillatory behavior of the mechanical properties and the Elastic Modulus. It was demonstrated that this behavior is occasioned by the β phase precipitation and nano strains, relaxing mechanisms, and stresses incident on the crystalline structure of the material.

Keywords: Ti6Al4V Medical Grade, Ti6Al4V ELI, titanium properties, cryogenic treatment, deformation behavior.

LISTA DE TABELAS

Tabela 3-01	Resultados médios do ensaio piloto dos CdP, na liga Ti6Al4V ELI, sem TC	69
Tabela 3-02	Resultados médios do ensaio piloto dos CdP, na liga Ti6Al4V ELI, com TC e TP de 3 min	69
Tabela 3-03	Resultados médios para ensaios de 05 CdP, de cada amostra, com 1,0 mm em TC simultâneo. Os ensaios marcados com * não chegaram à ruptura	78
Tabela 3-04	Resultados médios do ensaio dos CdP, na liga Ti6Al4V ELI, em TC de CF a 48h	90
Tabela 3-05	Resultados médios do ensaio dos CdP, na liga Ti6Al4V ELI, em TC de CF a 6h	95
Tabela 3-06	Resultados médios do ensaio dos CdP, na liga Ti CP, em TC de CF a 6h	98
Tabela 3-07	Resultados médios do ensaio dos CdP, na liga Ti6Al4V ELI em TC	101
Tabela 5-01	Resultados médios do ensaio dos CdP, na liga Ti6Al4V ELI, em TC de CF a 48h	136
Tabela 5-02	Resultados médios do ensaio dos CdP COM ROMPIMENTO, na liga Ti6Al4V ELI (X, Y e Z = sem TC; de A a G = TC por 15 min)	144
Tabela 5-03	Resultados médios do ensaio dos CdP SEM ROMPIMENTO, na liga Ti6Al4V ELI em TC por TP	148
Tabela 5-04	Médias dos resultados entre CdP rompidos, sem e com TC na liga Ti6Al4V ELI	149
Tabela 5-05	Médias dos resultados entre CdP sem serem rompidos, sem e com TC na liga Ti6Al4V ELI	150
Tabela 5-06	CdP selecionados para eletropolimento	153
Tabela 5-07	Resumo dos resultados médios de nanoindentação para os CdP selecionados nos ensaios anteriores	155
Tabela 5-08	Tabela de ensaios dos CdP preparados com FBG	163

LISTA DE QUADROS

Quadro 2-01	Propriedades mecânicas da liga Ti6Al4V e titânio puro	28
Quadro 2-02	Composição Química de algumas ligas de titânio, características básicas e aplicações	29
Quadro 2-03	Características das fases presentes nas ligas de Ti	33
Quadro 2-04	Características físico-químicas dos gases mais usados em criogenia.....	43
Quadro 4-01	Principais propriedade mecânicas da liga Ti6Al4V ELI fornecida	104
Quadro 4-02	Composição química da liga Ti6Al4V ELI adquirida	107

LISTA DE FIGURAS

Figura 2-01	Aplicações típicas das ligas de titânio. (Adaptado de Joshi, 2006)	28
Figura 2-02	Prótese total de quadril em liga Ti6Al4V ELI. (adaptado de Min et al, 2008)	29
Figura 2-03	Módulo Elástico de diversas ligas utilizadas para implantes (adaptado de Banerjee et al, 2013)	30
Figura 2-04	Efeito do impacto biológico dos metais da Liga Ti6Al4V ELI no corpo humano (Adaptado de Banerjee et al, 2013)	30
Figura 2-05	Representação de estrutura cristalina Hexagonal Compacta – HC: a) representação dos átomos como esferas simples; b) empacotamento dos átomos no arranjo cristalino (Adaptado de Callister et al, 2010)	32
Figura 2-06	Representação da estrutura cristalina Cúbica de Corpo Centrado – CCC: a) representação dos átomos como esferas simples; b) empacotamento dos átomos no arranjo cristalino (Adaptado de Callister et al, 2010)	32
Figura 2-07	Estruturas cristalinas do Ti com seus planos de deslizamento. À esquerda o HC e à direita o CCC. (Calister et al, 2010)	34
Figura 2-08	Formação das fases na liga Ti6Al4V, com resfriamento a partir de 1100°C. (adaptado de Leyens et al, 2003)(adaptado de Callister et al, 2010)	36
Figura 2-09	Diagrama de controle microestrutural da liga Ti6Al4V, mostrando os diferentes tratamentos térmicos e as formações das fases da liga (adaptado de Boyer et al, 1994)	37
Figura 2-10	Diagrama de fases teórico para uma liga ternária, semelhante ao da liga Ti6Al4V. (adaptado de ASM, 1992)	37
Figura 2-11	Isotermas da liga Ti6Al4V. Em a) a isoterma de 900°C, em b) a isoterma de 980°C, em c) a isoterma de 1200°C e em d) a isoterma de 1400°C. (adaptado de ASM, 1992)	39
Figura 2-12	Imagem de MO da liga Ti6Al4V recozida: a) fase α mais clara e fase β como lamelas mais escuras com 500x (fonte: autor); b) indicação das fases α e β (Adaptado de Joseph et al, 2018)	40
Figura 2-13	Imagem TEM de campo claro que mostra a formação de maclas e discordâncias na liga Ti6Al4V: a) imagem das maclas (twins); b) maior ampliação da interface de uma macla com falha de empilhamento (stacking fault) na fronteira da macla; c) a formação de fase β lamelar entre as fases martensíticas α' ; d) imagem com maior ampliação da interface entre as fases α' e β (Matsumoto et al, 2011a)	41
Figura 2-14	Equipamento de dois estágios fabricado em 1895 para geração de líquido altamente refrigerado de um gás, com capacidade de	42

	3L/h. (Fonte: Flynn, 2005)	
Figura 2-15	Estruturas lamelares da liga Ti6246 obtida após tratamento térmico na região da fase β . Este arranjo também é conhecido como estruturas de Widmanstätten (adaptado de Biroška et al, 2011)	47
Figura 2-16	Representação da formação de macla, onde b_1 é o deslocamento de um plano da linha do arranjo cristalino. (Adaptado de Gong et al, 2019)	51
Figura 2-17	Ilustração do mecanismo de formação de maclas a partir de uma macla primária (twin): a) formação primária de uma macla; b) rotação da macla formando uma macla secundária; c) a estabilização da macla adjacente (Fonte: Zhou et al, 2019)	51
Figura 2-18	Formação de maclas na liga Ti6Al4V: a) maclas claras formadas em lamelas grandes que atravessam as fases α e β ; b) morfologia típica de formação das maclas, que atravessam as estruturas de Widmanstätten. (Adaptado de Ma et al, 2017)	52
Figura 2-19	Desenho esquemático do corte de uma indentação, que mostra a penetração do indentedor e as medidas correspondentes (adaptado de ASTM E2546-15)	54
Figura 2-20	Desenho esquematizado de gráfico que mostra as curvas de deformação elástica e plástica de um material (adaptado de ASTM E2546-15)	55
Figura 2-21	Desenho esquematizado em corte que mostra a morfologia da borda de uma indentação com ponta de esfera, em um material (adaptado de Pintaude et al, 2014)	56
Figura 2-22	Desenho esquematizado das pontas para indentação aplicadas aos materiais de filme fino e de alta dureza. a) é a pirâmide Vickers com o detalhe da linha de junção formada e b) a pirâmide Berkovich (adaptado de ASTM E2546-15)	57
Figura 2-23	Imagem da marca de indentação com um indentedor Berkovich sobre um cristal único de cobre. Em a) com $P = 3,75\text{mN}$, em b) com $P = 25\text{ mN}$. (adaptado de Milman et al, 2011)	58
Figura 2-24	Esquema simplificado de Rede de Bragg na alma de uma FO (Adaptado de Latka et al, 2009)	61
Figura 2-25	Esquema simplificado de gravação da Rede de Bragg por máscara de fase (Adaptado de Fiorin et al, 2017)	62
Figura 2-26	Apresentação do resultado de um experimento que mostra a variação dos picos de comprimentos de onda ao longo da deformação da Rede de Bragg. (Adaptado de Du et al, 1999) ...	63
Figura 2-27	Esquema simplificado mostrando uma onda refletida em dois momentos na Rede de Bragg. Na cor azul a onda sem deformação e a vermelha a onda com deformação da FO. O $\Delta\lambda$	64

indica a defasagem ocorrida pela deformação da FO na Rede de Bragg (Adaptado de Wei et al, 2008)

Figura 3-01	CdP pós laminação: a) vista externa CdP recém laminado e b) vista interna do CdP. (Fonte: o autor)	65
Figura 3-02	Imagens de MO do CdP 12 após ataque com solução de Kroll: a) imagem com ampliação de 500x; b) imagem com ampliação de 2500x. (Fonte: o autor)	66
Figura 3-03	Imagens de MO do CdP 13 após ataque com solução de Kroll: a) imagem com ampliação de 500x; b) imagem com ampliação de 2500x (Fonte: o autor)	68
Figura 3-04	Resultados médios do ETr do CdP sem TC: a) resultados para as tensões; b) resultados para as deformações; c) resultados para o módulo de elasticidade. As flechas em vermelho apontam os casos críticos. (fonte: o autor)	70
Figura 3-05	Resultados médios do ETr dos CdP com TC: a) resultados para as tensões; b) resultados para as deformações; c) resultados para o módulo de elasticidade. As flechas em vermelho apontam os casos críticos. (fonte: o autor)	72
Figura 3-06	Imagens de MO com ampliação de 500x para os CdP da liga estudada: a) CdP sem TC campo 1; b) CdP sem TC campo 2; c) CdP com TC campo 1; d) CdP com TC campo 2. (fonte: o autor)	73
Figura 3-07	Imagens da Garra do equipamento de ensaio de tração EMIC DL500: a) Garra Superior e Garra Inferior, com o posicionamento do CdP para ensaio; b) indicação das pinças que prendem o CdP para o ensaio. (fonte: o autor)	75
Figura 3-08	Fluxograma do processo de preparação do ETr com o uso da Câmara com N2L. (Fonte: o autor)	76
Figura 3-09	Em a) e b) retirada do CdP da garrafa térmica onde estava imerso no N2L, com o auxílio da pinça Kelly. (Fonte: o autor)	77
Figura 3-10	Conjunto suporte e câmara instalados e prontos para ETr; a) câmara com N2L em seu interior; b) CdP instalado nos pinos do suporte, momentos antes do ETr. (Fonte: o Autor)	78
Figura 3-11	Resultados dos ETr dos CdP com 1,0 mm de espessura: a) oscilação de σ_{esc} e σ_{max} ao longo do TC. Em (b) a variação do módulo de elasticidade com a flecha indicando a grande redução do valor até 1h e sua recuperação após este período. (Fonte: o Autor)	79
Figura 3-12	Conjunto montado com CdP sem rompimento por ter-se atingido o limite do equipamento. Nota-se a deformação do CdP no suporte. (Fonte: o Autor)	80

Figura 3-13	Imagem do conjunto suporte, vedação e câmara montados, após o ciclo de ensaios dos CdP: a) as trincas se apresentam a partir da janela de fixação do suporte/vedação; b) trincas na lateral da câmara; c) instalação da vedação no suporte (Fonte: o Autor)	81
Figura 3-14	Fluxograma para preparação de novo ETr com imersão em TC simultânea no conjunto suporte e câmara de criogenia. (Fonte: o Autor)	82
Figura 3-15	Novo CdP para ETr: a) desenho com a nova espessura; b) posicionamento do CdP no suporte para o ETr. (Fonte: o Autor)	82
Figura 3-16	Nova câmara em poliestireno expandido. Em a) vista da câmara original; em b) vista da câmara adaptada para ETr. (Fonte: o Autor)	83
Figura 3-17	Nova configuração do Etr: a) câmara com o suporte e vedação instalados; b) posicionamento do CdP para Etr; c) posicionamento do CdP no suporte, com o auxílio da Pinça de Kelly; d) conjunto simulando o uso das Pinças de Kelly como estratégia de ensaio. (Fotos: o autor)	84
Figura 3-18	Escala de Banhos planejada para os CdP do ETr	85
Figura 3-19	Em a) e b) deformação do suporte do CdP depois do ETr. Nota-se o ângulo de desvio do pino em 4° para baixo e a flexão do corpo em 2°. (Fotos: o autor)	85
Figura 3-20	Em a) e b) Posicionamento do CdP para os ETr. (Fonte: o autor)	86
Figura 3-21	Tiras de lixa instaladas nas extremidades do CdP, logo após o ETr sem rompimento. (Fonte: o autor)	87
Figura 3-22	Fluxograma de preparação do ETr no equipamento DL 500 (Fonte: o autor)	88
Figura 3-23	Estratégia de imersão dos CdP em N2L para ETr. (Fonte: o autor)	89
Figura 3-24	Resultados médios dos ETr dos CdP da tabela 3-04 e as flechas vermelhas mostram as variações abruptas em 1 h, 3 h, 24 h e 36 h. Em a) os resultados para tensões e b) os resultados para módulo de elasticidade. (Fonte: o autor)	91
Figura 3-25	Equipamento DL2000: a) equipamento preparado para o ETr; b) limite de capacidade. (Fonte: o autor)	92
Figura 3-26	CdP instalado no equipamento DL2000 antes do início do ETr. (Fonte: o autor)	93
Figura 3-27	Fluxograma para a realização do ETr no equipamento DL2000. (Fonte: o autor)	93
Figura 3-28	Escala dos banhos para o ensaio, com a numeração dos CdP para cada tempo no ETr. A coluna de tempo representada em horas com variação de TP até 6 h e D representa o dia da	94

	imersão. Este planejamento foi válido para Ti6Al4V ELI e Ti CP. (Fonte: o autor)	
Figura 3-29	Reservatório de N2L com duas meias de nylon colocadas pelo bocal. Uma das meias contém Ti6Al4V ELI e a outra Ti CP. (Fonte: o autor)	94
Figura 3-30	Resultados dos ETr apresentados na Tabela 3-05 para Ti6Al4V, as flechas mostram os resultados significativos: em a) mostra um decréscimo abrupto das σ_{esc} e σ_{max} em 0,08 h e posterior aumento dos valores com um pico ocorrendo em 3 h de imersão; em b) mostra a deformação com variação significativa em 3 h e 4 h; em c) mostra a variação do módulo de elasticidade, com variações significativas em 0,08 h em 3 h e em 4 h. (Fonte: o autor)	97
Figura 3-31	Resultados dos ETr dos CdP em Ti cp, apresentados na Tabela 3-06 e as flechas indicam os pontos de maior inflexão a partir de 4 h até 6 h de TP: em a) mostra a variação das tensões ao longo do tempo de imersão; b) variações na deformação mostrada e c) a variação no módulo de elasticidade naquele período. (Fonte: o autor)	99
Figura 3-32	Escala de Banhos para os CdP imersos por até 2 h em intervalos de TP de 15 min. (Fonte: o autor)	101
Figura 3-33	Resultados médios dos ETr da Tabela 3-07: a) tensão em função do TP; b) deformação em função do TP; c) E em função do TP. (Fonte: o autor)	103
Figura 4-01	Tarugos com diâmetro 9,53 mm e comprimento 40 mm na liga Ti6Al4V ELI: a) antes do recozimento; b) depois do tratamento de recozimento. (fonte: o autor)	104
Figura 4-02	Dimensões do CdP utilizado: a) vista superior e vista lateral do CdP representado pelo desenho com espessura de 1,6 mm e b) CdP cortado por meio de eletroerosão a fio (fonte: autor)	105
Figura 4-03	Fluxograma da estratégia de aquisição da MP, onde: CF = Como Fornecido e ETr =Ensaio de tração (Fonte: o autor)	106
Figura 4-04	Os CdP recebidos do fornecedor internacional: a) embalagem retirada da Caixa de papelão; b) embalagem individual dos CdP protegidos por filme plástico; c) CdP depois de retirados do filme plástico; d) CdP em caixa de plástico para identificação. (Fonte: o autor)	107
Figura 4-05	Dimensões do dispositivo auxiliar para embutimento do CdP, utilizado para a preparação metalográfica: a) o dispositivo auxiliar em PVC; b) CdP embutido em resina no dispositivo auxiliar. (Fonte: o autor)	108

Figura 4-06	Fluxograma do procedimento de preparação dos CdP para a Microscopia. (Fonte: o autor)	108
Figura 4-07	Imagens do embutimento: a) resina utilizada; b) CdP com a etiqueta de identificação embutida. (Fonte: o autor)	109
Figura 4-08	Fluxograma para o procedimento de preparação de CdP para MO. (Fonte: o autor)	110
Figura 4-09	Imagem do MO Olympus BX60. (Fonte: o autor)	111
Figura 4-10	MEV Tescan: a) equipamento; b) imagem da câmara de porta amostra; c) porta amostra com amostra posicionada e, acima, o cabeçote de emissão de feixe. (Fonte: o autor)	112
Figura 4-11	Reservatório de N ₂ L contendo os CdP imersos para a sua manutenção na TC pelo tempo estipulado (TP). A flecha mostra a amarração da meia na alça do reservatório. (Fonte: o autor) ...	112
Figura 4-12	Imagens do armazenamento: a) reservatório de 50 L para manutenção do nitrogênio no estado líquido; b) meia de nylon durante imersão no reservatório; c) garrafa térmica em aço inox para transporte dos CdP; d) CdP no interior da garrafa térmica, imerso em N ₂ L (Fonte: o autor)	113
Figura 4-13	Fluxograma do procedimento para ETr dos CdP. (Fonte: o autor)	114
Figura 4-14	Esquema simplificado de laminação de um material. (fonte: o autor)	115
Figura 4-15	Recozimento dos tarugos: a) peças dentro do forno Mufla; b) a rampa de aquecimento utilizada para o recozimento dos CdP. (fonte: o autor)	116
Figura 4-16	Processo de laminação dos tarugos: laminadora instalada na UEPG. Em a) o equipamento FENN completo (Guimarães, 2016); b) detalhe do cilindro de laminação; c) detalhe do reservatório com N ₂ L e os tarugos foram imersos. (Fonte: o autor)	117
Figura 4-17	Equipamento de Eletroerosão a Fio: a) vista externa frontal do equipamento; b) imagem dos cabeçotes com o fio de corte entre eles indicado pela flecha vermelha. (Fonte: o autor)	118
Figura 4-18	Corte de CdP no equipamento de eletroerosão a fio. Em a) imagem do processo de corte onde o cabeçote e o fio são fartamente irrigados com o fluido dielétrico e em b) a imagem da tira na liga estudada, cortada, onde se visualizam os CdP e as sobras do processo. (Fonte: o autor)	119
Figura 4-19	Equipamento de tração MTS Exceed E45: a) vista do módulo de ensaio; b) detalhe do cabeçote de ensaio com as garras; c) imagem com grande aproximação do CdP preso nas garras do cabeçote de ensaio. (Fonte: o autor)	120

Figura 4-20	Equipamentos de tração utilizadas: a) EMIC DL 500 e b) EMIC DL 2000. (Fonte: o autor)	121
Figura 4-21	Fluxograma de preparação e uso da máquina de tração. (Fonte: o autor)	122
Figura 4-22	Suporte projetado para os ensaios de tração, mostrando o CdP posicionado. (Fonte: o autor)	123
Figura 4-23	Montagem do protótipo dos suportes em PLA com o CdP posicionado: a) vista frontal; b) vista traseira. (Fonte: o autor)	124
Figura 4-24	Imagem do resultado de simulação das tensões de von Mises, efetuado no suporte mostrando o comportamento no suporte durante a tração máxima de 5kN. (Fonte: o autor)	125
Figura 4-25	Suporte para o ETr: a) imagem obtida no CAD; b) imagem do suporte em aço. (Fonte: o autor)	125
Figura 4-26	Pino: a) imagem obtida no CAD; b) como fabricado. (Fonte: o autor)	126
Figura 4-27	Imagem da Antepara de Vedação. Em a) imagem obtida no CAD e b) Antepara após fabricação em Impressora 3D e c) Suporte, pinos e Antepara montados. (Fonte: o autor)	126
Figura 4-28	Câmara Reservatório de N2L: a) a caixa plástica; b) janela no fundo da caixa para a passagem do conjunto e fixação da antepara. (Fonte: o autor)	127
Figura 4-29	Imagem de CAD para o conjunto de ensaio montado com CdP imerso em N2L. (Fonte: o autor)	128
Figura 4-30	Estanqueidade do conjunto: a) o conjunto montado e colocação do CdP com Pinça Kelly; b) teste de estanqueidade efetuado no conjunto. (Fonte: o autor)	128
Figura 4-31	Montagem do conjunto suporte e câmara: a) marcação para o correto posicionamento da câmara no suporte; b) verificação do posicionamento do CdP imerso em N2L na câmara. (Fonte: o autor)	129
Figura 4-32	Nova Câmara para ETr. Em a) imagem da Câmara como fornecida. Em b) Câmara com o corte inferior para fixação do Suporte com Vedação e redução de altura. (Fonte: o Autor)	130
Figura 4-33	Detalhe da simulação de posicionamento do CdP no Suporte. (Fonte: o Autor)	131
Figura 4-34	Ilustração da FBG em sistema multiplexado para medições: a) esquema da FO com Rede de Bragg (FBG) e os demais instrumentos utilizados; b) painel do interrogador de 5pm utilizado neste experimento. (Fonte: o autor)	132
Figura 4-35	Esquema da montagem do sensor de FBG utilizado nestes estudos (Fonte: o autor)	133

Figura 5-01	Acessório de alavanca instalado no equipamento DL2000: a) se observa a disposição do acessório; b) detalhe da célula de carga com capacidade de 500 kgf onde o acessório é acoplado pelo pino. (Fonte: o autor)	133
Figura 5-02	Escala dos banhos para o ensaio. (Fonte: o autor)	134
Figura 5-03	CdP: a) metades dos CdP depois do rompimento com a identificação; b) pote de armazenamento (Fonte: o autor)	135
Figura 5-04	Resultados dos ETr dos CdP em Ti6Al4V ELI da tabela 5-01; a) tensão em função do TP em TC; b) deformação em função do TP em TC; c) módulo de elasticidade em função do TP em TC. (Fonte: o autor)	137
Figura 5-05	Resultados dos ETr dos CdP em Ti6Al4V para diferentes temperaturas. Nota-se que as retas referentes ao campo elástico da liga, para variadas temperaturas, apresentam diferentes inclinações que representam os diferentes E para a mesma liga. (Fonte: adaptado de ASM, 2002)	138
Figura 5-06	Fluxograma do processo de MO aplicada para os CdP submetidos ao ETr. (fonte: o autor)	139
Figura 5-07	Embutimento dos CdP: a) cortes do CdP para a preparação das superfícies; b) disposição das partes do CdP no bloco embutido; c) CdP já embutido no bloco de resina, (1) face lateral, (2) corte longitudinal, e (3) corte transversal. (Fonte: o autor)	140
Figura 5-08	Imagens com ampliação de 2500x em MO dos CdP da liga Ti6Al4V ELI, mostra a formação da fase β (cinza escuro) sobre a fase α (cinza claro): a) CF em corte paralelo ao sentido de laminação; b) CF em corte transversal ao sentido de laminação; c) após 1 h em TC em corte paralelo ao sentido de laminação; d) após 1 h em TC em corte transversal ao sentido de laminação; e) após 12 h em TC em corte paralelo ao sentido de laminação; f) após 12 h em TC em corte transversal ao sentido de laminação. (Fonte: o autor)	141
Figura 5-09	Representação paralela (L') e transversal (L'') à direção da laminação da chapa para visualização das lamelas da fase β . (Fonte: o autor)	142
Figura 5-10	Escala para os ensaios realizados em CdP COM ROMPIMENTO, 15 min de TP em TC. (Fonte: o autor)	144
Figura 5-11	Resultados médios dos ensaios de ETr da tabela 5-02: a) tensões; b) deformações; c) E, X, Y e Z são CdP sem TC, à esquerda da linha verde, E CdP não considerado. (Fonte: o autor)	146

Figura 5-12	Ampliação de 1000x da superfície do CdP, na região de constrição com rompimento, colchete em vermelho. As setas vermelhas indicam onde a superfície teve rugosidade pronunciada. (Fonte: o autor)	147
Figura 5-13	Escala para os ensaios realizados em CdP SEM ROMPIMENTO, 15 min de TP para avaliação do impacto nos CdP. (Fonte: o autor)	147
Figura 5-14	Resultados médios dos ensaios, representativos da tabela 5-03 (flechas vermelhas são os resultados não considerados: a) Tensões; b) Deformações; c) valores de E. Os CdP X, Y e Z não tiveram TC, à esquerda da linha verde. (Fonte: o autor)	149
Figura 5-15	Detalhe do Equipamento Electromet4. (Fonte: o autor)	151
Figura 5-16	Bocal para eletropolimento do equipamento Electromet4®, mostrando o CdP e o anel de suporte fabricado em Poliacetal®. (Fonte: o autor)	152
Figura 5-17	Face do CdP após passar pelo eletropolimento. (Fonte: o autor)	152
Figura 5-18	Imagens dos CdP com face eletropolida com ampliação de 250x: a) face do CdP 45F; b) face do CdP 46D; c) face do CdP 47Y; d) face do CdP 48F; e) face do CdP 49Y1; f) face do CdP 50C; g) face do CdP 58c; h) face do CdP 59A. (Fonte: o autor).	154
Figura 5-19	Nanoindentador ASMEC®: a) vista frontal; b) detalhe da mesa de teste. (Fonte: o autor)	155
Figura 5-20	Acessórios do nanoindentador: a) base para ensaio dos CdP; b) porta amostra fabricada para ser encaixada na base de ensaio. (Fonte: o autor)	155
Figura 5-21	Valores médios de E determinados por meio da nanoindentação e calculado por ETr para os CdP	156
Figura 5-22	Imagens tirados do sistema de câmeras do nanoindentador ASMEC®. As flechas vermelhas indicam os pontos de indentação da ponta de ensaio para leitura. a) CdP que passou pelo processo mecânico de preparação da superfície; b) CdP que passou pelo processo de eletropolimento. (Fonte: o autor)	157
Figura 5-23	Imagens tiradas pelo sistema ótico do nanoindentador durante os ensaios. Nas imagens da esquerda, a verificação e escolha do campo para o ensaio e da direita, a imagem após o ensaio executado, com a visualização das marcas da ponta do nanoindentador: a) e b) CdP 46D; c) e d) CdP 46F; e) e f) CdP 47Y; g) e h) CdP 48F; i) e j) CdP 58C; k) e l) CdP 59A. (Fonte: o autor)	159
Figura 5-24	Fluxograma para o ensaio de 24h de TP em TC do CdP para a leitura por Fibra Ótica. (Fonte: o autor)	161

Figura 5-25	Sequência de montagem da FBG e dos calços no CdP para aumentar a proteção mecânica durante o ensaio de TP em TC. (Fonte: o autor)	162
Figura 5-26	Escala de Banhos usada para a preparação dos ensaios. (Fonte o autor)	162
Figura 5-27	Imagens do ensaio com FBG: a) vista do painel do interrogador de 5pm; b) imersão do CdP com a FBG no reservatório de N2L; c) leitura logo após imersão no N2L; d) leitura com 24h de TP em TC; e) exemplo com ampliação da leitura aprox. em 1h de TP; f) exemplo com ampliação da leitura aprox. em 12h de TP. (Fonte: o autor)	163
Figura 5-28	Ensaio experimental para a FBG na criogenia (a) variação da deformação [nm] como função do TP [s] e da temperatura em [°C], (b) temperatura [°C] em relação ao TP [s]. (Fonte: o autor)	164
Figura 5-29	Gráficos com as diferentes variáveis determinadas em relação ao tempo [s], utilizados para a identificação das variações ocorridas nos CdP fornecidos pelo interrogador de 5 pm: a) deformação [nm] como função do TP [s]; b) deformação[nm] e temperatura [°C] como em função do TP [s]. (Fonte: o autor)	165
Figura 5-30	Deformação [nm] pelo tempo [s] no instante da imersão em N2L. É possível perceber que, apesar de abrupta, a deformação tem patamares (não linearidade) que indicam comportamento a ser estudado, indicados pelas setas vermelhas. (Fonte: o autor)	166
Figura 5-31	Deformação em ΔCO com a dependência do tempo (0 s = instante de retirada do TC): a) Aquecimento completo entre TC e a temperatura ambiente (21 ° C) que levou cerca de 150 s (flecha vermelha = mudança de comportamento da dilatação durante o aquecimento, seta azul = possível ruído de leitura); b) Ampliação entre 0 s e 87 s para avaliar a mudança de comportamento no instante 45 s após retirado do TC; c) ampliação da curva de deformação próximo ao instante de retirada do TC. A elipse azul mostra o detalhe do comportamento da dilatação do CdP nos instantes iniciais do aquecimento, que chama a atenção pelas oscilações em escala nanométrica. (Fonte: o autor)	167
Figura 5-32	. Deformação durante o TP de 86400s. Devido à pouca ampliação não se pode perceber os detalhes de oscilação da deformação, no entanto, sua magnitude está entre -1.169nm e -1.160nm, o que indica que ocorre variação da deformação ao longo do TP. (Fonte: o autor)	168
Figura 5-33	Deformação durante o período de até 4320s (1,2h) em TC: a) visualização ampliada da variação de deformação em nm; b) grande ampliação, na qual é possível visualizar a oscilação da deformação no CdP ao longo do TP em TC. (Fonte: o autor)	169

Figura 5-34	Imagens para 12h (43200s) de TP em TC: a) deformação com ampliação para visualização da oscilação da deformação do CdP em nm; b) o mesmo ponto de TP, mas grande ampliação, no qual é possível visualizar a oscilação na deformação ao longo do TP. (Fonte: o autor)	170
Figura 5-35	Sobreposição dos gráficos para 1h (vermelha) e 12h (azul) de TP em TC. Observa-se que as variações são próximas em amplitude e frequência. (Fonte: o autor)	171

LISTA DE ANEXOS

Anexo A	Certificado de qualidade da matéria prima fornecida - lote 1	194
Anexo B	Certificado de qualidade da matéria prima fornecida - lote 2	195
Anexo C	Desenho CdP Subsize	196
Anexo D	EDS da Liga Ti6Al4V ELI	197
Anexo E	SCRIPT para ETr – EMIC DL500 e DL2000	198
Anexo F	Protocolo de Pedido no INPI	200
Anexo G	Certificado Calibração - EMIC DL2000	203
Anexo H	Certificado Calibração - EMIC DL500	207
Anexo I	Resultados Nanoindentação	210

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

Å	Angstrom
ASM	Sociedade Americana de Materiais
ASTM	Sociedade Americana para Ensaios de Materiais
CCC	Cúbico de Corpo Central
CdP	Corpo de Prova
CFC	Cúbico de Face Central
CP	Como fornecido
CSA	Sociedade Americana de Criogenia
DRX	Difração de Raio X
DTA	Análise Térmica Diferencial
EDS	Espectroscopia de Energia Dispersiva
ELI	Intersticial Extra Baixo
ETr	Ensaio de Tração
FBG	Rede de Bragg em Fibra Ótica
FO	Fibra Ótica
GPa	Giga Pascal (10^9 Pascal)
HC	Hexagonal Compacto
HV	Dureza Vickers
K	Kelvin
kN	quilo Newton (10^3 Newton)
MET	Microscopia Eletrônica de Transmissão
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MO	Microscopia Ótica
MPa	Mega Pascal (10^6 Pascal)

N	Newton
N2L	Nitrogênio Líquido
NBP	Ponto Normal de Ebulição
nm	nanometro
Pa	Pascal (N/m ²)
TC	Tratamento Criogênico (t < -153°C)
Ti	Titânio
Ti6Al4V ELI	Liga Ti6Al4V Extra Low Intersticial (ASTM F136)
TP	Tempo de Permanência

Sumário

Sumário

1.	Introdução	24
1.1	Objetivo Geral	26
1.2	Objetivos Específicos	26
2.	Revisão da Literatura	27
2.1	Liga Ti6Al4V ELI (F136)	27
2.1.1	Estruturas Cristalinas da Liga Ti6Al4V ELI	31
2.1.2	Diagramas de Fases da Liga	35
2.2	Criogenia	42
2.3	Efeitos do TC nas Ligas de Ti	45
2.4	Mecanismos de Deformação	49
2.5	Nanoindentação	53
2.6	Rede de Bragg e a Fibra Ótica	60
3.	Metodologia	65
3.1	Ensaio Piloto por Laminação	65
3.2	ETr Piloto - CdP 1,6 mm	68
3.3	ETr Piloto - CdP 1,0 mm com TC Simultâneo	75
3.4	ETr piloto - CdP 0,5 mm com novo TC Simultâneo	81
3.5	ETr Piloto - CdP 0,5 mm com Suporte	86
3.6	ETr Piloto - CdP 0,5 mm sem Suporte	92
3.7	ETr piloto - CdP 0,5 mm com Alavanca	100
4.	Materiais e Métodos	104
4.1	Liga Ti6Al4V ELI	104
4.2	Preparação Metalográfica	108
4.3	Microscopia	110
4.4	Tempo de Permanência em Criogenia (TP)	112
4.5	Laminação a Partir de Barra	115
4.6	Eletroerosão a Fio	117
4.7	ETr com MTS	119
4.8	ETr com EMIC	121
4.9	Suporte de Ensaio	123
4.10	Câmara para Ensaio com N2L	127
4.11	ETr com Câmara	130
4.12	ETr sem Câmara	130
4.13	Fibra Ótica e Rede de Bragg	131
5.	Resultados e Discussões	133
5.1	ETr – CdP 0,5 mm com Alavanca	133
5.2	ETr - CdP 0,5 mm	143
5.2.1	Eletropolimento	151
5.2.2	Nanoindentação	154
5.3	Ensaio com FBG - CdP 0,5 mm com TP em TC	160
6.	Conclusões	173
7.	Referências Bibliográficas	177
7.1	Bibliografia Utilizada	177
7.2	Bibliografia Consultada	186
8.	Anexos	193

1. INTRODUÇÃO

As ligas de titânio são utilizadas em vários campos da engenharia e da bioengenharia devido à sua alta resistência mecânica, biocompatibilidade e resistência à corrosão (Sampaio, 2016). O Ti comercialmente puro (Ti CP) e a liga Ti6Al4V “ELI - Extra Low Intersticial” (ASTM F136) são amplamente utilizados na fabricação de implantes e próteses devido à relação resistência/peso altamente favorável, além das aplicações na engenharia aeroespacial. Na aplicação em bioengenharia, a liga Ti6Al4V ELI apresenta adequada resistência mecânica, tenacidade à fratura e módulo elástico mais baixo do que as demais ligas usadas como biomateriais, favorecendo o carregamento ósseo e, portanto, evitando a absorção deste tecido. (Inagaki et al, 2014) (Kuncická et al, 2017)

A liga Ti6Al4V ELI tem seu módulo de elasticidade entre 105 – 120 GPa, alongamento até a ruptura em torno de 7,3% e dureza de 399 HV (Vrancken et al, 2014). Em condições de equilíbrio a liga estudada apresenta duas fases (α e β), prevalecendo a estrutura cristalina Hexagonal Compacta (HC) na fase α , menos dúctil do que a estrutura cristalina Cúbica de Corpo Centrada (CCC) da fase β . Embora a fase β seja desejável para facilitar a conformação dessa liga, não é abundante (< 10%) na sua composição, na temperatura ambiente. A maior concentração da fase α , que tem menor deformação plástica, reflete na dificuldade de usinagem da liga Ti6Al4V ELI. No entanto, esta liga é sensível aos tratamentos térmicos e poderá ter as suas propriedades mecânicas alteradas por meio da seleção dos parâmetros destes tratamentos, uma vez que a elevação da temperatura promove alterações na composição das várias fases metaestáveis pela dinâmica de solubilidade destas. (Fernandes et al, 2015)(Andrade et al, 2010)(Vrancken et al, 2014)

A deformação plástica nesta liga é limitada pelos sistemas de deslizamento da estrutura cristalina HC da fase α , e as suas propriedades mecânicas estão diretamente relacionadas com as propriedades desta fase. Grande quantidade de fase β , mais dútil, só é encontrada em temperaturas acima de 900 °C. Portanto, tratamentos térmicos em altas temperaturas para distribuição das fases na liga Ti64 ELI são de grande interesse para melhorar a sua conformabilidade e diminuir os defeitos microestruturais no produto (Yang et al, 2014).

Existem vários processos de fabricação utilizados para a confecção das próteses e implantes metálicos e o forjamento, a quente ou a frio, é um dos mais utilizados sendo seguido pelo tratamento térmico para redução das tensões internas, que podem fragilizar o produto (Leyens et al, 2003). Para o forjamento a quente da liga Ti6Al4V ELI é necessário que a matriz de forjamento seja aquecida a 200 °C e a peça entre 900 °C e 1000 °C para evitar a formação de tensões residuais na peça. Se o processo de forjamento não for rápido o suficiente, haverá resfriamento excessivo da peça com conseqüente aumento na força necessária para o forjamento, implicando no aumento do risco de danos na matriz (Bridges et al, 2001). Devido ao elevado custo de fabricação convencional de peças com a liga Ti6Al4V ELI aliado às dificuldades em produzir um material com propriedades homogêneas, novos métodos de processamento têm sido sugeridos e estudados. (Gronostajski et al, 2010)

Embora processos de tratamento térmico em altas temperaturas tenham sido amplamente utilizados há muitos anos, o conhecido processo de tratamento à temperatura criogênica tem despertado o interesse de diversos pesquisadores, sendo aplicado normalmente em aços, alumínio e cobre para estudar as alterações nas propriedades mecânicas, principalmente naqueles processos nos quais grandes deformações são necessárias (Lapeire et al, 2015). De acordo com a Cryogenic Society of America (CSA), criogenia é a tecnologia de processamento em temperatura abaixo de -153° C (120 K), sendo a imersão do material em nitrogênio líquido (N₂L) o meio mais comum para se alcançar esta temperatura (Jawahir et al, 2016).

As propriedades mecânicas (resistência à tração, dureza, desgaste e resistência à fadiga) de alguns metais sofrem alterações e o impacto delas pode ser medido quando comparado com os resultados de ensaios das ligas sem o Tratamento Criogênico (TC). Enquanto os metais com arranjos cristalinos Cúbico de Face Centrada (CFC) conservam sua ductilidade em baixas temperaturas, aqueles com arranjos CCC e os com HC se tornam mais rígidos (Jawahir et al, 2016)(Lee S-W et al, 2013). Em geral, tem-se mostrado que, em alguns metais não ferrosos e suas ligas, o Tratamento Criogênico aumenta a resistência ao desgaste e a ductilidade. (Panchakshari et al, 2012)

A maioria dos trabalhos cujos resultados estão disponíveis, relata o desempenho mecânico de alguns metais e ligas durante os processos de usinagem em baixas temperaturas, mas não necessariamente na temperatura criogênica. Mesmo quando o tratamento na temperatura criogênica é aplicado, geralmente é usado fluido criogênico vaporizado sobre o material (Courbon et al, 2013), e não há certeza de que o tempo em

contato com o fluido criogênico é suficiente para alterar as características microestruturais do material de forma homogênea em toda a peça.

Os poucos estudos relacionados ao comportamento da liga Ti6Al4V ELI foram publicados na última década e insuficientes no entendimento das alterações das suas propriedades mecânicas com o tempo em criogenia, deixando uma lacuna no conhecimento, primordial para as importantes aplicações desta liga.

Existe a possibilidade de o tratamento criogênico desta liga diminuir as tensões residuais inerentes aos processos de fabricação e aumentar a sua tenacidade, requisito importante para a longevidade dos dispositivos médicos. (Jawahir et al, 2016) (Jawahir et al, 2016a)

1.1 OBJETIVO GERAL

Confirmar a existência de variação do campo plástico da liga Ti6Al4V ELI quando submetida a temperatura criogênica por vários Tempos de Permanência (TP).

1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

1. Avaliar, com auxílio de ensaios de tração, o campo plástico e o módulo de elasticidade na liga Ti6Al4V ELI para tempos de permanência de 15min, 1h, 6h, 12h, 24h, 36h e 48h em nitrogênio líquido;
2. Avaliar, utilizando MO, a microestrutura da liga Ti6Al4V ELI quando submetida a tratamento criogênico, em nitrogênio líquido, com tempos de permanência de 15min, 1h, 6h, 12h, 24h, 36h e 48h;
3. Validar os resultados obtidos nos ensaios de tração, utilizando nanoindentação e monitoramento por sensor de FBG.

2. REVISÃO DA LITERATURA

A presente revisão da literatura está dividida em tópicos que contemplam os fundamentos teóricos, necessários ao entendimento dos métodos utilizados para se alcançarem os objetivos e fornecer informações suficientes para a discussão dos resultados. Inicialmente, é apresentada a liga Ti6Al4V ELI com a sua importância nas aplicações como biomaterial, principalmente na fabricação de próteses e órteses. Para tanto, foi realizada uma revisão dos diagramas de fase da liga estudada para a apresentação do impacto que as alterações na temperatura têm sobre as fases presentes, bem como os resultados de tratamentos térmicos sobre as suas propriedades mecânicas. Também são apresentadas a estrutura cristalina característica, as fases presentes na liga e como a redistribuição das fases afeta as propriedades mecânicas.

Em seguida são abordados alguns dos processos convencionais de trabalho mecânico exercidos sobre a liga para a fabricação das órteses e próteses. Estes processos de fabricação, principalmente o forjamento, que impõem altas deformações plásticas sobre o material, são altamente dependentes das propriedades mecânicas da liga estudada.

A abordagem sobre imersão de materiais em N₂L, seus conceitos, as formas de consegui-lo a partir de gases pressurizados e as alterações provocadas na microestrutura e nas propriedades mecânicas dos metais são relacionados com a densidade de discordâncias, bem como a formação de maclas são tópicos apresentados na sequência da revisão.

2.1 LIGA TI6AL4V ELI (F136)

O titânio é um material extraído dos cristais de Ilmenita (FeTiO₃) e de Rutilo (TiO₂) que, depois de reduzido e processado se transforma em um metal cinza-escuro e altamente reagente com o oxigênio.

O titânio puro é utilizado em várias aplicações, inclusive na fabricação de endo próteses devido à sua alta biocompatibilidade e integração ao tecido ósseo. Por isso, tem sido estudado ao longo de muitas décadas (Gu et al, 2014). As características mais importantes para aplicação médica dos principais elementos constituintes da liga estão mostradas no Quadro 2-01.

Quadro 2-01: Propriedades mecânicas da liga Ti6Al4V e titânio puro.

<i>Propriedades</i>	<i>Ti6Al4V</i>	<i>Ti</i>
Módulo de Elasticidade	124 GPa	105 GPa
Tensão Escoamento	759 MPa	138 MPa
Tensão Máxima	828 MPa	240 MPa

Fonte: Adaptado de Joshi, 2006; INFOMET, 2018; Lütjering et al, 2007, ASTM B265-20.

Ao longo do desenvolvimento das aplicações do titânio puro, muitas outras aplicações foram operacionalizadas para este material. Cada modificação na composição da liga está diretamente relacionada com alterações nas suas características microestruturais. Estas alterações afetam os diagramas de fases, o modo como as fases se relacionam entre si, e as propriedades mecânicas. (Joshi, 2006)(Inagaki et al, 2014)

Para suprir as necessidades do mercado mundial, o titânio tem sido ligado a outros metais, formando diferentes ligas que apresentam suas características e aplicações variadas a exemplo de tecnologia aeronáutica, espacial e médica, conforme mostrado na figura 2-01. A liga Ti6Al4V ELI foi desenvolvida com o objetivo de se aproveitar as características mecânicas e físicas de um metal leve e de alta resistência mecânica, aliado à excelente biocompatibilidade. (Banerjee et al, 2013)

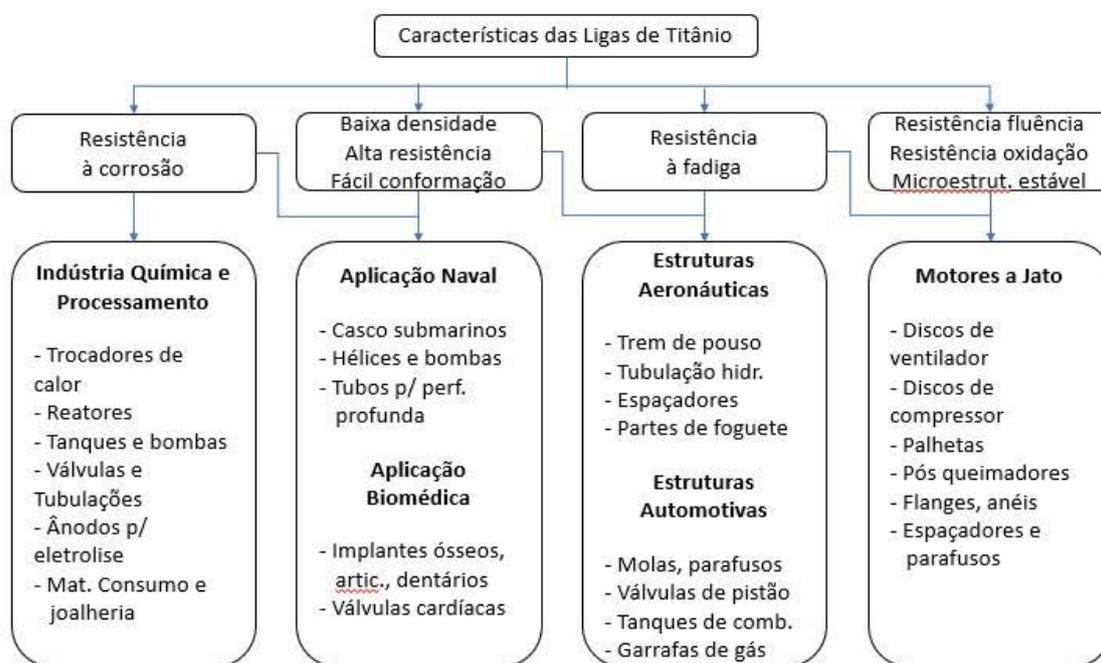


Fig. 2-01. Aplicações típicas das ligas de titânio. (Adaptado de Joshi, 2006)

No quadro 2-02, diferentes ligas com titânio e suas principais características, fornecidas em diferentes formatos e tratamentos. (ASTM F136-13)

Quadro 2-02: Composição Química de algumas ligas de titânio, características básicas e aplicações.

Liga	Uso %	Composição Nominal %											Propriedades Especiais
		O	N	C	H	Al	Fe	V	Cr	Sn	Mo	Zr	
Ti-6Al-4V	85	0.18	0.015	0.04	0.006	6	0.13	4					Aplicação Geral
Ti-6Al-4V ELI	1	0.11	0.010	0.03	0.006	6	0.10	4					Resistência à Criogenia
Ti Puro Comercial (Grau 2)	6	0.25	0.015	0.03	0.006		0.15						Resistência à Corrosão
Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo	7	0.10	0.010	0.03	0.006	6	0.15			2	2	4	Resistência à Alta Temperatura
Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo	<1	0.10	0.010	0.03	0.006	6	0.15			2	6	4	Resistência à Alta Temperatura
Ti-5Al-2.5Sn	<1	0.16	0.015	0.03	0.006	5	0.2			2.5			Resistente à Criogenia
Ti-6Al-8V-6Cr-4Zr-4Mo (Beta C)	<1	0.10	0.015	0.03	0.006	3.5	0.2	8.5	6		4	4	Resistência Temperatura Ambiente

Fonte: Adaptado de Destefani, 1992.

Na Figura 2-02 é apresentada uma aplicação bastante comum da liga Ti6Al4V ELI que é na fabricação de prótese de quadril. Esta prótese requer alta resistência mecânica e tenacidade à fratura devido ao ciclo de cargas envolvidas durante o seu uso.



Fig. 2-02. Prótese total de quadril em liga Ti6Al4V ELI. (adaptado de MIN et al, 2008).

Apesar de não ter as suas características idênticas ao sistema natural que substitui, como se pode visualizar na figura 2-03, a liga Ti6Al4V ELI e outros metais e ligas mais usados têm os seus Módulos de Young apresentados. Embora o Módulo de Elasticidade (E) seja uma propriedade importante, conhecer as demais propriedades mecânicas é importante para a determinação do correto uso dos biomateriais (Banerjee et al, 2013). É importante notar que as propriedades mecânicas podem ser manipuladas por meio de processos termomecânicos, associados ou não ao processo de fabricação das peças. (Dong et al, 2007)

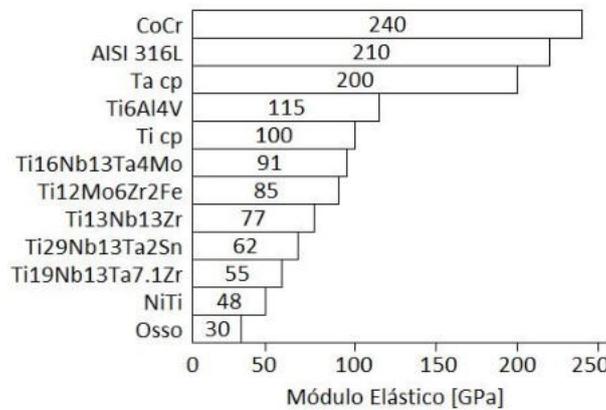


Fig. 2-03. Módulo Elástico de diversas ligas utilizadas para implantes (adaptado de Banerjee et al, 2013).

Além das propriedades mecânicas favoráveis, a composição química da liga Ti6Al4V ELI está diretamente relacionada com a sua biocompatibilidade. A Figura 2-04 mostra os efeitos que alguns elementos químicos têm sobre um sistema biológico. Embora os primeiros aços utilizados em dispositivos médicos não tivessem as melhores características de biocompatibilidade, os estudos que se sucederam sobre suas funcionalidades e efeitos adversos no corpo humano foram de grande importância para o desenvolvimento de novos biomateriais. (Kuncická et al, 2017)

Elemento	Biocompatível	Carcinogênico	Genotóxico	Mutagênico	Citogênico	Alergênico	Corrosivo	Outro
Ti	Sim	Não	Não	Não	Médio	Não	Não	Não
V	Não	Sim	Sim	Sim	Alto	Opõe	Não	Não
Al	Não	Não	Sim	Não		Não	Não	Sim

Positivo
 Neutro
 Negativo

Fig. 2-04. Efeito do impacto biológico dos metais da Liga Ti6Al4V ELI no corpo humano. (Adaptado de Banerjee et al, 2013).

2.1.1 ESTRUTURAS CRISTALINAS DA LIGA Ti6Al4V ELI

As propriedades mecânicas dos metais são determinadas pelas suas estruturas ou arranjos cristalinos. Para um metal puro, o arranjo cristalino é único em uma determinada temperatura, mas com a adição de elementos químicos para a formação de ligas, outros arranjos cristalinos são introduzidos e ocorre uma acomodação para manter a mínima energia interna nas condições às quais a liga é submetida (Callister et al, 2010). O equilíbrio termodinâmico de uma estrutura de fase cristalina específica é de grande importância para a formação e estabilidade da estrutura formada, portanto, sendo diretamente responsável pelas propriedades mecânicas da liga nas condições em que se encontra. (Glicksman, 2011)

Arranjos cristalinos são as disposições dos átomos em uma estrutura tridimensional, de forma que as forças de ligação entre estes átomos, garantem a estabilidade da estrutura. Quando uma estrutura tridimensional não é formada, diz-se que o material é amorfo. (Callister et al, 2010)

As ligas de Ti são materiais policristalinos (formam grãos) e são classificadas como α -Ti (alfa Titânio), β -Ti (beta Titânio), $\alpha+\beta$ Ti (alfa+beta Titânio) e γ -Ti (gama Titânio). As denominações α e β são dadas pela prevalência das estruturas cristalinas predominantes que são o Hexagonal Compacto (HC), mostrado na figura 2-05, e o Cúbico de Corpo Centrado (CCC), mostrado na figura 2-06, respectivamente. A estrutura α é a predominante em baixas temperaturas e tem como estabilizantes os elementos Al, Ga, O, N e C. Para a estrutura β , que aparece em maior abundância em altas temperaturas, os estabilizantes são V, Mo, W, Ta, Nb, Fe, Cr, Ni, entre outros. (Kuncická et al, 2017)

Alguns elementos não estabilizam nenhuma das fases como o Sn e Zr. O Al é o único elemento estabilizador da fase α que tem relevância na liga Ti6Al4V ELI devido à sua maior concentração e essa liga pode ser endurecida com tratamento térmico e posterior envelhecimento por refinamento dos precipitados da fase α . (Joshi, 2006)(Louzguine-Luzgin, 2018)

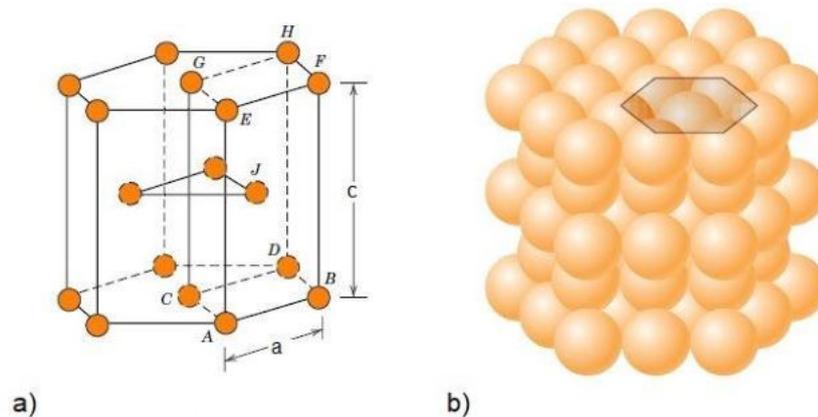


Fig. 2-05. Representação de estrutura cristalina Hexagonal Compacta – HC: a) representação dos átomos como esferas simples; b) empacotamento dos átomos no arranjo cristalino (Adaptado de Callister et al, 2010).

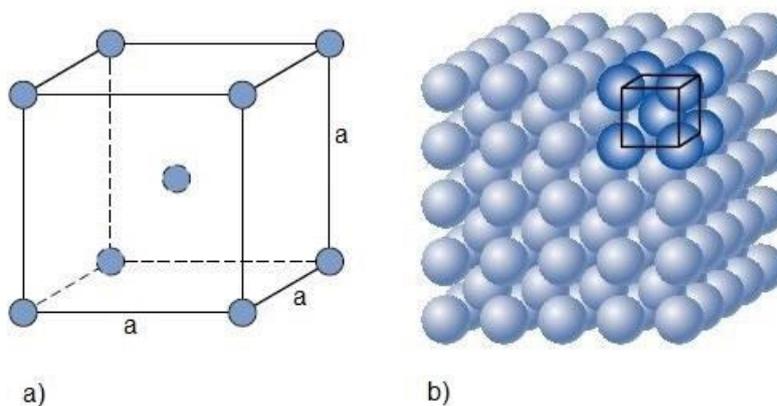


Fig. 2-06. Representação da estrutura cristalina Cúbica de Corpo Centrado – CCC: a) representação dos átomos como esferas simples; b) empacotamento dos átomos no arranjo cristalino (Adaptado de Callister et al, 2010).

As ligas α -Ti possuem uma única fase cristalina, portanto, são mais simples de serem estudadas e contêm um ou mais elementos estabilizadores da fase α . Têm boa estabilidade e as suas propriedades em alta temperatura são boas, ótima resistência à corrosão. No entanto suas características microestruturais são pouco influenciadas pelos tratamentos térmicos. (Joshi, 2006) (Leyens et al, 2003)

As ligas quase α -Ti quando recebe elementos estabilizantes da fase β , passam a conter muita fase α e pouca quantidade de fase β (< 2%). Esta pequena quantidade de fase β impõe o aumento a resistência mecânica da liga em temperaturas mais elevadas (até 550 °C) e é aplicada quando o seu uso ocorre em altas temperaturas. (Joshi, 2006) (Leyens et al, 2003)

A liga ($\alpha+\beta$)-Ti possui maior quantidade de estabilizantes da fase β (entre 4% e 6%), comparativamente às ligas anteriores. Esta maior quantidade de estabilizantes favorece as respostas aos tratamentos térmicos, o que lhe promove a capacidade de alteração das fases nos diferentes patamares de temperatura e, por conseguinte, oferece maior capacidade de arranjos da microestrutura e, conseqüentemente, favorece a manipulação das propriedades mecânicas. (Joshi, 2006) (Leyens et al, 2003)

A liga β -Ti Metaestável contém de 10% a 15% de estabilizantes da fase β , que se mantém na temperatura ambiente, podendo ser usada em processos em até 700 °C. Se a fase β for envelhecida poderá se transformar em uma fase α refinada dentro da matriz da fase β . Esta liga terá alta resistência e tenacidade, excelente capacidade de endurecimento e facilidade de forjamento dentro de uma ampla faixa de temperaturas. (Joshi, 2006) (Leyens et al, 2003)

A liga β -Ti contém até 30% de elementos estabilizantes da fase β , o que a torna pouco dúctil, sendo mais utilizada em aplicações onde ocorrem altas temperaturas de operação (Joshi, 2006) (Leyens et al, 2003), por causa de sua estabilidade mecânica.

No quadro 2-03 estão apresentadas as principais fases de uma liga de Ti, com as suas respectivas modificações nas características, como mencionadas anteriormente. (Joshi, 2006) (Leyens et al, 2003)

Quadro 2-03: Características das fases presentes nas ligas de Ti.

<i>Fases</i>	<i>Descrição</i>
α	Alotrópico de baixa temperatura, HC e existe abaixo de β Transus
β	Alotrópico de alta temperatura, CCC e existe à baixa temperatura como metaestável
α_2	Ti ₃ Al encontrado em amplo conteúdo de Al, sem estrutura cristalina HC
β_2	Ti ₂ AlNb, alotrópico de alta temperatura, CCC e metaestável à baixa temperatura
γ	TiAl com estrutura equiaxial, podendo existir em variada quantidade de Al
α'	Fase não equilibrada devido à transformação de martensita, HC
α''	Martensita com estrutura ortorrômbica
ω	Alotrópico de alta pressão do Ti, com estrutura Hexagonal e ocorre nas fases de transição
β'	Fase CCC composição diferente da matriz. Separação de fase da liga β estabilizada

Fonte: Adaptado de Joshi, 2006 e Leyens et al, 2003.

As propriedades mecânicas da liga estão relacionadas aos tamanhos dos grãos e morfologia de cada uma de suas fases, à textura cristalográfica e à orientação dos grãos. Sabe-se que o comportamento na deformação mecânica depende diretamente do número de planos de deslizamento que esta estrutura cristalina possui, sendo que para a liga

estudada, os planos basal e prismático são aqueles que melhor fornecem ativação para deslizamento mostrados na figura 2-07 para Ti HC e CCC. A microestrutura das ligas ($\alpha+\beta$)-Ti são aquelas que têm a menor razão de crescimento de defeitos, ao mesmo tempo que têm a microestrutura mais refinada, o que indica uma relação entre a estrutura cristalina e o aparecimento de defeitos e falhas. Este fato se deve à curta distância entre as interfaces, grãos menores, e à falta de preferência cristalográfica, macro e micro texturas, ocasionadas na nucleação da liga durante o resfriamento. (Biroska et al, 2011)

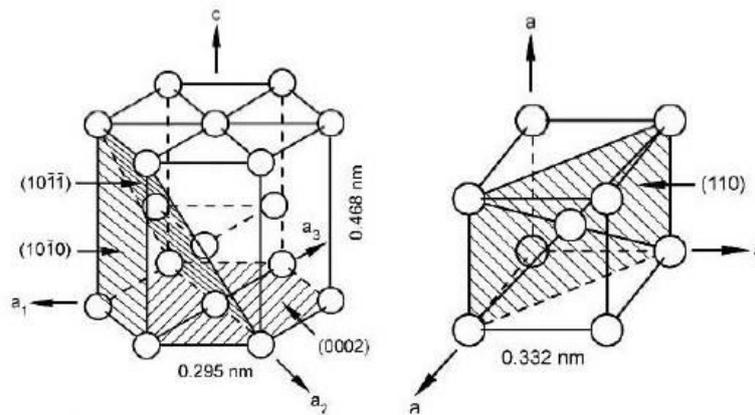


Fig 2-07. Estruturas cristalinas do Ti com seus planos de deslizamento. À esquerda o HC e à direita o CCC. (Calister et al, 2010).

A transformação de fases, durante os processos térmicos e mecânicos, introduzem nos metais outras características e propriedades mecânicas que são diferentes daquelas que se observam originalmente nas ligas. As alterações da fase β para a fase α são as mais observadas e estudadas, porque têm efeitos significativos nas características mecânicas e são de relativa facilidade de obtenção. A orientação cristalográfica dos grãos da fase β , bem como a deformação nos defeitos cristalinos dos contornos de grãos, levam ao surgimento de precipitados intergranulares da fase α . Este efeito determina uma transformação global na textura da estrutura cristalina que afeta as propriedades mecânicas da liga. A transformação de fases na liga passa pela modificação da estrutura CCC (fase β) para HC (fase α) pela transformação da orientação cristalina, dos sistemas de escorregamento entre um ou mais planos cristalinos, e pelo aparecimento de discordâncias e maclas que são consequência de um rearranjo nas estruturas atômicas das suas fases cristalinas em transformação. (Hua et al, 2018)(Mine et al, 2011)

2.1.2 DIAGRAMAS DE FASES DA LIGA

As ligas metálicas, como todos os materiais, têm suas características e propriedades das fases alotrópicas dos elementos que as compõem. É importante estudar as mudanças de fases durante as variações de temperatura que impõem diferentes estágios de energia nas estruturas cristalinas. O aumento da temperatura, por exemplo, causa o aumento da vibração dos átomos, que pode alterar os arranjos cristalinos como acontece com o Ti que, em altas temperaturas, transformando parte da fase α (HC) em fase β (CCC). (Banerjee et al, 2013)

Uma vez que uma determinada fase se transforma em outra, o material assume as características da nova fase. Estas novas características passarão, então, a determinar o seu comportamento físico-químico e mecânico. Por este motivo, identificar, controlar e direcionar a transformação de fases em uma liga é de grande importância para a correta aplicação do material. (Banerjee et al, 2013)

Para as ligas de Ti as temperaturas de transição de fase são (Lütjering et al, 2007)(Leyens et al, 2003):

1. Transformação β : entre 955 °C e 1010 °C, variando de acordo com a composição da liga, impurezas intersticiais e conteúdo de oxigênio. Para a liga Ti6Al4V esta temperatura é de 995 °C \pm 15 °C;
2. Temperatura *Liquidus*: temperatura acima da qual a liga se encontra totalmente no estado líquido. O Al e o V reduzem a temperatura de fusão do Ti. Para a liga Ti6Al4V, há indicações de que aconteça entre 1635 °C e 1670°C;
3. Temperatura *Solidus*: temperatura abaixo da qual todo o metal está totalmente na fase sólida. Para a liga Ti6Al4V varia entre 1605 °C e 1635 °C \pm 10 °C;
4. Temperatura Martensítica: na qual ocorre a formação de Martensita, uma estrutura que confere alta dureza a liga. Para a liga Ti6Al4V, esta temperatura é inferior a 900 °C.

A figura 2-08 mostra a formação das fases da liga Ti6Al4V durante o resfriamento, a partir de 1100 °C.

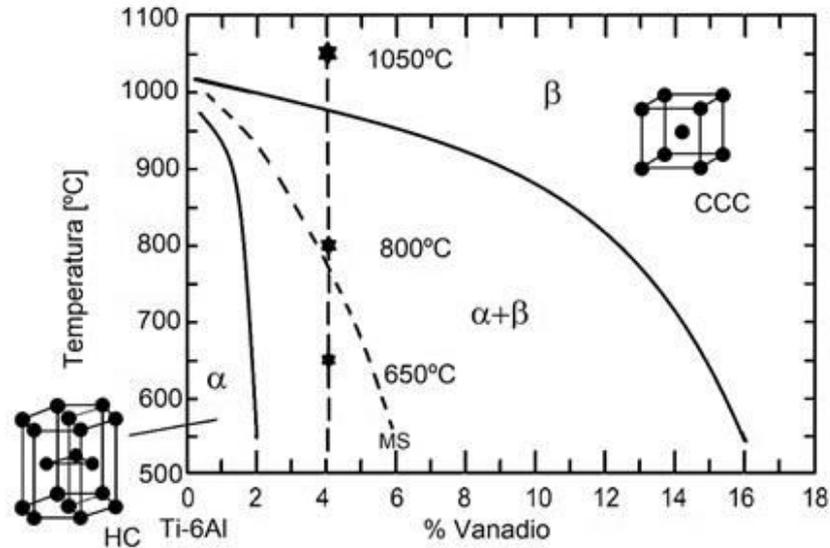


Fig. 2-08. Formação das fases na liga Ti6Al4V, com resfriamento a partir de 1100°C. (adaptado de Leyens et al, 2003)(adaptado de Callister et al, 2010)

A liga Ti6Al4V pode ser processada de diversas maneiras, formando diferentes fases e, portanto, diferentes microestruturas. Como pode ser visto na figura 2-08, a fase α está presente na temperatura ambiente, com estrutura cristalina HC e é estabilizada pelo Al. A fase β é formada a partir da temperatura alotrópica de transformação, que é de aproximadamente 882 °C, com sua estrutura cristalina CCC e estabilizada pelo V. (Freitas et al, 2008)

A figura 2-09 mostra, com mais detalhes, o controle microestrutural da liga Ti6Al4V ELI com a variação da temperatura, na pressão atmosférica.

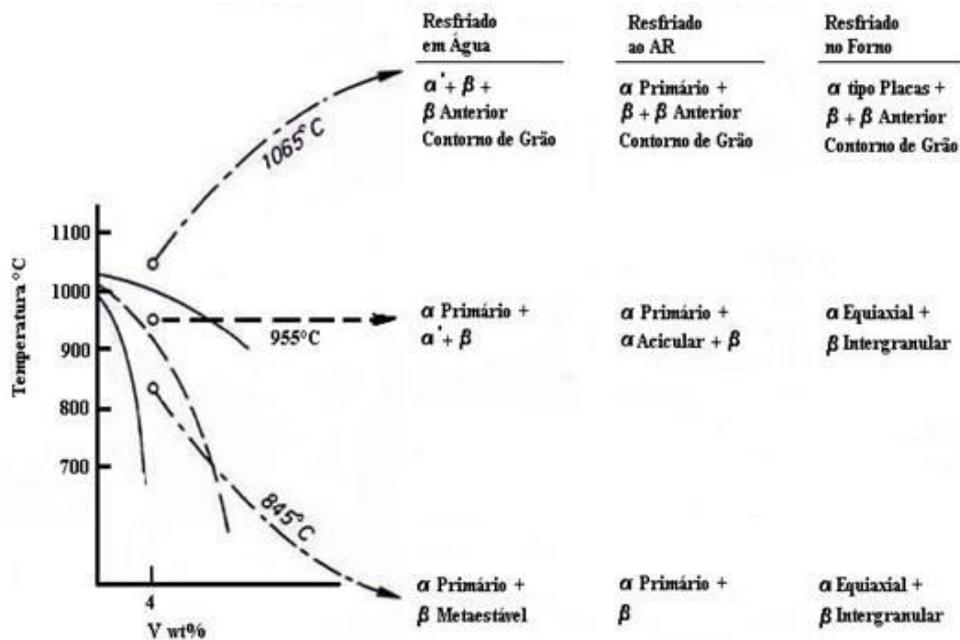


Fig. 2-09. Diagrama de controle microestrutural da liga Ti6Al4V, mostrando os diferentes tratamentos térmicos e as formações das fases da liga (adaptado de Boyer et al, 1994).

Na figura 2-10 está apresentado um diagrama de fase teórico para uma liga ternária, como o é a liga Ti6Al4V ELI.

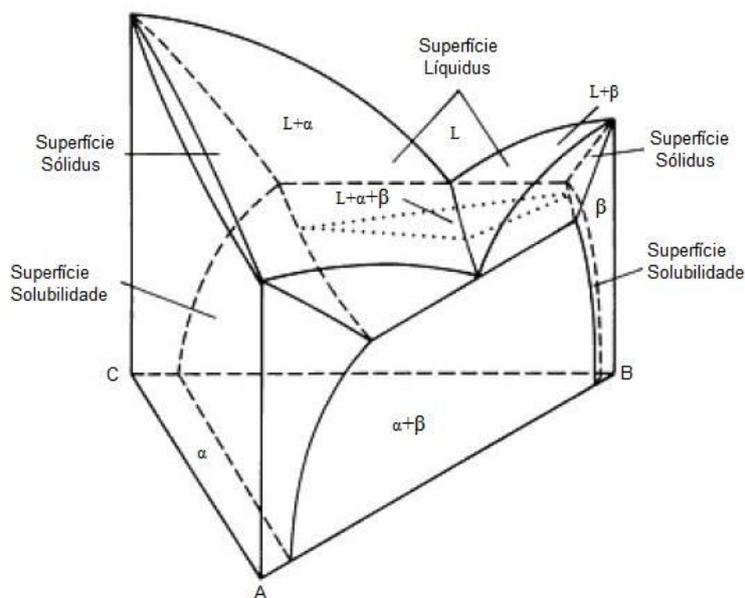
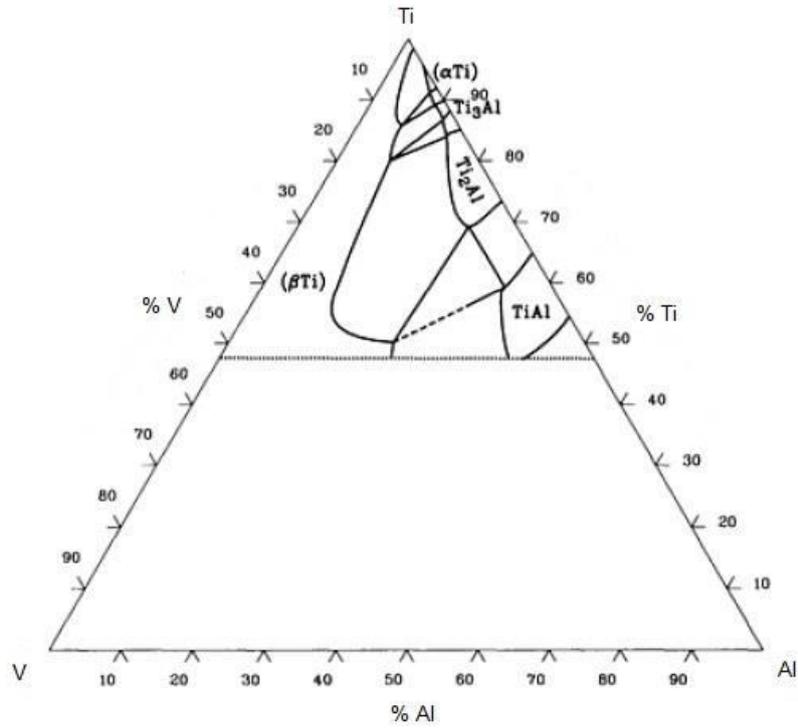
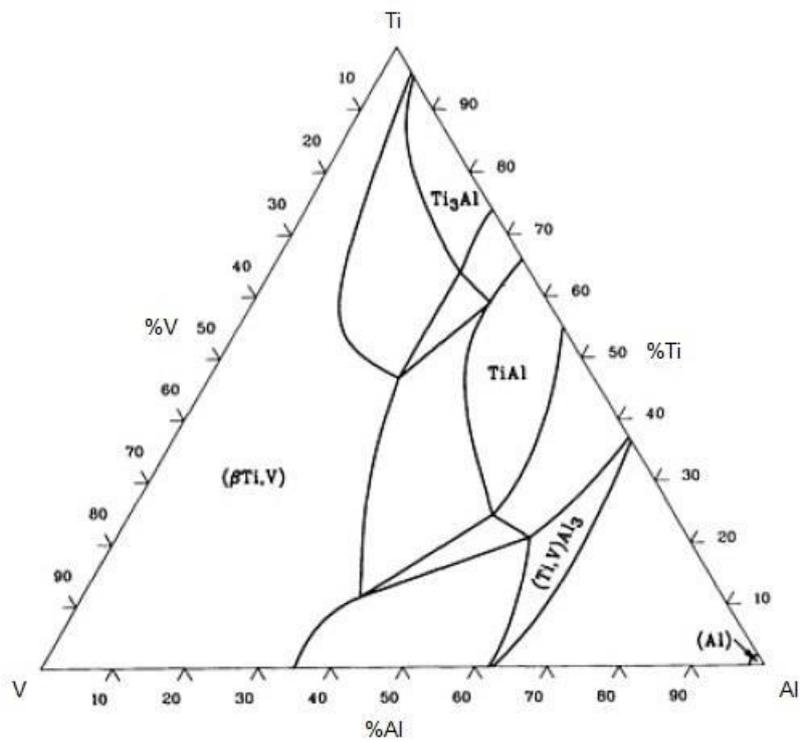


Fig. 2-10. Diagrama de fases teórico para uma liga ternária, semelhante ao da liga Ti6Al4V. (adaptado de ASM, 1992)

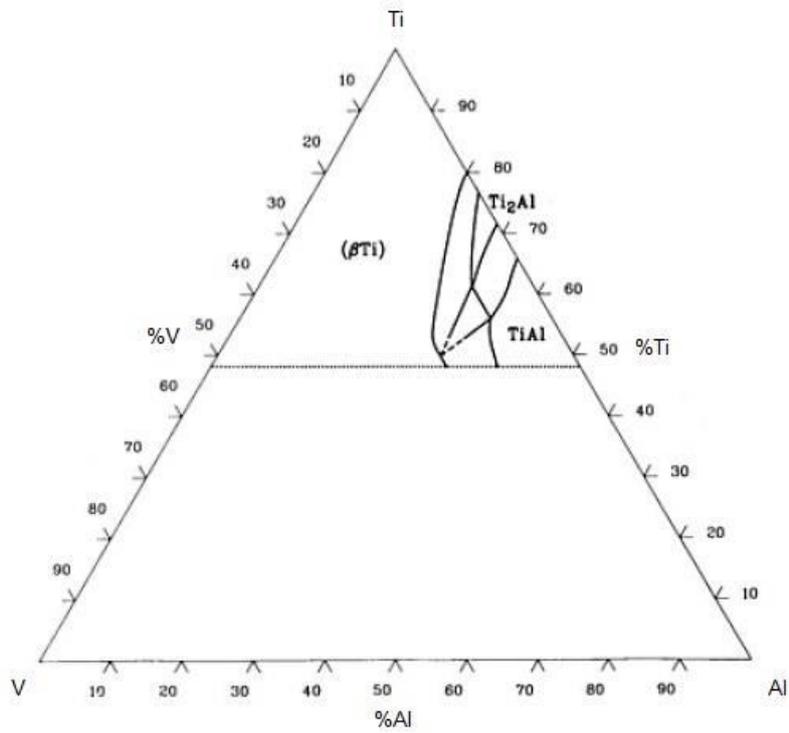
Na figura 2-11 está a sequência das isotermas disponíveis na literatura para a liga Ti6Al4V. (ASM, 1992)



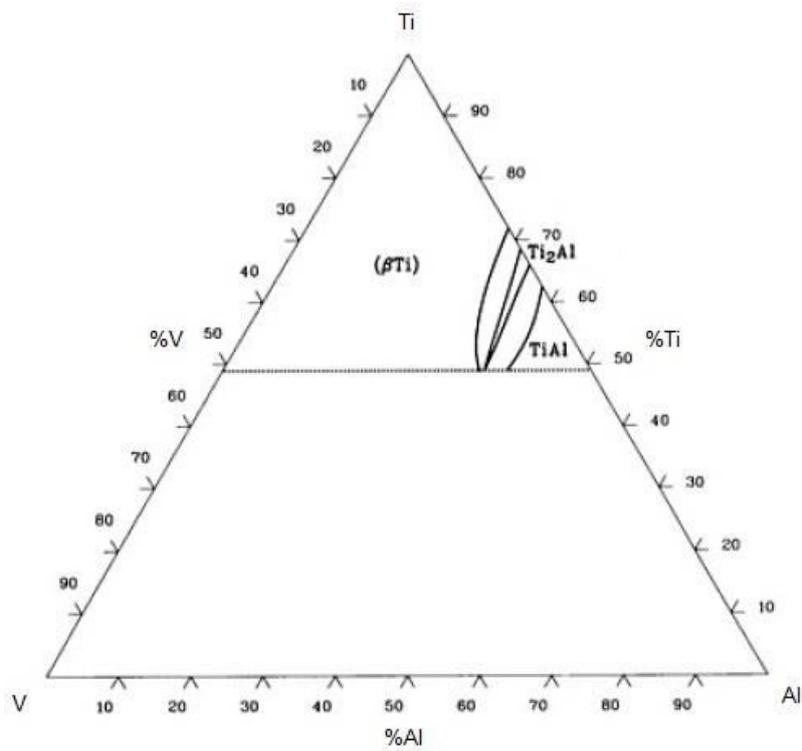
a)



b)



c)



d)

Fig. 2-11. Isotermas da liga Ti6Al4V. Em a) a isoterma de 900°C, em b) a isoterma de 980°C, em c) a isoterma de 1200°C e em d) a isoterma de 1400°C. (adaptado de ASM, 1992)

A liga Ti6Al4V geralmente apresenta as fases de forma bastante refinadas que se observa na imagem da liga em Microscópio Óptico (MO), figura 2-12, pode-se identificar a fase α mais clara e a fase β lamelar de coloração escura. A distribuição das fases e suas formas variam dependendo do tempo e do tipo de tratamento térmico ao qual a liga foi submetida (Kuncická et al, 2017) (Andrade et al, 2010). A fase predominante, que é a fase α , tem estrutura cristalina HC que forma o grão desta liga. Já a fase β , menos concentrada e que tem estrutura cristalina CCC, está distribuída ao longo do contorno dos grãos da fase α . (Ahmadian et al, 2017)

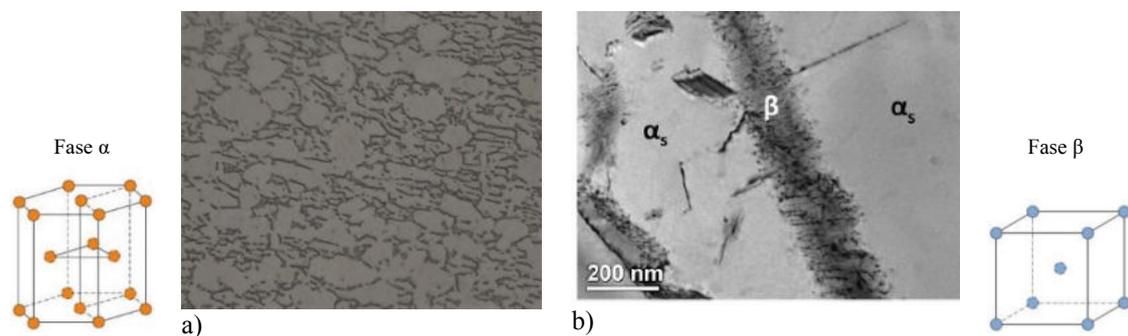


Fig. 2-12. Imagem de MO da liga Ti6Al4V recozida: a) fase α mais clara e fase β como lamelas mais escuras com 500x (fonte: autor); b) indicação das fases α e β (Adaptado de Joseph et al, 2018).

Com base na temperatura dos tratamentos térmicos efetuados na liga, acima ou abaixo da temperatura β *transus*, a microestrutura será lamelar ou equiaxial. Quando há o resfriamento lento na região da fase β as lamelas se tornam mais espessas, enquanto a temperatura é reduzida. Por outro lado, quando a temperatura é rapidamente reduzida, estas estruturas lamelares aproximam-se mais das estruturas aciculares e devido a estas características, as estruturas equiaxiais são resultado do processo de recristalização obtido pela velocidade de resfriamento do material. Estas estruturas equiaxiais são mais resistentes à fadiga e mais dúcteis do que as estruturas lamelares. No entanto, as estruturas lamelares são mais resistentes ao crescimento de trincas e, na liga $\alpha+\beta$, a liga Ti6Al4V ELI, a fase martensítica α' tem sido utilizada como controladora da nucleação da fase α durante este processo de resfriamento. (Matsumoto et al, 2011)

Os defeitos cristalinos, como discordâncias e maclas, estão presentes em todos os metais policristalinos, que em conjunto com os planos cristalinos disponíveis para escorregamento durante uma deformação imposta sobre o material, definem a resposta mecânica dos metais quando estiverem sujeitos às tensões em serviço (Banerjee et al,

2013) (Courbon et al, 2013)(Kang et al, 2012). Os planos de escorregamento disponíveis estão vinculados ao tipo dos arranjos cristalinos presentes na liga que, no caso da Ti6Al4V ELI, são o CCC e o HC. No caso desta liga, as discordâncias preferencialmente percorrem os espaços entre as lamelas da fase β ao longo do seu comprimento, nos contornos de grão da fase α . (Matsumoto et al, 2011)

A figura 2-13 mostra os planos de escorregamento na liga Ti6Al4V submetida à deformação, em diferentes temperaturas, onde é possível a visualização das maclas (twins) e das discordâncias. (Matsumoto et al, 2011a)

As fases α e β presentes na liga Ti6Al4V ELI, sofrem variações nas suas formas, disposições e distribuições, incluindo o aparecimento de estruturas martensíticas, o que lhes imprimem características peculiares de resistência à deformação. (Andrade et al, 2010)

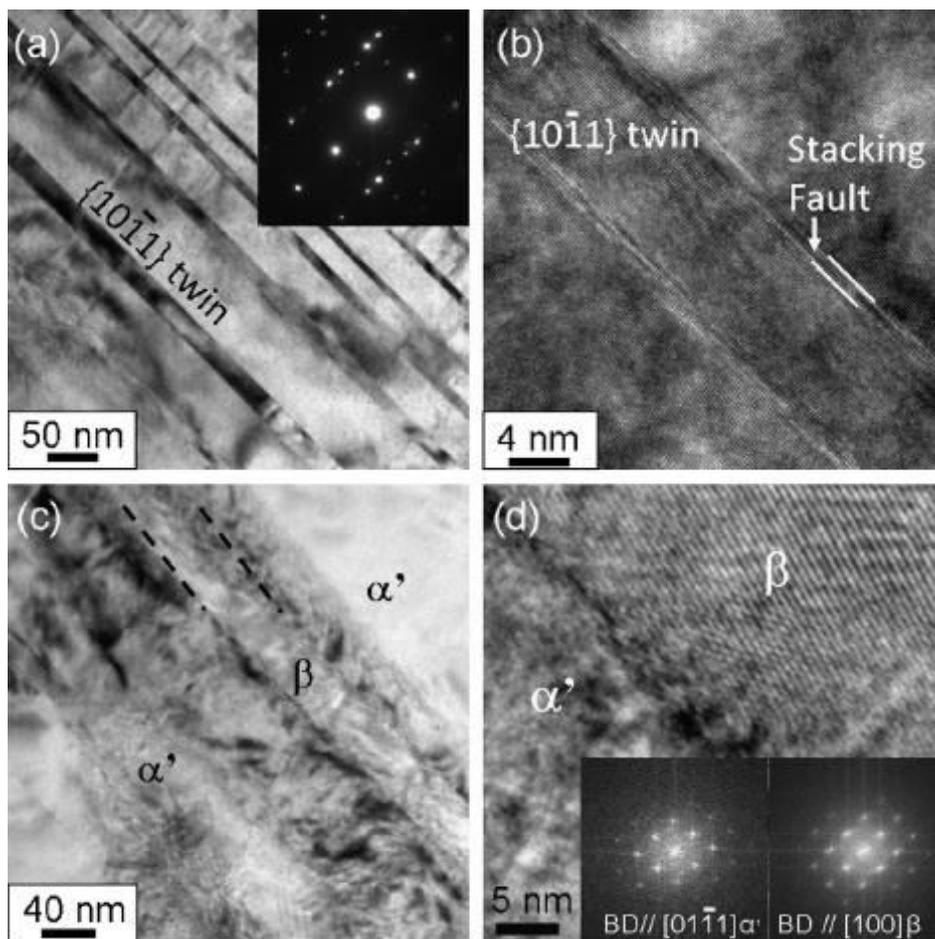


Fig. 2-13. Imagem TEM de campo claro que mostra a formação de maclas e discordâncias na liga Ti6Al4V: a) imagem das maclas (twins); b) maior ampliação da interface de uma macla com falha de empilhamento (stacking fault) na fronteira da macla; c) a formação de fase β lamelar entre as fases martensíticas α' ; d) imagem com maior ampliação da interface entre as fases α' e β (Matsumoto et al, 2011a).

2.2 CRIOGENIA

No final da década de 1880 alguns pesquisadores conseguiram liquefazer nitrogênio, alcançando temperaturas muito inferiores a 0°C e nas primeiras décadas do século XX a técnica já estava dominada, sendo chamada de criogenia por envolver temperaturas muito mais baixas do que aquelas utilizadas do século anterior para, simplesmente, refrigerar alimentos perecíveis. (Flynn, 2005)

Na figura 2-14 está a imagem de um equipamento de dois estágios que foi desenvolvido para a compressão de gases até que o gás passe a ser líquido. Este equipamento é do começo do ciclo industrial de líquidos altamente refrigerados com o Oxigênio e o Nitrogênio líquidos.

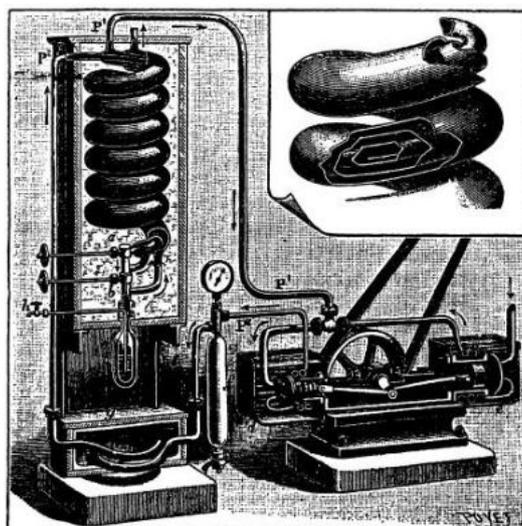


Fig. 2-14. Equipamento de dois estágios fabricado em 1895 para geração de líquido altamente refrigerado de um gás, com capacidade de 3L/h. (Fonte: Flynn, 2005)

A partir da década de 1930, com o desenvolvimento das tecnologias espaciais, a necessidade de combustíveis líquidos, demandou novas pesquisas direcionadas aos líquidos congelantes. Com o início da corrida espacial a partir da década de 1950, houve a necessidade de estudos referentes aos comportamentos dos metais quando submetidos a temperaturas extremamente baixas como as encontradas no espaço, abrindo novos horizontes de pesquisa em tratamentos criogênicos em metais. (Flynn, 2005)

Com o avanço da termodinâmica, foram desenvolvidos meios para a refrigeração de gases, transformando-os em líquidos. A mudança de estado físico das substâncias segue as suas entalpias e entropias e dependem de três parâmetros: a Pressão, o Volume e a Temperatura (P-V-T). Assim, para cada substância, a mudança de fase ocorre quando se varia um destes três parâmetros mantendo-se os outros dois constantes, ou variando-se os três ao mesmo tempo. (Flynn, 2005)

Como resultado das diferentes observações e experimentos com as substâncias refrigerantes e dos processos de mudança de estado físico e, ainda com base nas indicações dos estudos de Joule-Thomson, foram identificados os gases que apresentam maior facilidade para serem utilizados nos processos que envolvem criogenia, tanto pela sua disponibilidade atmosférica, quanto pela facilidade de produção ou pelas características físicas de mudanças de estados. O Quadro 2-04 mostra as principais características dos gases mais comuns em uso no ponto normal de ebulição (NBP), devido às suas propriedades criogênicas e características físico-químicas próprias. (Flynn, 2005)

Quadro 2-04: Características físico-químicas dos gases mais usados em criogenia

Propriedade	O ₂	N ₂	Ne	H ₂	He ⁴	Ar	F ₂	Ar ₂	CH ₄
Ponto Ebulição Normal (K)	90,2	77,4	27,1	20,3	4,2	78,9	85,2	87,3	111,7
Densidade (kg/m ³)	1141	808,9	1204	70,8	124,9	874	1506,8	1403	425
Calor de Vapor (kJ/kg)	212,9	198,3	86,6	445,6	20,8	205,1	166,3	161,6	511,5
Calor Específico (KJ/kgK)	1,7	2,0	1,8	9,8	4,6	1,9	1,5	1,1	3,5
Viscosidade (kg/(ms)x10 ⁶)	188,0	157,9	124,0	13,1	3,6	168	244,7	252,1	118,6
Condutividade Térmica (mW/(mk))	151,4	139,6	113,0	118,5	27,2	141,0	148,0	123,2	193,1
Temperatura Crítica (K)	154,6	126,2	44,4	32,9	5,2	133,3	144,0	150,7	190,7
Pressão Crítica (MPa)	5,0	3,4	2,7	1,3	0,2	3,9	5,6	4,9	4,6
Temperatura Ponto Triplo (K)	54,4	63,1	24,6	13,8			53,5	83,8	88,7
Pressão Ponto Triplo (MPa x 10 ³)	0,2	12,5	43,0	7,0			0,2	68,6	10,1

Fonte: adaptado de Flynn, 2005.

As características dos principais gases usados para tratamentos criogênicos (TC) são:

Oxigênio – possui oito isótopos, sendo que a sua constituição natural é de 3 deles, que são os de massa atômica 16, 17 e 18. Quando condensado transforma-se em um líquido azul claro e sua temperatura de ebulição é de 90,18 K (-182,97 °C), ligeiramente

superior àquela do ar. É levemente magnético e, portanto, atraído por campos magnéticos o que lhe confere vantagem na separação magnética de outros líquidos. Substância altamente reativa e potencialmente perigosa com hidrocarbonetos, e por isso representa sério risco de acidentes. Quando em baixa temperatura, qualquer aplicação de energia pode ocasionar explosão no sistema no qual estiver inserido, pois é quimicamente reativo. Como prevenção deste tipo de acidente, o oxigênio líquido (O_2L) deve ser mantido bastante limpo e filtrado, bem como os tanques, bombas, válvulas e tubulações. A sua fabricação em larga escala é feita por destilação do ar líquido, visto ser o segundo gás mais abundante na atmosfera (Flynn, 2005).

Nitrogênio – com dois isótopos estáveis, com massa atômica de 14 e 15, o nitrogênio é considerado de grande importância para os sistemas e estudos criogênicos devido à sua estabilidade e segurança quando em estado criogênico. É quimicamente inerte (o que lhe confere uma ampla utilização), não explosivo e é utilizado para a liquefação inicial do hélio e do hidrogênio. O nitrogênio é o gás com maior concentração na atmosfera e o nitrogênio líquido (N_2L) pode ser obtido por liquefação e destilação fracionada. Trata-se de um gás inodoro, incolor e seu ponto de ebulição é de 77,3 K (-195,85 °C), entre os mais baixos dos gases usados em criogenia. É utilizado em tubos geradores de laser, maser, e detectores infravermelhos de limpeza de atmosferas controladas, eliminação de umidade e de outros gases prejudiciais durante processos de fabricação. Na indústria alimentícia é bastante utilizado, nas instalações maiores, para refrigeração pois é seguro, inerte e de baixo custo e, nas ciências biológicas, para o congelamento e conservação de embriões, células e sistemas biológicos. (Flynn, 2005)

Hélio – Componente inodoro e translúcido. Este elemento, He_4 , tem um isótopo raro o He_3 que tem 2 elétrons orbitando um núcleo com 2 prótons e 1 nêutron. Diferente dos outros gases, o hélio não tem o ponto triplice, condição onde coexistem os estados sólido, líquido e gasoso. Uma característica adicional deste gás é não poder ser transformado facilmente para o estado sólido simplesmente pela redução de temperatura, mas com a pressão elevada a 25 atm. O ponto de ebulição é de 4,2 K (-268,93 °C) na pressão de 1atm. Nesta temperatura o hélio líquido (HeL) tem viscosidade zero, alta condutividade térmica e, por este motivo, é chamado de super fluido. Este elemento tem sido estudado por várias décadas devido às suas características intrigantes próximas ao ponto de zero absoluto, não encontradas em outros gases. (Flynn, 2005)

O Tratamento Criogênico (TC) tem sido um método efetivo de tratamento térmico para modificar as propriedades mecânicas de dureza, rigidez, resistência ao desgaste e

comportamento na fadiga em muitos metais. O TC consiste em imergir o material metálico em líquido ou vapor que está em temperatura criogênica, mantendo-o por determinado período para que ocorra a estabilização térmica e microestrutural no metal alterando, assim, as propriedades mecânicas do metal devido à série de alterações microestruturais que este tratamento produz.

Nos aços o TC produz a retenção de austenita dentro da martensita, facilitando a formação de carbeto secundários o que promove, por exemplo, maior resistência ao desgaste. Os efeitos do TC ainda não são completamente conhecidos e suas técnicas não estão completamente dominadas para que seja possível aos pesquisadores fazerem predição dos efeitos resultantes em cada liga, sendo necessário que cada material seja submetido a este tratamento para avaliação. (Li et al, 2016)

2.3 EFEITOS DO TC NAS LIGAS DE TI

Os tratamentos térmicos têm sido utilizados com bastante intensidade e variações para refinar a microestrutura e aumentar a resistência mecânica dos metais. A maioria dos trabalhos disponíveis na literatura, até o momento, são pouco conclusivos em relação às respostas da liga Ti6Al4V ELI ao tratamento criogênico.

As ligas à base de TiAl, onde se enquadra a liga estudada, são bastante sensíveis às alterações microestruturais, produzem diferentes combinações de microestrutura, propriedades mecânicas e fases (Hu et al, 2005). Na liga Ti6Al4V o controle da morfologia da fase α é de extrema importância e impacta diretamente nas suas propriedades mecânicas. O refinamento da microestrutura, bem como a morfologia da fase β , são fatores que podem ser controlados com o uso do TC. Este tratamento tem sugerido aumento na ductilidade e na resistência mecânica da liga, porém, ainda necessita ser mais estudado para que se obtenha conclusões mais precisas. Estudos preliminares demonstram redução de 2,3% na resistência à tração e 2,2% na resistência ao escoamento, embora a deformação tenha aumentado em 10,6% e 13,5%, respectivamente. De acordo com estes estudos, o TC induz a transformação da fase β em fase β metaestável, reduzindo a formação da fase α e, portanto, contribuindo para o aumento da plasticidade da liga. Identificou-se ainda, a formação de maclas e o aumento na densidade de discordâncias. (Gu et al, 2013)(Gu et al, 2013a)

Estudos também informam o aumento da plasticidade (até 22,7%) e da resistência ao desgaste (até 21,5%) para a liga Ti6Al4V como efeito do TC. Esta liga de titânio, que é composta de estruturas CCC (β) e HC (α), tem a fase β dispersa nos grãos de fase α e possui grande diferença na expansão linear da sua microestrutura. Como resultado, tem redução de partículas metaestáveis β que induzem a formação de maclas e discordâncias durante o TC. Devido à alta concentração de estabilizante da fase β , a transformação em estruturas martensíticas é bloqueada, e a estrutura puramente β é formada depois de temperado e a metaestável decomposta em fase α . Na dinâmica de formação e transformação das fases da liga, a fase metaestável β se transforma em martensita microestrutural (α') no TC formando estruturas aciculares de fase α . Discordâncias e partículas metaestáveis ω formadas como resultado das tensões térmicas, atuam como precursoras de nucleação da fase α que serão precipitadas. (Gu et al, 2018)

Na liga Ti-15Mo-3Al-2.7Nb-0.2Si a solubilidade e o tratamento de envelhecimento, seguido pelo TC, ocasiona aumento em 15% na microdureza e 5% na resistência mecânica, enquanto o alongamento reduz em 10%. O TC induz tensões térmicas na matriz cristalina devido à contração desta, o que promove nucleação da fase α e a contração aumenta o fator de empacotamento das estruturas cristalinas entre 23% e 27%. (Gu et al, 2018)

A transição entre as diferentes fases nas ligas de titânio depende das temperaturas às quais cada liga é submetida, bem como da sua dinâmica de resfriamento.

Sabe-se que o resfriamento das ligas ($\alpha+\beta$)-Ti induz à formação da fase α secundária como um precipitado na região intergranular das fases β , na forma de colônias lamelares como apresentado na figura 2-15, conhecidas como colônias de Widmanstätten ao longo dos glóbulos de fase β (Wang et al, 2013) (Biroska et al, 2011) (Cottura et al, 2014). Embora seja uma estrutura esperada no resfriamento das ligas ($\alpha+\beta$) Ti, como a aqui estudada, não existem confirmações de sua formação quando a liga é submetida ao TC.

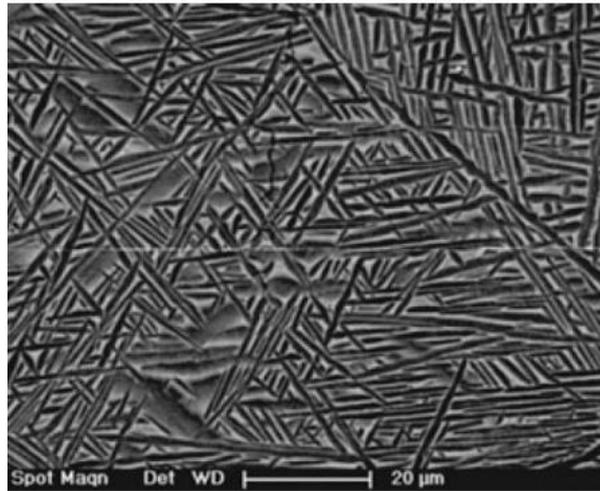


Fig. 2-15. Estruturas lamelares da liga Ti6246 obtida após tratamento térmico na região da fase β . Este arranjo também é conhecido como estruturas de Widmanstätten (adaptado de Biroška et al, 2011).

Tem-se observado modificações microestruturais em alguns metais submetidos a TC e o aumento da densidade de discordâncias e formação de maclas são as principais alterações (Yarris, 2014). Estudos vinculados à tribologia demonstraram que a liga Ti6Al4V, quando submetida ao TC em N2L, apresenta trincas superficiais, consideradas como resultantes da fragilização desta liga. (El-Tayeb et al, 2010)

Deformações dos metais em temperatura criogênica podem induzir o aumento da sua resistência mecânica entre 1,5 a 2,0 vezes, demonstrado nos ensaios de tração realizados em alguns aços. Este resultado é devido à formação cristalina diferenciada que esta baixa temperatura induz nestas estruturas, fazendo com que aconteçam precipitados intermetálicos e formação de martensita e austenita, diferentes daqueles dos processos de deformação em altas temperaturas. Estas deformações em temperatura criogênica induzem à alteração de estrutura cristalina entre CCC, CFC e HC dependendo da liga em análise, que pode ser avaliada com auxílio de equipamentos como Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), Microscópio Eletrônico de Transmissão (MET) e Difrátômetro de Raios-X (DRX). (Glezer et al, 2012)

Como a transformação de fases depende da temperatura e do fluxo térmico na sua aplicação, a deformação plástica das ligas $(\alpha+\beta)$ -Ti é afetada pela formação da fase α e pela formação de maclas e discordâncias na microestrutura. As maclas se formam na mesma orientação dos grãos α e direcionam a deformação com a distribuição das estruturas cristalinas da liga. (Ma et al, 2018)

As discordâncias são outro defeito cristalino presentes na liga Ti6Al4V e, quando submetidas a alta temperatura, fazem com que as discordâncias se movimentem com

maior velocidade devido à ativação térmica, que fornece energia para que elas superem os obstáculos. Em baixas temperaturas, no entanto, a deformação depende da densidade das discordâncias que, por sua vez, é função da deformação imposta à liga bem como da disponibilidade de planos de deslizamento dos cristais que fazem parte da microestrutura do metal. (Magalhães et al, 2014)

Em temperaturas criogênicas observa-se em alguns metais que os arranjos das discordâncias são mais uniformes, e seus deslocamentos ocorrem em planos cristalinos definidos. As deformações impostas em metais que se encontram nestas temperaturas induzem altas densidades de discordâncias, ou seja, são criadas em TC o que aumenta a resistência mecânica do metal. (Andrade et al, 2010) (Jawahir et al, 2016)

A liga Ti6Al4V ELI é uma liga $\alpha+\beta$ com 6% em massa de alumínio para estabilizar a fase α e 4% em massa de vanádio para estabilizar a fase β . Na temperatura ambiente a microestrutura de equilíbrio é formada principalmente de fase α (HC) com alguma fase β retida (CCC) (Fernandes et al, 2015)(Andrade et al, 2010). Devido à presença das duas estruturas cristalinas (HC e CCC), os mecanismos que comandam a deformação nesta liga são complexos e a deformação ocorre através da interface entre estes diferentes arranjos cristalinos que deve ser orientada pelo deslocamento das discordâncias, ou seja, as duas fases devem se arranjar de forma a coordenarem sua deformação. Como consequência desta complexidade, os mecanismos de deformação que induzem as alterações nas propriedades mecânicas da liga Ti6Al4V ainda são pouco conhecidos. (Andrade et al, 2010)

Para o caso da estrutura cristalina HC, do Ti como fornecido (Ti cp), as maclas e maclas múltiplas estão na orientação do eixo c da estrutura cristalina mostrado na figura 2-07, portanto relacionados com a direção normal e a transversa deste. As maclas atuam de forma significativa quando ocorre conformação do material porque acontece, neste caso, a deformação das estruturas cristalinas que causam a rotação da matriz cristalina e fragiliza a textura por induzirem mais orientações diferentes na estrutura. Quando há conformação, também ocorre redução das maclas na fração da estrutura, por causa de reformulação dos contornos de grão (Wang et al, 2018). Deformações não homogêneas causam nucleação preferencial onde existem deformações plásticas com grande intensidade, que são as regiões de grande energia acumulada, e a recristalização destas estruturas são compostas nestas regiões de orientação modificada pela conformação, que é resultado de um complexo processo de formação cristalina e estará sempre no plano basal. A falta desta orientação bem definida induz divergências nos contornos dos

subgrãos, maclas por compressão e maclas por tensão, que também induz o surgimento de reorientação nestes grãos em direção transversa, ou quase transversa, aos planos cristalinos. Na ocorrência de redução dimensional não muito intensa através da conformação, a textura não basal é induzida pelo aparecimento de maclas e uma grande fração daquela textura não transversa aparece. (Wang et al, 2013)

Outro fator impactante na criogenia dos metais é a sensibilidade à taxa de deformação que alguns elementos podem apresentar. Esta taxa influencia na quantidade de energia necessária para a deformação plástica dos materiais, pelo efeito nas interações das discordâncias de contornos de grão, chamada sensibilidade à taxa de deformação, e à diminuição de volume do material. (An et al, 2016)

Quando a liga Ti6Al4V foi submetida a 0 °C observou-se que o mecanismo de deformação dominante na fase α é o movimento das discordâncias, já na fase β é a formação de maclas. No entanto, quando a -150 °C, tanto na fase α quanto na fase β , as deformações parecem ser comandadas quase exclusivamente pelas maclas e este efeito sugere que uma densidade inicial de discordâncias é necessária para o início na formação de maclas, mesmo quando ocorre baixa taxa de deformação (Dong et al, 2007). Quando tem início a formação de maclas, ocorre a continuidade na sua incidência sugerindo que, se não existir um número suficiente de discordâncias disponíveis, outro mecanismo de deformação será acionado, mas ainda existe carência de conhecimentos relacionado às alterações microestruturais que comandam as características mecânicas da liga Ti6Al4V, quando submetida ao TC. (Florando et al, 2016)

2.4 MECANISMOS DE DEFORMAÇÃO

O comportamento das deformações na liga de Ti6Al4V é comandado pela fase dominante da liga. Já as fases com menor incidência podem ser negligenciadas sob o aspecto de efeito total, uma vez que sua contribuição nesta reestruturação é muito pequena, quando comparado ao sistema global da liga. Os principais mecanismos de deformação dos planos cristalinos gerados na deformação da liga Ti6Al4V são a formação e o movimento de discordâncias, bem como a formação de maclas. (Ahmadian et al, 2017)

Sabe-se que nos metais policristalinos a resistência mecânica e a tenacidade à fratura são relacionadas com a mobilidade das discordâncias, e a deformação plástica

ocorre em planos de deslizamento preferenciais que dependem da estrutura cristalina do metal. Embora se saiba que a mobilidade de uma dada discordância depende da sua orientação no cristal, o modo como este fato interfere na plasticidade do cristal ainda não é completamente entendido, mas é sabido que os deslocamentos das discordâncias governam a deformação dos metais que dependem da taxa de deformação imposta. Com determinadas tensões aplicadas, as discordâncias se movem com alguma resistência na microestrutura do metal e o modo como se acumulam determina a deformação nestes metais. (Jawahir et al, 2016) (Kang et al, 2012) (Wu et al, 2016)

A taxa de deformação, multiplicação ou destruição das discordâncias é resultado da recuperação dinâmica das estruturas cristalinas, e é relacionada com a capacidade de suportar a deformação plástica, nos seus diferentes estágios de tratamento e deformação, ao qual a liga é submetida. Durante a deformação plástica ocorrem barreiras contra a propagação das discordâncias geradas e, mesmo que a recuperação seja facilitada pela quantidade de grãos e seus contornos, ela depende da fração volumétrica e da orientação dos grãos principais na microestrutura do material. (Ahmadian et al, 2017)

Durante processos de deformação mecânica, a orientação do grão que tem fase α , é promovido pelo sentido da deformação. No entanto, quando a deformação atinge o contorno do grão, ocorre uma mudança da orientação, o que causa modificação das características de tensão sobre as estruturas cristalinas. Fica claro que cada grão obedecerá a sua matriz de orientação, ocasionada pela deformação imposta, e que promoverá as suas características sob o efeito da aplicação da deformação. Estes sistemas de deslizamento induzem o surgimento das maclas, que são necessárias para acomodarem grandes deformações ao longo dos eixos de deslizamento dos cristais (Ahmadian et al, 2017), provocando a ativação de outros sistemas de deslizamento (Zhou et al, 2019), e mecanismos de alívio de tensões, como o refinamento dos grãos. (Huang et al, 2019)

Maclas, representadas na figura 2-16, podem se formar em grande quantidade dependendo do mecanismo de cisalhamento desordenado que transita entre planos cristalinos diferenciados na estrutura de metais, como demonstrado na estrutura cristalina do magnésio. Este desordenamento das tensões promove o aparecimento de pequenas maclas duplas, em detrimento das grandes maclas únicas. Uma grande concentração delas é dependente dos planos de deformação, orientação atômica e das circunvizinhanças destas. Pode ocorrer pequenos desvios na sua formação, resultado da interação e do entrelaçamento acumulado das discordâncias ao redor da faixa de maclação, como mostra a figura 2-17. (Zhou et al, 2019)

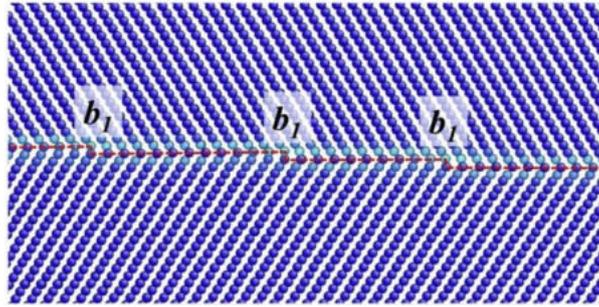


Fig. 2-16. Representação da formação de macla, onde b_1 é o deslocamento de um plano da linha do arranjo cristalino. (Adaptado de Gong et al, 2019)

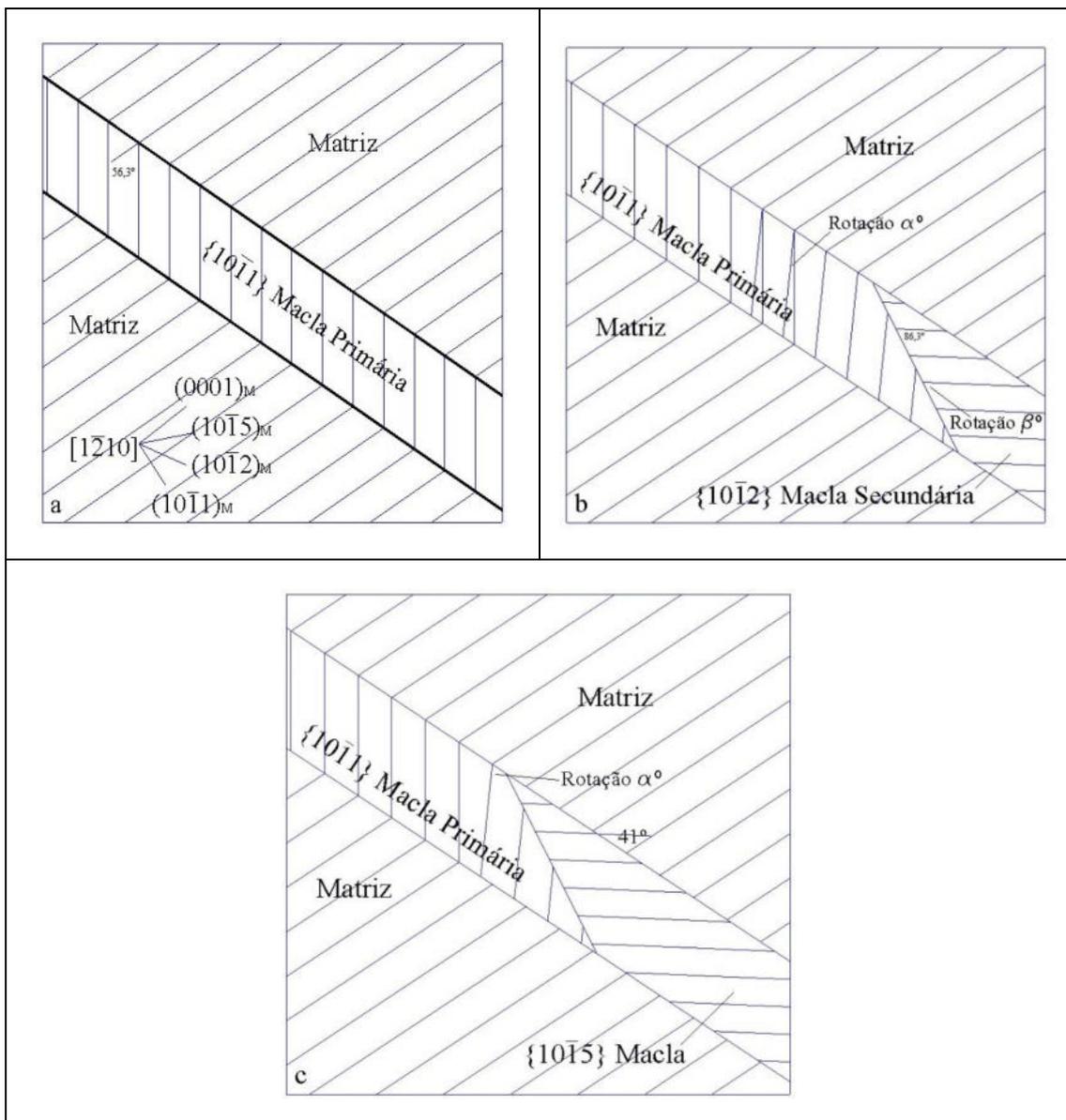


Fig. 2-17. Ilustração do mecanismo de formação de maclas a partir de uma macla primária (twin): a) formação primária de uma macla; b) rotação da macla formando uma macla secundária; c) a estabilização da macla adjacente. (Adaptado de Zhou et al, 2019)

Nas estruturas policristalinas as maclas ocorrem pela compressão imposta aos grãos e se a tensão de cisalhamento for severa o suficiente, induzirá deslocamentos na região dos contornos de grãos. Este efeito é decorrente do rearranjo das discordâncias na estrutura cristalina que reduz as tensões internas nos grãos através da disposição da orientação dos grãos, ou até mesmo a fragmentação destes. Formações adicionais também podem ocorrer pela absorção de energia contida nas maclas primárias, ocasionando a formação das secundárias, ou de duplicadas. Neste caso, a macla secundária não tem dependência estrutural da primária, demonstrado pela formação em ângulos sem referência entre si. (Zhou et al, 2019) (Huang et al, 2019)

Existem condições que impedem, ou dificultam, a formação de maclas nos metais e suas ligas. Estas condições foram relatadas como estando relacionadas à orientação da macla e à interferência das outras existentes. Também existe dificuldade na formação de maclas em grãos pequenos o que é de certa forma facilmente compreendido, uma vez que as forças rapidamente se dissipam para os contornos dos grãos, principalmente nas estruturas cristalinas HC e, finalmente, a rotação do padrão cristalino que forma uma descontinuidade das forças ocasionadas nos deslocamentos e deformação plástica da estrutura cristalina (Huang et al, 2019). Para que as maclas se formem, na fase α , é necessário que exista espaço cristalográfico suficientemente grande dentro dela, o que garante condição favorável para a sua ocorrência, como mostrado na figura 2-18 um exemplo na liga Ti6Al4V. (Ma et al, 2017)

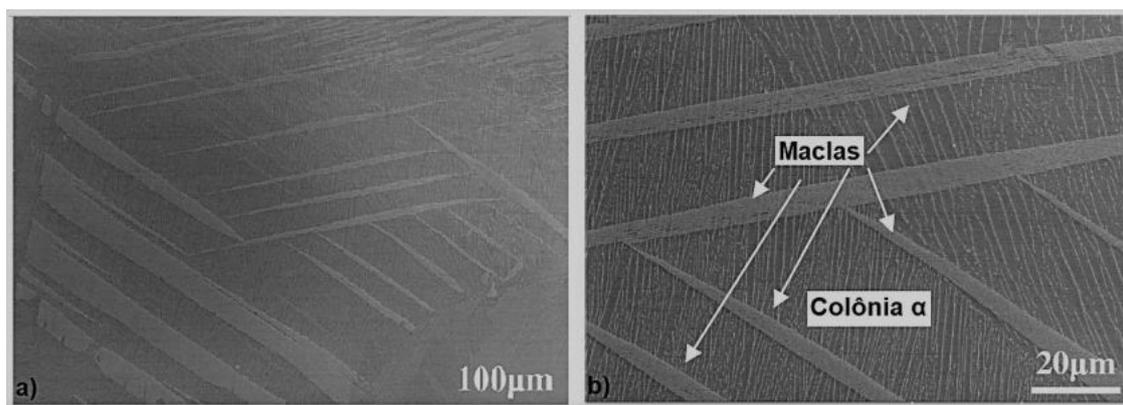


Fig. 2-18. Formação de maclas na liga Ti6Al4V: a) maclas claras formadas em lamelas grandes que atravessam as fases α e β ; b) morfologia típica de formação das maclas, que atravessam as estruturas de Widmanstätten. (Adaptado de Ma et al, 2017)

Diversos estudos têm sido realizados para se entender os efeitos das deformações impostas em sistemas anisotrópicos, que leva à deformação plástica das estruturas

cristalinas. Diferentes autores estudaram a relação da deformação e a formação de maclas e discordâncias na microestrutura dos metais. Comparando as estruturas CFC e CCC, existem evidências de que acontecem diferentes mecanismos de deslizamento entre estes cristais. No entanto, ficou claro para os autores que a formação de maclas é o mecanismo predominante na deformação plástica da estrutura CCC. (Kweon et al, 2017)

O movimento das discordâncias ocorre nos primeiros estágios da imposição da energia de deformação, no processo de deformação plástica. Estas discordâncias se acumulam preferencialmente nos contornos de grãos, o que resulta na indução de formação de grandes ângulos nestas regiões. (Huang et al, 2019)

Nas ligas de Ti, durante a deformação, ocorre a competição entre a multiplicação e aniquilação das discordâncias. Algumas áreas intergranulares contêm diferentes concentrações de grãos da fase β , o que afeta a morfologia e a orientação cristalográfica da fase α secundária naquela região. O precipitado desta fase secundária é controlado pela energia na interface entre ela e a fase β e foi demonstrado que nesta região, onde coexistem estruturas cristalinas HC e CCC, a energia de discordância total é mais baixa. O deslocamento das discordâncias pode, ainda, gerar nucleação da fase α secundária pela aceleração da cinética de formação entre as fases β e α , que dependerá da orientação cristalográfica das fases β adjacentes para a sua nucleação preferencial e, muitas vezes, formando lamelas menores do que aquelas observadas nas estruturas de Widmanstätten. (Wang et al, 2013)

2.5 NANOINDENTAÇÃO

Um método potencialmente eficiente para a determinação das propriedades mecânicas localizadas em superfície de materiais foi experimentado, conforme a norma ASTM (ASTM E384-99). Seus resultados foram a apresentação de mapas de dureza, através dos quais se pode fazer uma relação com os detalhes da microestrutura do material. Esta microestrutura depende da constituição das fases do material em um determinado ponto da superfície da amostra, o que pode ser submetido à nanoindentação e proporciona a leitura de valores que relacionam às fases do material, em escala muito pequena. Neste procedimento, a dureza e o módulo de elasticidade podem ser calculados pela indentação, cujos resultados podem ser comparados com os resultados aplicados por diferentes métodos utilizados para a sua determinação. Como a nanoindentação é um

método aplicado em micro e nano escalas da superfície do material em análise, esta deverá estar nas condições adequadas para que as pontas de indentaç o tenham bom desempenho de funç o, exigindo que a superf cie seja polida. (Gee et al, 1996)

A nanoindentaç o  , normalmente, utilizada para medir camadas finas depositadas sobre substratos est veis. Quando   desejado verificar as propriedades mec nicas da camada, ou de uma pea de pouca espessura, um indentador   forado sobre a superf cie do material, penetrando uma ponta que promover  deformaç o na superf cie em an lise. Esta penetraç o, conforme se observa na figura 2-19, provoca a deformaç o da superf cie, sendo ent o relaxada para que os valores sejam lidos pelo equipamento (ASTM E2546-15).

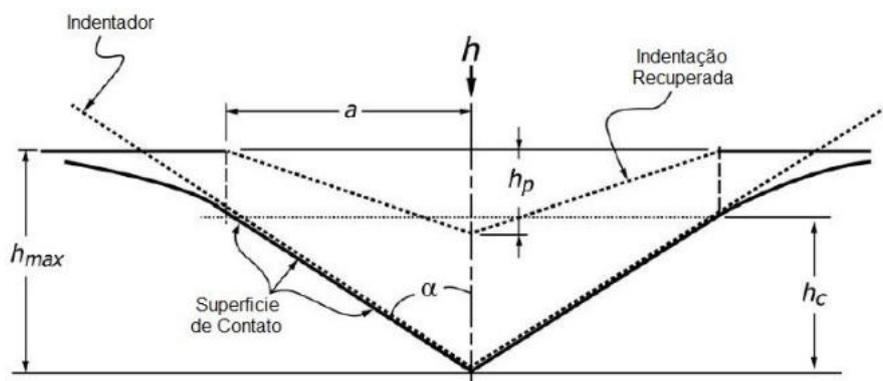


Fig. 2-19. Desenho esquem tico do corte de uma indentaç o, que mostra a penetraç o do indentador e as medidas correspondentes (adaptado de ASTM E2546-15).

Exposto na figura 2-20, est o as curvas referentes   deformaç o pl stica e ao relaxamento da deformaç o el stica para um material. Nos gr ficos e tabelas gerados pelo equipamento, tiram-se dados como dureza (H) e m dulo de elasticidade (E) que ser o utilizados para c lculos de outras propriedades mec nicas do material sob an lise (ASTM E2546-15).

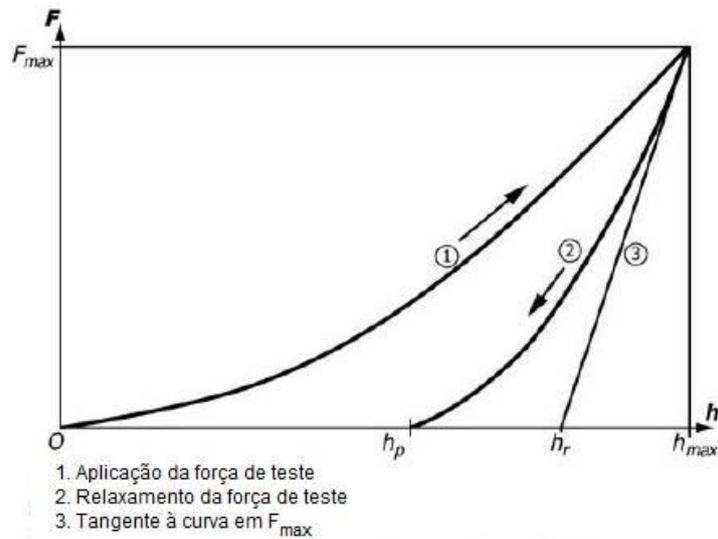


Fig. 2-20. Desenho esquematizado de gráfico que mostra as curvas de deformação elástica e plástica de um material. (adaptado de ASTM E2546-15)

Como o equipamento executa leitura dos pontos, com distância diminuta entre cada um deles, a quantidade de pontos será grande e o mapa exibido corresponderá a uma pequena área da superfície da amostra. Se houver uma grande variação nos resultados, é muito provável que a separação dos pontos de indentação foi muito grande, o que exige nova definição da distância entre os pontos. Para os materiais compostos ou muito macios (caso dos polímeros) um resultado mais adequado será obtido se for escolhido o método de penetração final constante, ao invés da carga final. Como resultado dos cuidados na definição inicial do ensaio, conclui-se que o procedimento pode ser utilizado para identificar diferentes fases do material na sua superfície e o módulo de elasticidade pode ser calculado com este método através do mapeamento dos resultados de indentação da superfície da amostra. (Gee et al, 1996)

Na mesma linha de determinação através deste método, foi determinado que a morfologia da indentação aplicada sobre um metal, depende das propriedades mecânicas deste material, sendo o expoente de dureza e o módulo de elasticidade calculados por estes métodos e, também, por simulação numérica. A quantidade de elevação da borda e a profundidade da penetração, representados na Figura 2-21, dependem da relação da profundidade máxima da indentação e das propriedades mecânicas do material. Através do índice morfológico da indentação, da elevação da borda (Pile-up) e da profundidade de indentação (Sink-in) é possível calcular, pela simulação, os valores, desde que atendidas determinadas restrições teóricas. (Pintaude et al, 2014)

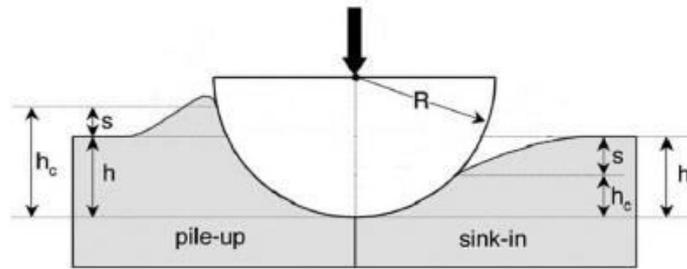


Fig. 2-21. Desenho esquematizado em corte que mostra a morfologia da borda de uma indentação com ponta de esfera, em um material. (adaptado de Pintaude et al, 2014)

Experimentos de indentação foram conduzidos a fim de demonstrar que existe a relação entre a profundidade de indentação, a morfologia da borda da indentação e as propriedades mecânicas do material. Várias foram, inclusive, demonstradas por métodos numéricos e elementos finitos, que confirmaram a teoria com bastante aproximação. módulo de elasticidade (E) e a tensão de escoamento (σ_y) estão relacionadas à dureza e podem ser calculadas no regime plástico por este método. (Hernot et al, 2006)

Esta relação entre deformação na indentação e as propriedades mecânicas são demonstradas com a deformação ocorrida no processo, juntamente com a avaliação da morfologia desta deformação demonstrado com a relação entre o raio do indentador e do contato, juntamente com a profundidade máxima de indentação. (Hernot et al, 2006)

A tensão em um material pode ser calculada através de expressão matemática que relaciona o coeficiente de resistência (K) do material, a deformação real (ϵ) na indentação e o expoente de endurecimento na deformação (n). O método apresentado na norma ASTM E646-16 torna possível calcular o n através da aplicação de deformação constante a um corpo de prova, enquanto são monitoradas a tensão e a própria deformação. A área da sessão transversal é calculada (assumindo-a constante) na região plástica e a equação permite a determinação dos dados. Este ensaio deve ser efetuado em um equipamento de ensaio de tração e efetuado conforme a norma ASTM E8/E8M.

$$\sigma = K \cdot \epsilon^n$$

Onde:

σ – Tensão normal à superfície

K – Coeficiente de resistência

ϵ – Deformação real do material após indentação

n – Expoente de endurecimento da deformação (constante para cada material)

Com esta equação foi proposta uma metodologia simples, em indentação com uso de esfera, que facilita a identificação da morfologia na borda da indentação. (Hernot et al, 2006)

Para o caso da liga AA1350, o estudo corrobora com um dos modelos propostos e indica que os métodos experimentais e teóricos são compatíveis, o que permite a utilização para a mesma finalidade. Este método para determinação de σ_y e E são bastante sensíveis à microestrutura do material, proporcionando uma boa aproximação na avaliação dos resultados, bastando que seja selecionado o método mais adequado para o material em análise. Notadamente é possível, com este procedimento, determinar a orientação e constituição de cada fase, bem como os contornos de grãos da estrutura do material e, por que não, se há em algum ponto avaliado. (Pintaude et al, 2014)

Pontas de teste para indentação podem ser de diferentes modelos. Existem a esfera, a cônica, a piramidal Vickers e a piramidal Berkovich e cada um dos modelos apresenta suas próprias vantagens e desvantagens. As mais importantes para a indentação de substratos duros e filmes finos são a Vickers e a Berkovich. Como se observa na figura 2-22, a Vickers é uma pirâmide formada por 4 lados e ângulo de 136° no seu vértice e sua ponta deve ser a mais fina possível, embora sempre exista uma linha de junção das faces da pirâmide no seu vértice. A Berkovich é uma pirâmide de 3 lados, com ângulo de vértice com 65° e não apresenta linha de junção, por causa de sua geometria.

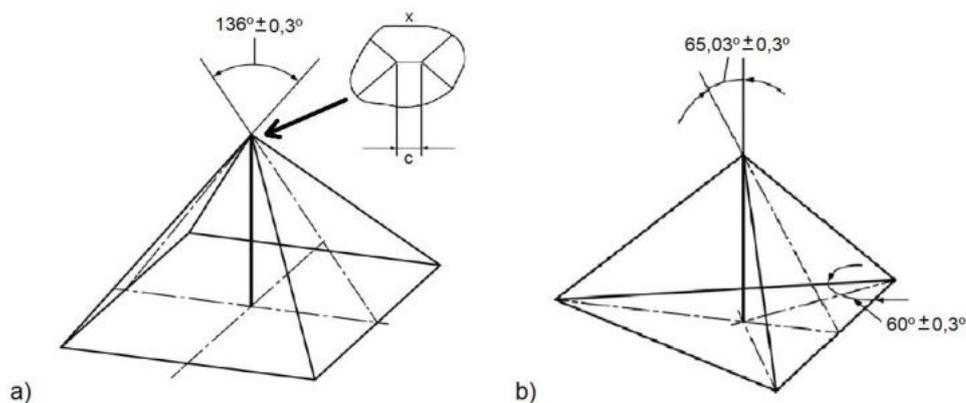
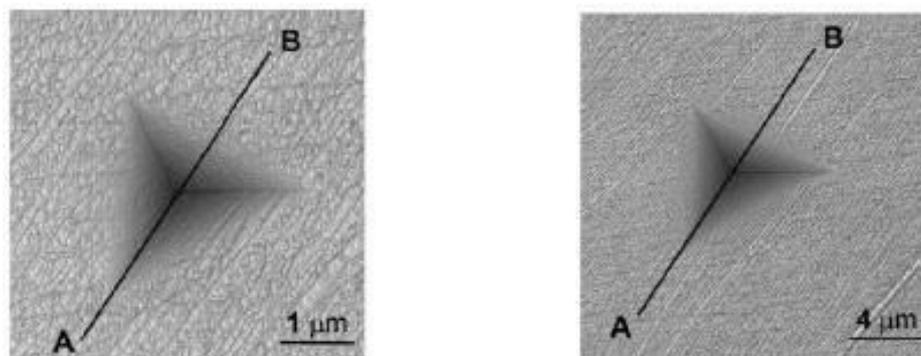


Figura 2-22. Desenho esquematizado das pontas para indentação aplicadas aos materiais de filme fino e de alta dureza. a) a pirâmide Vickers com o detalhe da linha de junção formada e b) a pirâmide Berkovich. (adaptado de ASTM E2546-15)

A figura 2-23 mostra uma imagem de nanoindentação com indentador utilizando uma ponta de Berkovich, onde é possível visualizar claramente a marca da indentação sobre um material. Note a simetria da marca deixada e o tamanho, que depende da força de indentação utilizada e do material que sofreu a indentação.



a) b)
Figura 2-23. Imagem da marca de indentação com um indentador Berkovich sobre um cristal único de cobre. Em a) com $P = 3,75\text{mN}$, em b) com $P = 25\text{ mN}$. (adaptado de Milman et al, 2011)

O tamanho da indentação produzida na peça é fundamental para a determinação das propriedades mecânicas do material. Este parâmetro ordena tanto ao incremento da dureza, quanto ao decréscimo da plasticidade. Uma carga qualquer (P) estabelece um deslocamento do indentador (h) estabelecendo uma dependência na força de indentação. Quanto menor for a escala da ponta de penetração do indentador, por efeito escala, menor será a dependência do endurecimento do substrato à força aplicada. Por este motivo, os indentadores com extremidade em forma de pirâmide têm sido utilizados com mais frequência, nos indentadores com este formato, as fraturas macroscópicas são ausentes e, por este motivo, estes ensaios são considerados livres do efeito escala, e sem influência de fraturas no processo de indentação. Os modelos apresentados são válidos para uma primeira aproximação e podem ocorrer divergências entre os materiais cristalinos e policristalinos. Estes modelos consideram que o trabalho nas discordâncias diminui ao longo da movimentação destas discordâncias, quando utilizada a indentação com tamanho reduzido. (Milman et al, 2011)

Entre outros fatores, há a sensibilidade do teste quanto à profundidade da indentação. É sabido que ocorre a penetração da ponta do indentador na peça e para os substratos finos (filmes ou peças de pequena espessura) a profundidade é de grande importância para se manter a fidelidade dos resultados das propriedades mecânicas calculadas no Indentador. Através da simulação por elementos finitos também é possível obter os valores para as propriedades mecânicas, embora os modelos devam ser validados

por ensaios de indentação. Para estes casos de filmes finos, utiliza-se o método de leitura por pressão contínua (Continuous Stiffness Measurement - CSM), através do qual se aplica uma pequena oscilação na força em alta frequência, que atinge profundidade máxima de 1000 nm, sendo o seu efeito uma deformação que depende do tempo, como a viscoelástica ou a fluência. Quanto maior é a força imposta, maiores serão a deformação elástica e plástica. (Zhang et al, 2004)

A indentação acontece em três níveis principais, dependentes das propriedades dos materiais a serem submetidos à indentação. A primeira etapa tem lugar na região puramente elástica, que tem valores baixos de deformação e de aplicação da força de indentação. A segunda etapa está na região onde coexistem a deformação elástica e a plástica, que tem igual magnitude de força e deformação. A terceira etapa ocorre na região de deformação plástica, embora mantenha correlação entre a deformação elástica e plástica. Estes estudos foram considerados como sendo, sempre, a aplicação de força unidirecional, e que o substrato apresenta deformação plástica residual, quando terminada a aplicação da força do ensaio. (Larsson, 2004)

A expressão, então proposta como modelo para demonstrar a influência da força de indentação (P), relacionada a penetração da ponta do indentador com a expressão matemáticas que podem ser utilizadas quando a ponta do indentador é menor que o tamanho de um grão do material, para materiais policristalinos. (Larsson et al, 2017)

$$P = k.(h/h_0)^m$$

Onde:

P – Força de indentação

k – constante

h_0 – deslocamento no indentador (geralmente 1)

m – expoente (geralmente menor que 2)

O uso da indentação em um substrato metálico com deformação plástica demonstra que a equação anterior é válida, considerando as características da ponta de indentação. (Larsson et al, 2017)(Mata et al, 2003)

Outro cálculo utilizado para determinar a tensão de escoamento do material em análise, é o cálculo através da dureza do substrato, indicado pela equação: (Mata et al, 2003)

$$H = c \cdot \sigma_y$$

Onde:

H – Dureza do substrato

c – Constante dependente da geometria do indentador

σ_y – Tensão de escoamento do substrato

A constante c representada pode ser calculada através da equação:

$$c^2 = A/A_{nom}$$

Onde:

A – área projetada da área de contato da indentação

A_{nom} – área nominal projetada de contato quando desconsiderados o Pile-up e o Sink-in. (Larsson et al, 2017)

A nanoindentação é um procedimento de extrema precisão, sob o aspecto de acabamento superficial, uma vez que a rugosidade afeta diretamente o contato da ponta do indentador ao substrato. (Pintaude et al, 2014)

2.6 REDE DE BRAGG E A FIBRA ÓTICA

A Lei de Bragg tem sua fundamentação no comprimento de onda de uma radiação incidente (raios-x, luz polarizada ou laser) sobre uma estrutura cristalina e refletida pelos seus planos cristalinos. O cálculo da diferença entre o comprimento da onda incidente e da onda refletida permite identificar o ângulo e a distância entre planos cristalinos do substrato (Cazo et al, 2000)(James et al, 2002), importante conceito para a física dos materiais e base dos equipamentos DRX.

As redes de Bragg em fibras óticas (FBG: *Fiber Bragg Grating*) são estruturas periódicas produzidas por alteração do índice de refração no núcleo da fibra ótica, ao longo do seu eixo de propagação (figura 2-24). As FBGs encontram inúmeras aplicações envolvendo desde o sensoriamento até a filtragem ótica. (Othonos et al, 2000)

A FBG é caracterizada pelo acoplamento da radiação incidente do modo propagante para o modo contrapropagante dentro do núcleo, em uma reduzida faixa de comprimentos de onda. O conceito de identificação dos deslocamentos do pico de reflexão em comprimento

de onda (comprimento de onda de Bragg (λ_B)), quando aplicado na fibra ótica (FO), mostra o seu potencial nas aplicações em sensoriamento com grande resolução e pequenas dimensões para forças estáticas e dinâmicas com domínio temporal e espacial. (Cazo et al, 2000)(Latka et al, 2009)(Zhou et al, 2009)

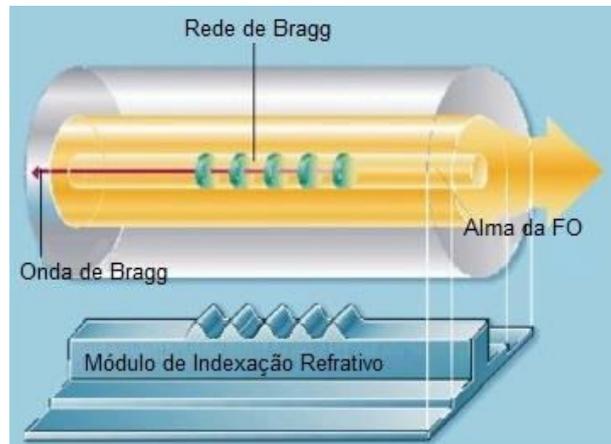


Fig. 2-24. Esquema simplificado de Rede de Bragg na alma de uma FO. (Adaptado de Latka et al, 2009)

Diversas técnicas podem ser utilizadas para gravação de FBG como a técnica de iluminação direta por máscara de fase, a técnica de interferometria, e a técnica que associa a máscara de fase e a interferometria. A figura 2-25 (Fiorin et al, 2017) mostra a técnica de gravação por máscara de fase, onde ocorre a iluminação direta de uma máscara de fase como veículo de gravação, sendo utilizado como elemento ótico de difração a máscara de fase, gerando um padrão interferométrico que define a modulação espacial no índice de refração do núcleo da fibra ótica. Pela máscara de fase ocorre a seleção da intensidade mínima da ordem zero difratada e a intensidade máxima das ordens +1 e -1 do feixe difratado (Kashyap, 2009).

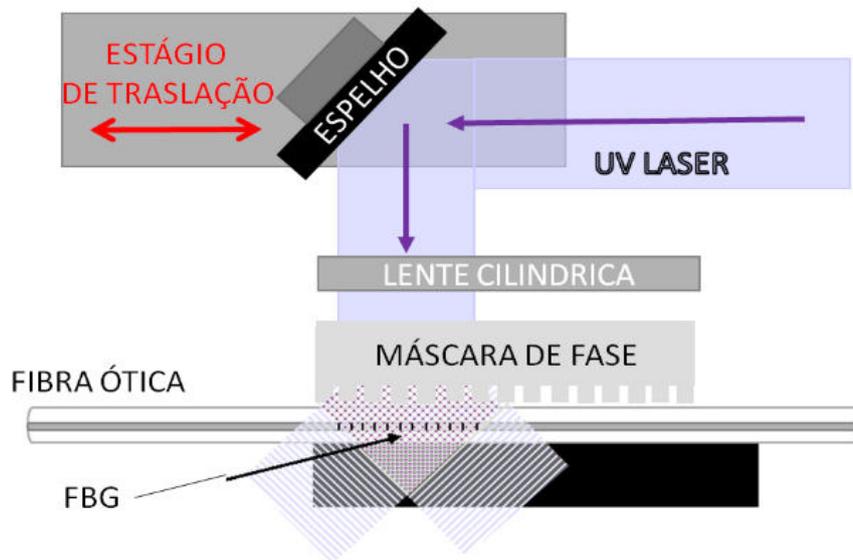


Fig. 2-25. Esquema simplificado de gravação da Rede de Bragg por máscara de fase (Adaptado de Fiorin, 2017)

Visto que um padrão interferométrico de franjas no campo próximo é criado, menciona-se que os feixes combinados são nas ordens de $m = +1$ e $m = -1$ da difração. As franjas obtidas neste padrão têm periodicidade Λ , ou seja, correspondem à metade do período da máscara de fase, portanto a modulação no índice de refração do núcleo da FO é produzida pelo padrão de interferência da máscara dados por Λ_{pm} conforme equação que segue (Kashyap, 2009):

$$\Lambda = \frac{\lambda_{UV}}{2 \sin\left(\frac{\theta_m}{2}\right)} = \frac{\Lambda_{pm}}{2}$$

onde λ_{UV} é o comprimento de onda do laser de incidência no UV e o θ_m é o ângulo formado pela difração da luz na máscara de fase.

Na utilização da FBG como um sensor, a mesma pode ser acoplada a um Interrogador (que é um instrumento ótico-eletrônico para medições dos dados coletados), que emite um sinal com comprimento de onda conhecido. (Barbosa et al, 2000)

Para a utilização da FBG como sensor de deformação, a Rede de Bragg sofre alterações dimensionais e ocorrerá um deslocamento do comprimento de pico de Bragg para diferentes comprimentos de onda. Esta diferença, fornecerá a deformação em [nm] do sensor de deformação, como mostrado da figura 2-26. (Du et al, 1999)

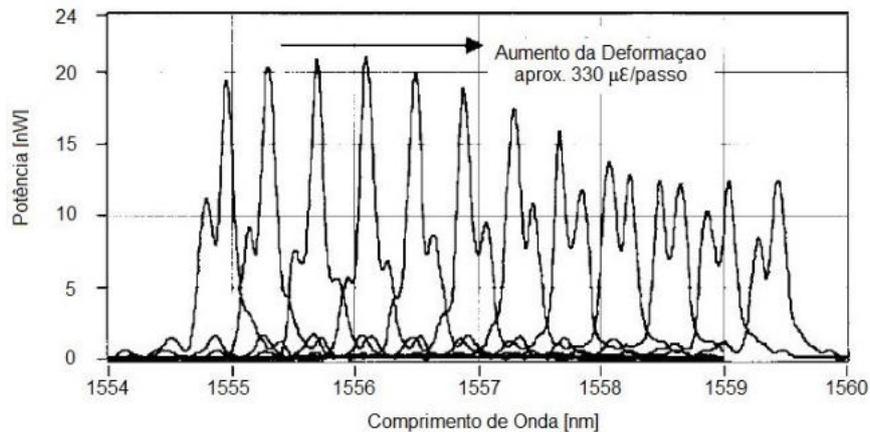


Fig. 2-26. Apresentação do resultado de um experimento que mostra a variação dos picos de comprimentos de onda ao longo da deformação da Rede de Bragg. (Adaptado de Du et al, 1999)

A diferença de modulação entre a leitura inicial e a leitura final do comprimento de pico possibilitara o cálculo da deformação sofrido pela FBG naquele ponto. (Du et al, 1999)(Latka et al, 2009)(Fiorin et al, 2017)(Barbosa et al, 2000)

De modo simplificado, um sinal de banda larga enviada na FBG pelo interrogador, deslocando-se até a região onde está a Rede de Bragg. Na Rede de Bragg, alguns raios são refletidos por cada uma das alterações do índice de refração formando um conjunto com modulações diferentes, de acordo com a Lei de Bragg, e outros continuam a propagação. Quando a FBG é submetida a alguma deformação as distâncias entre os pontos da Rede de Bragg é alterada, para mais ou para menos, e os raios de energia são refletidos com modulação específica (Rajini-Kumar et al, 2008). Quando os sinais de retorno chegam à origem, as fases de cada um estarão diferentes do modelo padrão inicialmente, com as diferenças de fases entre as ondas torna-se possível calcular as fases sem e com deformação, como apresentado na figura 2-27. (Mizunami et al, 2001)(Wei et al, 2008)

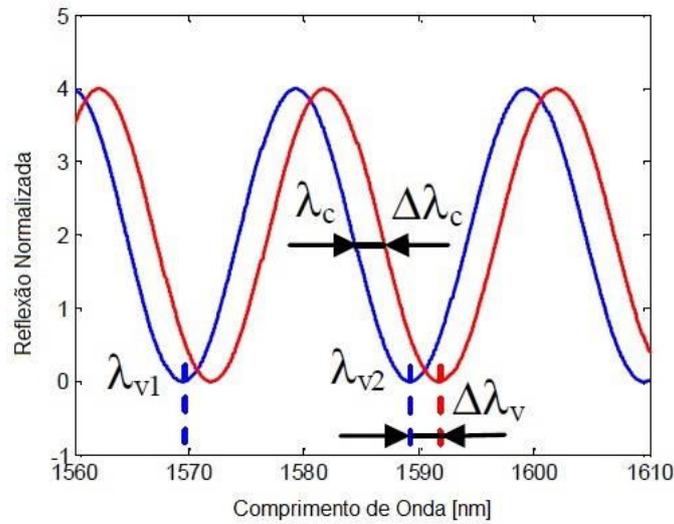


Fig. 2-27. Esquema simplificado mostrando uma onda refletida em dois momentos na Rede de Bragg. Na cor azul a onda sem deformação e a vermelha a onda com deformação da FO. O $\Delta\lambda$ indica a defasagem ocorrida pela deformação da FO na Rede de Bragg (Adaptado de Wei et al, 2008).

A diferença de fase Γ pode ser calculada pela equação:

$$\Gamma = \left(2 \frac{2\pi n_{eff}}{\lambda} \right) - \left(\frac{2\pi}{\Lambda} \right)$$

onde λ é o comprimento de onda da banda espectral e Λ é o período da rede.

Para modos idênticos de propagação e contra propagação, a Equação acima pode ser simplificada para a condição de Bragg de primeira ordem, que é o comprimento de onda de ressonância da rede de Bragg, λ_B :

$$\lambda_B = 2n_{eff}\Lambda$$

sendo λ_B é o comprimento de onda de Bragg e n_{eff} é o índice de refração efetivo do núcleo da fibra.

Pesquisas foram desenvolvidas com a FBG em temperatura criogênica, com submissão de diferentes substratos e fixações das fibras (Miguel-Soto et al, 2017), mostrando a precisão que a FBG oferece no sensoriamento em aplicações em temperatura criogênica. (Gupta et al, 1996)(Ecke et al, 2007)

3. METODOLOGIA

3.1 ENSAIO PILOTO POR LAMINAÇÃO

Este ensaio piloto de laminação foi executado sem a determinação exata da taxa de deformação a ser aplicada ao CdP em barras, mas experimentalmente foi imposta uma deformação de 1,0 mm para cada passe na laminadora a título de experimentação do processo de criogenia. Como resultado das deformações sucessivas dos CdP recozidos, no terceiro passe houve o rompimento destes, no sentido paralelo à laminação, indicando que a deformação imposta foi além do limite suportável pelo material. A figura 3-01 mostra um dos CdP rompidos.



a)

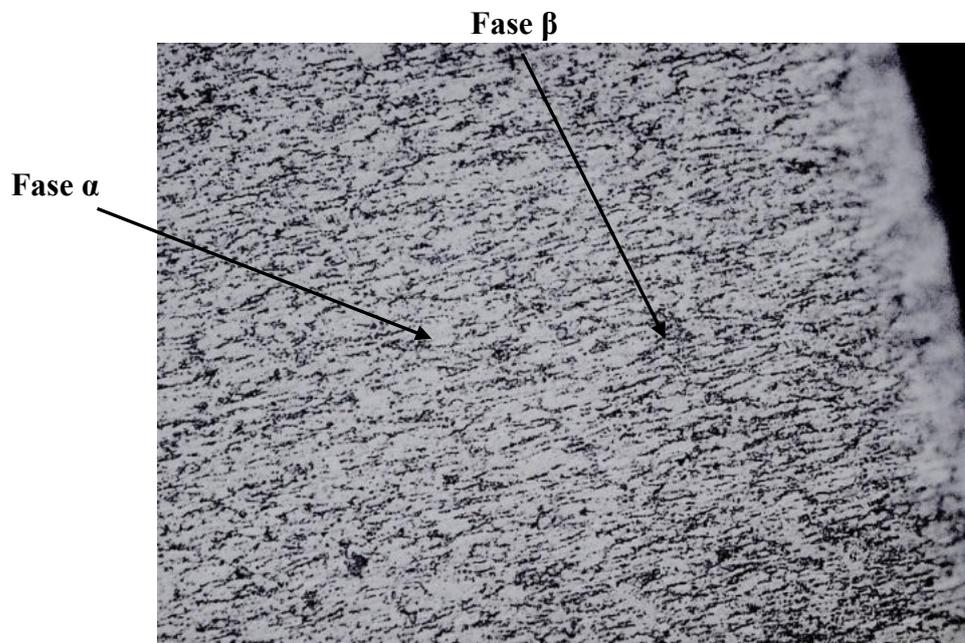
b)

Fig. 3-01. CdP pós laminação: a) vista externa CdP recém laminado e b) vista interna do CdP. (Fonte: o autor)

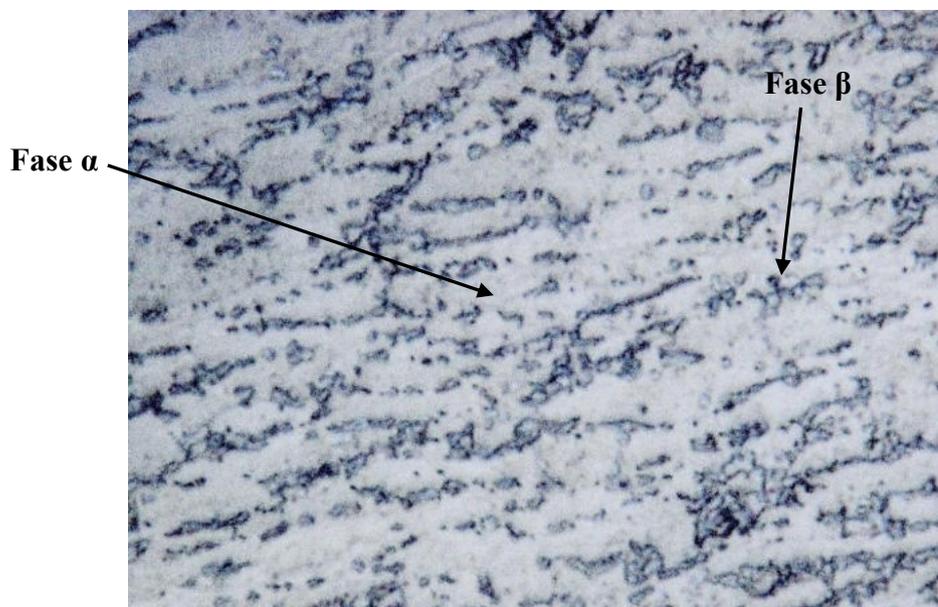
Observando o CdP preparado para a microscopia, pode-se observar que existe heterogeneidade microestrutural na peça quando comparado dois CdP diferentes. Na figura 3-02 observa-se a microestrutura revelada do CdP 12 e na figura 3-03 do CdP 13, ambos após a submersão rápida em N₂L e posterior laminação. Em ambas as imagens se observa uma fase clara que é a fase α e uma fase escura, que é a formação da fase β (Fernandes et al, 2015).

Na figura 3-02a o campo analisado está próximo à superfície do CdP 12, onde é possível observar que a microestrutura formada tem maior concentração da fase β

lamelar, reduzindo a sua concentração ao longo do CdP para o seu interior. Em 3-02b é observado com mais detalhes a formação lamelar da fase β , que apresenta ainda glóbulos de diversos tamanhos.



a)



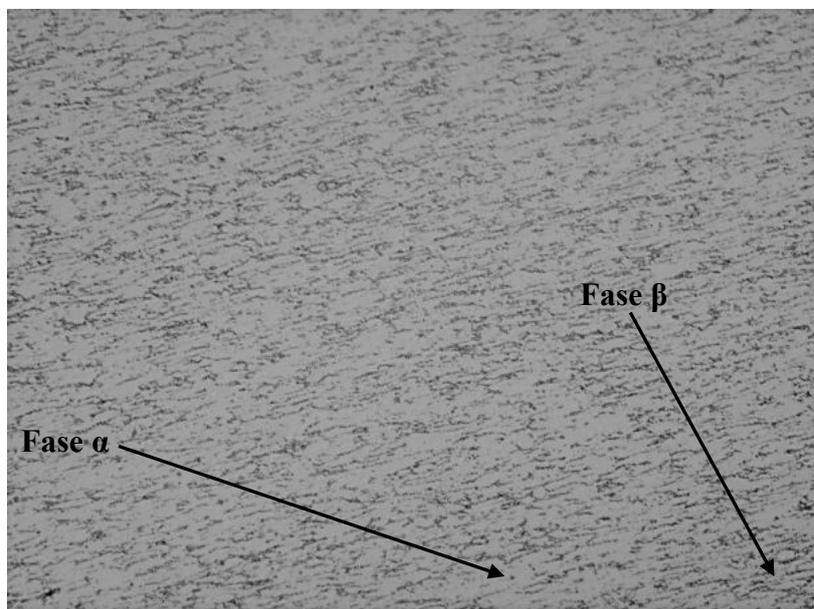
b)

Fig. 3-02. Imagens de MO do CdP 12 após ataque com solução de Kroll: a) imagem com ampliação de 500x; b) imagem com ampliação de 2500x. (Fonte: o autor)

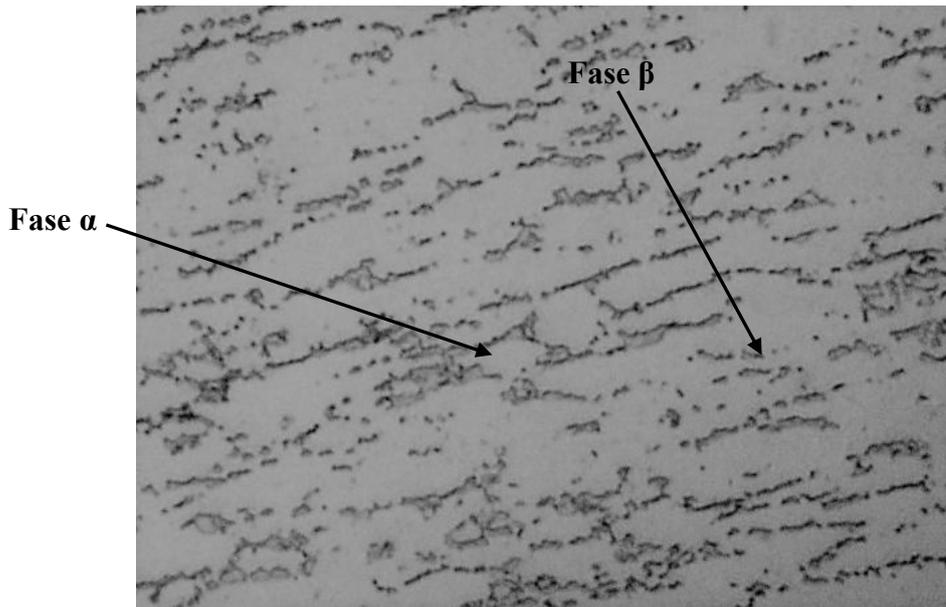
O processo de recozimento foi realizado para a homogeneização da microestrutura da liga Ti4Al4V ELI. Assim, esperava-se que as imagens do MO mostrasse uma

distribuição homogênea das fases α e β . No entanto, percebe-se que a distribuição próxima à superfície do CdP recebeu maior influência do tratamento externo, ou seja, da troca térmica que ocorreu durante a imersão do CdP 12 no N2L, do que o interior da peça, indicando que o tempo em criogenia não foi suficiente para homogeneizar a microestrutura. Desta forma, como as características microestruturais são diretamente relacionadas com as propriedades mecânicas da liga, as tensões residuais induzidas pela imersão no N2L impediram a deformação por laminação além do terceiro passe.

Na figura 3-03, imagens obtidas em um campo central da amostra do CdP 13, é possível observar que a distribuição de fases da microestrutura é mais uniforme, quando comparada àquela da figura 3-02. A boa dispersão da fase β na fase α mostra que o fluxo térmico durante o recozimento se comportou de forma constante e homogêneo, com tempo suficiente para que a dinâmica da formação das fases tornasse-a equilibrada e com isso, o arranjo das fases se fizesse de forma balanceada. A fase β apresenta lamelas bem distribuídas e com tamanhos aproximadamente iguais. No entanto, na figura 3-03, ao contrário da figura 3-02, observa-se que a concentração de fase β é menor. A maior concentração da fase α , aumenta a resistência mecânica da liga, tornando-a mais frágil.



a)



b)

Fig. 3-03. Imagens de MO do CdP 13 após ataque com solução de Kroll: a) imagem com ampliação de 500x; b) imagem com ampliação de 2500x (Fonte: o autor)

O ensaio de laminação com os CdP cilíndricos e com TP de 3 min, mostrou severidade de deformação acima da capacidade do material, resultando na ruptura do CdP recozido, eliminando a possibilidade de uso deste modelo mostrar que o TC aumenta a capacidade de deformação da liga, o que demonstra aumento na deformação plástica e, portanto, melhora na capacidade de conformação da liga. (Gu et al, 1014a)

Apesar da falha no processo de laminação do CdP, o ensaio forneceu informações importantes sobre a alteração das estruturas das fases α e β da liga Ti6Al4V quando submetida ao TC, e que 3 min em imersão no N2L não são suficientes para a homogeneização da microestrutura para CdP com as dimensões dos tarugos. Estas evidências motivaram a continuidade da pesquisa.

Portanto, uma vez determinada a impossibilidade da fabricação das chapas pela laminação da barra, este procedimento foi abandonado.

3.2 ETR PILOTO - CDP 1,6 MM

Com o insucesso do experimento de laminação, foi realizado um experimento piloto de TC e ensaio de tração com CdP com as dimensões definidas na figura 4-01 cortados a partir de chapa com 1,6 mm de espessura. Este piloto teve o objetivo de

conhecer o procedimento, verificar os dispositivos e equipamentos necessários, bem como reconhecer as dificuldades.

Foram separados 30 CdP para este estudo, 3 para cada um dos 5 CdP submetidos ao TP (3 min) em TC e da mesma forma para os CdP sem TC (como fornecido - CF), passando todos eles pelo ETr. As tabelas 3-01 e 3-02 apresentam os resultados médios obtidos no ensaio piloto, sendo que os CdP de 2 a 6 estavam em na temperatura ambiente (CF) e os de 7 a 11 foram submetidos ao TC. A área da seção transversal dos CdP corrigida para o ensaio no equipamento foi de $A = 7,62 \text{ mm}^2$.

Tabela 3-01. Resultados médios do ensaio piloto dos CdP, na liga Ti6Al4V ELI, sem TC.

CdP #	[Mpa]			%			[GPa]
	σ_{esc}	σ_{max}	σ_{rupt}	ϵ_{esc}	ϵ_{max}	ϵ_{rupt}	E
2	593,70	742,65	631,23	0,044	0,129	0,274	134,93
3	587,40	741,34	643,70	0,042	0,138	0,282	139,86
4	599,87	741,73	618,64	0,044	0,138	0,286	136,33
5	537,40	741,86	637,40	0,041	0,136	0,280	131,07
6	574,93	734,25	637,40	0,042	0,138	0,283	136,89
Média	578,66	740,37	633,67	0,043	0,136	0,281	135,82
Desv. Pad	24,84	3,45	9,49	0,001	0,004	0,004	3,20

Fonte: o autor

Tabela 3-02. Resultados médios do ensaio piloto dos CdP, na liga Ti6Al4V ELI, com TC e TP de 3 min.

CdP #	[Mpa]			%			[GPa]
	σ_{esc}	σ_{max}	σ_{rupt}	ϵ_{esc}	ϵ_{max}	ϵ_{rupt}	E
7	524,93	738,32	612,49	0,041	0,136	0,293	128,03
8	521,78	736,75	615,49	0,040	0,136	0,291	130,45
9	500,00	734,12	621,78	0,040	0,138	0,311	125,00
10	587,40	733,20	624,93	0,043	0,147	0,273	136,60
11	559,32	735,56	615,49	0,042	0,138	0,286	133,17
Média	538,69	735,59	618,64	0,041	0,139	0,291	130,65
Desv. Pad	34,53	2,04	4,45	0,001	0,005	0,014	4,49

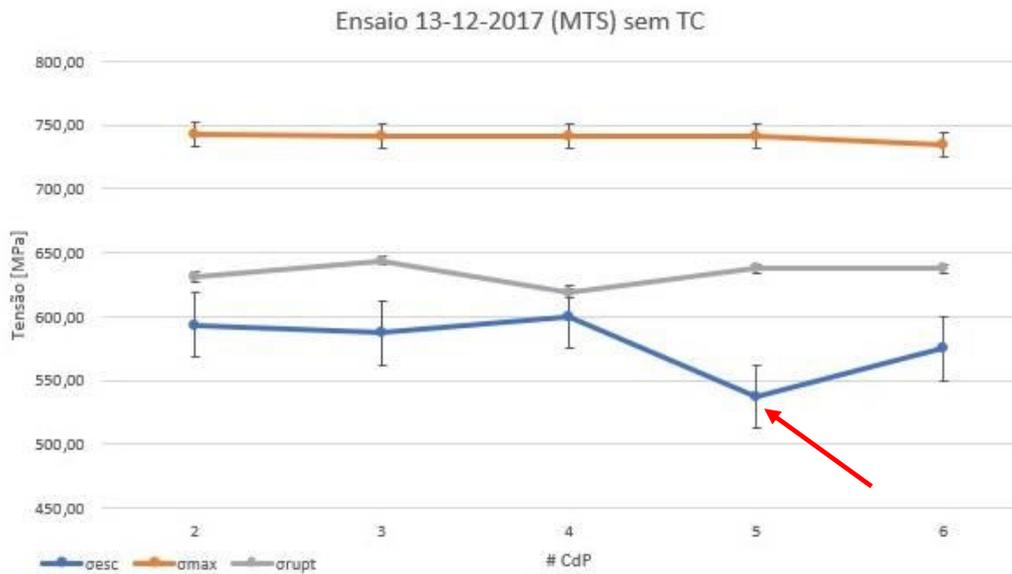
Fonte: o autor

Onde:

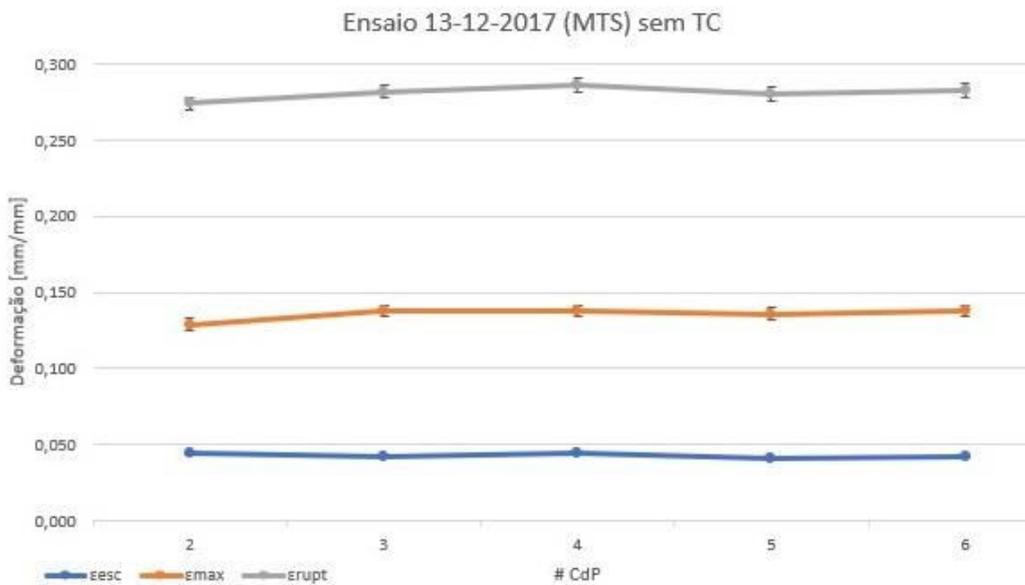
- σ_{esc} Tensão de escoamento
- σ_{rupt} Tensão máxima
- σ_{max} Tensão de ruptura
- ϵ_{esc} Alongamento em regime de escoamento
- ϵ_{max} Alongamento em regime máximo
- ϵ_{rupt} Alongamento até a ruptura
- E Módulo de elasticidade

Para melhor visualização dos resultados da tabela 3-01, a figura 3-04 apresenta os resultados de tensão e deformação para os CdP sem TC. É possível observar que o

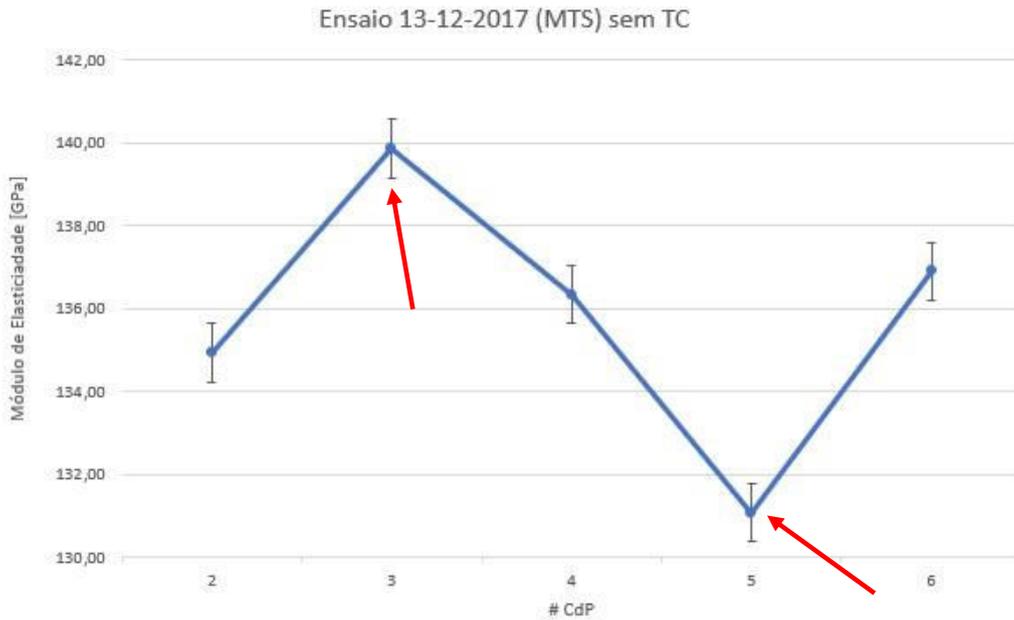
resultado mais relevante das tensões está no CdP 5 (flecha vermelha), com redução de 7,13% em relação à média, que deve ser uma variação inerente a alguma descontinuidade ou diferença microestrutural da MP utilizada. Quanto à deformação das amostras, não ocorreram alterações significativas no ensaio entre as peças em RT.



a)



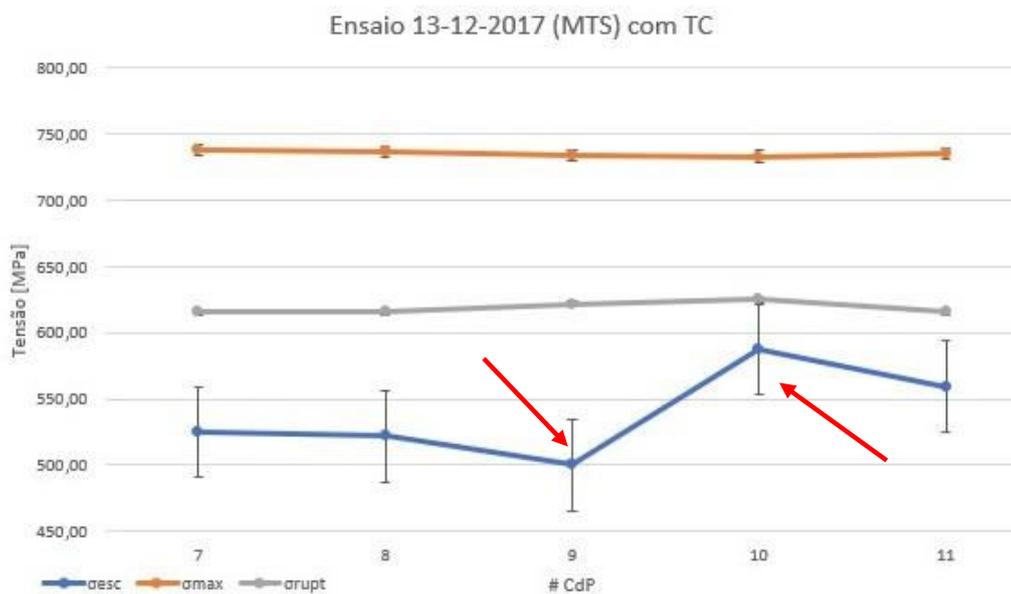
b)



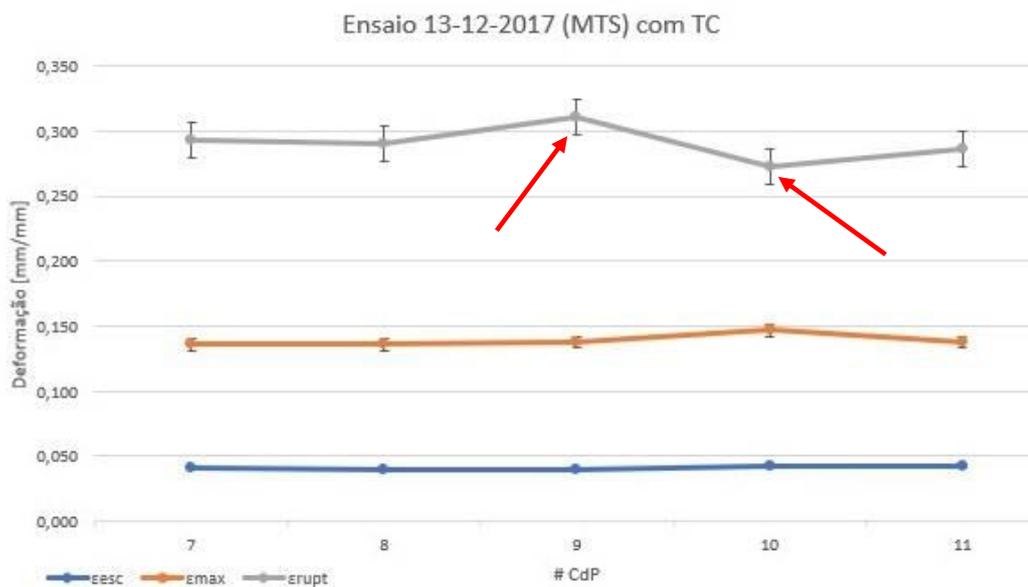
c)

Fig. 3-04. Resultados médios do ETr do CdP sem TC: a) resultados para as tensões; b) resultados para as deformações; c) resultados para o módulo de elasticidade. As flechas em vermelho apontam os casos críticos. (fonte: o autor)

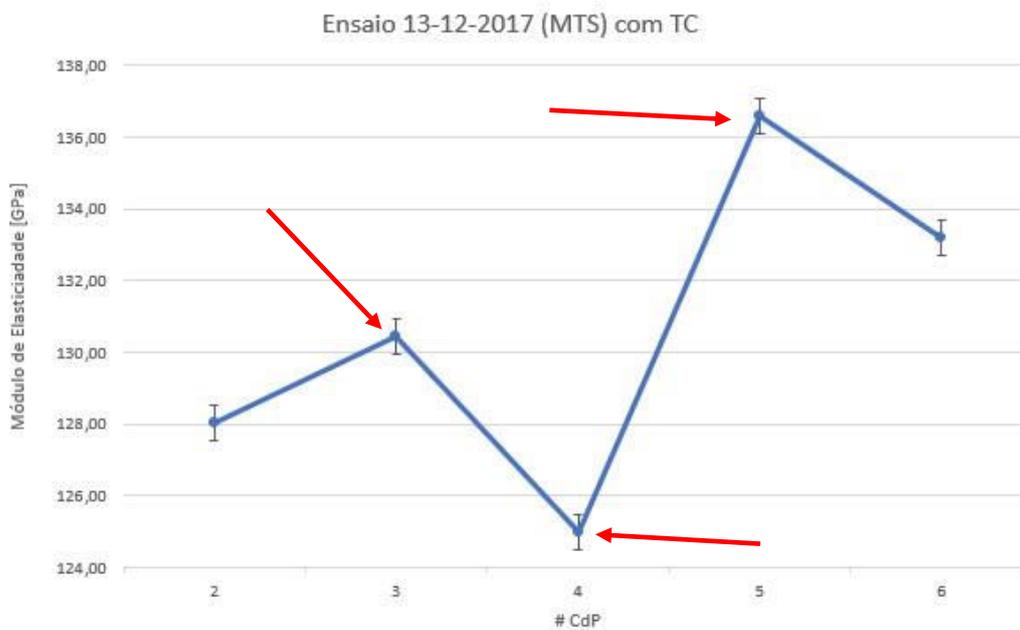
A figura 3-05 apresenta os resultados médios de tensão e deformação da tabela 4-02 para os CdP com TC. Observa-se que o resultado mais relevante das Tensões está no CdP 10 (seta vermelha), com aumento de 9,04% na tensão de escoamento em relação à média, sem que ocorra variação significativa na deformação.



a)



b)



c)

Fig. 3-05. Resultados médios do ETr dos CdP com TC: a) resultados para as tensões; b) resultados para as deformações; c) resultados para o módulo de elasticidade. As flechas em vermelho apontam os casos críticos. (fonte: o autor)

Quando são comparados os resultados dos ensaios entre os CdP com e sem TC, com base nos resultados médios apresentados nas tabelas 3-01 e 3-02, observa-se comportamentos distintos.

A média da tensão de escoamento (σ_{esc}) em RT é 6,91% maior do que a média daquela com TC, com redução na deformação correspondente em 4,65%. Isto resulta na

redução no módulo elástico em 3,96%. A tensão máxima de tração (σ_{max}) RT é 2,43% menor do que a média dos ensaios com CdP em TC. No entanto, ocorre aumento de 2,21% no valor médio para a deformação na σ_{max} . Por sua vez, a tensão de ruptura (σ_{rupt}), para os CdP na RT, apresenta 0,65% de redução em relação à média. Para os CdP depois do TC ocorre a elevação de 3,56% na deformação até a ruptura. Estes resultados estão de acordo com os indicados pela literatura. (Gu et al, 2014a)

Como parte da investigação das causas para modificações nas propriedades mecânicas da liga, é mostrado na figura 3-06 a MO de CdP na RT e após TC (campos 1 e 2), onde se percebem alterações na distribuição e morfologia das fases α e β depois do TC, que promove a redução do V na fase β e induz a modificação da sua concentração e morfologia ocasionado pela transformação da fase metaestável β em fase α . Esta modificação na formação das fases se dá por causa da redução à resistência de movimentos nos arranjos cristalinos, ou mesmo no comportamento das discordâncias nas amostras. (Gu et al, 2014a)

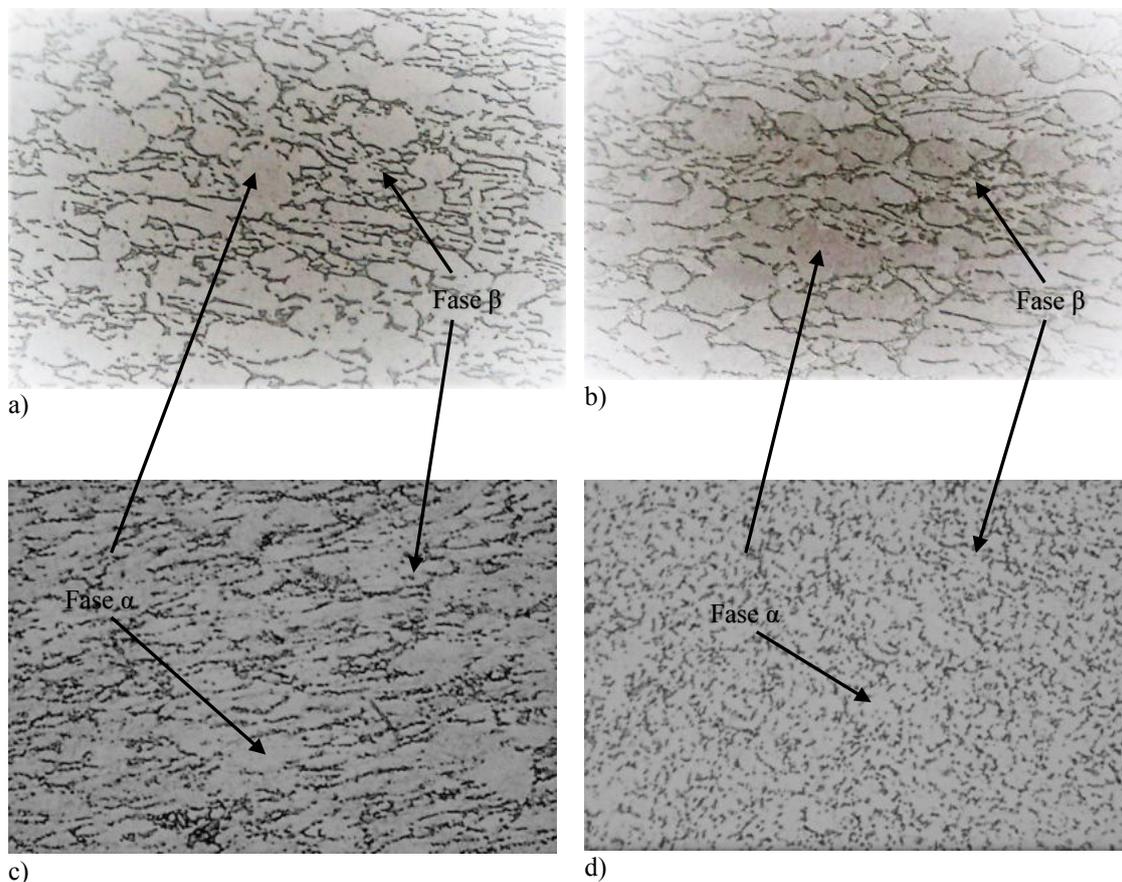


Fig. 3-06. Imagens de MO com ampliação de 500x para os CdP da liga estudada: a) CdP sem TC campo 1; b) CdP sem TC campo 2; c) CdP com TC campo 1; d) CdP com TC campo 2. (fonte: o autor)

Nesta figura estão apresentadas as MO de 2 CdP, ambos após o ETr. As figuras (a) e (c) apresentam a MO ao longo do seu sentido de laminação e as figuras (b) e (d) apresentam a MO no sentido transversal à laminação. Nota-se claramente os seguintes aspectos:

1. Comparando (a) com (c) observa-se que houve melhor distribuição da fase β (escura) sobre a fase α (clara) em (c), que é o CdP que sofreu TC;
2. Comparando (b) com (d) observa-se que em (d) houve melhor distribuição da fase β (escura) sobre a fase α (clara), também no CdP que sofreu TC;
3. Entre (a) e (b) é possível observar que o CdP CF ao longo da laminação (caso a) a microestrutura se apresenta um pouco mais alongada do que no sentido transversal à laminação (caso b);
4. Entre (d) e (c), observa-se alteração na distribuição da fase β , sobre a matriz da fase α , sendo mais refinada e distribuída no sentido transversal da laminação do CdP após TC;
5. Comparando (d) em relação a (c) e (b) em relação a (a), observa-se que houve modificação da microestrutura em relação à condição do material CF. A fase β não se encontra com tanta formação de lamelas sobre a fase α neste caso.

Esta figura sugere que o TC tem influência sobre a distribuição das fases desta liga, promovendo alteração nas características mecânicas da liga.

Nesta investigação inicial os resultados dos ensaios de tração sinalizaram a ocorrência de alterações nas propriedades mecânicas da liga estudada quando submetida ao TC e, com 3 min de TP em N2L, ocorreu a redução na quantidade de fase β e melhora na sua dispersão. Portanto, o processo de resfriamento promoveu alterações na liga de Ti que resulta em refinamento dos grãos e promove sutil modificação nas propriedades mecânicas. Embora não ocorra a formação de estruturas metaestáveis na liga em TC, partículas de Ti α primárias e secundárias podem se formar durante a difusão das fases α e β (Gu et al, 2013a). O TC tem um importante papel no controle do tamanho e da proporção da fase α lamelar, bem como a otimização da proporcionalidade entre as fases α e β , além do controle da morfologia da fase β . (Gu et al, 2013)

3.3 ETR PILOTO - CDP 1,0 MM COM TC SIMULTÂNEO

Nesta etapa, buscou-se meios para a realização dos ETr com os CdP imersos no N2L. Os CdP apresentaram as dimensões definidas no capítulo 4.1, cortados a partir de chapas de espessura de 1,0 mm por eletroerosão a fio conforme definido no capítulo 4.6.

Para a realização do ETr com a imersão simultânea do CdP em N2L, foi necessário a criação de uma câmara reservatório de líquido criogênico, com dimensões que permitissem conter o CdP imerso, permitindo a sua fixação nas garras da máquina de tração.

Para o ETr foi selecionado o equipamento EMIC DL500 instalado na PUCPR, com célula de carga com 500 kgf de capacidade. Este equipamento de ensaio tem um conjunto para fixação do CdP, chamado de garra de ensaio e que é composto pelo bloco da garra e das pinças de fixação onde o CdP foi posicionado, como mostra a figura 3-07.

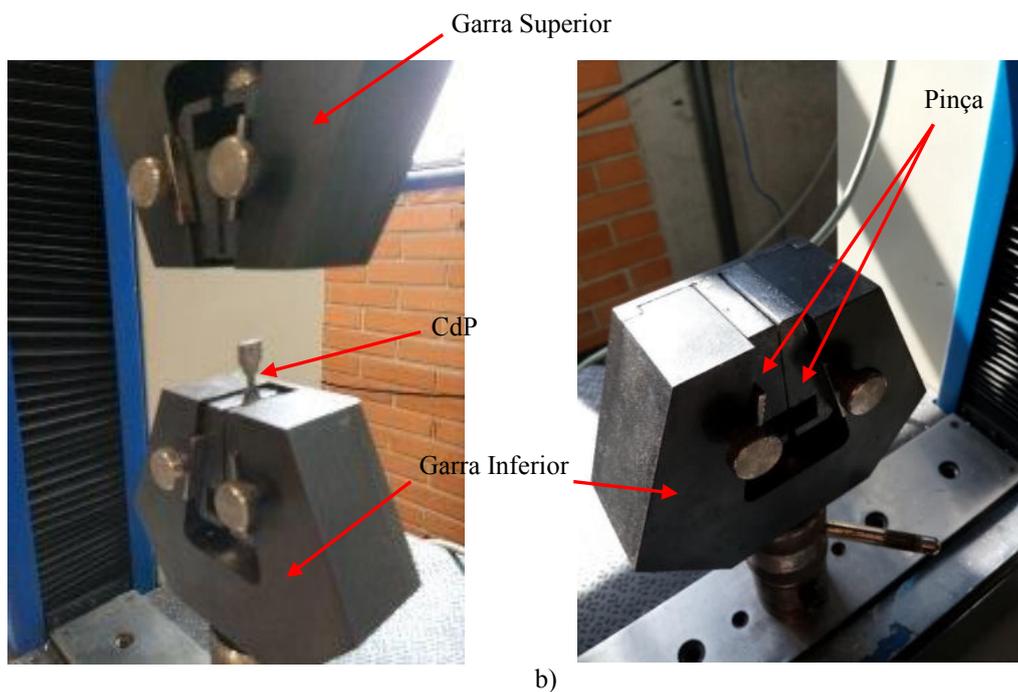


Fig. 3-07. Imagens da Garra do equipamento de ensaio de tração EMIC DL500: a) Garra Superior e Garra Inferior, com o posicionamento do CdP para ensaio; b) indicação das pinças que prendem o CdP para o ensaio. (fonte: o autor)

Uma vez que foi definido o uso da câmara de retenção do N2L no ensaio, foi utilizada uma câmara especificamente desenvolvida juntamente com os suportes específicos, conforme apresentado nas figuras 3-10 e 3-12. Em seguida ao ensaio de

estanqueidade do reservatório, deu-se início à preparação e execução deste, conforme mostra a figura 3-08.

O fluxo do processo de preparação, foi efetuado várias vezes sem a presença do N2L, a fim de que fosse compreendido e assimilado antes do uso do líquido criogênico, visando minimizar o risco de acidentes com o N2L, uma vez que acidentes nesta temperatura são potencialmente severos quanto ao congelamento de pele e olhos.

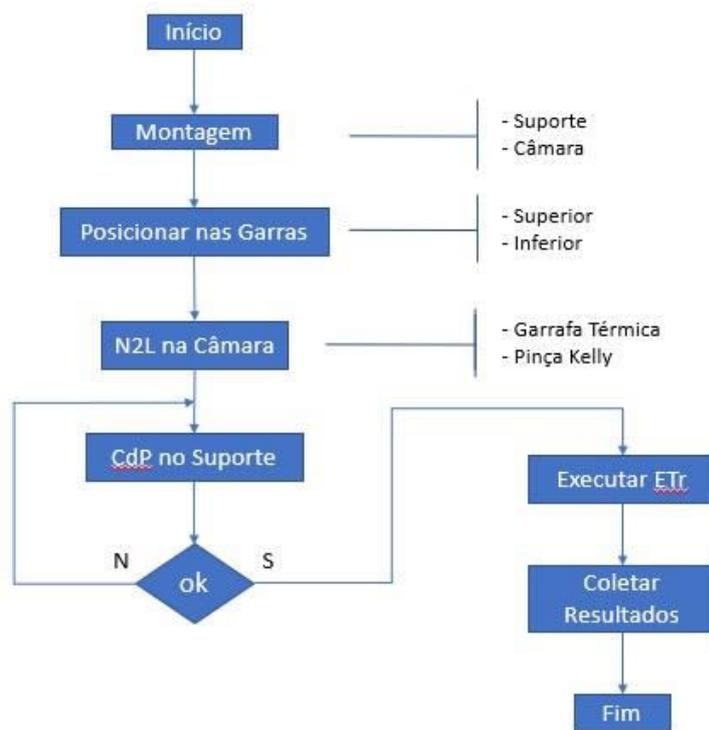


Fig. 3-08. Fluxograma do processo de preparação do ETr com o uso da Câmara com N2L. (Fonte: o autor)

Na figura 3-09 visualiza-se a retirada do CdP da Garrafa Térmica, que contém o N2L para o TC dos CdP. Foi utilizada uma pinça anatômica de dissecação com 30 cm de comprimento para o acesso aos CdP no interior da Garrafa Térmica. Assim que o CdP era trazido à borda da garrafa térmica, era capturado com a Pinça Kelly que o segurava com firmeza, evitando que caísse e o tratamento do CdP se perdesse.



a) b)
Fig. 3-09. Em a) e b) retirada do CdP da garrafa térmica onde estava imerso no N2L, com o auxílio da pinça Kelly. (Fonte: o autor)

Com o conjunto suporte e câmara posicionados corretamente e com o N2L em seu interior, o CdP foi posicionado entre os pinos do suporte, permanecendo submerso no N2L. Em seguida o cabeçote superior do equipamento de ETr foi baixado até uma posição que permitisse a fixação do suporte na garra superior do equipamento.

Na figura 3-10 vê-se o conjunto de ensaio instalado no Equipamento de Ensaio Universal EMIC DL500, sendo o CdP instalado entre os pinos do suporte, pronto para a execução do ETr. O N2L era ejetado para fora da câmara sempre que ocorria a ruptura do CdP. Percebe-se que a câmara não teve isolamento térmico adicional, visto que a intenção foi de manter a menor quantidade possível de materiais ao redor das garras do ETr.

Devido à diferença de temperatura entre o N2L na câmara e o ambiente, que estava em 21° C, o líquido criogênico contido da câmara evaporava em menos de 1 min, fato que promoveu consumo de aproximadamente 100 ml (volume aproximado da câmara) de N2L para cada ETr.

Na tabela 3-03 são apresentados os resultados médios para ensaios executados em 05 CdP para cada amostra. Estes resultados foram registrados em planilhas eletrônicas adequadamente preparadas e os seus cálculos formatados nas tabelas.

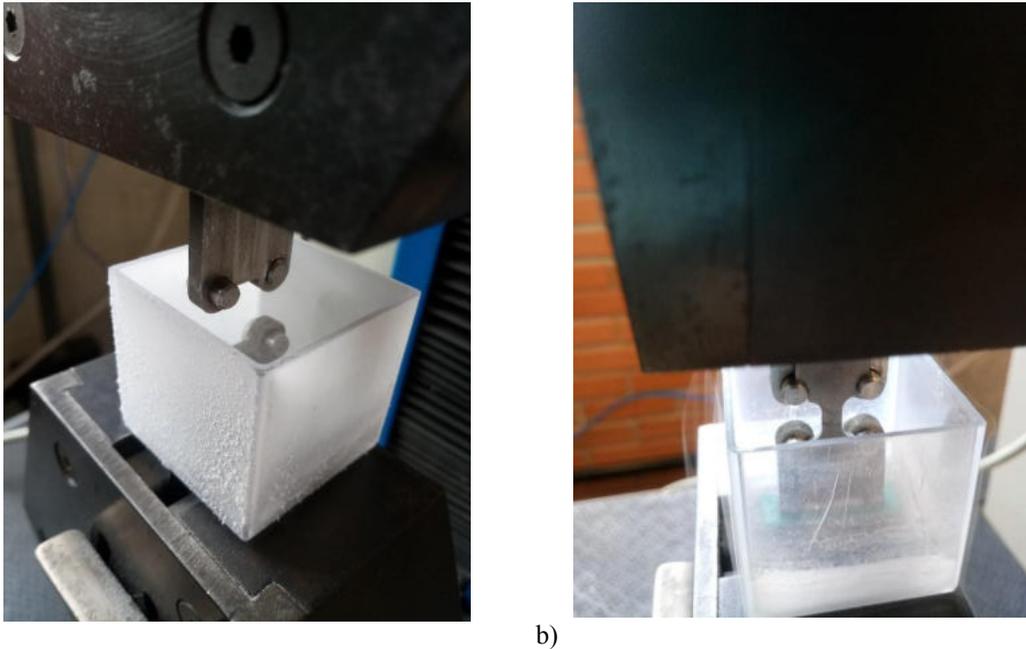


Fig. 3-10. Conjunto suporte e câmara instalados e prontos para ETr; a) câmara com N2L em seu interior; b) CdP instalado nos pinos do suporte, momentos antes do ETr. (Fonte: o Autor)

Tabela 3-03. Resultados médios para ensaios de 05 CdP, de cada amostra, com 1,0 mm em TC simultâneo. Os ensaios marcados com * não chegaram à ruptura.

Amostra	[Mpa]			%			[GPa]
	σ_{esc}	σ_{max}	σ_{rupt}	ϵ_{esc}	ϵ_{max}	ϵ_{rupt}	E
CF	336,07	1053,27	884,53	0,557	2,145	0,000	60,39
CF	264,55	1069,32	905,47	0,748	2,166	0,000	35,37
TC 0,08h	279,02	1136,48	970,39	1,064	3,045	3,525	26,22
TC 1h	229,37	1244,35	1130,19	0,727	2,478	2,838	31,57
TC 3h	275,81	1256,89	*	0,448	0,448	*	61,52
TC 6h	418,04	1281,43	*	0,781	0,781	*	53,51

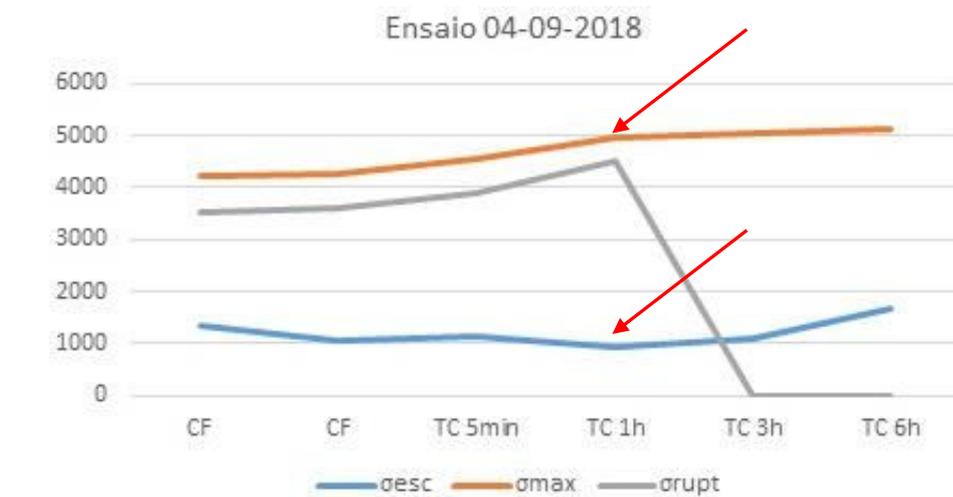
Fonte: o Autor.

É possível observar na Tabela 3-03, que os resultados das propriedades mecânicas apresentam variações significativas em relação àqueles da liga Ti6Al4V ELI estudada. Tais resultados indicam a influência do TC sobre as propriedades mecânicas da liga quanto ao aumento da ductilidade e da resistência mecânica. (Gu et al, 2014)

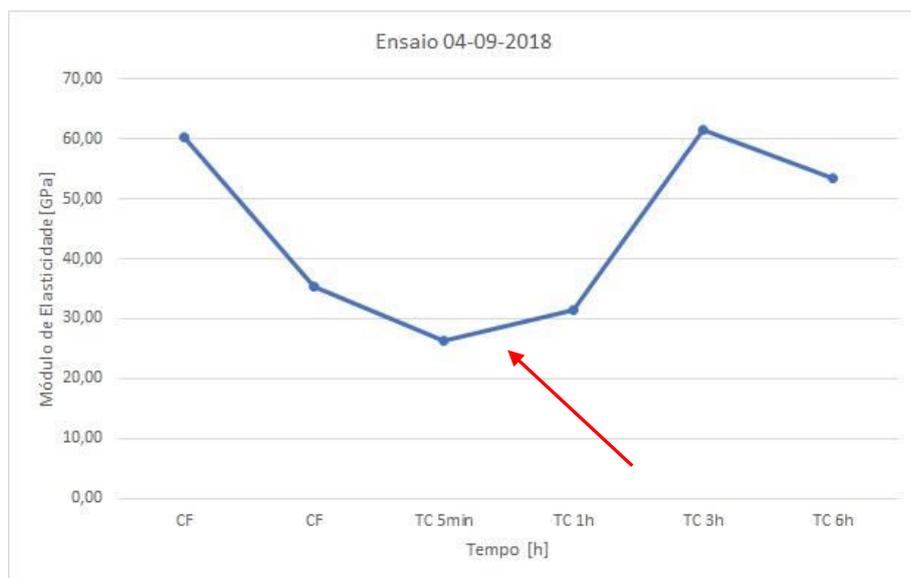
Na figura 3-11 é possível observar com mais clareza a variação dos dados, contidos na Tabela 3-03. Os gráficos mostram as variações dos resultados médios do módulo de elasticidade e das tensões para os CdP. Pode-se notar em (a), a leve tendência na redução do valor de σ_{esc} até 1 h em TC, seguido pelo seu aumento a partir de 3 h. Os valores de σ_{max} mostram tendência ao aumento a partir dos primeiros momentos de imersão dos CdP no N2L, continuando a aumentar com o TC. A σ_{rup} acompanha o

aumento da σ_{max} . Em (b), por sua vez é observada a grande variação do módulo de elasticidade a partir do instante no qual o CdP é imerso no TC. Após o período de 1 h, ele volta a aumentar até próximo ao valor de antes do TC. Estas alterações nas propriedades mecânicas da liga podem estar vinculadas às mudanças na solubilidade e na concentração entre as fases α e β (Gu et al, 2014a) e percebe-se que o campo plástico em 1 h ficou maior que os dos CdP sem TC.

O aumento na resistência mecânica da liga depois do TC fez com fosse excedida a capacidade máxima do equipamento (5 kN).



a)



b)

Fig. 3-11. Resultados dos ETr dos CdP com 1,0 mm de espessura: a) oscilação de σ_{esc} e σ_{max} ao longo do TC. Em (b) a variação do módulo de elasticidade com a flecha indicando a grande redução do valor até 1h e sua recuperação após este período. (Fonte: o Autor)

Na figura 3-12 vê-se o CdP instalado no suporte em meio criogênico sem o rompimento, por ter chegado ao limite da capacidade de tração do equipamento.

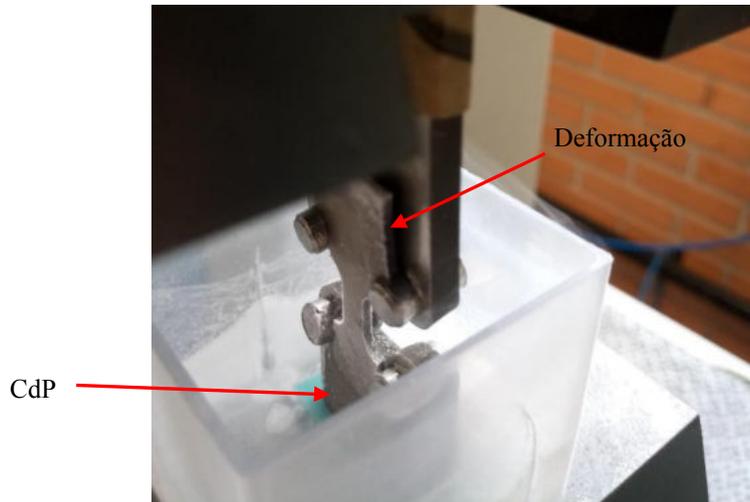


Fig. 3-12. Conjunto montado com CdP sem rompimento por ter-se atingido o limite do equipamento. Nota-se a deformação do CdP no suporte. (Fonte: o Autor)

Embora os resultados sejam interessantes e estejam de acordo com o esperado como mencionado pela literatura (Gu et al, 2014a), as amostras em TC de 3 h e 6 h não foram rompidas, pois foi excedida a capacidade de carga máxima do equipamento, consequência das alteração nas propriedades mecânicas da liga estudada quando submetida ao TC. (Gu et al, 2014)

Como a submissão de TC na caixa plástica provocou tensões no seu material de fabricação, ocorreram trincas importantes que estão indicadas pelas flechas na figura 3-13, que permitiram o vazamento do N₂L durante o processo de ensaio e aumentou a perda do fluido, com risco de acidente ao operador durante a manipulação do conjunto.

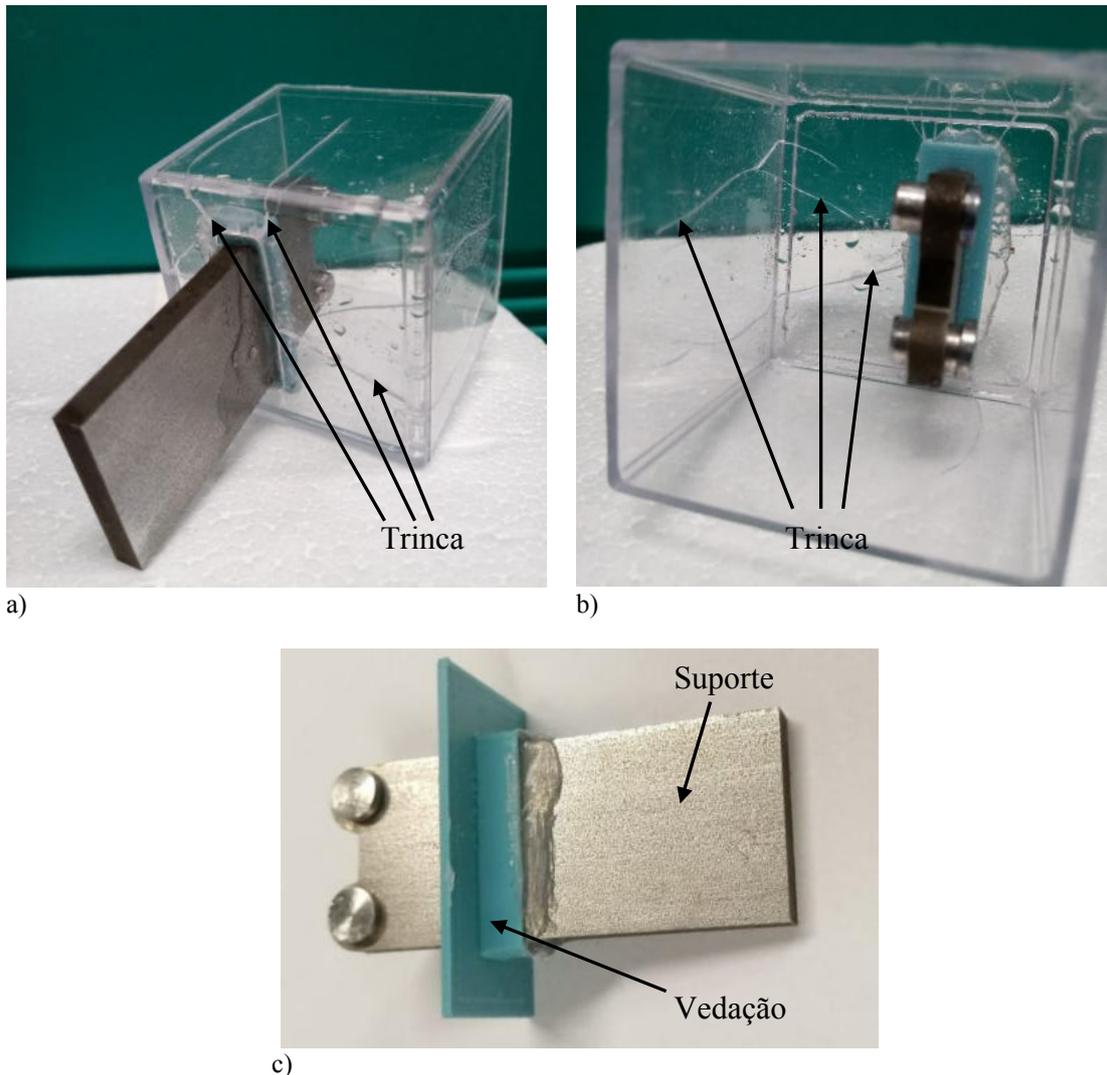


Fig. 3-13. Imagem do conjunto suporte, vedação e câmara montados, após o ciclo de ensaios dos CdP: a) as trinças se apresentam a partir da janela de fixação do suporte/vedação; b) trinças na lateral da câmara; c) instalação da vedação no suporte (Fonte: o Autor)

Durante os ETr foi possível observar, além das trinças nas paredes da Câmara, que as suas dimensões não estavam adequadas, dificultando o acesso da Pinça para o posicionamento dos CdP entre os pinos do suporte. Assim, novas definições foram feitas para o próximo ensaio.

3.4 ETR PILOTO - CDP 0,5 MM COM NOVO TC SIMULTÂNEO

Como resultado das dificuldades encontradas no ensaio anterior, os novos CdP foram fabricados com espessura de 0,5 mm, o que garantiu boa margem na capacidade

de tração do equipamento EMIC DL500 utilizado. Na figura 3-14 tem-se a rotina de verificação e ajustes iniciais para os parâmetros de ETr.

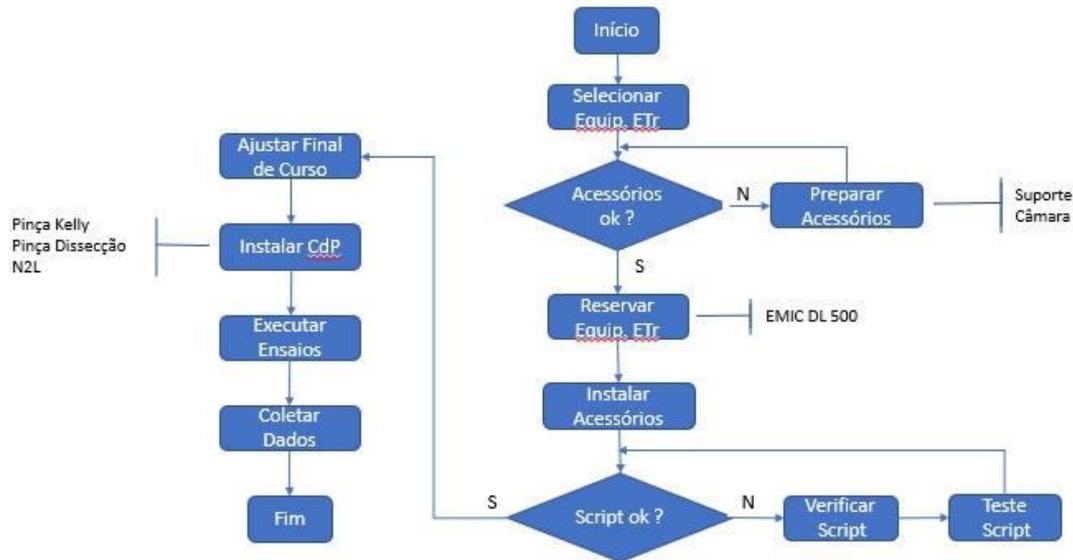
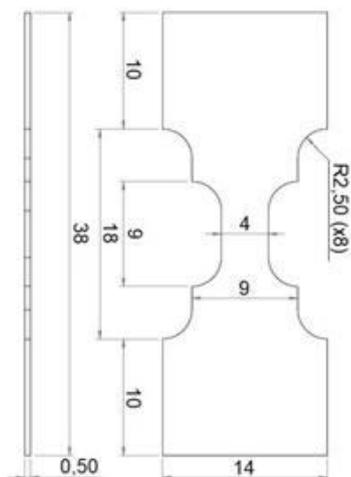


Fig. 3-14. Fluxograma para preparação de novo ETr com imersão em TC simultânea no conjunto suporte e câmara de criogenia. (Fonte: o Autor)

A partir deste ensaio todos os CdP utilizados tiveram espessura de 0,5 mm, adquiridos de fornecedor de origem chinesa, como apresentado no Anexo C deste documento. A figura 3-15 apresenta o desenho com a alteração de espessura do CdP e o seu respectivo posicionamento no suporte para ETr.



a)

b)

Fig. 3-15. Novo CdP para ETr: a) desenho com a nova espessura; b) posicionamento do CdP no suporte para o ETr. (Fonte: o Autor)

Definidas as novas dimensões do CdP, foram feitos dois pedidos de compras para o fornecedor. Cada pedido gerou um lote de fornecimento que foi identificado, a fim de evitar mistura das peças dos lotes. Os certificados de qualidade de cada lote estão nos Anexos A e B, confirmado por EDS apresentado no anexo D.

Para solucionar a dificuldade de acesso para a instalação do CdP no suporte de ensaio assim como a fratura da câmara, a mesma foi substituída por outra Poliestireno com capacidade original de 117 ml, como mostra a figura 3-16. No fundo deste reservatório foi realizado o corte para o encaixe da peça de vedação, a exemplo do modelo anterior. O suporte e a vedação utilizados foram os mesmos apresentados na figura 3-13c.

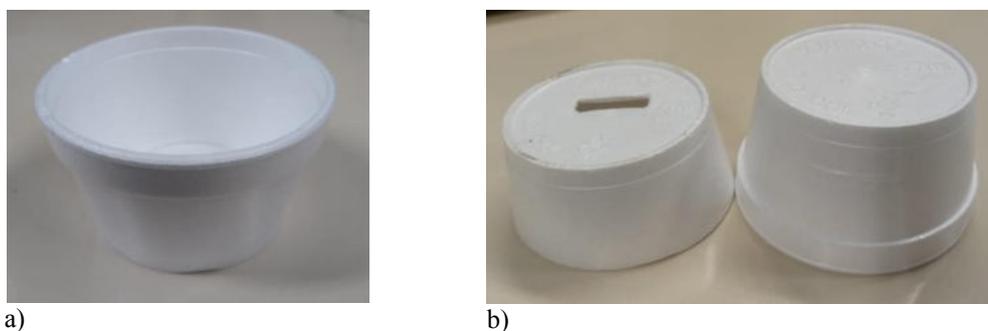


Fig. 3-16. Nova câmara em poliestireno expandido. Em a) vista da câmara original; em b) vista da câmara adaptada para ETr. (Fonte: o Autor)

A nova câmara proporcionou maior isolamento térmica e melhor acesso ao posicionamento do CdP nas garras para o ETr. Uma nova simulação foi realizada para a verificação e refino da técnica de posicionamento dos CdP para o ETr. Nesta simulação, mostrada na figura 3-17, foi possível avaliar o acesso das Pinças de Kelly que mantiveram o CdP no suporte e a rotina de colocação do N2L na câmara. Não ocorreram trincas na câmara cheia com o N2L.

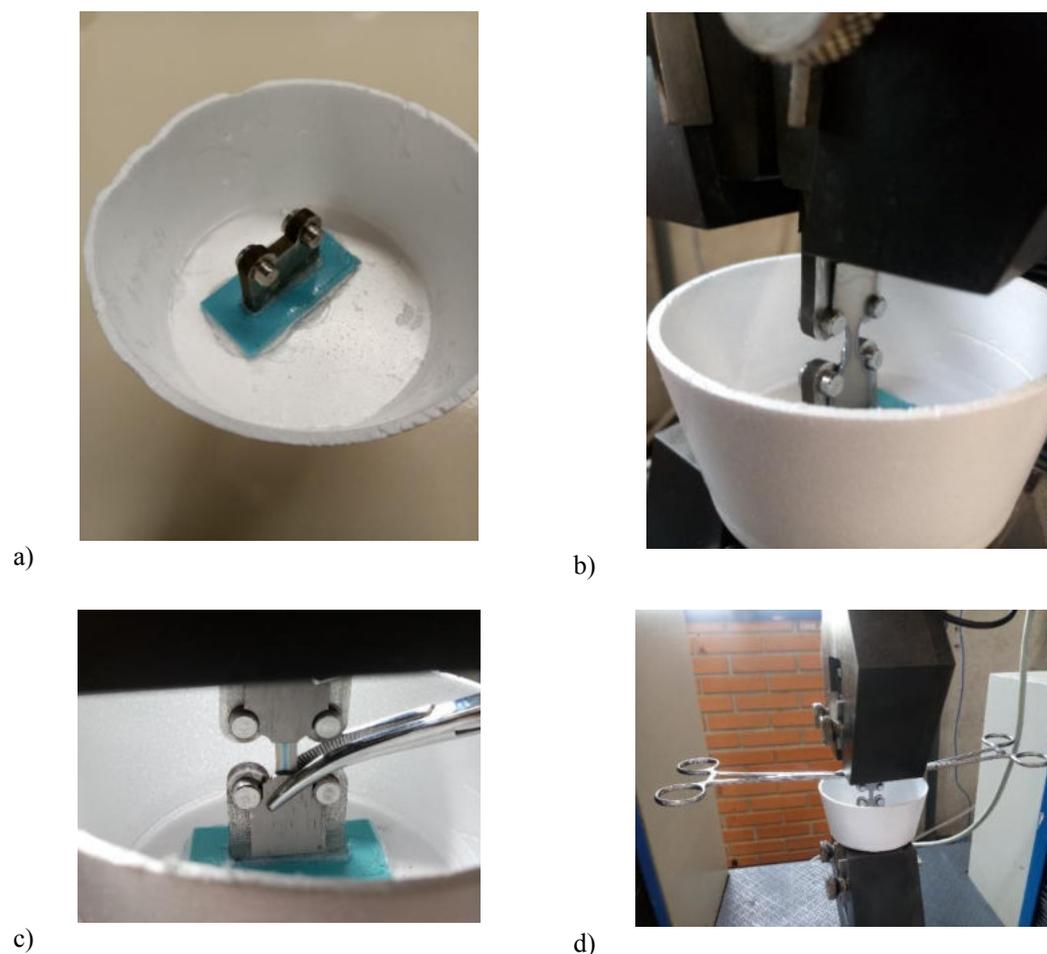


Fig. 3-17. Nova configuração do Etr: a) câmara com o suporte e vedação instalados; b) posicionamento do CdP para Etr; c) posicionamento do CdP no suporte, com o auxílio da Pinça de Kelly; d) conjunto simulando o uso das Pinças de Kelly como estratégia de ensaio. (Fotos: o autor)

Foram separados 18 CdP para os ensaios de imersão em TC, sendo que os TP estão definidos na figura 3-18 como “Escala de Banhos”.

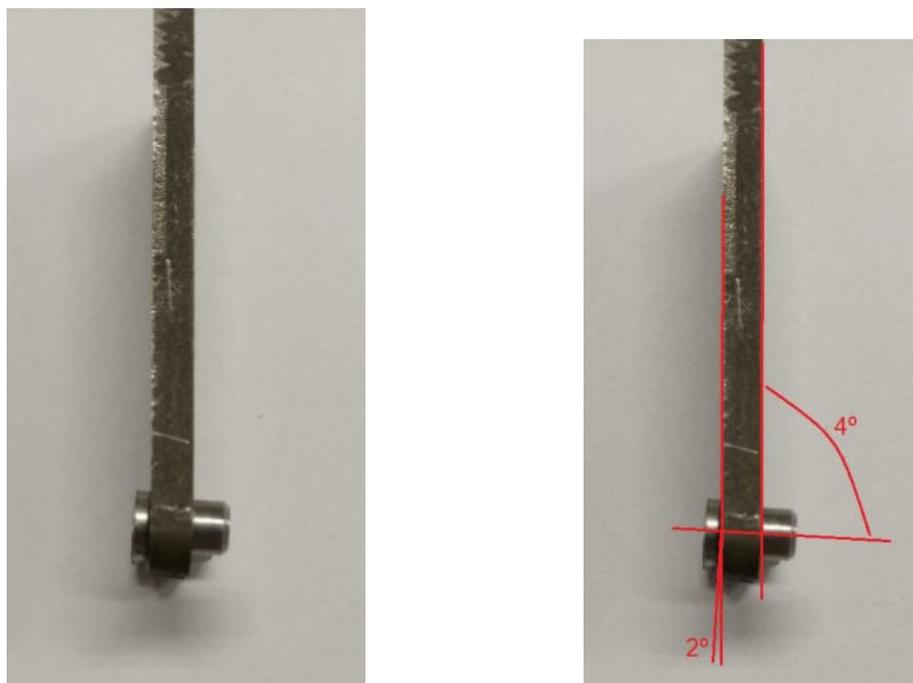
Apesar das tentativas de fazer com que o CdP, durante o ETr, estivesse totalmente imerso no N2L, observou-se as seguintes dificuldades:

1. Câmara em poliestireno muito frágil para manipulação;
2. Elevado consumo de N2L devido à evaporação;
3. Necessária modificação no projeto dos pinos do suporte para que o CdP não fique solto, não necessitando do uso das pinças Kelly;
4. Os pinos do suporte sofrem deformação durante o ensaio, impossibilitando a tomada dos resultados (não confiáveis).



Fig. 3-18. Escala de Banhos planejada para os CdP do ETr.

O suporte utilizado como auxiliar no ensaio, como definido no início dos ensaios para que o CdP foi anteriormente, utilizado em ensaios de tração em ambiente criogênico de ligas de Al e de Cu por grupo de pesquisa da UEPG. No entanto, a resistência mecânica dos pinos não foi suficiente para suportar a força necessária para a deformação da liga Ti6Al4V, como na figura 3-19.



a) b)
 Fig. 3-19. Em a) e b) deformação do suporte do CdP depois do ETr. Nota-se o ângulo de desvio do pino em 4° para baixo e a flexão do corpo em 2°. (Fotos: o autor)

O suporte, portanto, apresentou deformação plástica quando submetido à tração ancorando o CdP em Ti6Al4V. Os cálculos iniciais previam que os pinos suportariam a

carga sem deformação. No entanto, esta condição não se verificou e a deformação contaminou os resultados do ETr, uma vez que os valores mostram, não apenas as propriedades do CdP, mas também as do material do suporte. Desta forma, os resultados obtidos nestes ensaios foram considerados inválidos.

Apesar dos resultados invalidados, verificou-se que dos dois suportes utilizados em cada ETr, aquele que ficou na garra inferior, totalmente imerso em N2L, não sofreu qualquer deformação, ou seja, apenas o suporte superior apresentado na figura 3-17 sofreu a deformação mostrada na figura 3-19, reforçando a influência do TC nas propriedades mecânicas dos metais.

Devido à inexistência de um dispositivo que garanta a permanência do CdP submerso em líquido, durante o ETr, houve a identificação da necessidade de criar um acessório para o equipamento universal de ensaios, que garantisse estas condições de imersão em líquido motivando o desenvolvimento de acessório específico, registrado junto ao INPI sob o protocolo **BR 10 2020 001024 7** (anexo F).

3.5 ETR PILOTO - CDP 0,5 MM COM SUPORTE

Definido que o suporte e a câmara de N2L não seria mais utilizada, os CdP passaram a ser fixados diretamente nas garras do equipamento de ETr, imediatamente depois de serem retirados do N2L, pós o TP especificado. Com isso, o espaço disponível para a visualização do CdP entre as garras do equipamento ficou bastante reduzido, como mostra a figura 3-20.

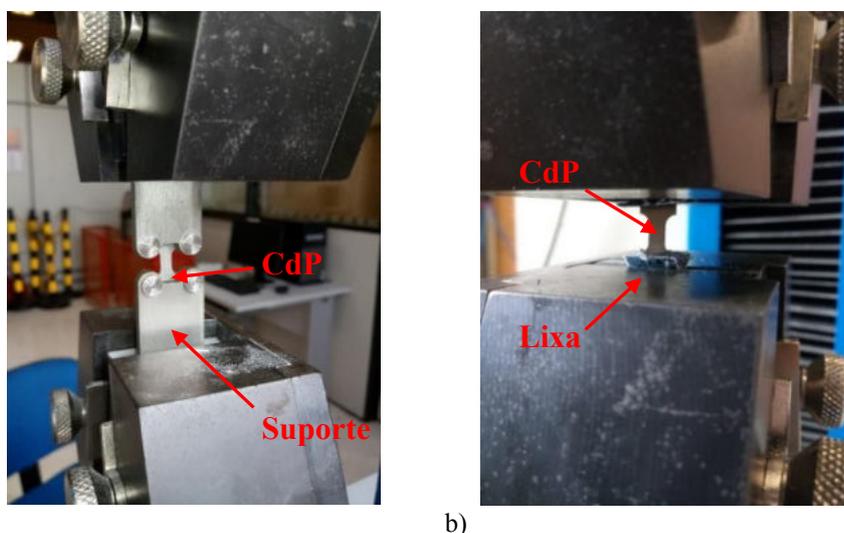


Fig. 4-20. Em a) e b) Posicionamento do CdP para os ETr. (Fonte: o autor)

Devido à espessura do CdP e o tamanho das garras, os CdP escorregavam, invalidando os ensaios. A fim de reduzir a incidência deste escorregamento, foram usados pedaços de lixa como mostrado na figura 3-21, posicionados entre a garra e o CdP para aumentar o poder de fixação no ensaio. Este artifício mostrou ser eficiente.

Pequenas tiras de lixa para metais com granulometria 80 foram cortadas nas dimensões de 30 mm x 15 mm, na quantidade de 02 peças para cada CdP utilizado no ETr e colocadas uma em cada extremidade deste, para fixação nas garras do equipamento, como se vê na figura 3-20a e na figura 3-20b. É importante notar que a tira de lixa foi dobrada ao meio e a face com o abrasivo ficou sempre voltado para dentro, fazendo contato com o CdP. O artifício de uso das tiras de lixa se mostrou bastante eficaz e a quantidade de CdP perdidos por escorregamento foi reduzida a 1 ou 2 CdP por corrida de ensaios.

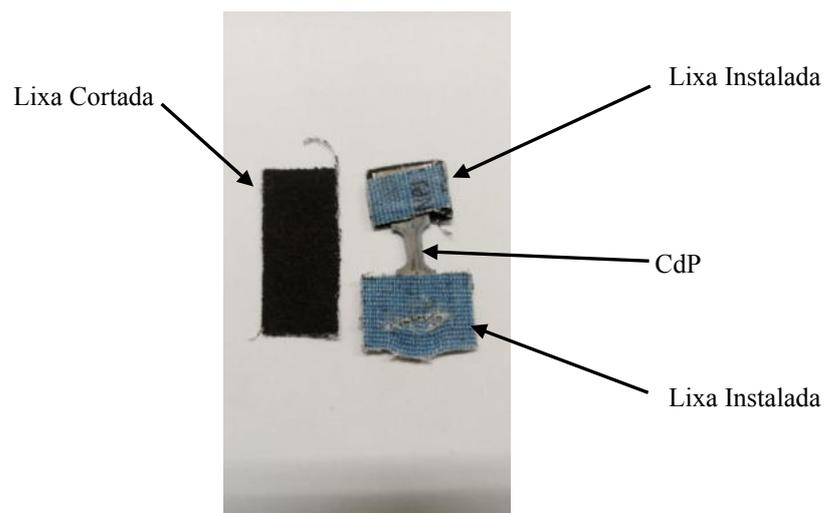


Fig. 3-21. Tiras de lixa instaladas nas extremidades do CdP, logo após o ETr sem rompimento. (Fonte: o autor)

O procedimento para os ETr está simplificado no diagrama de blocos apresentado na figura 3-22.

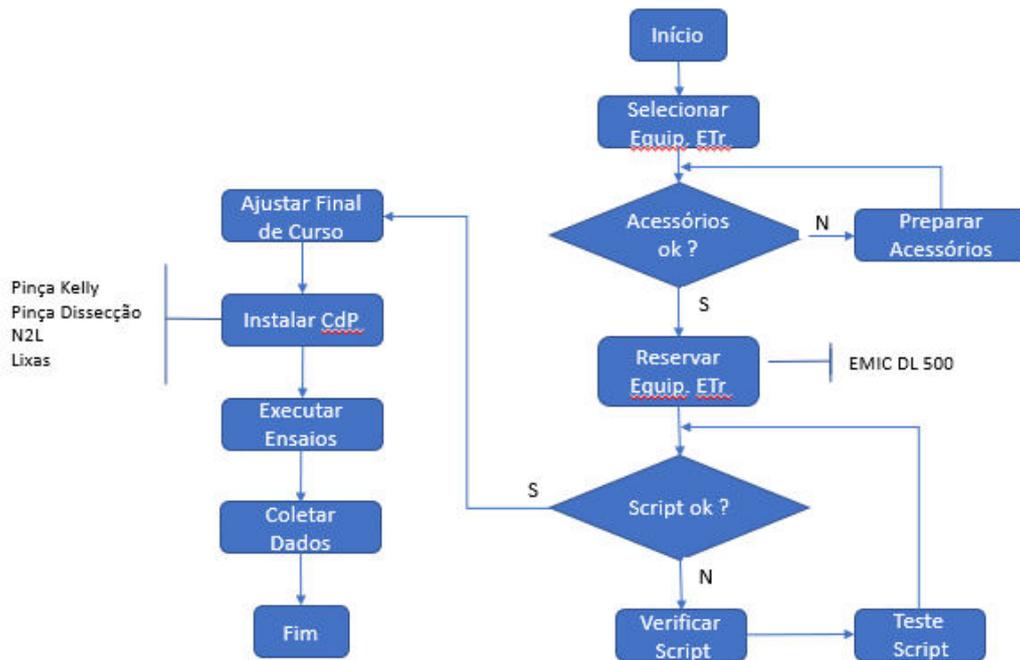


Fig. 3-22. Fluxograma de preparação do ETr no equipamento DL 500 (Fonte: o autor)

Novamente a estratégia de preparação dos CdP seguiu aquela mostrada na figura 3-14, sem a câmara para imersão simultânea do CdP em N2L utilizada nos ensaios anteriores assim como sem os dispositivos contidos nas figuras 3-12, 3-13, 3-17 e 3-18. Ficou estabelecido, portanto, que os ensaios seriam efetuados de acordo com a figura 3-22.

A rotina básica do ensaio teve os seguintes procedimentos:

1. Afastar as pinças no equipamento universal de ensaio, para o final de curso superior;
2. Instalar uma (01) peça de lixa na pinça inferior;
3. Com uma pinça Kelly conservada em TC, pegar o CdP imerso em N2L dentro da garrafa térmica;
4. Na borda da garrafa térmica, prendê-lo com a pinça Kelly, na sua porção central
5. Posicionar o CdP, com auxílio da pinça Kelly, de forma que o CdP fique entre a garra inferior do ETr, com a lixa entre o CdP e a garra;
6. Apertar a garra inferior para prender o CdP firmemente;
7. Colocar a lixa sobre a extremidade superior do CdP;
8. Abaixar a garra superior até o final de curso inferior, garantindo que o CdP esteja envolto com a lixa dentro da garra superior;

9. Apertar a garra superior, garantindo a fixação do CdP;
10. Executar o ETr.

O procedimento anterior foi realizado várias vezes para treinamento, de forma a diminuir o máximo possível o tempo entre a fixação do CdP e o final do ensaio. Chegou-se ao tempo mínimo de 30 s e máxima de 45 s.

Para a execução dos ensaios, de acordo com o TP definido e para concentrar os ensaios no Equipamento Universal de Ensaio, uma escala de imersão em N2L foi executada, conforme apresentado na figura 3-23.

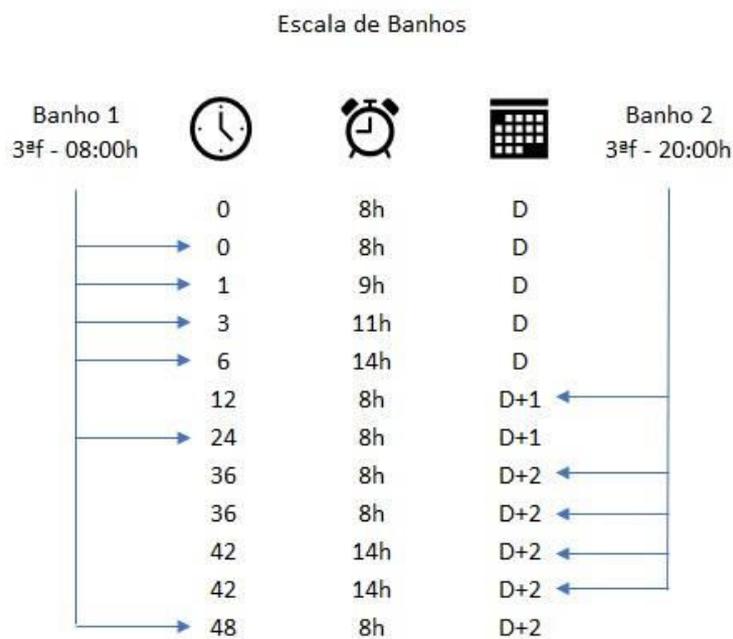


Fig. 3-23. Estratégia de imersão dos CdP em N2L para ETr. (Fonte: o autor)

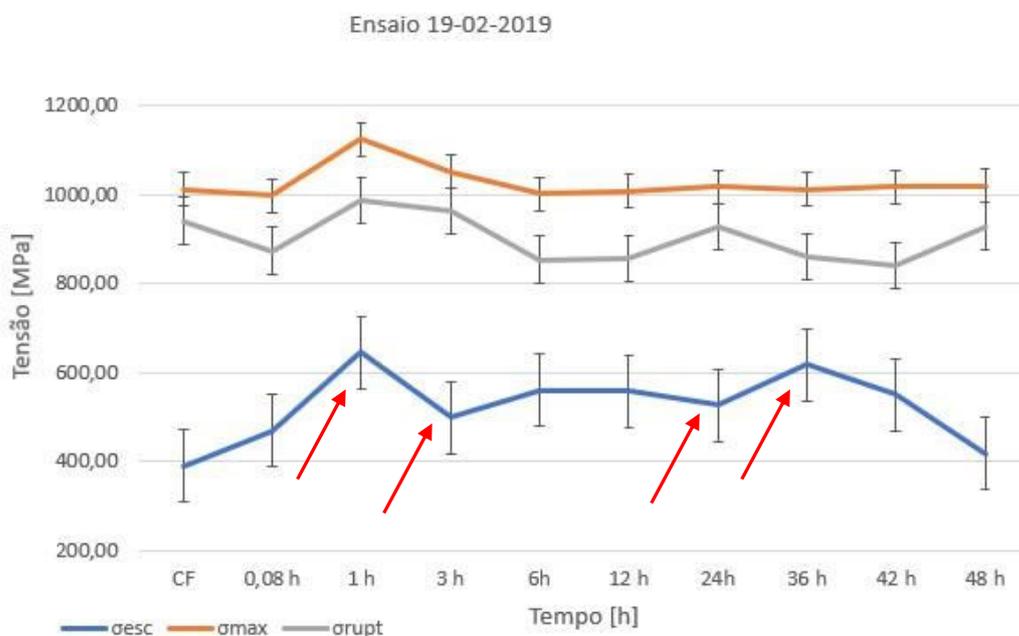
Nos horários determinados, entre 8 h e 14 h nos dias dos ensaios, os CdP foram então retirados do N2L, posicionados nas garras para o ETr, com sua execução em seguida. O processo de retirar o CdP da imersão até o ETr levou entre 30 e 45 s. Os resultados médios dos ensaios estão apresentados na tabela 3-04.

Tabela 3-04. Resultados médios do ensaio dos CdP, na liga Ti6Al4V ELI, em TC de CF a 48h.

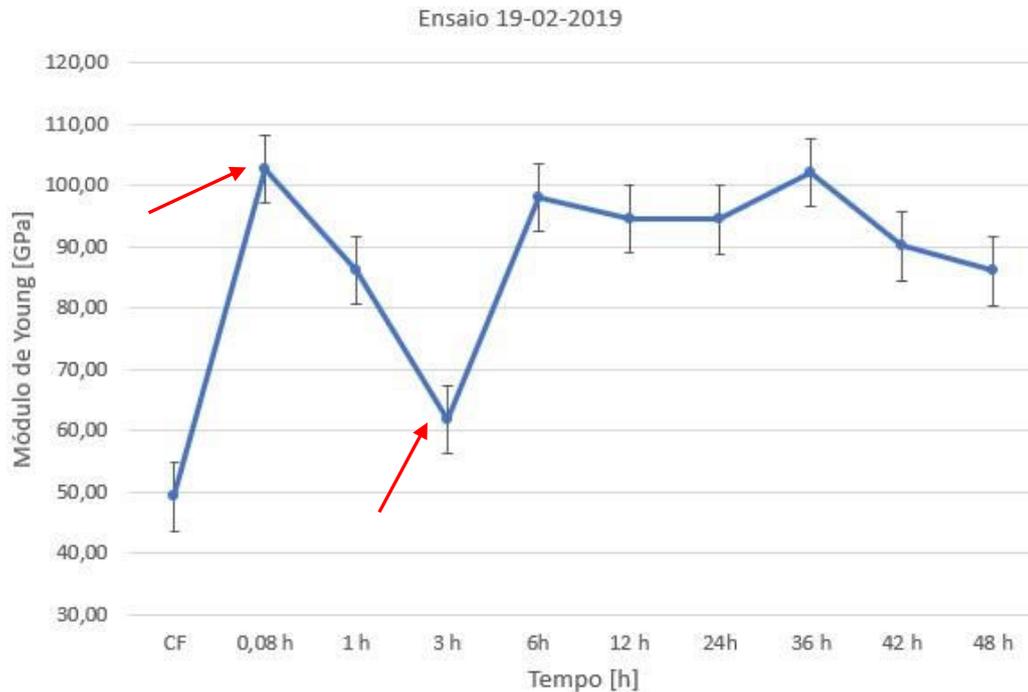
TP [h]	[MPa]			%			[GPa]
	σ_{esc}	σ_{max}	σ_{rupt}	ϵ_{esc}	ϵ_{max}	ϵ_{rupt}	E
CF	390,80	1012,80	941,60	0,795	1,894	2,277	49,18
0,08	470,40	997,60	873,40	0,458	0,908	1,410	102,66
1	646,20	1124,20	987,40	0,750	1,066	1,651	86,19
3	499,60	1050,60	962,60	0,808	1,276	1,667	61,83
6	560,20	1001,60	853,80	0,572	0,871	1,501	97,92
12	558,80	1007,20	856,60	0,591	0,880	1,562	94,50
24	527,60	1017,00	927,80	0,559	0,893	1,350	94,38
36	617,60	1011,40	860,80	0,605	0,880	1,517	102,03
42	551,40	1018,40	839,80	0,613	0,944	1,678	90,02
48	419,00	1019,80	929,20	0,487	0,915	1,365	86,00

Fonte: o autor.

Estes resultados médios, inseridos em gráficos para melhor visualização, estão apresentados na figura 3-24. Nota-se a variação dos resultados das tensões ao longo do tempo de imersão e os pontos mais importantes são indicados pelas flechas vermelhas.



a)



b)

Fig. 3-24. Resultados médios dos ETr dos CdP da tabela 3-04 e as flechas vermelhas mostram as variações abruptas em 1 h, 3 h, 24 h e 36 h. Em a) os resultados para tensões e b) os resultados para módulo de elasticidade. (Fonte: o autor)

Os resultados para os períodos de imersão em N2L chamam atenção pelas suas alterações do padrão. É perceptível que o tempo de imersão exerce influência na microestrutura da liga, incorrendo em alterações nas propriedades mecânicas de forma significativa e estão de acordo com as indicações dos ensaios anteriores.

Com mais habilidade devido ao treinamento através da repetição da rotina de ETr, os ensaios ocorreram com o menor tempo possível entre retirada da N2L e a execução do ETr, que se demonstrou ter ficado em torno de 30 s para cada CdP. Estes ensaios foram efetuados em TP de até 48 h, como mostra a figura 3-23, e os resultados obtidos mostraram que existem variações nas σ_{esc} dos CdP quando submetidos a TC com diferentes TP. (Gu et al, 2013a)(Gu et al, 2014)

Os resultados apresentados mais uma vez mostram que ocorrem variações nas tensões, de acordo com o período em imersão. Chama a atenção ainda, a periodicidade e frequência das variações para aumento ou diminuição dos resultados, o que podem ocorrer com a movimentação das discordâncias, modificações na formação de maclas bem como o refinamento das fases α e β . (Gu et al, 2014)(Gu et al, 2014a)

Chamou a atenção, neste piloto, a variação no campo plástico e no módulo de elasticidade da liga, este último que tem sido considerado uma propriedade intrínseca de

cada material e, portanto, constante. Entretanto, existe a confirmação de que os valores intrínsecos são constantes para uma determinada temperatura, em cada material e suas ligas. (ASM, 2002)

3.6 ETR PILOTO - CDP 0,5 MM SEM SUPORTE

Neste ensaio ficou determinado que passariam pelo ETr os CdP confeccionados em Ti cp (ASTM B265-20) e Ti6Al4V ELI (ASTM F136-13). A principal motivação é verificar se há grande impacto do TC no Ti cp, ou se ele é mínimo, com isso fornecendo indicação sobre o comportamento do titânio na liga estudada. Caso não existisse alteração significativa do metal puro, seria possível sugerir que o comportamento da liga seria atribuída aos outros elementos de maior influência, que são o alumínio e o vanádio.

Nesta etapa dos ensaios foi utilizado o equipamento DL 2000 instalado no PPGO, uma vez que o equipamento DL500, utilizado nos ensaios anteriores, apresentou problemas na célula de carga de 500 kgf, devido à um impacto de final de curso. Na figura 3-25 está apresentado o equipamento utilizado para estes ensaios.



a)

b)

Fig. 3-25. Equipamento DL2000: a) equipamento preparado para o ETr; b) limite de capacidade. (Fonte: o autor)

Como este equipamento não dispõe de um conjunto de garras como aquele utilizado nos ensaios anteriores, mostrado em detalhes na figura 3-12, aquele conjunto foi instalado no equipamento para estes ETr, como mostra a figura 3-25a.

Na figura 3-26 é possível visualizar o posicionamento dos CdP nas garras para a execução dos ETr.

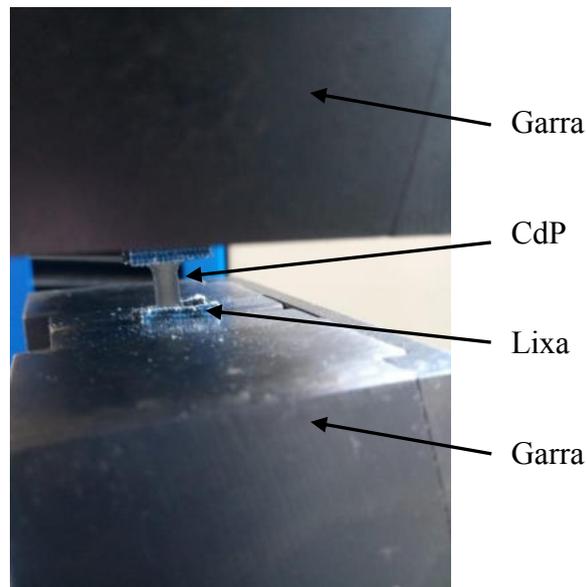


Fig. 3-26. CdP instalado no equipamento DL2000 antes do início do ETr. (Fonte: o autor)

A preparação para o ETr, nesta etapa, seguiu a rotina previamente definida e o Script foi mais uma vez verificado, tendo sido ainda sofrido modificação e atualizado para o uso no equipamento DL2000. A figura 3-27 mostra o fluxograma de ETr no referido equipamento.

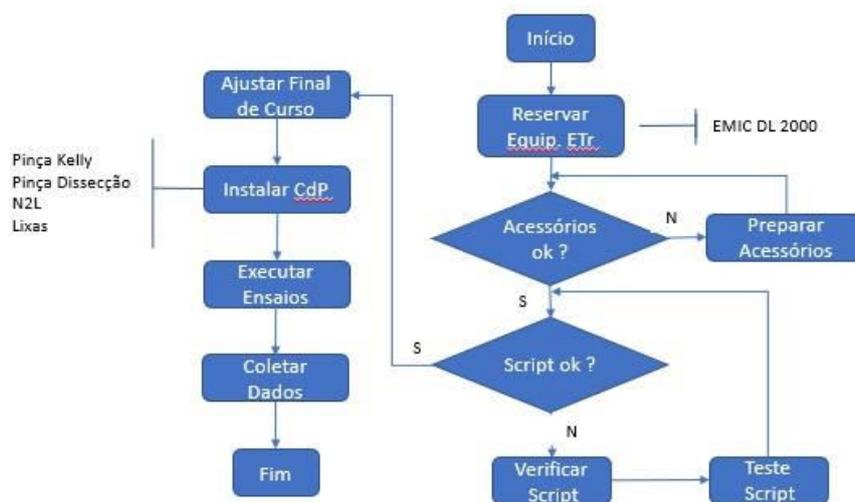


Fig. 3-27. Fluxograma para a realização do ETr no equipamento DL2000. (Fonte: o autor)

Em seguida à definição da rotina para o DL2000, foi efetuado o planejamento dos Banhos de imersão. A figura 3-28 apresenta este planejamento, onde é possível verificar

que houve a imersão no reservatório de N₂L, com o uso da meia de nylon, apresentado na figura 3-29. Foram separados 26 CdP de Ti6Al4V ELI e 26 CdP em Ti CP. Foram usados 24 CdP para a liga Ti6Al4V e mais 24 CdP para o Ti cp nos ensaios principais, mais 2 CdP de cada como reserva para possíveis perdas por escorregamento ou danos.



Fig. 3-28. Escala dos banhos para o ensaio, com a numeração dos CdP para cada tempo no ETr. A coluna de tempo representada em horas com variação de TP até 6 h e D representa o dia da imersão. Este planejamento foi válido para Ti6Al4V e Ti CP. (Fonte: o autor)



Fig. 3-29. Reservatório de N₂L com duas meias de nylon colocadas pelo bocal. Uma das meias contém Ti6Al4V ELI e a outra Ti CP, cada uma identificada por etiquetas. (Fonte: o autor)

Cada meia imersa no N₂L continha 26 CdP a serem enviados para o ETr. Os CdP foram colocados nestas meias e colocados dentro do reservatório próprio, como na figura 3-29. Cada uma das meias de nylon teve a sua extremidade superior, que contém a boca

de acesso ao seu interior, amarrada na alça do reservatório, impedindo que caíssem totalmente para dentro do reservatório. Cada meia foi identificada com uma etiqueta com a identificação do seu conteúdo e a hora da imersão no banho. As malhas foram imersas ao mesmo tempo e, quando próximo ao momento do seu ensaio, foram retiradas 3 amostras e colocadas na garrafa térmica, como na figura 3-09.

A rotina básica do ensaio está na sequência:

1. Afastar as pinças no equipamento universal de ensaio, para o final de curso superior;
2. Instalar uma (01) peça de lixa na pinça inferior;
3. Com uma pinça Kelly, pegar o CdP de dentro da garrafa térmica;
4. Na borda da garrafa térmica, prendê-lo com outra pinça Kelly, na sua porção central (figura 4-14);
5. Posicionar o CdP, com auxílio da pinça Kelly, de forma que o CdP fique entre a garra inferior do ETr, com a lixa entre o CdP e a garra;
6. Apertar firmemente a garra inferior para prender o CdP;
7. Colocar a lixa sobre a extremidade superior do CdP;
8. Abaixar a garra superior até o final de curso inferior, garantindo que o CdP esteja envolto com a lixa dentro da garra superior;
9. Apertar a garra superior, de forma a garantir que fique bem presa (figura 4-30);
10. Executar o ETr até o rompimento.

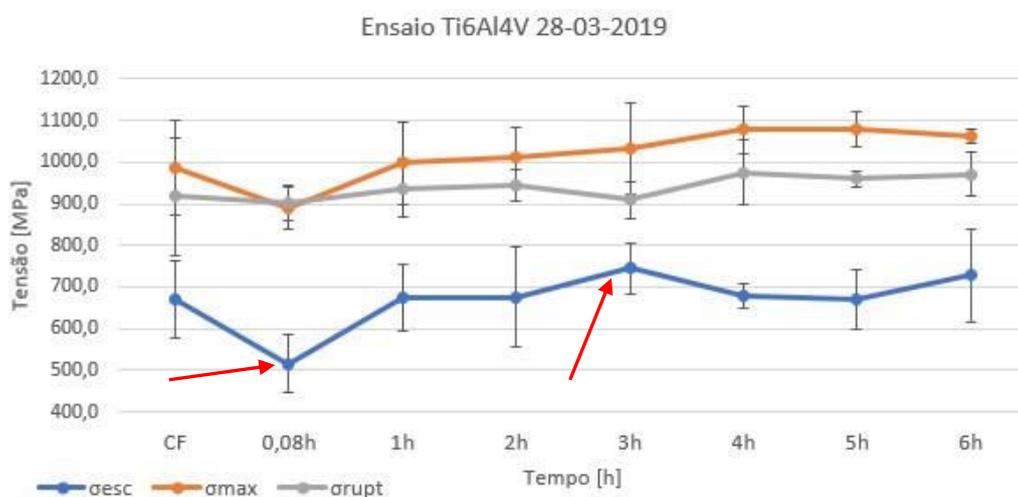
Esta operação não levou mais que 30 s e o equipamento recebeu o comando para dar início ao ETr, e foi repetida para todos os CdP.

Os resultados dos CdP em Ti6Al4V foram coletados e tratados de forma que a tabela 3-05 foi montada. Os gráficos de tensão versus TP e deformação versus TP são apresentados na Figura 3-30, onde é possível visualizar com mais facilidade a variação das propriedades mecânicas da liga com o TP indicadas pelas flechas vermelhas.

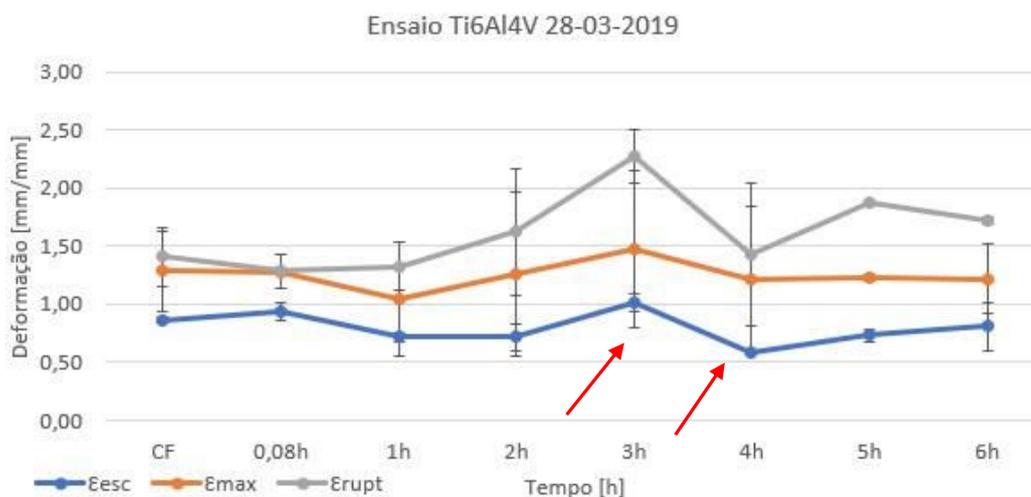
Tabela 3-05. Resultados médios do ensaio dos CdP, na liga Ti6Al4V ELI, em TC de CF a 6 h.

TP [h]	[Mpa]			%			[GPa]
	σ_{esc}	σ_{max}	σ_{rupt}	ϵ_{esc}	ϵ_{max}	ϵ_{rupt}	E
CF	670,65	987,61	917,30	0,892	1,282	1,406	77,68
0,08	514,53	890,80	900,27	0,938	1,280	1,283	55,14
1	674,27	997,53	937,57	0,715	1,043	1,326	94,17
2	675,52	1013,27	946,57	0,714	1,259	1,619	94,38
3	744,14	1032,52	909,10	1,016	1,476	2,276	73,24
4	678,34	1077,80	975,02	0,578	1,217	1,428	117,41
5	669,87	1079,67	960,20	0,729	1,229	1,870	91,78
6	728,58	1061,25	971,63	0,808	1,215	1,715	91,75

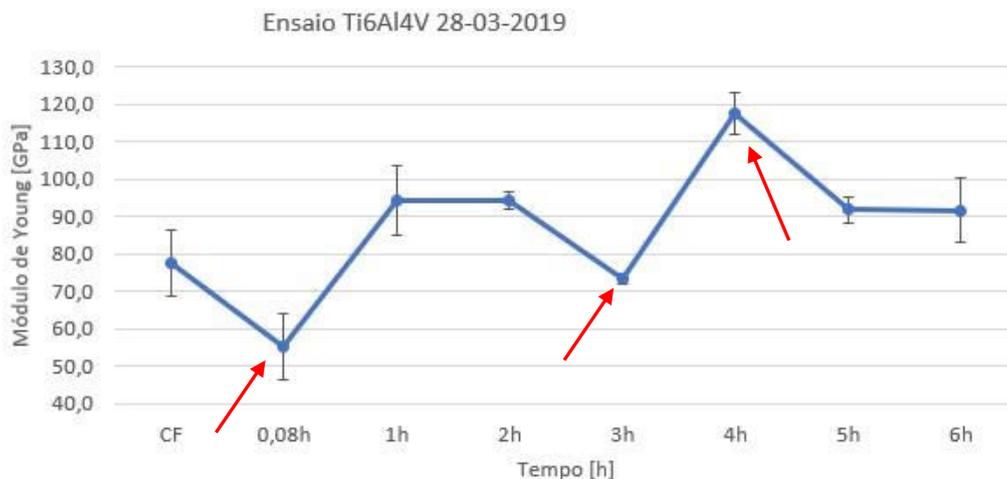
Fonte: o autor.



a)



b)



c)

Fig. 3-30. Resultados dos ETr apresentados na Tabela 3-05 para Ti6Al4V, as flechas mostram os resultados significativos: em a) mostra um decréscimo abrupto das σ_{esc} e σ_{max} em 0,08 h e posterior aumento dos valores com um pico ocorrendo em 3 h de imersão; em b) mostra a deformação com variação significativa em 3 h e 4 h; em c) mostra a variação do módulo de elasticidade, com variações significativas em 0,08 h em 3 h e em 4 h. (Fonte: o autor)

Os resultados de tensão e módulo de elasticidade são próximos àqueles apresentados pela literatura (ASM, 2002) (Fernandes et al, 2015). Entretanto, observando o comportamento da σ_{esc} , chama a atenção a variação que está apresentada com as flechas vermelhas na figura 3-31a, pois ela tem redução em 0,08 h (5 min) de imersão, voltando a aumentar após este instante. Em 3 h a σ_{esc} tem um pico máximo, para em seguida ter breve redução e continuar a tendência de aumento ao longo do TC.

As alterações nas tensões e deformações, quando influenciadas pelo TP em TC, são resultado das modificações na solubilidade das fases, α e β , e do aumento no número e movimentação das discordâncias que, em conjunto com a formação de maclas, ocasionam contração das estruturas cristalinas (Gu et al, 2013a)(Gu et al, 2014). A contração gerada pelo TC nos cristais impõe a criação, distribuição e liberação de discordâncias existentes nos grãos do material, influenciando a resistência à deformação plástica, dependendo do TP. (Gu et al, 2013)

O aumento repentino deformação em 3 h, assim como a redução em 4 h de TC, não está previsto, nem mencionado, na literatura para esta liga.

Na tabela 3-06 são apresentados os resultados dos CdP em Ti CP, coletados e tratados da mesma forma que a tabela anterior. Os gráficos de tensão versus TP e deformação versus TP para este metal são apresentados na figura 3-31.

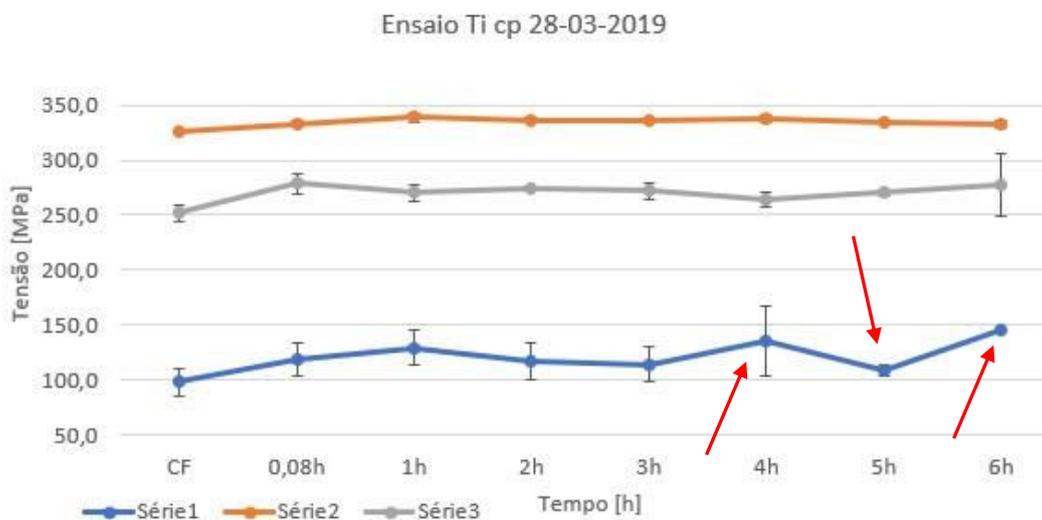
Tabela 3-06. Resultados médios do ensaio dos CdP, na liga Ti CP, em TC de CF a 6 h.

TP [h]	[Mpa]			%			[GPa]
	σ_{esc}	σ_{max}	σ_{rupt}	ϵ_{esc}	ϵ_{max}	ϵ_{rupt}	E
CF	97,99	325,60	251,90	0,173	0,559	0,685	57,23
0,08	118,50	333,37	278,73	0,229	0,617	0,716	51,56
1	129,17	338,83	270,30	0,245	0,629	0,740	52,62
2	116,60	336,77	273,57	0,250	0,638	0,745	47,11
3	113,75	336,45	271,70	0,223	0,617	0,722	51,31
4	134,55	338,00	264,65	0,316	0,681	0,799	43,12
5	108,66	334,73	270,07	0,154	0,556	0,671	126,65
6	144,80	332,50	277,50	0,267	0,627	0,730	54,26

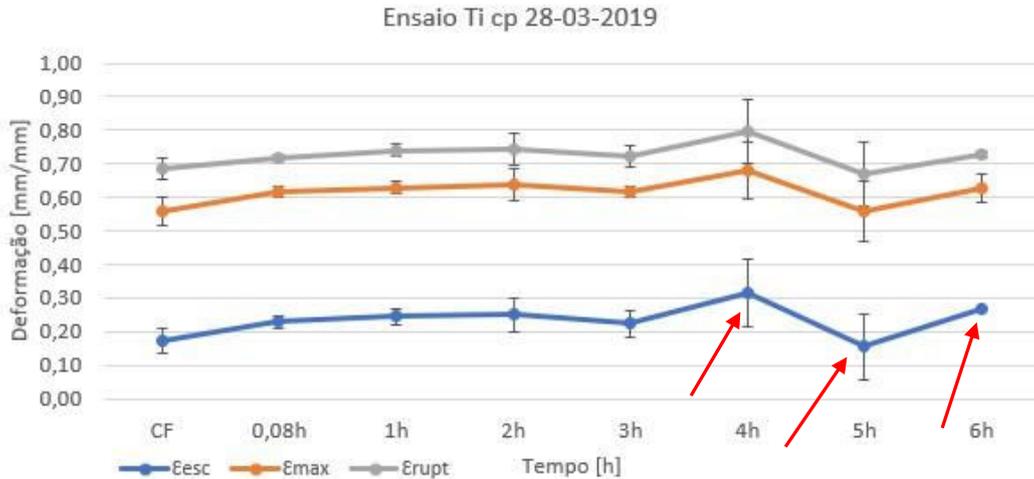
Fonte: o autor.

Da mesma forma como para a liga Ti6Al4V, o Ti cp apresenta valores diferentes daqueles sugeridos pela literatura. Esta diferença pode ter diversas origens, podendo residir na diferença de tratamento térmico da MP utilizada nestes ensaios, sentido de laminação ou alterações ocasionadas durante o corte dos CdP.

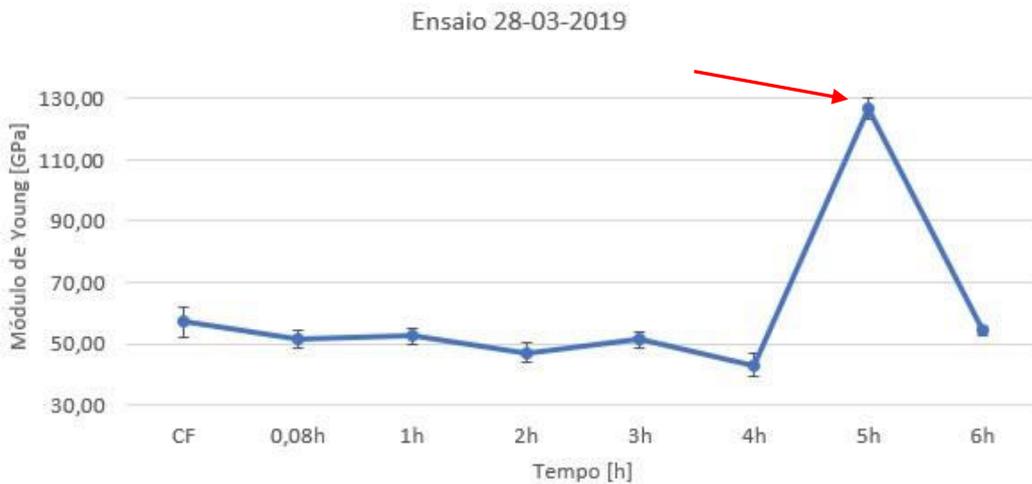
É possível perceber que os resultados para o módulo de elasticidade também estão mais baixos do que o sugerido pela literatura, mas apresenta variações que chamam a atenção.



a)



b)



c)

Fig. 3-31. Resultados dos ETr dos CdP em Ti cp, apresentados na Tabela 3-06 e as flechas indicam os pontos de maior inflexão a partir de 4 h até 6 h de TP: em a) mostra a variação das tensões ao longo do tempo de imersão; b) variações na deformação mostrada e c) a variação no módulo de elasticidade naquele período. (Fonte: o autor)

Observa-se na figura 3-31a que a σ_{esc} apresenta flutuação ao longo do TP em TC, sendo que em 5 h ocorre uma leve deflexão. Na figura 4-31b, é possível se observar que a deformação elástica tem tendência leve de aumento com o TC até 3 h. Em 4 h sofre aumento mais acentuado, aumentando de forma significativa seu valor para, em 5 h apresentar redução e, em 6 h, voltar a aumentar. Na figura 3-31c o gráfico mostra uma grande inflexão no ensaio para 5 h de TP, que é o resultado das variações das tensões e das deformações sugerindo, o que contribui para a motivação ao estudo de que alterações cristalinas podem modificar os resultados das propriedades mecânicas do material. (Gu et al, 2013)(Gu et al, 2014a)

Este comportamento, tanto no Ti cp quanto na liga Ti6Al4V chamam a atenção, pois apresenta clara indicação que algum evento acontece na estrutura cristalina do material, mencionado na literatura como a formação da fase β metaestável, com consequente alteração na microestrutura do metal (Gu et al, 2018).

Por este motivo, mais investigações foram feitas, com novos ETr em CdP da liga Ti6Al4V a fim de garantir que nenhuma influência externa pudesse alterar o comportamento desta em ETr como função do TP em TC. Em análise dos ensaios se observa que a maior influência do TP em TC está no campo das deformações plásticas, em especial na diferença entre a tensão máxima e o escoamento.

Comparando os resultados dos ETr entre a liga Ti6Al4V e o Ti cp é possível se observar que a liga tem variações nas propriedades mecânicas logo após o início do TP, já o Ti cp apresenta variações após 3 h de TP somente. Este comportamento parece ser influenciado pelos principais elementos de liga (Al e V), com possível influência do comportamento das suas estruturas cristalinas. Como estudá-los individualmente não é o foco desta investigação, as pesquisas permanecerão somente no estudo da liga proposta.

3.7 ETR PILOTO - CDP 0,5 MM COM ALAVANCA

Considerando as variações nas propriedades mecânicas nos ensaios anteriores, a investigação desta bateria de ensaios foi concentrada na variação do TP de até 2 h em TC, em intervalos de 15 min a fim de investigar o comportamento da liga nestas condições. A fixação dos CdP foi feita com a utilização do sistema de alavanca, como nos ensaios anteriores.

Foi definida a Escala de Banhos para a imersão dos CdP na liga estudada, mostrada na figura 3-32.

Escala de Banhos

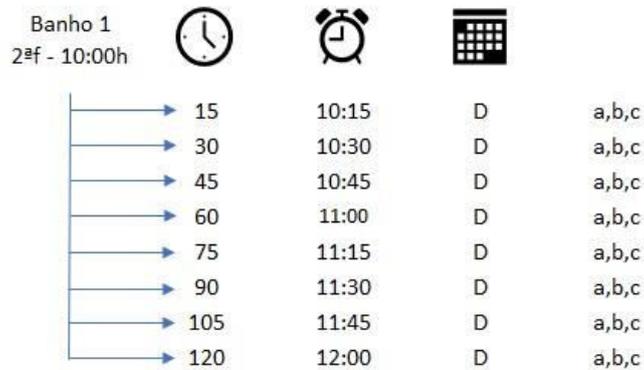


Fig. 3-32. Escala de Banhos para os CdP imersos por até 2 h em intervalos de TP de 15 min. (Fonte: o autor)

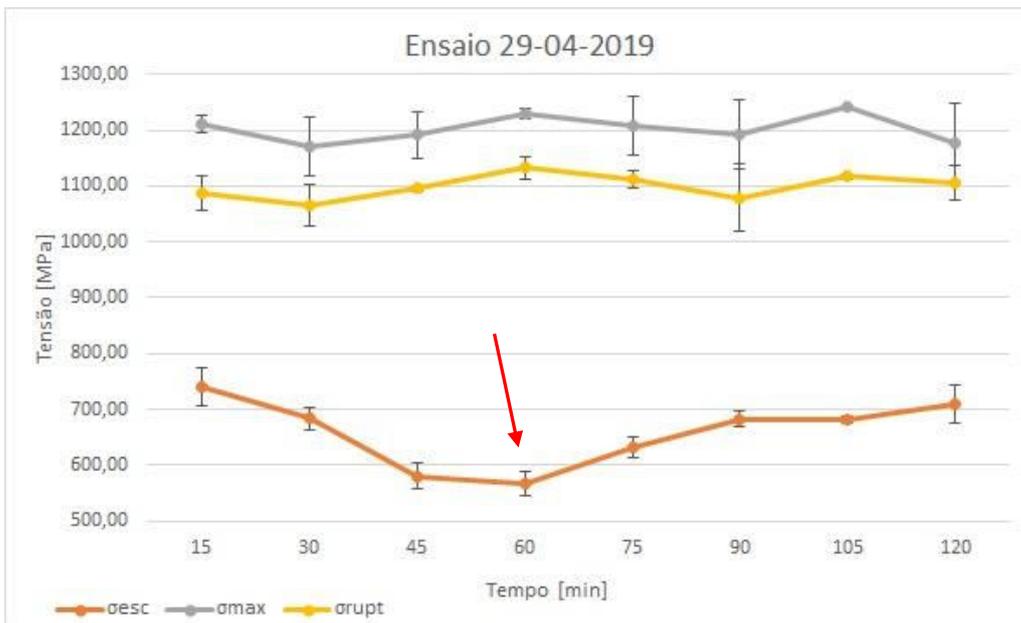
Os resultados médios estão registrados na tabela 3-07. A coluna TP [min] está apresentada em intervalos de 15 min, investigação motivada pelas alterações das propriedades mecânicas observadas em ensaios anteriores, com a busca de mais detalhes do comportamento das propriedades mecânicas mostradas nos ensaios anteriores.

Tabela 3-07. Resultados médios do ensaio dos CdP, na liga Ti6Al4V ELI em TC.

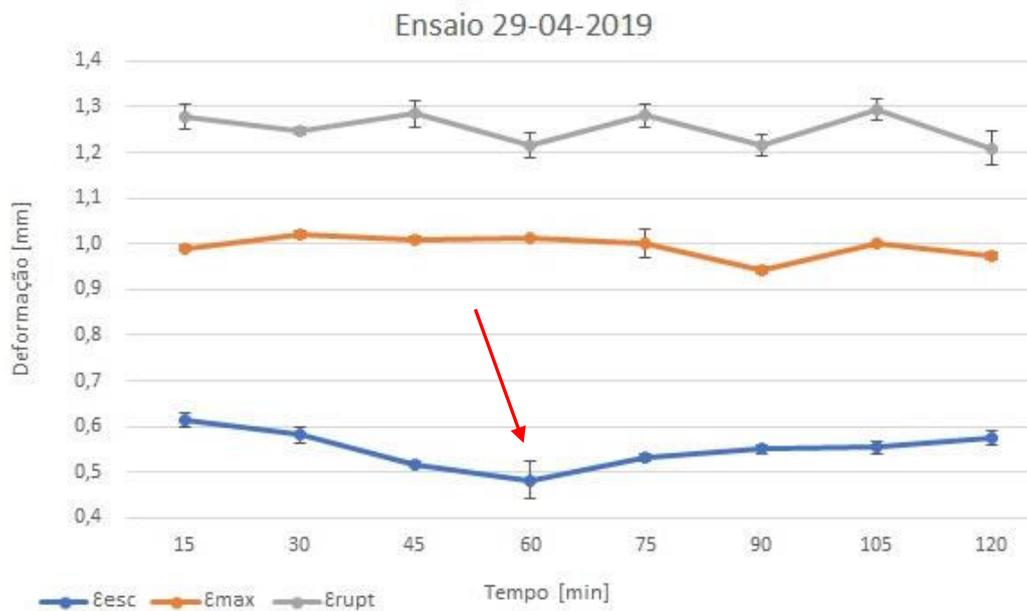
TP [min]	[Mpa]			%			[GPa]
	σ_{esc}	σ_{max}	σ_{rupt}	ϵ_{esc}	ϵ_{max}	ϵ_{rupt}	E
15	739,33	1210,67	1087,00	0,612	0,991	1,278	120,79
30	683,80	1171,67	1065,33	0,581	1,021	1,247	117,74
45	580,55	1191,50	1095,00	0,518	1,010	1,285	112,14
60	566,95	1230,00	1132,00	0,483	1,011	1,217	117,69
75	631,67	1207,67	1111,67	0,531	1,001	1,280	118,93
90	682,10	1192,50	1079,00	0,550	0,941	1,216	124,09
105	682,50	1240,50	1117,50	0,554	1,000	1,295	123,30
120	708,95	1177,00	1106,00	0,574	0,972	1,209	121,37

Fonte: o autor.

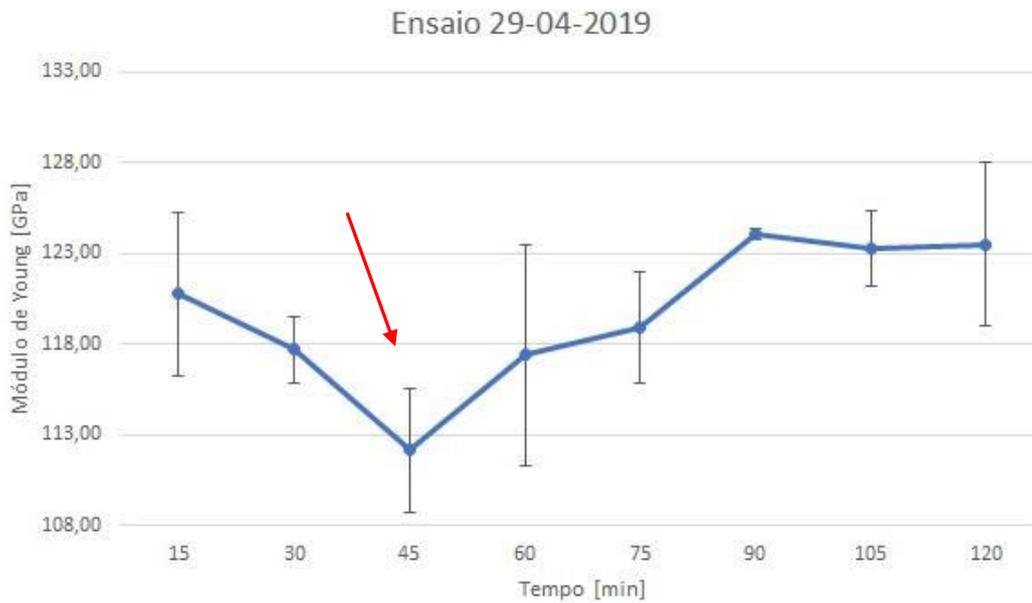
Na figura 3-33 estão mostrados os resultados da tabela 3-07 na forma de gráficos, para melhor visualização do comportamento das propriedades mecânicas.



a)



b)



c)

Fig. 3-33. Resultados médios dos ETr da Tabela 3-07: a) tensão em função do TP; b) deformação em função do TP; c) E em função do TP. (Fonte: o autor)

Nota-se que a inflexão que ocorre na σ_{esc} e na ϵ_{esc} para 45 e 60 min são uma repetição de eventos que ocorreram nos ensaios anteriores. Ainda que não seja da mesma intensidade ou com as mesmas resultantes, está claro que ocorrem variações das propriedades mecânicas na liga ao longo de diferentes TP. Estes resultados motivaram a continuidade da investigação de forma a explicar estas tendências na liga estudada.

Este ensaio foi desenvolvido com TP de 15 min até 120 min (2 h) para identificar o evento com mais detalhes ao redor do TP de 1 h, que foi sinalizado pelos ensaios anteriores como um ponto importante de inflexão no comportamento mecânico da liga. O resultado deste ensaio mostra que a σ_{esc} apresenta o menor valor em TP igual a 60 min (1 h), possivelmente influenciada pelas alterações das fases α e β , bem como das tensões nas estruturas cristalinas mencionadas nos ensaios anteriores. (Gu et al, 2013)(Gu et al, 2014a)

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 LIGA Ti6Al4V ELI

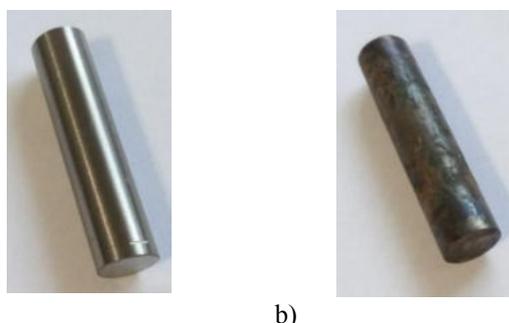
A liga estudada foi a Ti6Al4V ELI (ASTM F136) que é uma das mais utilizadas na fabricação de próteses ortopédicas devido às suas características mecânicas, biocompatibilidade e menor massa específica do que outros metais e suas ligas, como já mencionadas anteriormente neste estudo. No quadro 4-01 estão apresentadas as propriedades mecânicas da liga estudada.

Quadro 4-01. Principais propriedade mecânicas da liga Ti6Al4V ELI fornecida.

Propriedade	Valores
Massa específica	4,428 g/cm ³
Tensão de Ruptura	1.034 MPa
Tensão de Escoamento	918 MPa
Alongamento	14,00%
Módulo elástico (Módulo de Young)	105 ~ 116 GPa
Coefficiente de Poisson	0,33

Fonte: Fornecedor (anexos A e B).

Após selecionada a liga metálica, a definição do Corpo de Prova (CdP) foi estabelecida como CdP a partir de barras, com diâmetro de 9,53 mm e 40,0 mm de comprimento, mostrado na figura 4-01 que estava à disposição no laboratório da PUC-PPGTS.



a)

b)

Fig. 4-01. Tarugos com diâmetro 9,53 mm e comprimento 40 mm na liga Ti6Al4V ELI: a) antes do recozimento; b) depois do tratamento de recozimento. (fonte: o autor)

Como o ensaio de laminação a partir da barra não foi bem sucedido, ocasionado pelo rompimento do CdP devido à excessiva deformação imposta, tiras na liga pretendida

e com as dimensões de 941,0 x 38,0 x 1,6 [mm] (C x L x Esp) foram utilizadas. Foram cortadas com o equipamento de Eletroerosão a Fio, marca Charmilles, modelo Robofil® 290, para terem as dimensões de CdP mostradas na figura 4-02, cujas dimensões são utilizadas pelo grupo de pesquisa da UEPG, liderado pelo Prof. Osvaldo M. Cintho em espessuras diversas (Magalhães, 2017). Embora pequeno para os parâmetros de uso nos equipamentos, o CdP com estas dimensões ainda permite o seu uso em Equipamento Universal de Ensaio de Tração e está de acordo com a norma ASTM E8/E8M – 16a, sessão 6.2 Subsize Specimen.

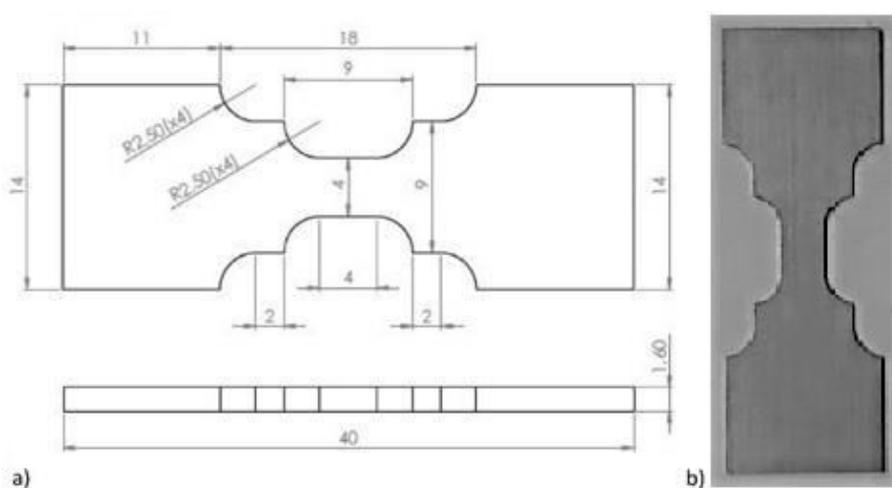


Fig. 4-02. Dimensões do CdP utilizado: a) vista superior e vista lateral do CdP representado pelo desenho com espessura de 1,6 mm e b) CdP cortado por meio de eletroerosão a fio (Adaptado de Magalhães, 2017)

Cálculos de resistência do material mostraram que os CdP com espessura de 1,6 mm exigiriam por volta de 20% da capacidade do equipamento universal de ensaios, MTS.

Como a oferta da tira na espessura de 1,6 mm era pequena, novos cálculos foram efetuados, sendo definido que tiras com 1,0 mm de espessura exigiriam 80% da capacidade o equipamento universal de ensaios, EMIC DL500 e DL2000. Os principais parâmetros de cálculo foram a limitação de força das máquinas (DL500 = 5 kN; DL2000 = 20 kN) e das células de carga disponíveis (500 kgf = 5 kN). Como base nestes cálculos foi selecionada tira com as dimensões de 941,0 x 38,0 x 1,0 [mm] (C x L x Esp) e 02 foram adquiridas no mercado local, sendo os CdP uma variação da figura 4-02, modificadas na espessura do material.

Mais uma vez ocorreram problemas de alguns CdP não serem rompidos e nova espessura do material foi selecionada. Os cálculos foram desta vez direcionados para 40%

da capacidade de tração dos equipamentos de ensaios, o que se mostrou viável. Assim, foi definido que a tira deverá ter as dimensões de 941,0 x 38,0 x 0,5 [mm] (C x L x Esp) e adquiridas no mercado local, sendo os CdP uma variação da figura 4-02, modificadas mais uma vez na espessura do material.

A Figura 4-03 apresenta a estratégia de aquisição e uso da MP para os ensaios da liga selecionada e a MP foi adquirida em tiras laminadas segundo a ASTM B265-20.

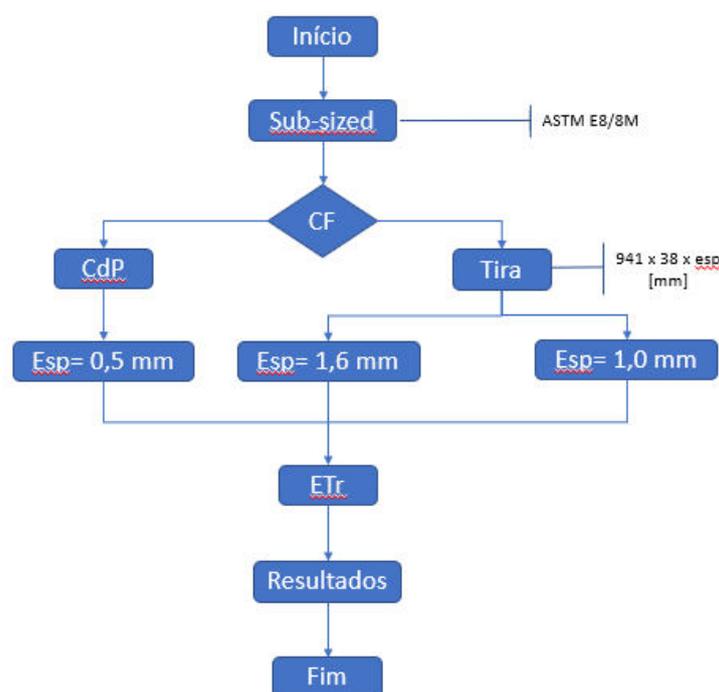


Fig. 4-03. Fluxograma da estratégia de aquisição da MP, onde: CF = Como Fornecido e ETr =Ensaio de tração (Fonte: o autor)

Definidas as dimensões do CdP e seu processo de corte, novo orçamento para aquisição das tiras com espessura de 0,5 mm foi realizado. No entanto, a aquisição da MP no mercado local foi proibitiva devido ao alto custo de aquisição estipulado pelo fornecedor para os novos pedidos (R\$ 8.700,00 o m² de chapa com 0,5 mm de espessura). Por este motivo, foi direcionada a busca da MP para os mercados externos e foi escolhido um fornecedor chinês com garantia de qualidade da liga.

O fornecedor escolhido forneceu os CdP em 02 lotes, com certificados de qualidade, com espessura 0,5 mm e de acordo com o desenho anexo C.

O quadro 4-02 apresenta a composição química da liga obtida, confirmada nos Certificados de Qualidade apresentados nos anexos A e B, para os lotes 1 e 2, respectivamente.

Quadro 4-02. Composição química da liga Ti6Al4V ELI adquirida.

Elemento	Al	V	Fe	O	C	N	H	Ti
% massa	6,140	4,000	0,160	0,114	0.003	0.005	0.002	Balanço

Fonte: fornecedor anexos A e B.

É possível verificar que o desenho enviado ao fornecedor solicitava que o corte dos CdP fosse realizado no sentido paralelo à laminação, como se pode ser verificado no anexo C e foi realizado um ensaio com Espectroscopia por Energia Dispersiva (EDS), anexo D, para avaliação dos elementos da liga fornecida, confirmando o conteúdo mostrado no quadro 4-02. A figura 4-04 mostra os lotes dos CdP cuidadosamente embalados pelo fornecedor, quando recebidos.



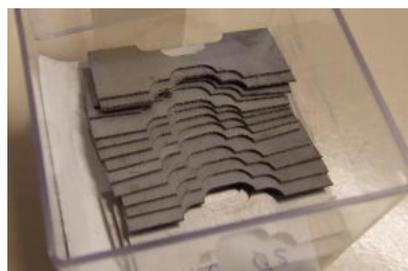
a)



b)



c)



d)

Fig. 4-04. Os CdP recebidos do fornecedor internacional: a) embalagem retirada da Caixa de papelão; b) embalagem individual dos CdP protegidos por filme plástico; c) CdP depois de retirados do filme plástico; d) CdP em caixa de plástico para identificação. (Fonte: o autor)

4.2 PREPARAÇÃO METALGRÁFICA

Devido ao tamanho reduzido dos CdP, com o objetivo de garantir uma boa preparação metalográfica do mesmo para a análise em microscópio, foram preparados dispositivos auxiliares em PVC para o embutimento dos CdP e que auxiliaram na preparação das superfícies de acordo com a Norma (ASTM E3-11). O desenho do dispositivo, com suas dimensões é apresentado na figura 4-05 e na figura 4-06 está apresentada a rotina em fluxograma do processo de preparação e a microscopia dos CdP, onde se percebem os eventos, suas relações e dependências.

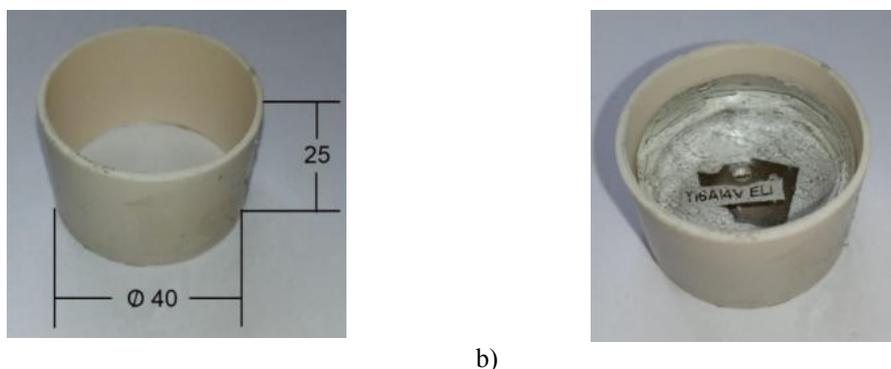


Fig. 4-05. Dimensões do dispositivo auxiliar para embutimento do CdP, utilizado para a preparação metalográfica: a) o dispositivo auxiliar em PVC; b) CdP embutido em resina no dispositivo auxiliar. (Fonte: o autor)

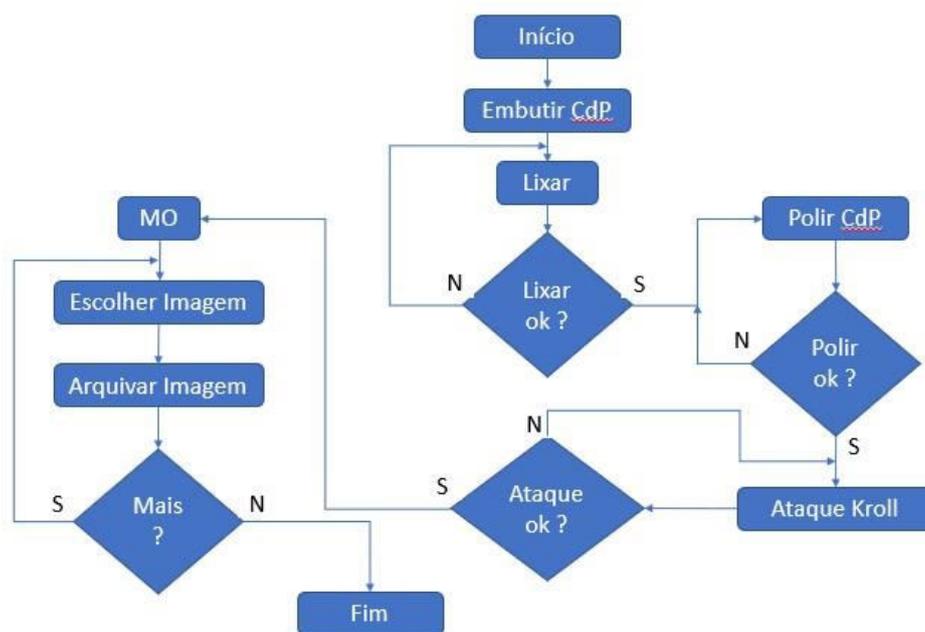
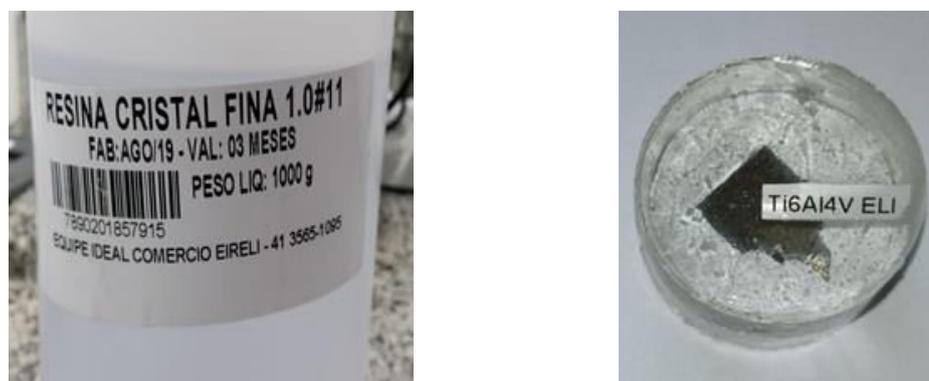


Fig. 4-06. Fluxograma do procedimento de preparação dos CdP para a Microscopia. (Fonte: o autor)

A resina utilizada no embutimento dos CdP foi a resina poliéster cristal fina, comercialmente conhecida como “Acrílico Líquido”. A escolha da resina transparente foi motivada pela possibilidade de acrescentar uma etiqueta no interior do suporte em resina, auxiliando a identificação da amostra, como mostrado na Fig. 4-07.



a) b)
Fig. 4-07. Imagens do embutimento: a) resina utilizada; b) CdP com a etiqueta de identificação embutida. (Fonte: o autor)

Após os CdP terem sido posicionados nos dispositivos, a resina misturada com o catalizador foi vertida e o conjunto permaneceu em capela de exaustão por 24 h para garantir a cura completa da resina.

Assim que a resina dos CdP embutidos estava completamente curada, foi feito o procedimento segundo a norma ASTM E3-11 com o lixamento e polimento dos embutidos para garantir a boa avaliação da microestrutura a partir da superfície. As lixas utilizadas foram das marcas Bosch® e Makita®, com “mesh” 120, 240, 400, 800, 1000, 1500 e 2000 sucessivamente e sempre girando o CdP em 90° entre um lixamento e outro. O polimento dos CdP que foram submetidos à MO foi realizado com Alumina Mesh 1000 em meio aquoso ou com solução de 85% de Sílica Coloidal 50 nm Alkalina (Aksel®) e 15% de Peróxido de Hidrogênio PA (Biotec®). O polimento com Sílica Coloidal apresentou superfície mais clara, plana e com resultado visual melhor, embora tenha sido pouco utilizada devido à disponibilidade do material.

A revelação da microestrutura da liga foi efetuada com o reagente de Kroll para ataque químico e eletrólitos, conforme norma ASTM E407-07: 3 ml de HF, 6 ml de HNO₃, e 91 ml de água deionizada. Os CdP embutidos e polidos foram atacados em períodos sucessivos de 20 s até que a revelação fosse satisfatória, somando 3 min e 40 s para a liga estudada. Este tempo de revelação foi aplicado tanto para os CdP polidos com alumina como para os polidos com sílica coloidal.

4.3 MICROSCOPIA

A microscopia é um procedimento de análise da superfície de um material previamente preparado, no qual é possível visualizar a microestrutura revelado pelo processo de preparação e revelação. Obviamente que muitos fatores influenciam neste processo como a característica da superfície, o polimento, a revelação e a ampliação utilizada na microscopia.

Na figura 4-08 está apresentado o procedimento utilizado para a MO nos CdP dos estudos com a liga Ti6Al4V ELI. Por outro lado, o ensaio com MEV foi utilizado para efetuar o EDS, que confirmou a liga utilizada, como apresentado no anexo D.

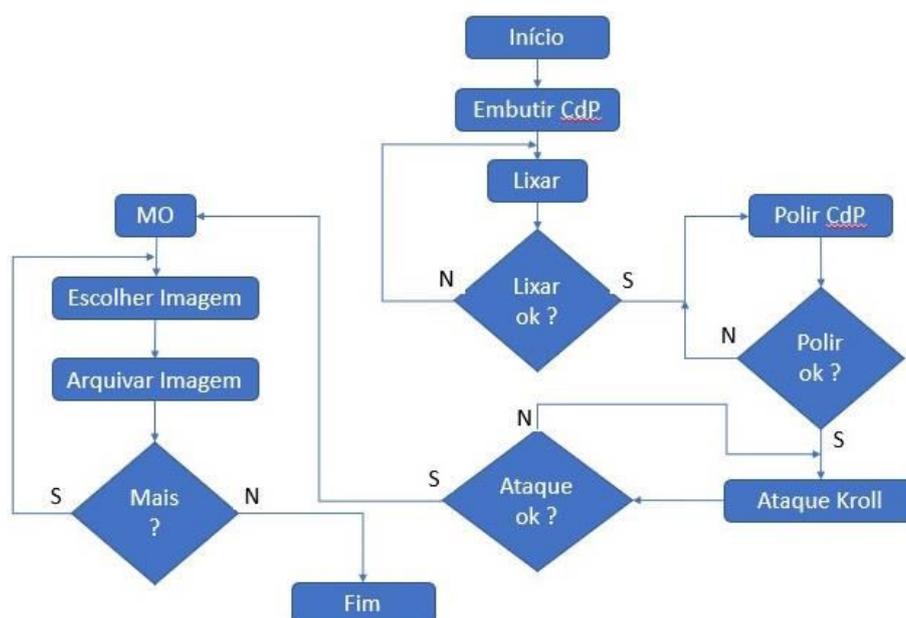


Fig. 4-08. Fluxograma para o procedimento de preparação de CdP para MO. (Fonte: o autor)

A MO foi realizada com o objetivo de analisar possíveis alterações microestruturais ocasionadas pelo tratamento criogênico e foi efetuada em Microscópio Óptico da marca Olympus, modelo BX60, no Departamento de Engenharia Mecânica da PUCPR, como na figura 4-09.

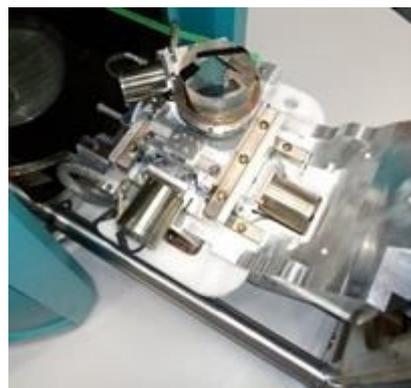


Fig. 4-09. Imagem do MO Olympus BX60. (Fonte: o autor)

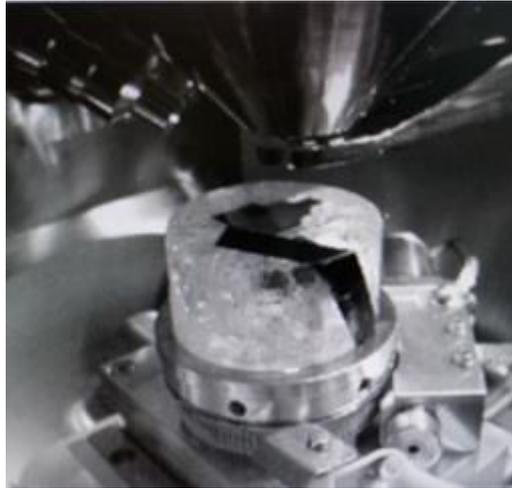
As superfícies dos CdP foram também avaliadas por meio de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) marca Tescan, modelo Vega 3®, também instalado no Departamento de Engenharia Mecânica da PUCPR, mostrado na figura 4-10, no qual foi efetuado EDS, anexo D, da liga Ti6Al4V ELI para a determinação de sua composição química, para comparação com aquela fornecida pelo fabricante, anexos A e B.



a)



b)



c)

Fig. 4-10. MEV Tescan: a) equipamento; b) imagem da câmara de porta amostra; c) porta amostra com amostra posicionada e, acima, o cabeçote de emissão de feixe. (Fonte: o autor)

4.4 TEMPO DE PERMANÊNCIA EM CRIOGENIA (TP)

Com o objetivo de se avaliar como o tempo de permanência em criogenia (TP) em N₂L afeta as características mecânicas em tração da liga estudada, foram selecionados sete períodos. Para cada período os CdP foram posicionados nas meias e imersos no reservatório contendo o N₂L, apresentado na figura 4-11.



Fig. 4-11. Reservatório de N₂L contendo os CdP imersos para a sua manutenção na TC pelo tempo estipulado (TP). A Flecha mostra a amarração da meia na alça do reservatório. (Fonte: o autor)

O N2L utilizado foi fornecido pelo Laboratório de Cultivo Celular da PUCPR, em reservatório específico e adequado para o transporte do líquido criogênico que proporcionou a redução das perdas por evaporação, conforme apresentado na Figura 4-12. Para a imersão dos CdP neste reservatório, foram posicionados na parte das pontas dos pés de meias longas de nylon que ficaram submergidos no N2L. A parte superior (aberta) das meias foram amarradas na alça do reservatório, impedindo que a meia caísse no reservatório. Uma garrafa térmica em aço inoxidável foi utilizada para o transporte e armazenamento temporário (para os ensaios de tração), mantendo os CdP imersos em N2L depois de retirados do reservatório e das meias, atendendo os procedimentos de segurança.



a)



b)



c)



d)

Fig. 4-12. Imagens do armazenamento: a) reservatório de 50 L para manutenção do nitrogênio no estado líquido; b) meia de nylon durante imersão no reservatório; c) garrafa térmica em aço inox para transporte dos CdP; d) CdP no interior da garrafa térmica, imerso em N2L (Fonte: o autor)

Para as primeiras investigações os TP em TC dos CdP foram: CF, 15 min, 1 h, 6 h, 12 h, 24 h, 36 h, e 48 h. Para cada TP foram imersos 3 CdP. Três CdP permaneceram sem imersão, utilizados como controle.

O procedimento para o ensaio de tração nos TP, resumido no fluxograma da figura 4-13, foi conduzido da seguinte forma:

1. Separar 24 CdP do mesmo lote;
2. Posicionar os CdP na meia de nylon;
3. Imergir a meia com os CdP no reservatório criogênico contendo N2L, em temperatura aproximada de $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$, e amarrar a extremidade da meia na alça do reservatório;
4. Vencido o TP desejado, retirar o CdP do reservatório com uma pinça de aço inoxidável, previamente imersa em N2L para evitar troca térmica com o CdP e imergi-los imediatamente em N2L contido em uma garrafa térmica;
5. Retirar os CdP, um a um, para a realização do ensaio de tração, fixando-os rapidamente nas garras da máquina de tração e realizar o ensaio até o rompimento;
6. Armazenar as partes rompidas dos CdP em recipientes separados e devidamente identificados para análises posteriores.

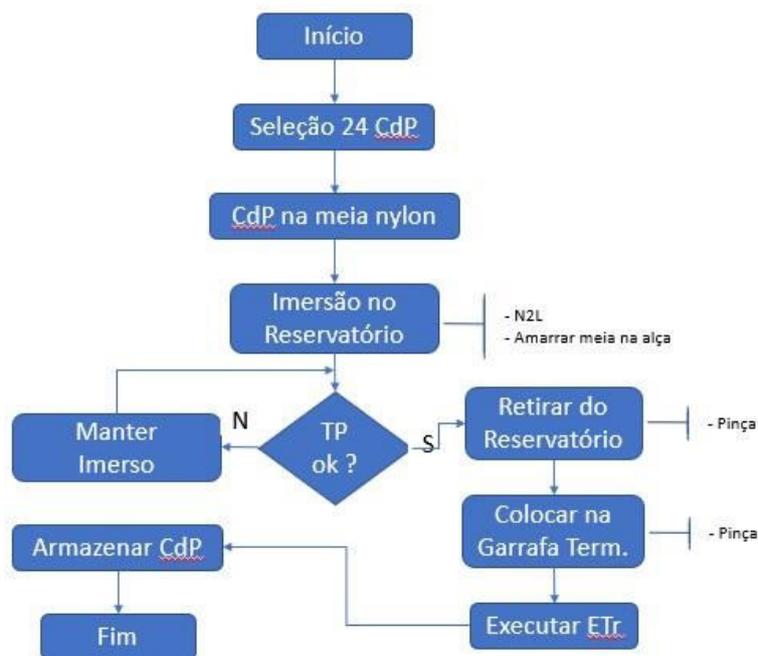


Fig. 4-13. Fluxograma com o procedimento para ETr dos CdP. (Fonte: o autor)

Com a execução dos ETr, os resultados obtidos nos diferentes CdP foram registrados em planilhas, que foram organizadas para cada bateria de ensaios e registradas a Tensão de Escoamento (σ_{esc}), Tensão Máxima (σ_{max}), Tensão de Ruptura (σ_{rupt}), com as respectivos deformações e módulos de elasticidade. Com base nestes dados, e nas dimensões dos CdP, foi possível calcular o módulo de elasticidade (E) de cada CdP.

4.5 LAMINAÇÃO A PARTIR DE BARRA

A utilização da MP a partir de barras com diâmetro de 9,53 mm para a laminação foi a ideia inicial para compreensão do processo de TC. Laminação é um processo de deformação mecânica aplicada em equipamento de laminação para a redução de espessura do material, como mostra ilustrativamente a figura 4-14.

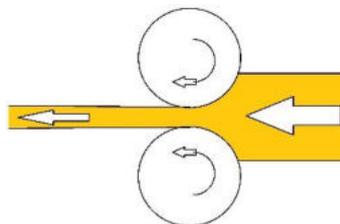
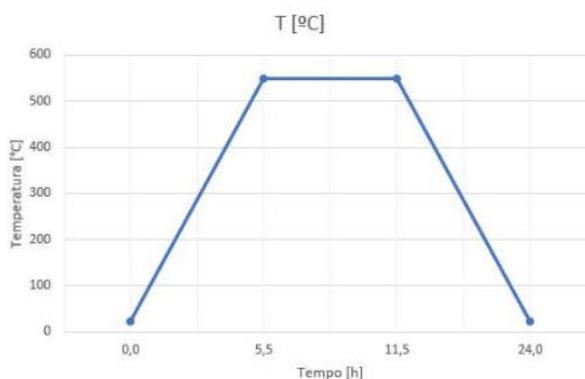


Fig. 4-14. Esquema simplificado de laminação de um material. (fonte: o autor)

Os CdP produzidos a partir das barras com diâmetro de 9,53 mm foram cortadas em tarugos com 40,0 mm de comprimento. Em seguida foram recozidos em forno tipo mufla de acordo com a curva de aquecimento mostrada na figura 4-15, para alívio das tensões. Foram laminados com objetivo de obter placas planas com 1,60 mm de espessura e destas placas, seriam então usadas para a fabricação dos CdP nas dimensões especificadas em 4.1.



a)



b)

Fig. 4-15. Recozimento dos tarugos: a) peças dentro do forno Mufla; b) a rampa de aquecimento utilizada para o recozimento dos CdP. (fonte: o autor)

Depois de recozidos e permanecerem em temperatura ambiente (21 °C), os CdP foram submetidos ao TC por TP de 3 min, imersos no N2L. Imediatamente após imersos no N2L, teve início o seu borbulhamento devido à troca térmica das peças metálicas que se encontravam na temperatura ambiente e o N2L a -196 °C. O borbulhar se deve ao fato de o N2L entrar em ebulição e este efeito foi reduzindo ao longo do TP à medida que se aproximava do equilíbrio térmico. Quando o TP chegou a 3 min, os tarugos foram retirados do N2L, um a um, e submetidos à deformação por laminação em vários passes para a redução de 1,0 mm no diâmetro cada um, ou seja, deformação de 10,49% no seu diâmetro em média.

A laminação dos tarugos recozidos e imersos em N2L foi realizada na laminadora Marca FENN, modelo 042/4-046 com cilindro com 108 mm diâmetro (UEPG), como mostra a figura 4-16.



a)

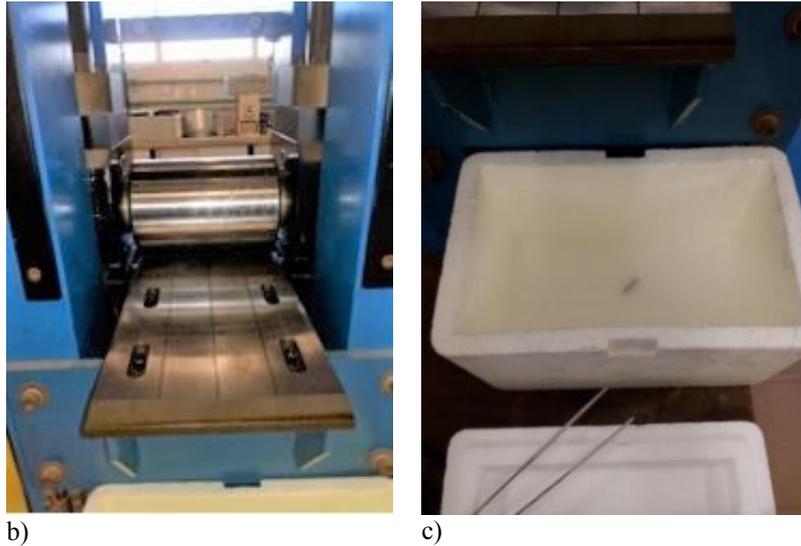


Fig. 4-16. Processo de laminação dos tarugos: laminadora instalada na UEPG. Em a) o equipamento FENN completo (Guimarães, 2016); b) detalhe do cilindro de laminação; c) detalhe do reservatório com N2L e os tarugos foram imersos. (Fonte: o autor)

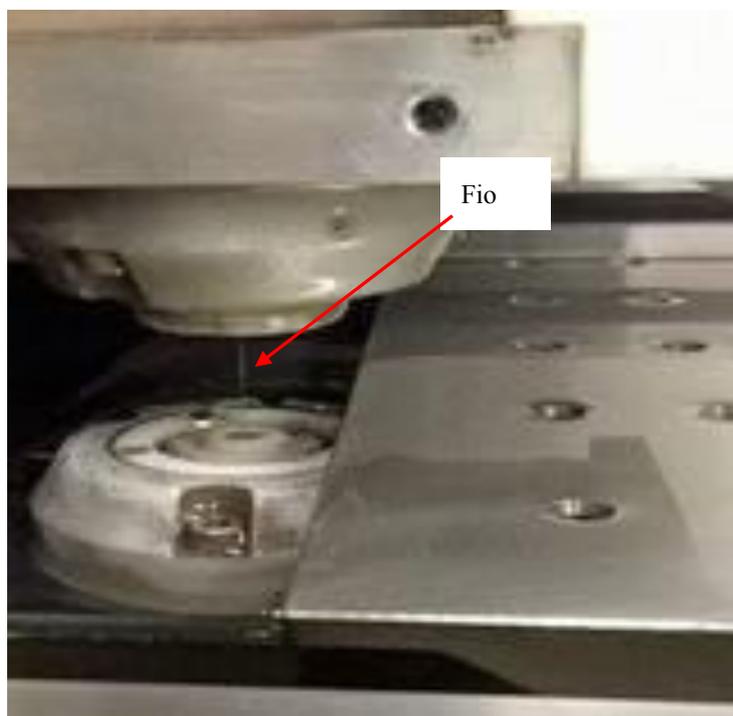
4.6 ELETROEROSÃO A FIO

Eletroerosão a fio é um processo utilizado para cortes de precisão, o que depende de alguns fatores como diâmetros do fio, descarga elétrica, eletrólito e programação, apresentando baixa necessidade de acabamento e os cabeçotes comandados por sistema CNC, têm movimentos precisos e independentes.

O equipamento que foi utilizado para o corte dos CdP por Eletroerosão a Fio, foi da marca Charmilles Technologies, modelo Robofil® 290, mostrado na Figura 4-17, instalado no Departamento de Engenharia Mecânica da PUCPR. O corte foi realizado com um fio de 0,25 mm de diâmetro, não necessitando de acabamentos posteriores na superfície do corte.



a)



b)

Fig. 4-17. Equipamento de Eletroerosão a Fio: a) vista externa frontal do equipamento; b) imagem dos cabeçotes com o fio de corte entre eles indicado pela flecha vermelha. (Fonte: o autor)

A figura 4-18 mostra as peças cortadas pelo processo mencionado, onde se observam os CdP e as sobras geradas pelo corte de acordo com o desenho das peças. Algumas sobras foram utilizadas para testes em preparação metalográfica.

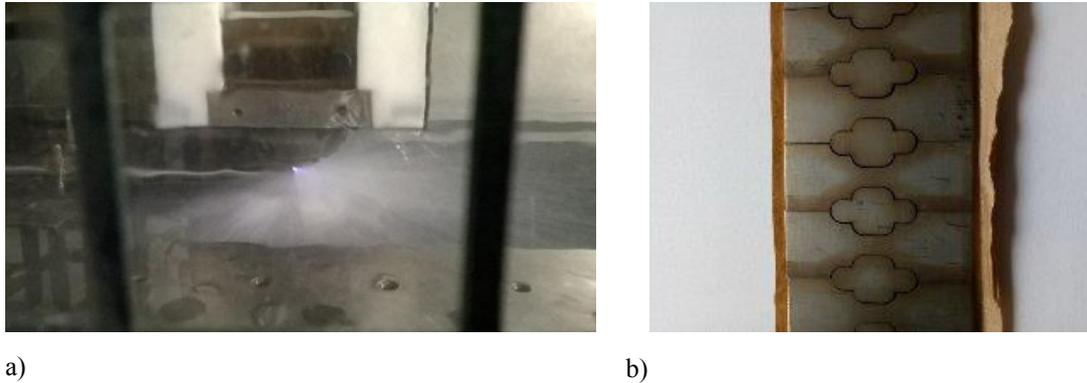


Fig. 4-18. Corte de CdP no equipamento de eletroerosão a fio. Em a) imagem do processo de corte onde o cabeçote e o fio são fartamente irrigados com o fluido dielétrico e em b) a imagem da tira na liga estudada, cortada, onde se visualizam os CdP e as sobras do processo. (Fonte: o autor)

4.7 ETR COM MTS

O ensaio de tração (ETr) foi executado em Máquina Universal de Ensaio, segundo a norma ASTM E8/E8M e para que as condições adequadas do ensaio com resultados confiáveis, inicialmente foi utilizado o equipamentos da marca MTS, modelo Exceed® E45, com capacidade de 100 kN e célula de carga de 100 kN; instalado no Departamento de Engenharia Mecânica da PUCPR. A figura 4-19 mostra o equipamento MTS utilizado para os ensaios destes CdP.

O procedimento de inserção dos dados para o ensaio neste equipamento é simplificado, devido à versão e tipo de software de controle utilizados. Os dados foram inseridos de acordo com os parâmetros do CdP e necessários para a execução dos ensaios.

No anexo G está apresentado o Certificado de Calibração do equipamento.



a)



b)



c)

Fig. 4-19. Equipamento de tração MTS Exceed E45: a) vista do módulo de ensaio; b) detalhe do cabeçote de ensaio com as garras; c) imagem com grande aproximação do CdP preso nas garras do cabeçote de ensaio. (Fonte: o autor)

Os principais dados inseridos foram:

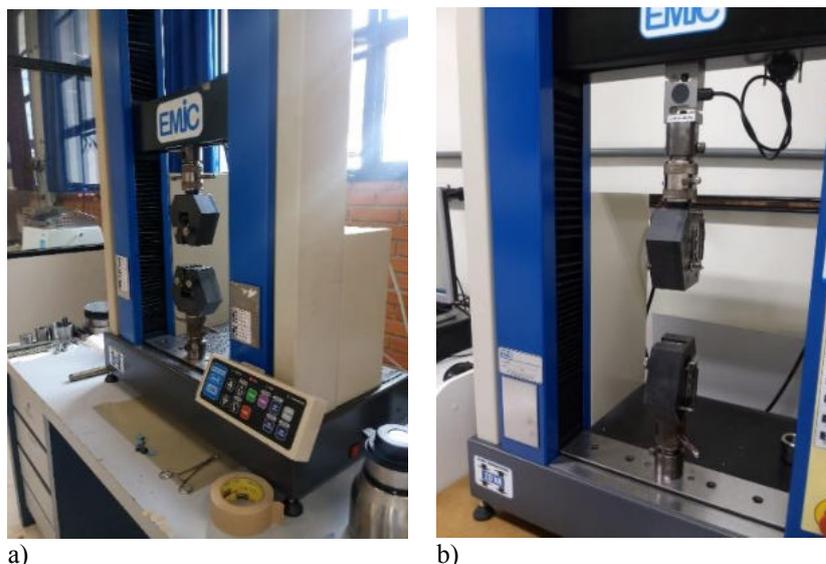
1. Área da secção transversal do CdP
2. Força máxima aplicável
3. Deslocamento máximo admissível
4. Tração
5. Velocidade de tração

Uma vez inseridos os parâmetros de entrada, forma informados os dados de saída desejados, que estão relacionados:

1. Tensão de Escoamento
2. Tensão Máxima
3. Tensão de Ruptura
4. Deformação na Tensão de Escoamento
5. Deformação na tensão máxima
6. Deformação até Ruptura
7. Módulo de Elasticidade

4.8 ETR COM EMIC

Outra Máquina Universal de Ensaio, segundo a norma ASTM E8/E8M ensaio de tração (ETr), utilizada foi equipamento de marca EMIC, com a respectiva adequação da matéria prima. Foram utilizados o equipamento modelo DL 500 com capacidade de 5 kN, célula de carga de 500 kgf, instalado no Departamento de Engenharia Mecânica da PUCPR e o modelo DL 2000 com capacidade de 20 kN, célula de carga de 500 kgf, instalado no Departamento de Odontologia da PUCPR. A figura 4-20 mostra os dois equipamentos utilizados para os ensaios.



Fig, 4-20. Equipamentos de tração marca EMIC utilizados: a) modelo DL 500 e b) modelo DL 2000. (Fonte: o autor)

No caso do equipamento EMIC, o software próprio daquela marca chama-se TESC, que permite o gerenciamento da execução dos ensaios bem como a interface gráfica e digital para armazenamento e apresentação dos resultados do ensaio. A figura 4-21 apresentado o fluxograma utilizado para a rotina de agendamento, preparação e uso dos equipamentos para os ETr.

Para a utilização da máquina, a fim de executar testes de ETr, como mencionado anteriormente, o equipamento necessita da inserção de dados e parâmetros para controle e execução. Estes parâmetros são inseridos por meio de uma rotina chamada “SCRIPT”, que fornece ao software TESC do equipamento quais os parâmetros a serem seguidos. Com o intuito de entender e bem executar o SCRIPT para os ensaios de tração realizados, garantindo a confiabilidade dos resultados, foi realizado um Procedimento Operacional para o seu preenchimento correto e o SCRIPT utilizado é apresentado no Anexo H.

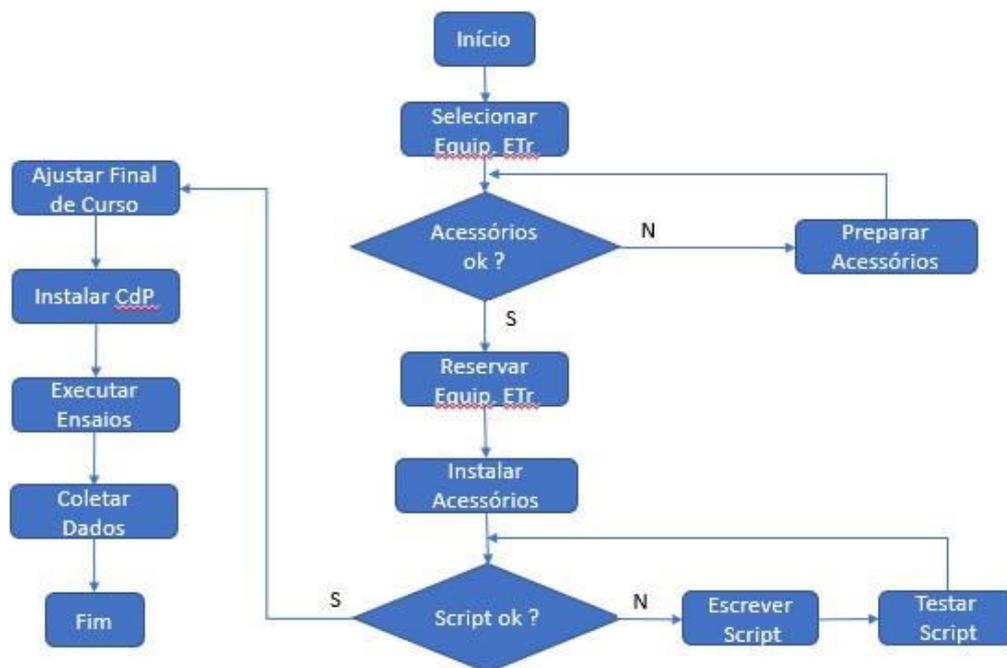


Fig. 4-21. Fluxograma de preparação e uso da máquina de tração. (Fonte: o autor)

4.9 SUPORTE DE ENSAIO

Nos primeiros ensaios foi utilizado um conjunto de suportes, que está mostrado na figura 4-22, e acomodam o CdP subsized com dimensões que possibilitem seu uso no equipamento de ETr. Um suporte semelhante foi projetado pelo grupo de pesquisa da UEPG liderado pelo Prof. Osvaldo Cintho, quem gentilmente cedeu o conceito para nossa adaptação e uso nos ensaios, e que permite a acomodação do CdP e sua fixação nas garras das máquinas de tração EMIC DL500 e DL2000.

Nestes ensaios, como nos anteriores, foram utilizados o equipamento modelo DL 500 com capacidade de 5 kN, célula de carga de 500 kgf, instalado no Departamento de Engenharia Mecânica da PUCPR e o modelo DL 2000 com capacidade de 20 kN, célula de carga de 500 kgf, instalado no Departamento de Odontologia da PUCPR. A figura 4-20 mostra os dois equipamentos utilizados para os ensaios para o uso dos Suportes.

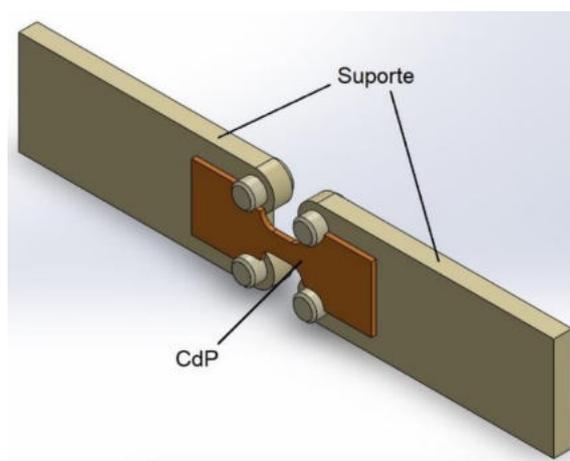
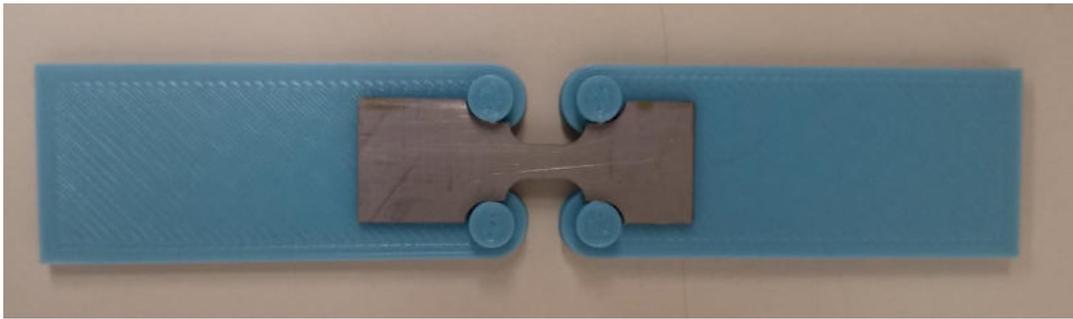
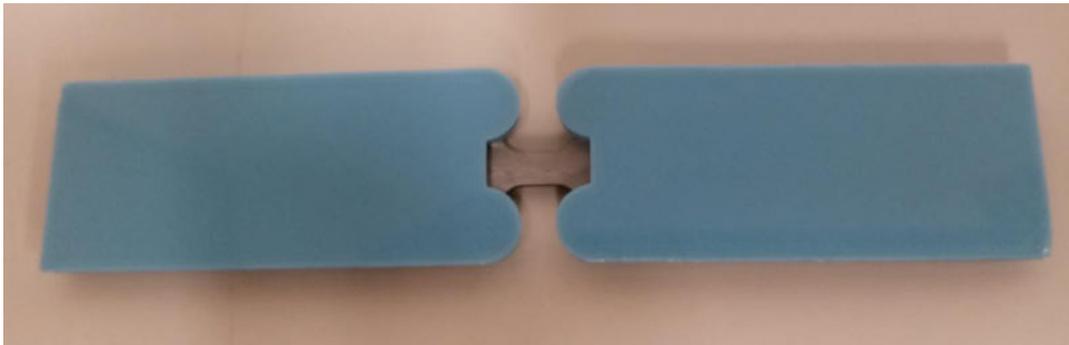


Fig. 4-22. Suporte projetado para os ensaios de tração, mostrando o CdP posicionado. (Fonte: o autor)

Em seguida ao desenvolvimento do conceito, por simplificação e disponibilidade do material, um conjunto de suportes foi fabricado em PLA para a verificação dimensional e avaliação da funcionalidade, movimentação e fixação nas garras do equipamento de ETr. A figura 4-23 mostra o ensaio de montagem das placas e do CdP a partir de chapa.



a)



b)

Fig. 4-23. Montagem do protótipo dos suportes em PLA com o CdP posicionado: a) vista frontal; b) vista traseira. (Fonte: o autor)

Para avaliação antecipada do comportamento dos suportes, foi realizada simulação numérica simplificada do suporte, com o uso do Software Solidworks, disponível no Laboratório de Engenharia de Reabilitação da PUCPR. Esta simulação foi feita para prever se a resistência mecânica em serviço será adequada. Os parâmetros de entrada para a simulação foram:

Força de tração máxima: $F_m = 5 \text{ kN}$

Força de tração em cada furo: $F_f = 2,5 \text{ kN}$

Aplicação não cíclica de força ao longo do suporte

Aplicação da força somente nos centros dos furos

Desconsiderada o uso dos pinos na simulação

Suporte engastado (lado oposto aos furos) para simular as garras do ETr

Material: aço ABNT 1045 não temperado

A figura 4-24 mostra os pontos de maior tensão (vermelho), de menor tensão (azul), assim como a máxima e mínima tensão de Von Mises, que dá indicações de que o suporte deve resistir à tração de 5 kN.

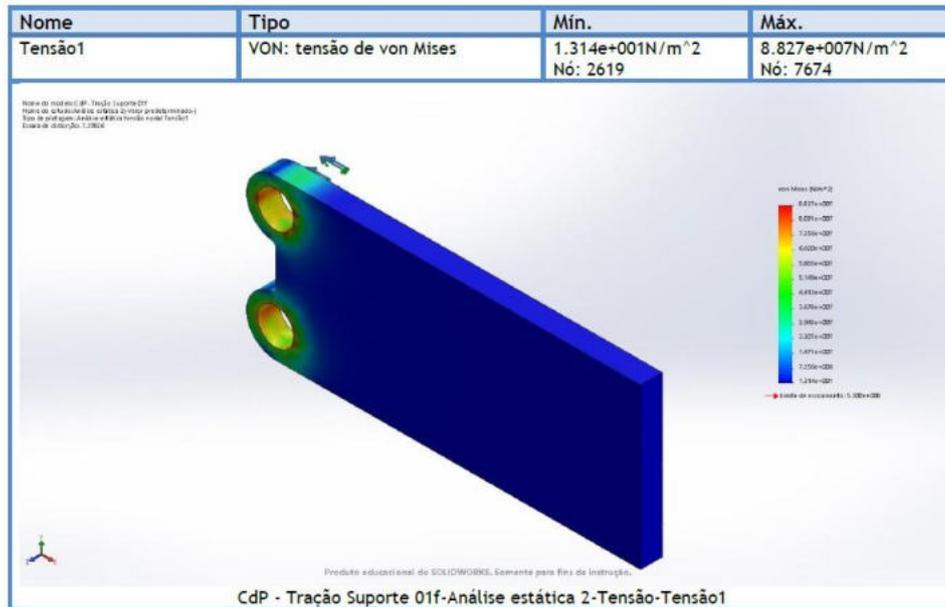
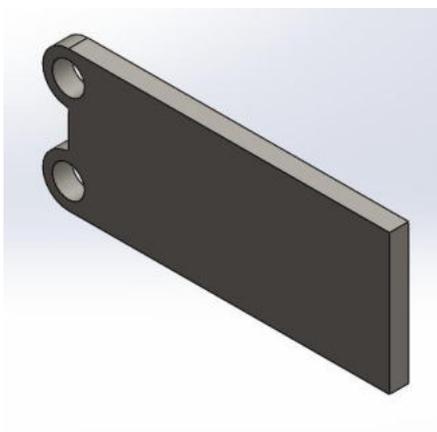


Fig. 4-24. Imagem do resultado de simulação das tensões de von Mises, efetuado no suporte mostrando o comportamento no suporte durante a tração máxima de 5 kN. (Fonte: o autor)

Depois de avaliado o protótipo e os resultados da simulação, foram fabricados dois pares de peças suporte em aço ABNT 1045, cortados por eletroerosão a fio mostrado na figura 4-25. Também foram fabricados quatro pares de pinos em aço inoxidável AISI 304, figura 4-26, no Equipamento Multifuncional, Marca Manrod®, Modelo MR-2001.

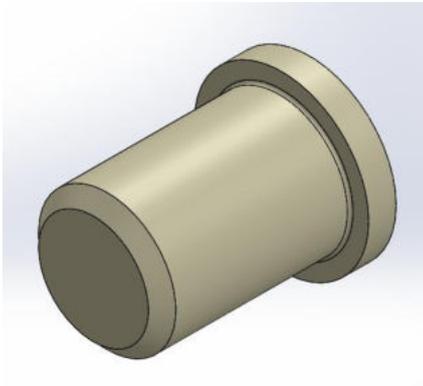


a)



b)

Fig. 4-25. Suporte para o ETr: a) imagem obtida no CAD; b) imagem do suporte em aço. (Fonte: o autor)



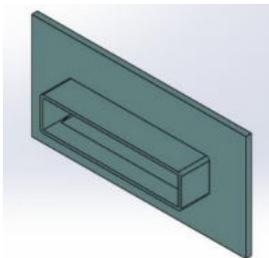
a)



b)

Fig. 4-26. Pino: a) imagem obtida no CAD; b) como fabricado. (Fonte: o autor)

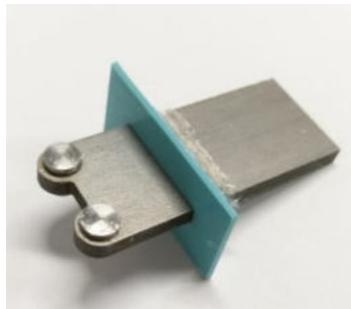
Em seguida à fabricação dos suportes e dos pinos, foi projetada a antepara de vedação, que faz a transição do posicionamento do Suporte e da Câmara reservatório de N2L para garantir a vedação do conjunto e evitar o vazamento do líquido do reservatório, conforme mostrado na Figura 4-27.



a)



b)



c)

Fig. 4-27. Imagem da Antepara de Vedação. Em a) imagem obtida no CAD e b) Antepara após fabricação em Impressora 3D e c) Suporte, pinos e Antepara montados. (Fonte: o autor)

O passo seguinte foi projetar uma câmara para o ETr, com o posicionamento do conjunto de suporte, pino e antepara montados e vedados com silicone.

4.10 CÂMARA PARA ENSAIO COM N2L

O desenvolvimento da câmara para a retenção do N2L durante o procedimento de ensaio, foi realizado com a intenção de manter o CdP imerso, para garantir que a sua temperatura se mantivesse na TC.

Para tanto foi selecionado uma caixa de formato cúbico, em tamanho adequado para o espaço existente na máquina de ETr, capaz de alojar em seu interior o suporte, o pino e a antepara de vedação. O conjunto montado ainda deveria permitir o manuseio do CdP em seu interior cheio com N2L e por este motivo, foi selecionada uma caixa cúbica padrão disponível de mercado, com 50,0 mm de comprimento, 50,0 mm de largura, e 45,0 mm de altura, em poliestireno cristal. A caixa teve uma janela cortada na face inferior, com dimensões de 26,0 mm de comprimento por 6,0 mm de largura que serviu para a fixação da antepara de vedação, como mostra a Figura 4-28. Na figura 4-29 está apresentado o conjunto montado pronto para o ETr.



a)



b)

Fig. 4-28. Câmara Reservatório de N2L: a) a caixa plástica; b) janela no fundo da caixa para a passagem do conjunto e fixação da antepara. (Fonte: o autor)

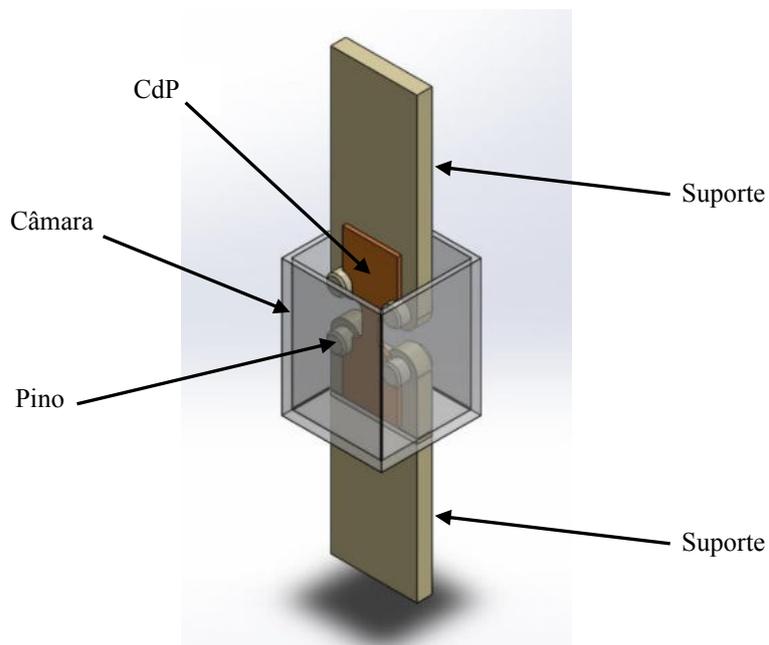
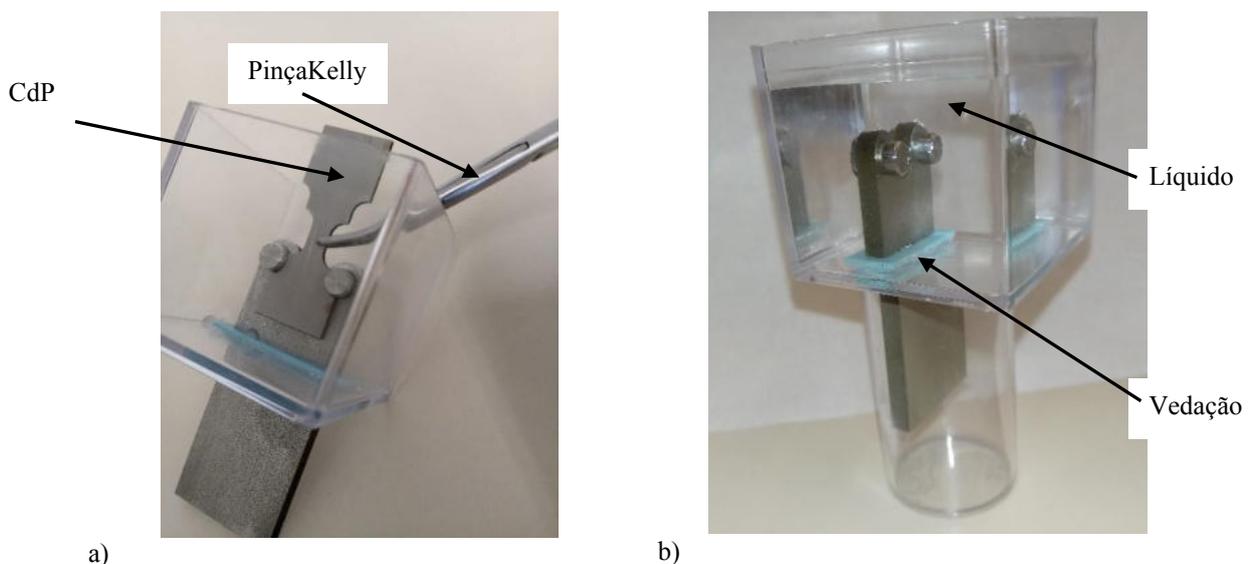


Fig. 4-29. Imagem de CAD para o conjunto de ensaio montado com CdP imerso em N2L. (Fonte: o autor).

Para avaliar a estanqueidade do conjunto ele foi completado com água e deixado em repouso sobre um pequeno reservatório. Após 2 h de permanência, não foi observado qualquer passagem de líquido à parte inferior do dispositivo, como mostra a Figura 4-30, o que demonstrou a perfeita vedação do sistema.



a) b)
Fig. 4-30. Estanqueidade do conjunto: a) o conjunto montado e colocação do CdP com Pinça Kelly; b) teste de estanqueidade efetuado no conjunto. (Fonte: o autor)

Ainda na Figura 4-30 observa-se que o CdP deve ser posicionado com o auxílio de uma pinça. Este ensaio foi oportunamente utilizado para identificar as dificuldades do processo de posicionamento do CdP no suporte.

A posição da Câmara no Suporte ainda passou por uma etapa de verificação, com a sua fixação na garra inferior da máquina EMIC, quando foi demarcada a posição na qual a Câmara foi fixada. A Figura 4-31 mostra este procedimento para o correto posicionamento do conjunto.

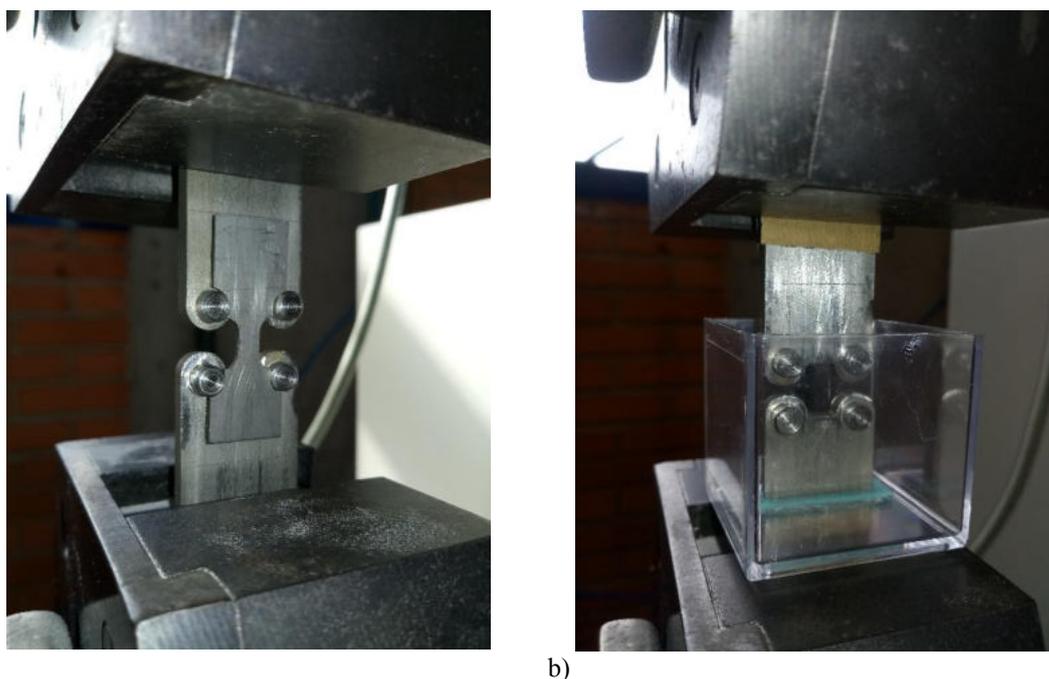


Fig. 4-31. Montagem do conjunto suporte e câmara: a) marcação para o correto posicionamento da câmara no suporte; b) verificação do posicionamento do CdP imerso em N2L na câmara. (Fonte: o autor)

Devido à inexistência de um dispositivo que garanta a permanência do CdP submerso em líquido, durante o ETr, este conjunto serviu de inspiração para o desenvolvimento de um conjunto acessório para as máquinas de tração. Este acessório visa simplificar a utilização da câmara para imersão de CdP em líquidos durante o procedimento dos ensaios. Este projeto resultou no registro de Prioridade Intelectual junto ao INPI, sob o Protocolo **BR 10 2020 001024 7** intitulado “Acessório para Imersão de Corpo de Prova em Equipamento de Ensaio de Tração, Fadiga e Compressão” como no anexo F.

4.11 ETR COM CÂMARA

Os ensaios de ETr executados nestes equipamentos, apesar do pouco espaço, ainda utilizaram câmara com N2L para a manutenção da TC enquanto o ensaio está em execução.

Entretanto, nestes ensaios foi utilizado uma variação da câmara, visto que aquela utilizada anteriormente sofreu degradação acelerada pela temperatura do N2L. Desta vez, a câmara utilizada foi uma adaptação de pequeno reservatório circular em poliestireno expandido com capacidade de 117 ml, como mostra a figura 4-32, e no seu fundo feito o corte para a vedação, a exemplo do modelo anterior.



a)



b)

Fig. 4-32. Nova Câmara para ETr. Em a) imagem da Câmara como fornecida. Em b) Câmara com o corte inferior para fixação do Suporte com Vedação e redução de altura. (Fonte: o Autor)

Este novo modelo proporcionou mais isolamento térmica e melhor acesso ao posicionamento do CdP nas garras para o ETr. Ainda, devido ao material ser mais flexível, não ocorreram trincas que permitiam vazamento de N2L. Uma nova simulação foi efetuada para a verificação e refino da técnica de posicionamento dos CdP para o ETr.

4.12 ETR SEM CÂMARA

Quando o ETr é executado, o CdP é tracionado até o seu rompimento. Este rompimento ocasiona projeção das partes do CdP, principalmente aquela que se encontrava imerso no N2L. Quando isto ocorre, devido à pequena dimensão do CdP, o líquido é jogado para fora da câmara incorrendo em grande potencial de acidente com o

N2L. Por este motivo, os ETr passaram a ser efetuados sem a câmara de imersão, como mostra a figura 4-33.



Fig. 4-33. Detalhe da simulação de posicionamento do CdP no Suporte. (Fonte: o Autor)

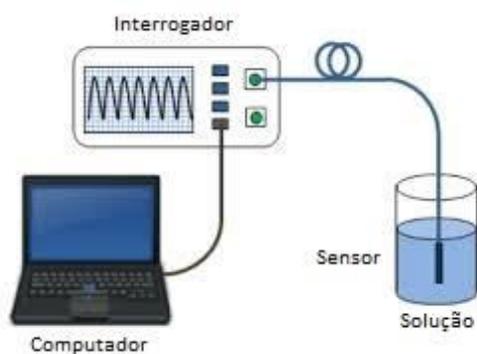
Ainda, foi identificado que o suporte apresentou falha devido ao grande número de ETr executados. A falha está caracterizada como deformação do suporte e que seu resultado não permitia bons resultados nos ensaios, com valores acima do esperado e valores abaixo do esperado alternando-se frequentemente. A deformação do suporte ocasionou a expulsão dos CdP de sua posição, quando o ETr tinha início e, por este motivo, vários ETr foram perdidos. Embora o espaço ficasse muito restrito, optou-se então por conduzir os ETr sem suporte.

4.13 FIBRA ÓTICA E REDE DE BRAGG

O sistema chamado fibra ótica com Rede de Bragg (FBG) que foi utilizado é um conjunto de fibras óticas devidamente gravadas conforme exposto no capítulo 2.6 deste documento.

As FBGs utilizadas neste trabalho foram gravadas em fibra monomodo (Draka®, G.652). Para gravação das FBG foi utilizado o laser de excímero KrF (Coherent®, Xantos XS 500, operação em 248 nm), com energia de pulso de 6 mJ e taxa de repetição de 250 Hz e máscaras de fase com períodos de 1060 nm a 1075,5 nm.

No experimento foi utilizado o interrogador SM125 (MicronOptics com resolução de 5 pm), o qual emite um sinal conhecido e controlado de grande precisão, através da FBG (Barbosa et al, 2000). Este sinal chega à rede de Bragg, que sofre os efeitos óticos mencionados anteriormente (seção 2.6) e tem parte deste sinal refletido pela rede (FBG), o qual retorna ao Interrogador. O Interrogador realiza a leitura do comprimento de onda recebido e com o auxílio de um software (Origin®), são arquivadas informações que possibilitam a comparação do comprimento de onda entre os picos dos sinais onda refletiva inicial (sem deformação) e final (com deformação). Esta diferença é mostrada nas diferentes formas gráficas. A figura 4-34 ilustra a utilização da FBG num corpo de prova utilizado neste trabalho. Nesse caso após a devida fixação da FBG no CdP, esse foi submetido ao nitrogênio líquido (criogenia) para permanência no TC.



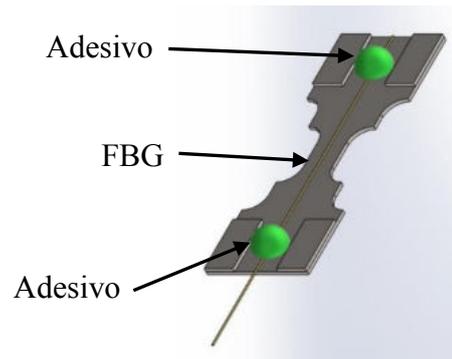
a)



b)

Fig. 4-34. Ilustração da FBG em sistema multiplexado para medições: a) esquema da FO com Rede de Bragg (FBG) e os demais instrumentos utilizados; b) painel do interrogador de 5pm utilizado neste experimento. (Fonte: o autor)

O sensor de deformação feito na FBG está mostrado na figura 4-35 na qual se observa como o sensor foi montado no CdP para ser imerso em TC pelo TP especificado. Durante o período de imersão, o FBG foi conectado ao multiplexador para a coleta dos dados.



c)

Fig. 4-35. Esquema da montagem do sensor de FBG utilizado nestes estudos (Fonte: o autor).

5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 ETR – CDP 0,5 MM COM ALAVANCA

Devido às dimensões do CdP e a sua dificuldade de fixação nas garras do equipamento, foi considerado o uso do equipamento DL2000 com o acessório de alavanca disponível no PPGO da PUCPR, mostrado na figura 5-01, capaz de suportar até 5 kN de tração, valor máximo do esforço pretendido nos ensaios.



a)



b)

Fig. 5-01. Acessório de alavanca instalado no equipamento DL2000: a) se observa a disposição do acessório; b) detalhe da célula de carga com capacidade de 500 kgf onde o acessório é acoplado pelo pino. (Fonte: o autor)

Quanto à rotina de preparação dos ETr, foi seguido como apresentado na figura 4-21. Naquele diagrama de blocos, que apresenta a rotina genérica, se observa a indicação de instalação dos acessórios. Os mesmos acessórios para TC utilizados nos ensaios anteriores tiveram utilidade novamente neste ensaio, não sendo necessário o desenvolvimento ou utilização de acessório adicional.

Não houve qualquer dificuldade na instalação e ajuste do acessório de alavanca, e por este motivo os ETr foram efetuados seguindo a escala de banhos como apresentado na figura 5-02, onde é possível identificar que ficou decidido investigar, nesta etapa de ensaios, que o TP em TC de até 48 h a fim de investigar o comportamento das propriedades mecânicas em TC mais prolongado.

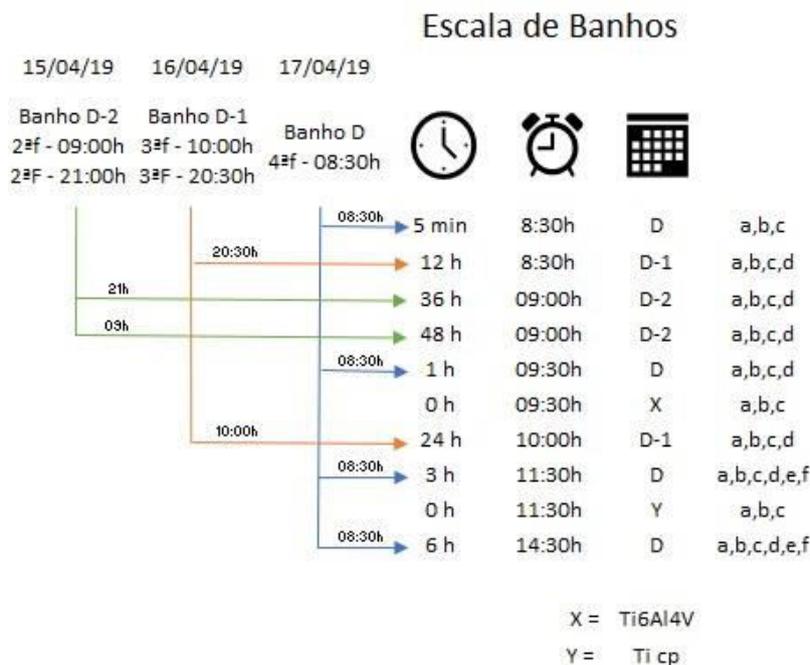


Fig. 5-02. Escala dos banhos para o ensaio. (Fonte: o autor)

Na escala de banhos aplicada a esta série de ETr, observa-se que o ensaio das 11:30 h foi executado em 03 CdP fabricados em Ti cp sem TC. Estes CdP são o controle comparativo com os 03 CdP fabricados na liga estudada, também feito sem TC. Esta estratégia de ETr comparativo entre os CdP liga e puro são para manter biblioteca de resultados nas diferentes datas de ensaios para comparação entre eles.

Foram separados 03 CdP em Ti CP e 37 CdP em Ti6Al4V para desempenhar a bateria dos ETr desta etapa. A rotina básica do ensaio teve como preparação do CdP conforme segue:

1. Afastar o cabeçote superior do equipamento DL2000 até o ponto morto superior, previamente ajustado conforme rotina própria de ajuste;
2. Manter as pinças do acessório de alavanca fechadas;
3. Com uma pinça de dissecação, pegar o CdP de dentro da garrafa térmica;
4. Na borda da garrafa térmica, prendê-lo com uma pinça Kelly, na sua porção central (figura 3-09);
5. Com auxílio da pinça Kelly posicionar o CdP nas garras do acessório de alavanca inferior;
6. Verificar que o CdP esteja corretamente posicionado na garra inferior;
7. Abaixar a garra superior até o final de curso inferior, ao mesmo tempo que é aberta a garra superior do acessório correspondente;
8. Soltar alavanca da garra superior, de forma a garantir que o CdP fique bem posicionado;
9. Executar o ETr até o rompimento.

Após a execução dos ETr, os CdP foram identificados e guardados em potes plásticos com suas identificações para avaliações futuras, como mostrado na figura 5-03. As metades de cada CdP foram unidas por fita adesiva, que teve o número do CdP identificado em sua face, para que fosse possível o rastreamento posterior de cada CdP.



a)



b)

Fig. 5-03. CdP: a) metades dos CdP depois do rompimento com a identificação; b) pote de armazenamento (Fonte: o autor)

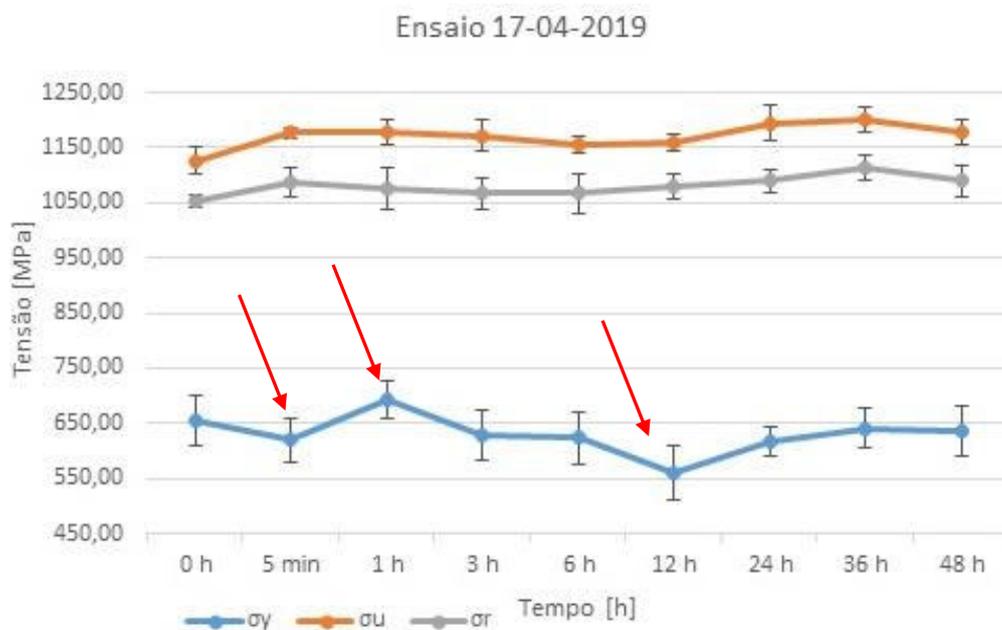
Na tabela 5-01 são apresentados os resultados médios dos ETr e da amplitude do campo plástico dos CdP para os diferentes TP em TC da liga estudada.

Tabela 5-01. Resultados médios do ensaio dos CdP, na liga Ti6Al4V ELI, em TC de CF a 48 h.

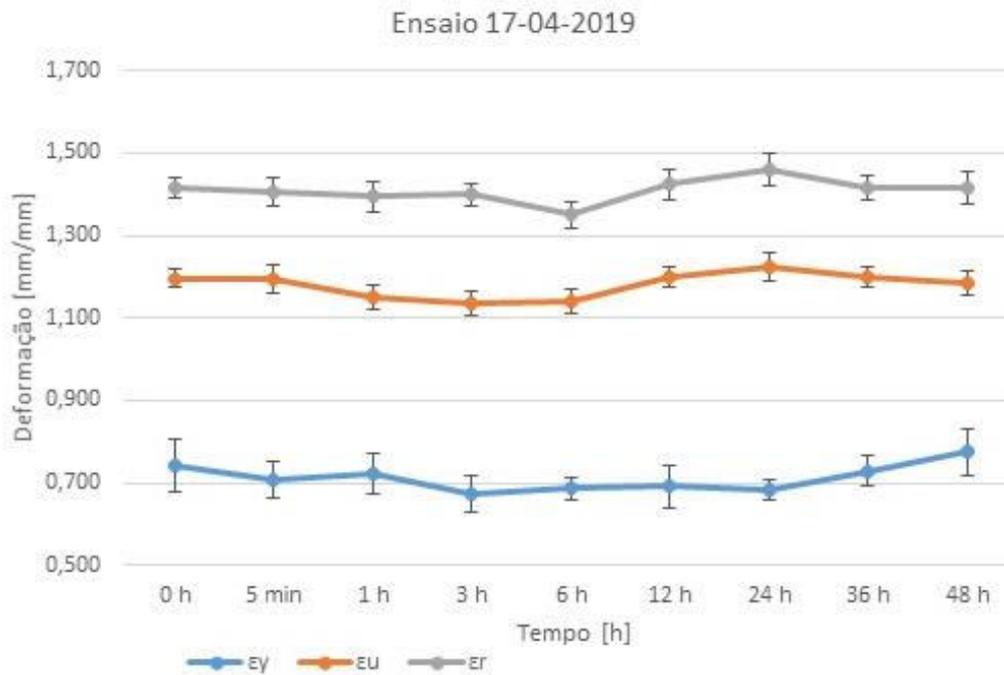
TP [h]	[MPa]			%			[GPa]	[MPa]
	σ_{esc}	σ_{max}	σ_{rupt}	ϵ_{esc}	ϵ_{max}	ϵ_{rupt}	E	Cpo Plast
CF	654,60	1125,67	1051,33	0,742	1,195	1,416	88,22	471,07
0,08	619,07	1176,67	1087,67	0,707	1,194	1,406	87,53	557,60
1	693,50	1179,00	1075,25	0,722	1,151	1,395	96,08	485,50
3	629,28	1171,33	1066,45	0,672	1,135	1,400	93,62	542,05
6	623,62	1153,40	1067,42	0,685	1,140	1,350	90,99	527,78
12	559,57	1157,67	1081,00	0,692	1,199	1,424	80,91	598,10
24	617,03	1194,00	1089,50	0,682	1,223	1,461	90,52	576,98
36	641,23	1201,00	1112,50	0,728	1,201	1,417	88,07	559,78
48	634,80	1177,00	1089,00	0,775	1,186	1,414	81,94	542,20

Fonte: o autor.

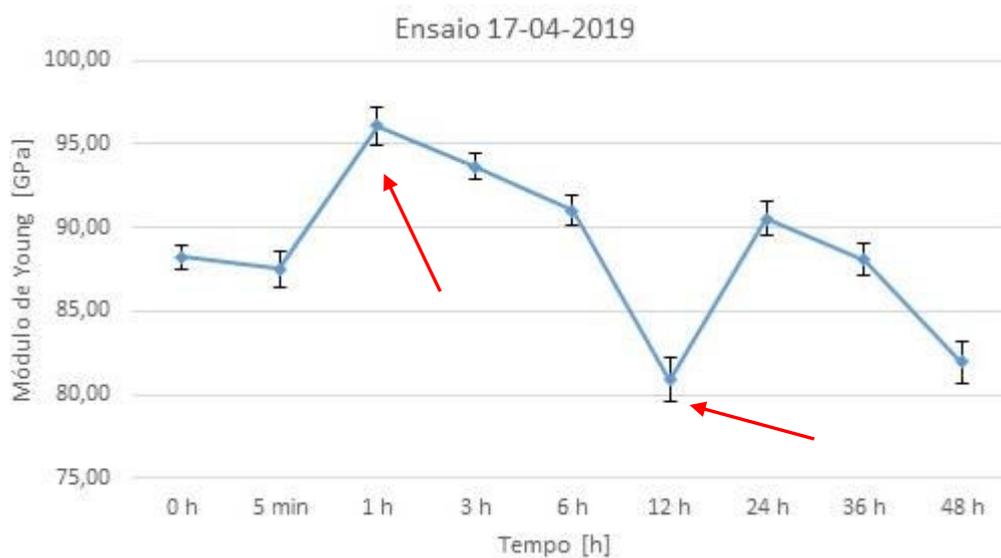
Para melhor visualização dos resultados da tabela 5-01, são apresentados na figura 5-04, os gráficos com a evolução dos dados.



a)



b)



c)

Fig. 5-04. Resultados dos ETr dos CdP em Ti6Al4V ELI da tabela 5-01; a) tensão em função do TP em TC; b) deformação em função do TP em TC; c) módulo de elasticidade em função do TP em TC. (Fonte: o autor)

Nota-se que ocorre um aumento na σ_{esc} a partir de 5 min de TP (figura 5-04). Em 1 h de TP o valor do σ_{esc} atinge um valor máximo indicando um aumento significativo nas tensões internas, provocada pelo aumento no número de discordâncias e seus

acúmulos (Gu, 2013a). No mesmo tempo, vê-se pouca variação da deformação no escoamento (ϵ_{esc}), o que faz com que o E aumente quase na mesma intensidade da σ_{esc} . Entretanto, a partir de 1 h a liga começa a apresentar novamente a redução da tensão de escoamento, alcançando o seu mínimo em 12 h em TC, indicando alívio de tensões internas, podendo ser causadas pela formação de machas, tendo como força motriz o rearranjo das fases α e β (Gu et al, 2013a)(Gu et al, 2014), bem como a maior dispersão da fase β nos contornos de grãos da fase α . (Gu et al, 2018)

Na figura 5-04c observa-se o comportamento E da liga que apresenta também alterações significativas em 1 h e 12 h de TP no TC. Uma vez que o E foi considerado como o resultado da tensão de escoamento dividido pela deformação do material também no escoamento, a combinação entre os dois resulta no comportamento apresentado pelo E. Este comportamento foi verificado em trabalho anterior mostrado na figura 5-05, onde o valor do E muda com a temperatura na qual a liga é tratada. Porém, neste estudo não foi considerado o TP em TC, como considerado no presente trabalho.

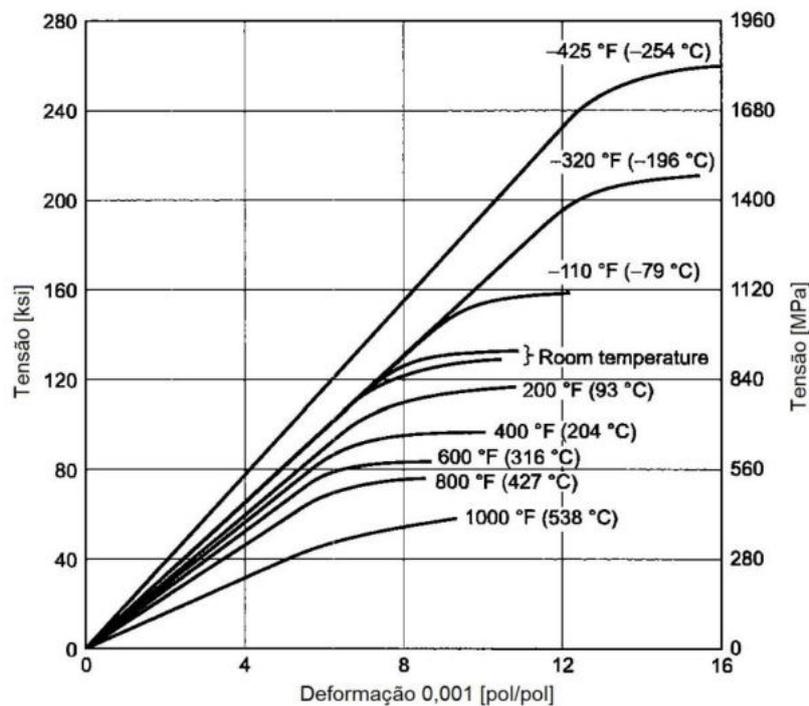


Fig. 5-05. Resultados dos ETr dos CdP em Ti6Al4V para diferentes temperaturas. Nota-se que as retas referentes ao campo elástico da liga, para variadas temperaturas, apresentam diferentes inclinações que representam os diferentes E para a mesma liga. (Fonte: adaptado de ASM, 2002)

Fatores como as condições de tratamento térmico, espessura e forma dos materiais e do CdP, orientação em relação ao sentido de laminação ou extrusão, temperatura de

ensaio e as variáveis paramétricas dos ETr podem afetar os resultados das propriedades mecânicas dos materiais (ASM, 2002). A apresentação da figura 5-05 é de bastante relevância para confirmar que, em diferentes temperaturas, o E da liga Ti6Al4V sofre variação. Os ensaios realizados no presente trabalho indicam que, além da variável TC, o TP é um fator relevante para a variação do E.

Para a investigação dos motivos que induzem a estas alterações, após esta bateria de ETr, os CdP foram embutidos de acordo com a norma ASTM E3-11, e submetidos ao processo de preparação para microscopia (Ask et al, 1988), segundo a rotina apresentada na figura 5-06.

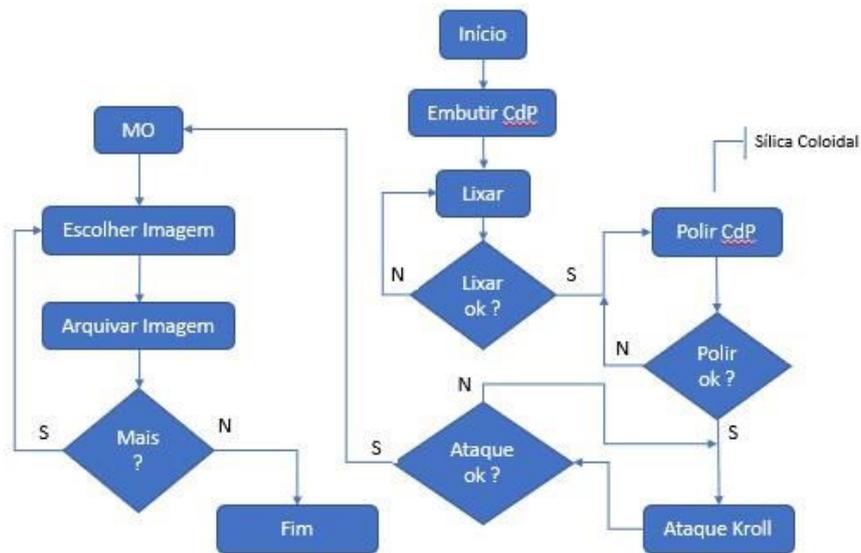
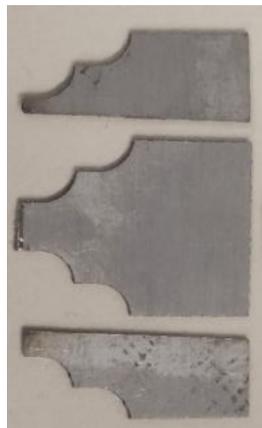


Fig. 5-06. Fluxograma do processo de MO aplicada para os CdP submetidos ao ETr. (fonte: o autor)

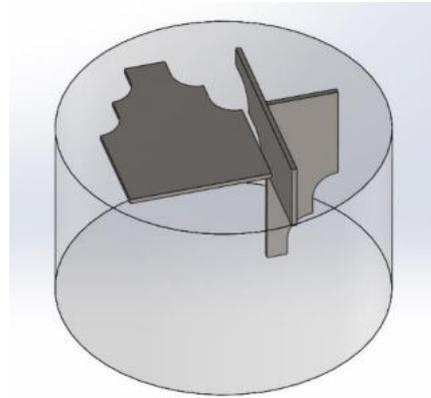
Para o embutimento dos CdP, foi selecionada a resina de poliéster cristal, conforme apresentado no capítulo 4.2.

Tomou-se o cuidado de embutir, lixar e polir os CdP antes da sua imersão no N2L para reduzir ao máximo quaisquer tensões externas induzidas, o que provoca alterações microestruturais diferentes daquelas apresentadas pelo TP em TC, como mostrado na figura 5-07. O único tratamento posterior ao TC foi o ataque químico para a revelação da microestrutura.

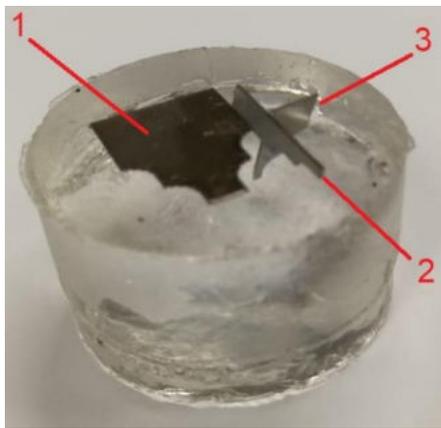
A revelação da microestrutura da liga estudada foi, então, feita pela solução de Kroll (ASTM E407-07) como indicado nos capítulos 4.2 e 4.3. Para que houvesse boa revelação, foi praticado o tempo de 3 min e 40 s para a liga que passou por TC, e de 3 min para a liga CF (sem TC).



a)



b)



c)

Fig. 5-07. Embutimento dos CdP: a) cortes do CdP para a preparação das superfícies; b) disposição das partes do CdP no bloco embutido; c) CdP já embutido no bloco de resina, (1) face lateral, (2) corte longitudinal, e (3) corte transversal. (Fonte: o autor)

A figura 5-08 apresenta as imagens dos CdP com a revelação das microestruturas observadas, que apresenta as diferentes fases da liga Ti6Al4V ELI. As imagens foram tomadas em direção paralela e perpendicular ao sentido de laminação da chapa para melhor visualização das lamelas da fase β , como mostra a figura 5-09.

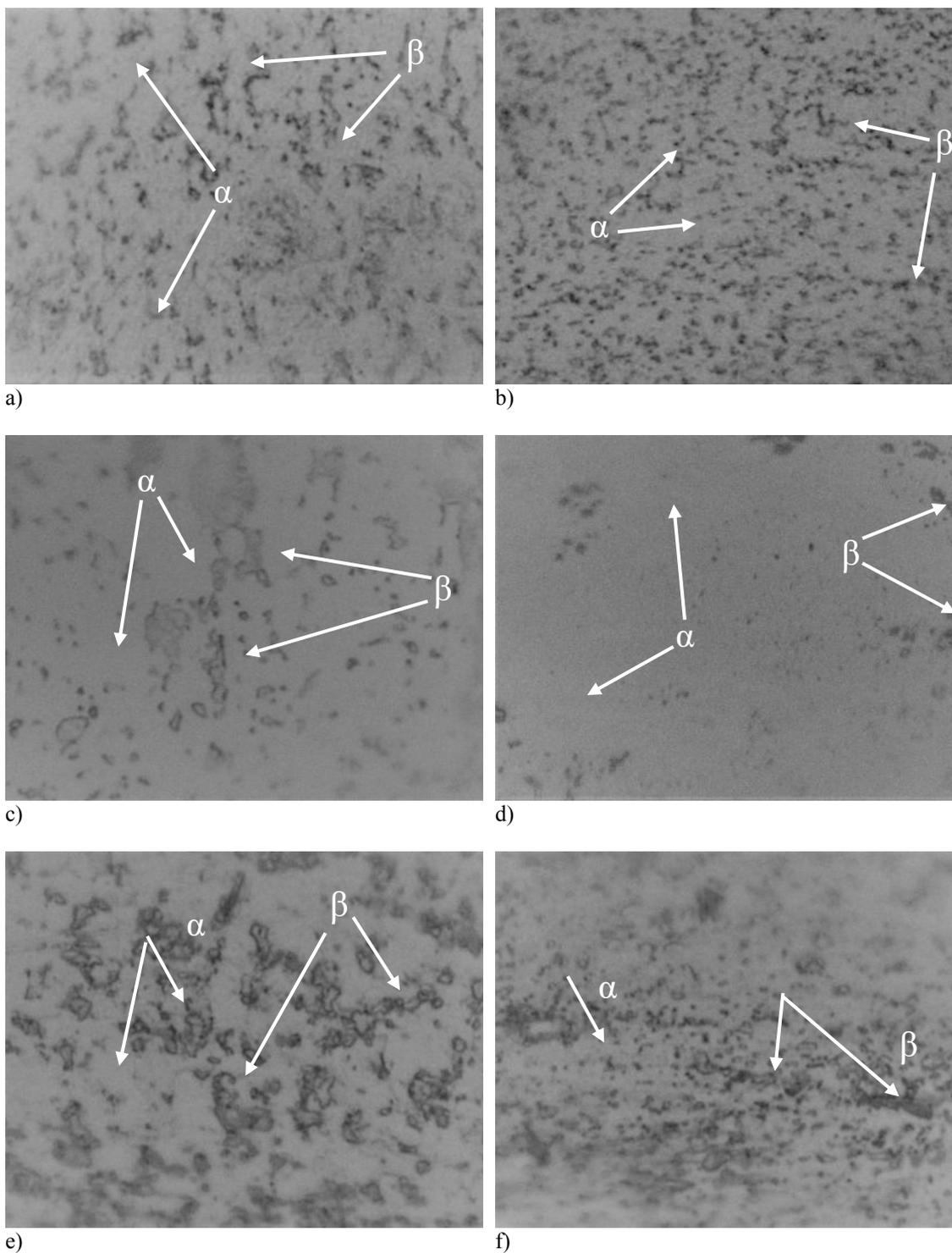


Fig. 5-08. Imagens com ampliação de 2500x em MO dos CdP da liga Ti6Al4V ELI, mostra a formação da fase β (cinza escuro) sobre a fase α (cinza claro): a) CF em corte paralelo ao sentido de laminação; b) CF em corte transversal ao sentido de laminação; c) após 1 h em TC em corte paralelo ao sentido de laminação; d) após 1 h em TC em corte transversal ao sentido de laminação; e) após 12 h em TC em corte paralelo ao sentido de laminação; f) após 12 h em TC em corte transversal ao sentido de laminação. (Fonte: o autor).

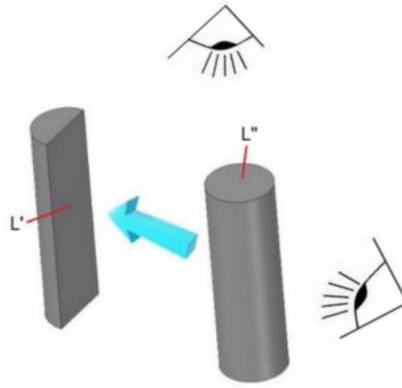


Fig. 5-09. Representação paralela (L') e transversal (L'') à direção da laminação da chapa para visualização das lamelas da fase β . (Fonte: o autor)

Na figura 5-08 foi aplicada a avaliação de área com auxílio do software ImageJ® na distribuição da microestrutura nos CdP, sem TC e com TP de 1 h e 12 h. As conclusões sobre os cálculos são:

1. Comparando a) com 32,82% com b) 21,54% de formação da fase β no CdP que não sofreu TC, observa-se que a formação da fase β é diferente também na sua forma. Isto se deve ao fato de que a fase β é formada em lamelas e, depende do corte de observação. Se vê que L' é mais alongada, que a formação circular L'' pela visualização do corte da estrutura lamelar;
2. Comparando c) com 10,60% com d) 7,82% de formação da fase β no CdP com TP de 1 h em TC, observa-se que houve maior precipitação da fase β (escura) sobre a fase α (clara) em c), no sentido L' . Em d) se observa uma drástica redução da fase β no sentido L'' , denotando que as lamelas estão em menor quantidade e mais finas. Isso indica que há aumento da fase α no CdP;
3. Comparando e) com 31,81% com f) 28,98% de formação da fase β no CdP com TP de 12 h em TC, observa-se que ocorre, mais uma vez, aumento da precipitação da fase β (escura) sobre a fase α (clara). Entretanto, a fase β é mais grosseira e precipitada e nos contornos de grãos como observado em e). Avaliando f), a distribuição da fase β sobre a fase α também é mais grosseira;
4. Entre a) sem TC e c) com 1 h de TP em TC, se observam alterações de forma, quantidade e tamanho das lamelas da fase β no sentido L' ;
5. Comparando a) sem TC e e) com 12 h de TP em TC, se observa o retorno da precipitação intensiva da fase β sobre a fase α . No entanto esta precipitação é mais grosseira, percebida ser, na sua maioria, nos contornos de grão da fase α ;

6. Entre b) sem TC e d) com 1 h de TP em TC, se observa diminuição na formação da fase β , sobre a matriz da fase α , sendo que a fase β está concentrada e com formação mais grosseira no CdP com TP de 1 h em TC no sentido L'';
7. Comparando b) sem TC e f) com 12 h de TP em TC, observa-se que houve modificação na disposição da fase β em relação à fase α . A fase β apresenta-se com maior concentração em colônias, tanto em L' como L'';
8. É possível visualizar, comparando as imagens dos CdP, que a formação da fase β sobre a fase α , tem diferentes concentrações e precipitações comparando L' e L'' para os diferentes TP em TC. Também é possível perceber que a fase β sofre uma intensa redução de precipitação quando o TP é de 1 h, retornando a aumentar quando TP é de 12 h.

As imagens da figura 5-08 mostram alteração na concentração da fase β sobre a fase α influenciada pelo TC em relação à condição sem tratamento, pela distribuição e precipitação da fase β que promove alteração nas características mecânicas (Gu, 2013a)(Gu2014a). Também o TP exerce influência, uma vez que o processo induzido pelas tensões nos grãos, e na rede cristalina do material, está relacionado com o envelhecimento da liga em TC, com a correspondente acomodação das tensões internas ocasionadas pela contração da estrutura cristalina pela precipitação da fase β . (Gu, 2018; Gu, 2014)

A figura 5-08 confirma, por meio de avaliação da concentração das fases nas imagens do MO, que a liga estudada sofre alterações na precipitação da fase β sobre a fase α , de forma não alternada, que estimula ainda mais a busca de explicações que justifiquem esta alteração. Estas alterações são as responsáveis pelas alterações nas propriedades mecânicas da liga.

5.2 ETR - CDP 0,5 MM

Considerando a experiência e os resultados anteriores, este foi o último ensaio de tração realizado para a avaliação do comportamento mecânico da liga Ti6Al4V ELI, considerando diferentes TP em TC.

Para estes ensaios, o equipamento de ensaio DL500 voltou a ser utilizado, com a célula de carga até 500 kgf de capacidade, e utilizando o conjunto original das garras do

tipo pinça para fixação dos CdP, com a necessidade de uso das tiras de lixa para aumentar a capacidade de tração sem escorregamento.

Os CdP tinham as mesmas dimensões dos ensaios anteriores e tiveram as suas rotinas de imersão e TP no TC divididos em duas principais estratégias:

1. Com rompimento do CdP
2. Sem rompimento do CdP

A proposição deste ensaio é a obtenção de amostras que serão submetidas à nanoindentação, para a determinação do módulo de elasticidade e comparação com aqueles obtidos pelos ETr.

Na primeira parte, serão apresentados os resultados para o processo **COM ROMPIMENTO** dos CdP e na figura 5-10 está o plano de imersão para este ETr.



a)

Fig. 5-10. Escala para os ensaios realizados em CdP **COM ROMPIMENTO**, 15 min de TP em TC. (Fonte: o autor)

O script foi revisado e ficou ajustado para o rompimento completo dos CdP. Em seguida, a rotina de preparação dos banhos de imersão para os CdP foi efetuada, com o uso do reservatório de N2L, preparação dos acessórios e verificação inicial do equipamento DL500, da mesma forma dos procedimentos anteriores.

Na tabela 5-02 são apresentados os resultados médios do ETr dos CdP e da amplitude do campo plástico, todos com TP de 15 min em TC como definido por

Magalhães em 2014 e Dong em 2007. Na tabela as amostras X,Y e Z não foram submetidas a TC e as amostras de A até G tiveram imersão e TP por 15 min.

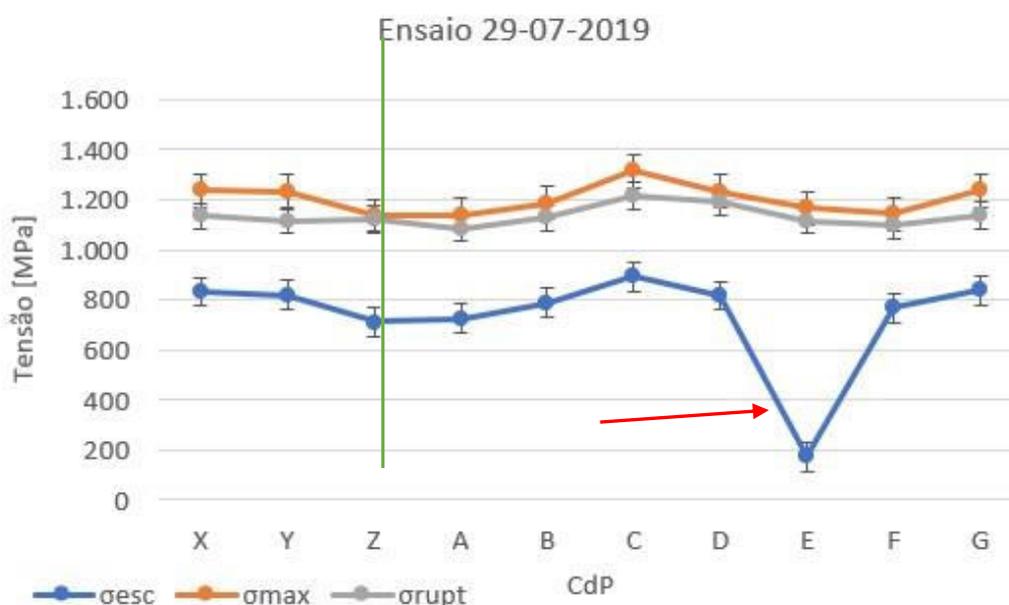
Tabela 5-02. Resultados médios do ensaio dos CdP COM ROMPIMENTO, na liga Ti6Al4V ELI (X, Y e Z = sem TC; de A a G = TC por 15 min).

Amostra	[MPa]			%			[GPa]	[MPa]
	σ_{esc}	σ_{max}	σ_{rupt}	ϵ_{esc}	ϵ_{max}	ϵ_{rupt}	E	Cpo Plast
X	832,46	1.236,94	1.136,19	1,01	1,32	1,55	82,42	404,48
Y	818,54	1.231,34	1.116,60	0,90	1,29	1,54	90,95	412,80
Z	710,78	1.134,79	1.125,00	0,89	1,41	1,56	79,86	424,01
A	724,17	1.138,99	1.085,82	0,82	1,19	1,43	88,31	414,82
B	787,47	1.186,56	1.127,80	0,85	1,23	1,38	92,64	399,09
C	891,26	1.315,30	1.215,95	1,13	1,48	1,74	78,87	424,04
D	816,99	1.234,14	1.190,76	0,92	1,28	1,42	88,80	417,15
E	172,35	1.166,97	1.115,20	0,69	1,48	1,68	24,98	994,62
F	767,25	1.141,79	1.097,01	1,00	1,38	1,61	76,73	374,54
G	837,99	1.238,34	1.137,59	1,14	1,53	1,82	73,51	400,35

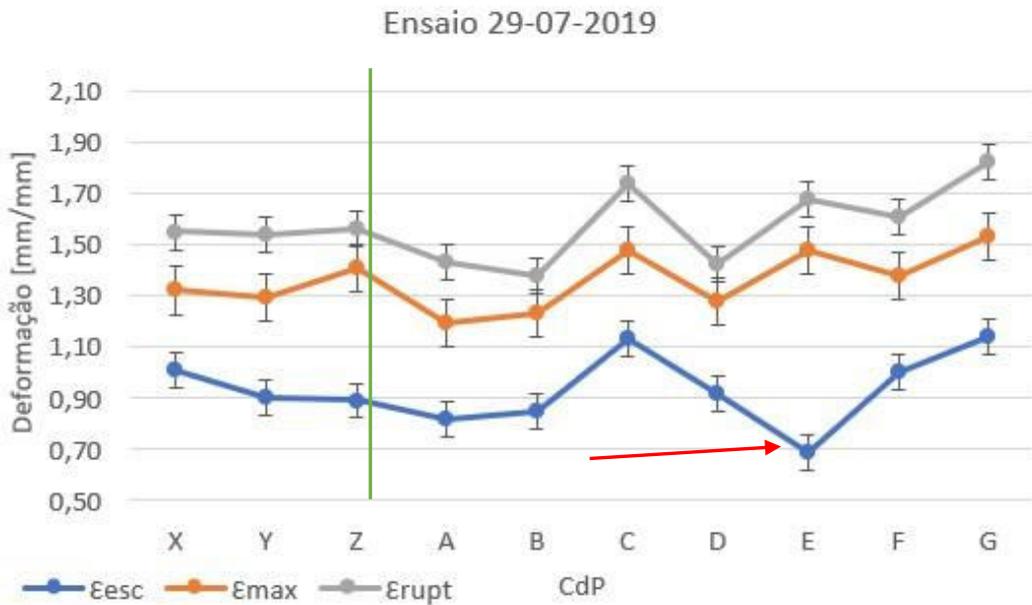
Fonte: o autor.

O ETr do CdP E não foi considerado, visto que houve escorregamento do CdP nas garras da alavanca do equipamento de ETr. Portanto, as médias apresentadas na figura 5-11 não consideram estes valores.

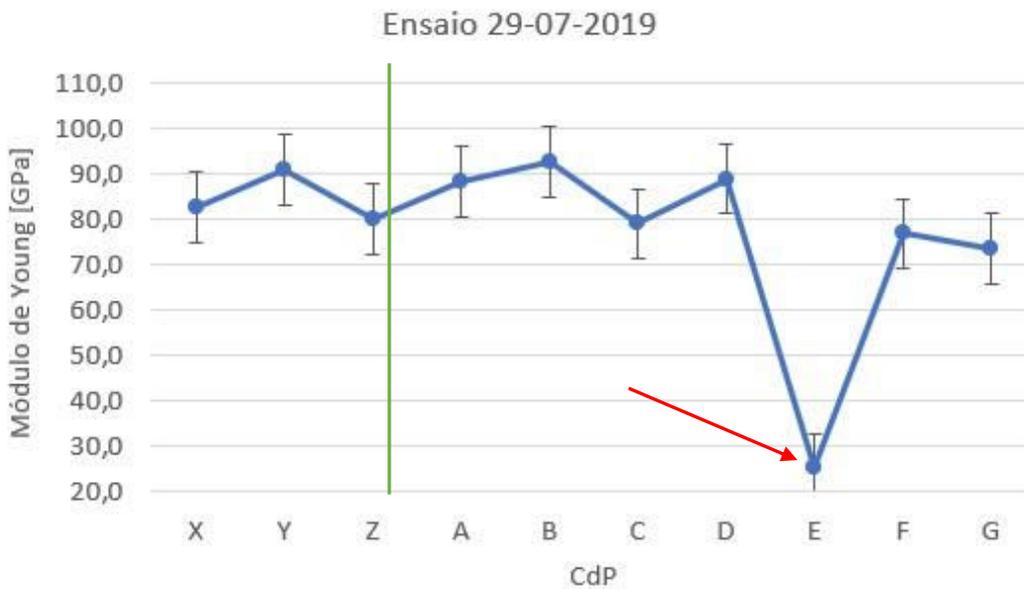
Exceto pelo caso de escorregamento do CdP E, indicado pela seta vermelha na figura 5-11c, os outros CdP no ETr mostram que, neste TP em TC, existe uma leve tendência de redução do E, quando comparados aos resultados de ETr dos CdP X, Y e Z que estão à esquerda da linha verde na figura 5-11.



a)



b)



c)

Fig. 5-11. Resultados médios dos ensaios de ETr da tabela 5-02: a) tensões; b) deformações; c) E. X, Y e Z são CdP sem TC, à esquerda da linha verde, E CdP não considerado. (Fonte: o autor)

Na figura 5-12 apresenta-se a superfície próxima ao rompimento do CdP G, no qual é possível a visualização da deformação ocorrida na superfície. A imagem apresentada na figura é uma montagem por sobreposição de fotografias tiradas com ampliação de 1000x, que proporciona a visualização da superfície e das alterações ocorridas no CdP.

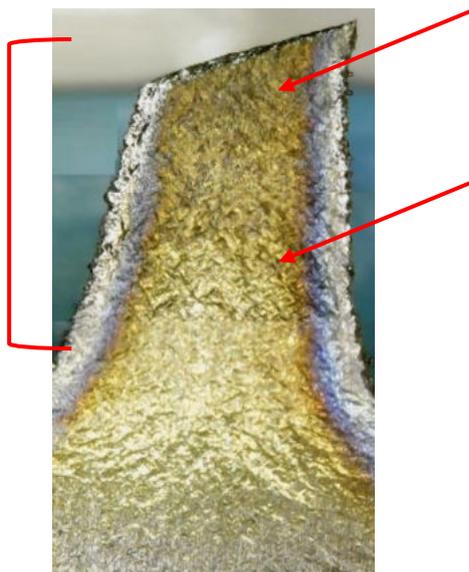


Fig. 5-12. Ampliação de 1000x da superfície do CdP, na região de constrição com rompimento, colchete em vermelho. As flechas vermelhas indicam onde a superfície teve rugosidade pronunciada. (Fonte: o autor)

Na próxima etapa dos ensaios, serão apresentados os resultados para o processo **SEM ROMPIMENTO** dos CdP e na figura 5-13, que estavam no plano de imersão para este ETr. Ainda, nesta etapa foi definido um novo roteiro para o ensaio, com a deformação entre o limite de deformação elástica (ϵ_{esc}) e a deformação plástica (ϵ_{max}) para os CdP. Os limites de deformação elástica e plástica foram determinados pelos resultados apresentados na tabela 5-02.

Sem Rompimento
Script: Carlos RF 25-07-19 parcial

Banho 1 30/07/19 3ªf - 08:30h	⌚	🕒	📊	
→ 0	08:30	D	x1,y1,z1	
→ 15	08:45	D	a1	
→ 15	09:00	D	b1	
→ 15	09:15	D	c1	
→ 15	09:30	D	d1	
→ 15	09:45	D	e1	
→ 15	10:00	D	f1	
→ 15	10:15	D	g1	

Fig. 5-13. Escala para os ensaios realizados em CdP **SEM ROMPIMENTO**, 15 min de TP para avaliação do impacto nos CdP. (Fonte: o autor)

À exceção do script modificado, todas as outras atividades como imersão, manuseio e preparação dos CdP seguiram o padrão utilizado nos ETr anteriores.

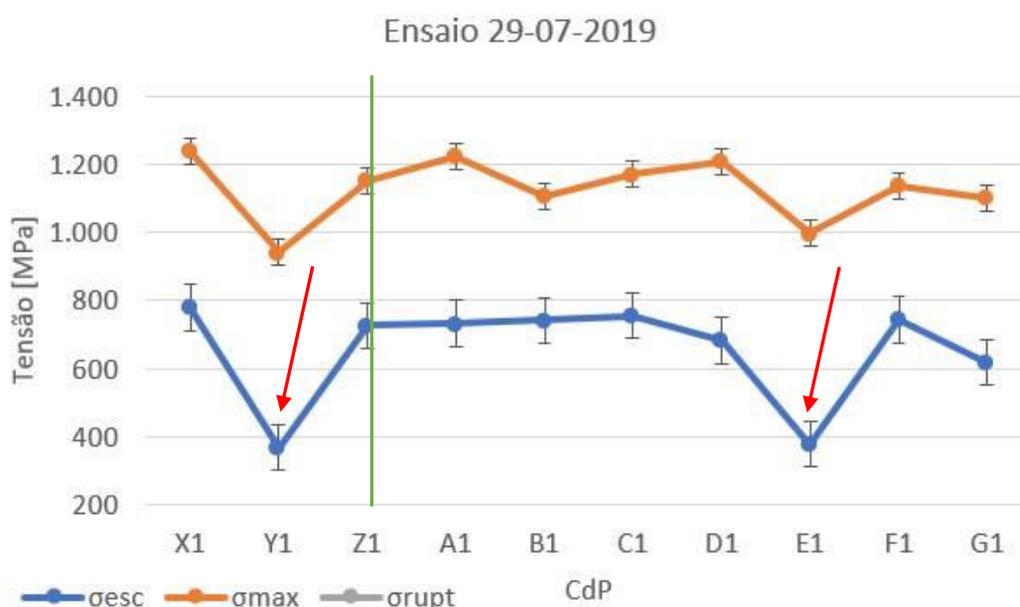
Na tabela 5-03 são apresentados os resultados dos ensaios para as condições indicadas neste ensaio, com a apresentação da amplitude do campo plástico.

Tabela 5-03. Resultados médios do ensaio dos CdP SEM ROMPIMENTO, na liga Ti6Al4V ELI em TC por TP.

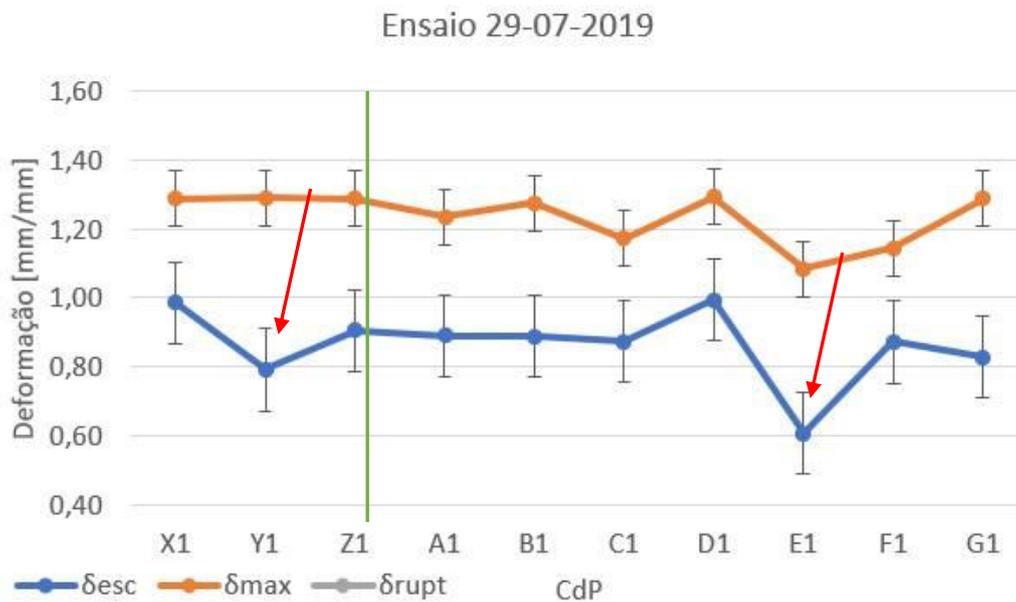
Amostra	[MPa]			%			[GPa]	[MPa]
	σ_{esc}	σ_{max}	σ_{rupt}	ϵ_{esc}	ϵ_{max}	ϵ_{rupt}	E	Cpo Plast
X1	780,00	1.240,00		0,99	1,29		79,11	640,00
Y1	368,00	942,00		0,79	1,29		46,52	574,00
Z1	726,00	1.152,00		0,91	1,29		80,22	426,00
A1	733,00	1.224,00		0,89	1,23		82,36	491,00
B1	741,00	1.108,00		0,89	1,27		83,45	367,00
C1	755,00	1.170,00		0,87	1,17		86,48	415,00
D1	683,00	1.208,00		0,99	1,29		68,71	525,00
E1	378,00	998,00		0,61	1,08		62,38	620,00
F1	744,00	1.138,00		0,87	1,14		85,32	394,00
G1	618,00	1.101,00		0,83	1,29		74,73	483,00

Fonte: o autor.

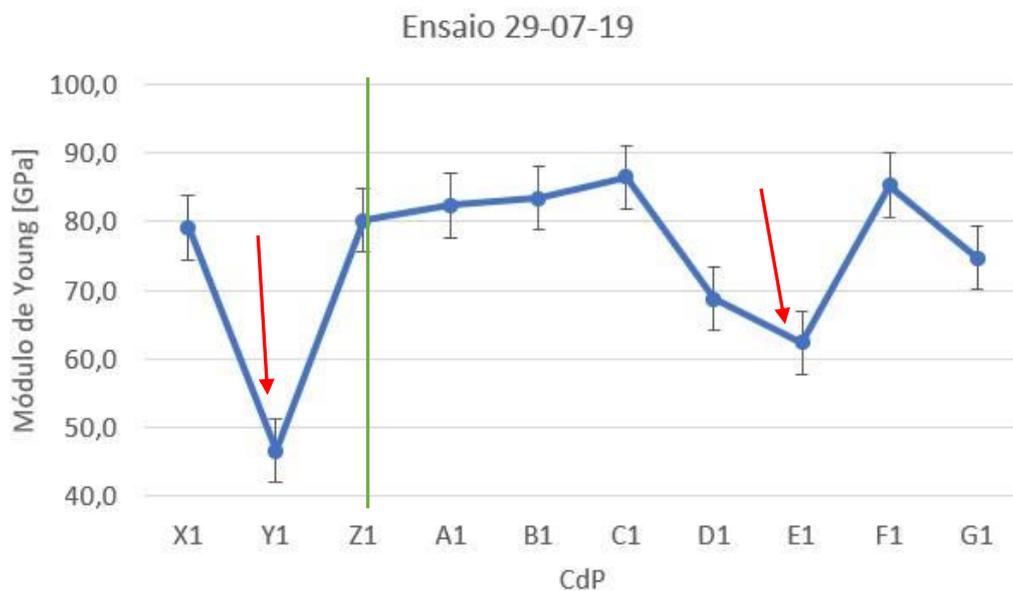
Os CdP **Y1** e **E1** foram os ETr considerados, visto que houve escorregamento nas garras da alavanca do equipamento de ETr. Na figura 5-14 estão os gráficos dos resultados para melhor visualização.



a)



b)



c)

Fig. 5-14. Resultados médios dos ensaios, representativos da tabela 5-03 (flechas vermelhas são os resultados não considerados: a) Tensões; b) Deformações; c) valores de E. Os CdP X, Y e Z não tiveram TC, à esquerda da linha verde. (Fonte: o autor)

Das tabelas 5-02 e 5-03, calcularam-se as médias para os valores apresentados nas tabelas 5-04 e 5-05.

Tabela 5-04. Médias dos resultados entre CdP rompidos, sem e com TC na liga Ti6Al4V ELI.

Amostra	[MPa]			%			[GPa]
	σ_{esc}	σ_{max}	σ_{rupt}	ϵ_{esc}	ϵ_{max}	ϵ_{rupt}	E
X+Y+Z com rompimento sem TC	787,26	1201,02	1125,93	0,93	1,34	1,55	84,41
Variação % com/sem TC	2,15	0,68	1,47	5,34	0,75	2,29	-1,50
A+B+C+D+F+G com rompimento com TC	804,19	1209,19	1142,49	0,98	1,35	1,57	83,14

Fonte: o autor.

Quando comparadas as médias da tabela 5-04, para os CdP com rompimento, mas sem TC e com TC, observa-se que os valores aumentam quando os CdP passam por TP de 15 min em TC, à exceção do E, que sofre leve redução.

Tabela 5-05. Médias dos resultados entre CdP sem serem rompidos, sem e com TC na liga Ti6Al4V ELI.

Amostra	[Mpa]			%			[GPa]
	σ_{esc}	σ_{max}	σ_{rupt}	ϵ_{esc}	ϵ_{max}	ϵ_{rupt}	E
X1+Z1 sem rompimento sem TC	753,00	1196,00	---	0,95	1,29	---	79,66
Variação % com/sem TC	-5,40	-3,16	---	-6,32	-4,65	---	0,65
A1+B1+C1+D1+F1+G1 sem rompimento com TC	712,33	1158,17	---	0,89	1,23	---	80,18

Fonte: o autor.

Comparadas as médias da tabela 5-05, observa-se que os valores de tensão e deformação diminuem quando os CdP passam a ter TP em TC, à exceção do módulo de elasticidade que sofre leve aumento. Estas características de alterações nas propriedades mecânicas já foram relatadas nos ensaios anteriores e se presumem ser devido às alterações entre as fases α e β , bem como as tensões geradas nas estruturas cristalinas pelo TC (Gu et al, 2014a)(Dong et al, 2007).

Para a análise em nanoindentador, as amostras sofreram eletropolimento.

5.2.1 ELETROPOLIMENTO

A preparação dos CdP para execução do processo de nanoindentação passou pelo eletropolimento a fim de deixar as superfícies com a menor rugosidade possível, evitando a interferência na leitura do E.

O equipamento utilizado para o eletropolimento está instalado no Instituto de Bioengenharia do Hospital Erasto Gaertner – IBEG, marca Electromet4®, semelhante ao apresentado na figura 5-15. Na figura 5-16 está apresentado o detalhe do bico da célula de polimento. Nesta célula foi colocado um anel, produzido em poliacetal® para estabilidade do CdP durante o processo de polimento.

Embora o fabricante indique formulação de alguns eletrólitos para o eletropolimento, todos agressivos e devendo ser manuseados com cuidado, o IBEG gentilmente ofereceu o uso de seu eletrólito próprio, desenvolvido para o eletropolimento da liga Ti6Al4V ELI. Após cada um dos CdP ser posicionado sobre o anel de suporte, o ciclo de eletropolimento foi acionado, permanecendo por alguns segundos. Os CdP foram, então, passivados e encaminhados ao nanoindentador.



Fig. 5-15. Detalhe do Equipamento Electromet4. (Fonte: o autor)

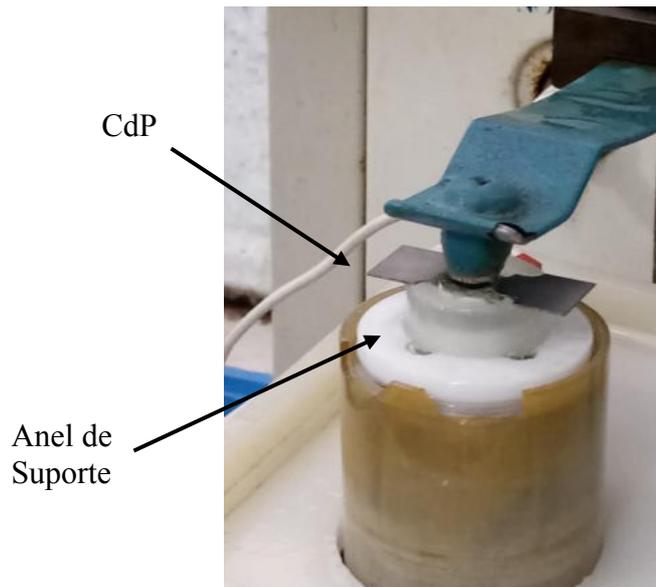


Fig. 5-16. Bocal para eletropolimento do equipamento Electromet4®, mostrando o CdP e o anel de suporte fabricado em Poliacetal®. (Fonte: o autor)

A figura 5-17 mostra imagens do CdP eletropolido. É possível perceber a eficiência do processo no polimento superficial da peça.

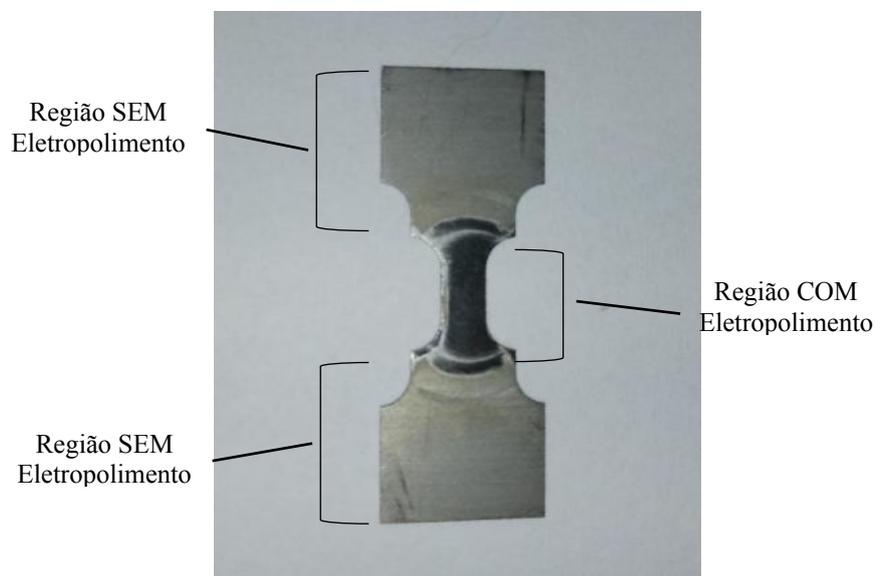


Fig. 5-17. Face do CdP após passar pelo eletropolimento. (Fonte: o autor)

A principal diferença entre o polimento mecânico e o eletroquímico está na qualidade da superfície. Enquanto o polimento mecânico arranca material e deixa a superfície com rugosidade aparentemente menor ou faz a deformação dos grãos da superfície pela deformação mecânica, o eletropolimento faz o polimento da superfície de

base com a sua rugosidade original, ou seja, o eletropolimento reduz muito pouco a rugosidade da superfície, pois faz a retirada de material em escala micrométrica.

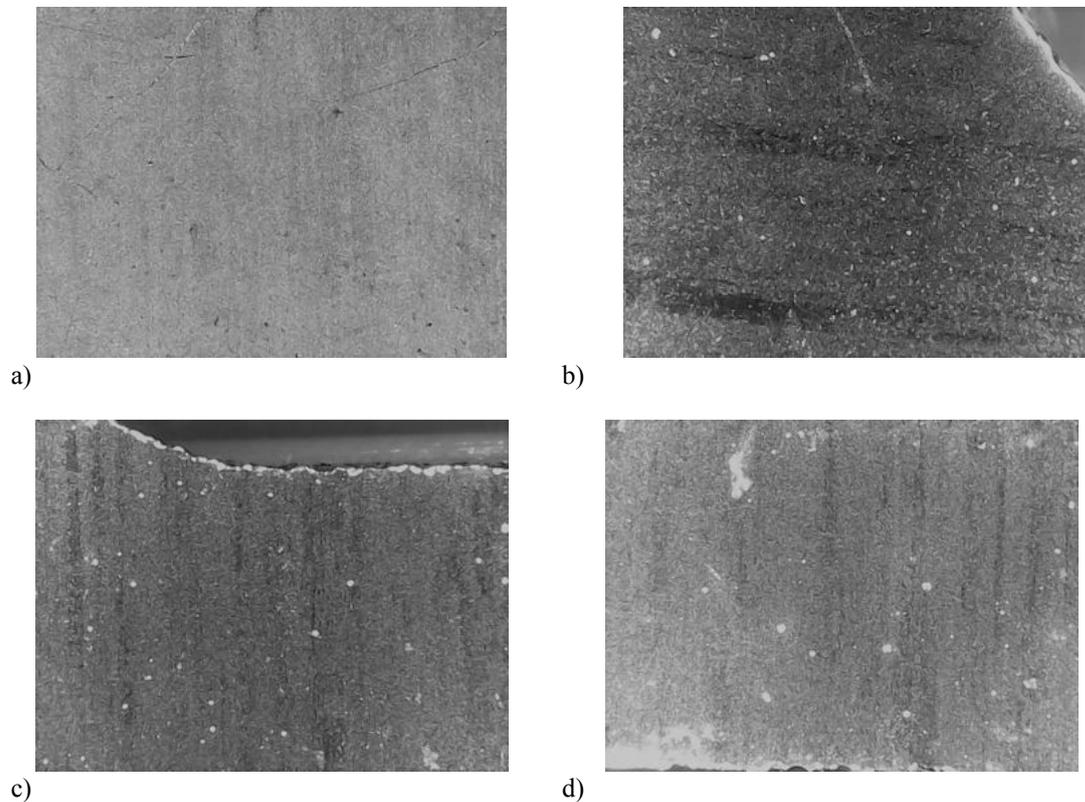
A tabela 5-06 mostra os CdP que foram selecionados para serem submetidos ao eletropolimento.

Tabela 5-06. CdP selecionados para eletropolimento.

#	CdP	MP	Tempo [h]	Rompimento
1	45F	Ti6Al4V ELI	CF	sim
2	46D	Ti6Al4V ELI	TC	sim
3	47Z	Ti6Al4V ELI	CF	não
4	48F	Ti6Al4V ELI	TC	não
5	49Y1	Ti CP	CF	sim
6	50C	Ti CP	TC	sim
7	58C	Ti CP	CF	não
8	59A	Ti CP	TC	não

Fonte: o autor.

Após executado o eletropolimento, os CdP passaram por mais uma seleção para avaliação adicional da sua condição superficial, como mostra a figura 5-18. Aqueles que apresentaram superfície sem riscos e mais planicidade, com melhor polimento, foram enviados à UEPG para execução do ensaio de Nanoindentação.



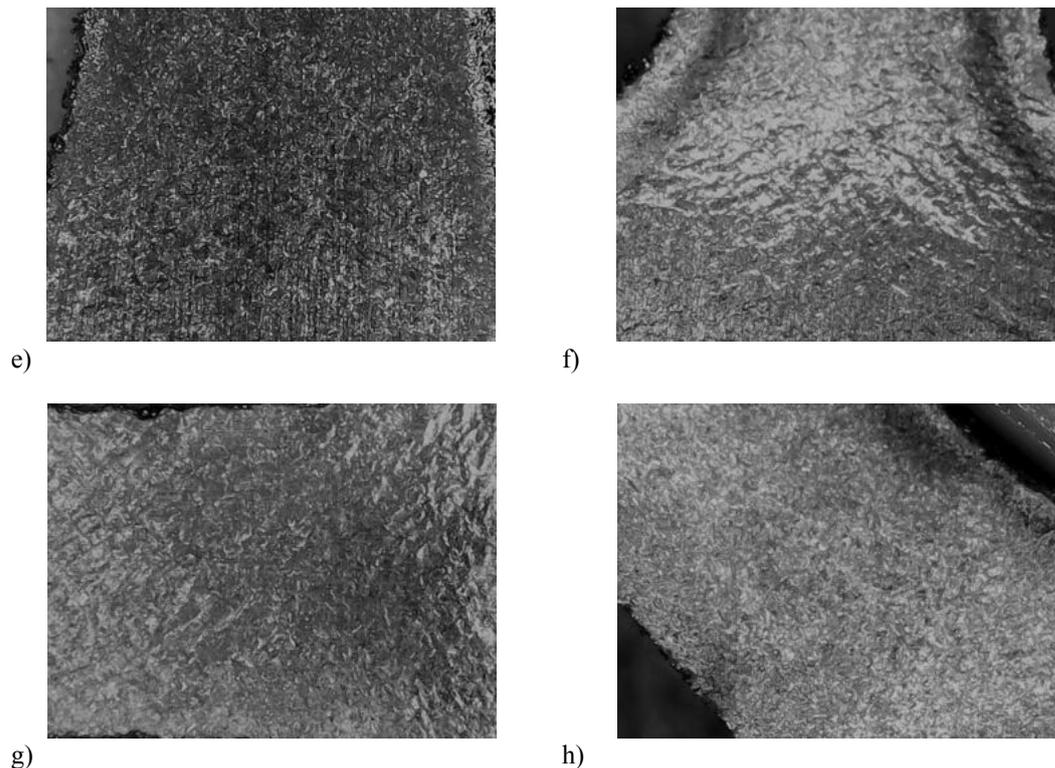
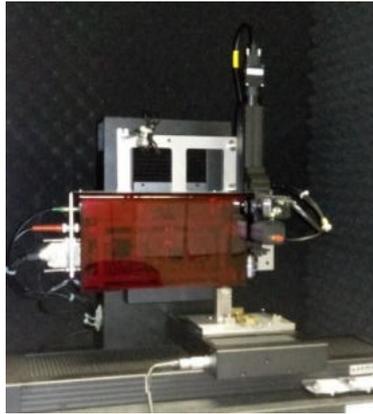


Fig. 5-18. Imagens dos CdP com face eletropolida com ampliação de 250x: a) face do CdP 45F; b) face do CdP 46D; c) face do CdP 47Y; d) face do CdP 48F; e) face do CdP 49Y1; f) face do CdP 50C; g) face do CdP 58c; h) face do CdP 59A. (Fonte: o autor).

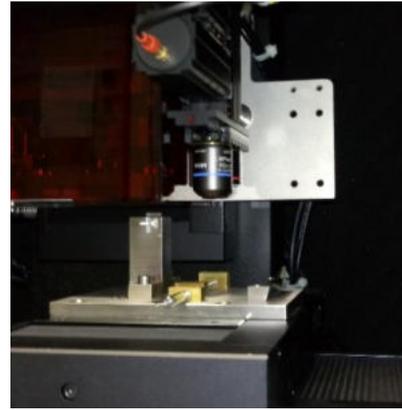
Chama a atenção na figura 5-18, que as superfícies dos CdP mostrados em figura 5-18a até figura 5-18d são mais lisas, com pouca formação das superfícies que mostram sinais dos planos de deslizamento do material submetido ao ETr (liga Ti6Al4V ELI). Na figura 5-18e até a figura 5-18h, é possível visualizar a rugosidade ocasionadas pelos planos de deslizamento (Ti CP).

5.2.2 NANOINDENTAÇÃO

Depois do eletropolimento efetuado nos CdP e escolhidas as amostras pelas superfícies mais lisas, foram enviadas para nanoindentação em equipamento de instalado na UEPG, conforme apresentado na figura 5-19. Para a fixação dos CdP no equipamento, foi confeccionado uma base cilíndrica, figura 5-20, em Alumínio e os CdP foram fixados para o ensaio com o uso de cola à base de cianoacrilato de alta viscosidade.

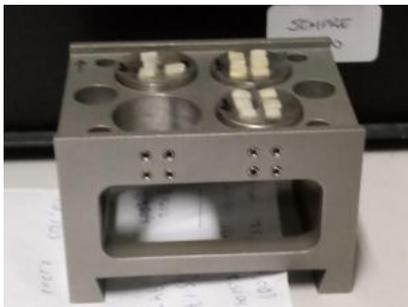


a)



b)

Fig. 5-19. Nanoindentador ASMEC®: a) vista frontal; b) detalhe da mesa de teste. (Fonte: o autor)



a)



b)

Fig. 5-20. Acessórios do nanoindentador: a) base para ensaio dos CdP; b) porta amostra fabricada para ser encaixada na base de ensaio. (Fonte: o autor)

Os ensaios foram executados e os resultados foram coletados e tratados, a fim de resultarem no valor do E.

Na tabela 5-07 estão apresentados os números dos CdP e os seus resultados mais importantes, bem como a relação entre as leituras. A lista completa de resultados está apresentada no anexo I, pois nem todos os CdP preparados no ensaio anterior foram utilizados nesta etapa.

Tabela 5-07. Resumo dos resultados médios de nanoindentação para os CdP selecionados nos ensaios anteriores.

CdP	Média de Medições	E [GPa] Nano	E [GPa] ETr	ΔE [%] Nano/ETr
46D	12	122,46	88,80	37,9
46F	10	112,64	76,73	46,8
47Z	9	88,07	80,22	9,8
48F	12	74,53	85,32	-12,6
58C	14	101,28	103,00	-1,7
59A	13	101,74	102,90	-1,1

Fonte: o autor

Verifica-se na tabela 5-07, a coluna mostrando a Média de Medições para cada CdP. A figura 5-21, apresenta graficamente as diferenças entre os resultados de Nanoindentação e ETr dos CdP.

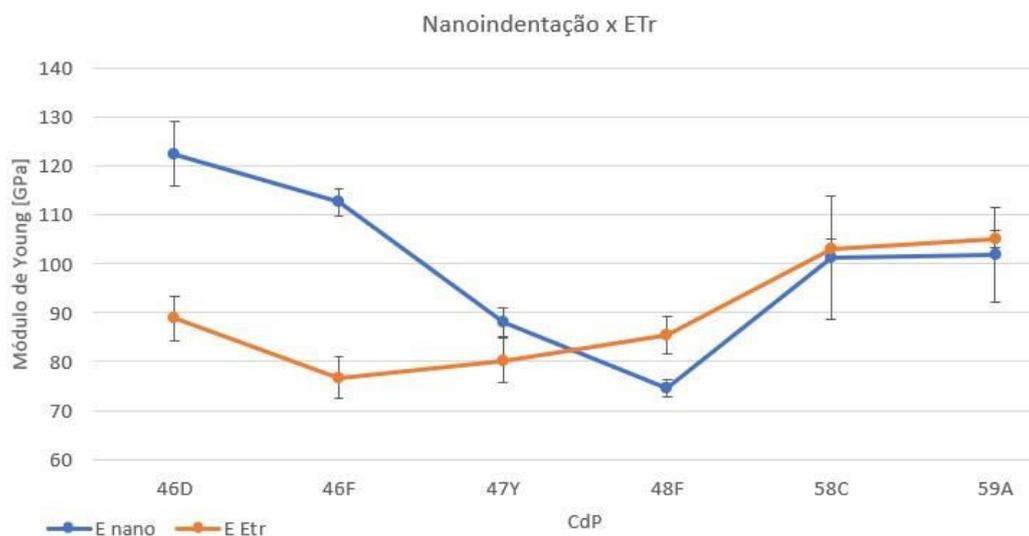


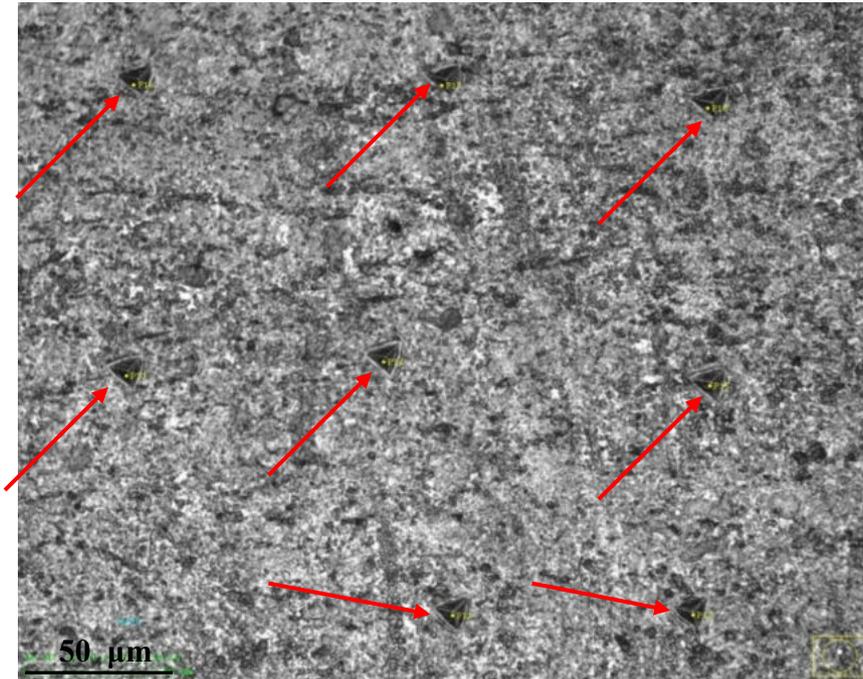
Fig. 5-21. Valores médios de E determinados por meio da nanoindentação e calculado por ETr para os CdP

Apesar de algumas diferenças, nota-se que para os CdP 48F, 58C e 59A, os valores foram relativamente próximos, mostrando uma boa relação entre os valores de E determinados pelos métodos diferentes.

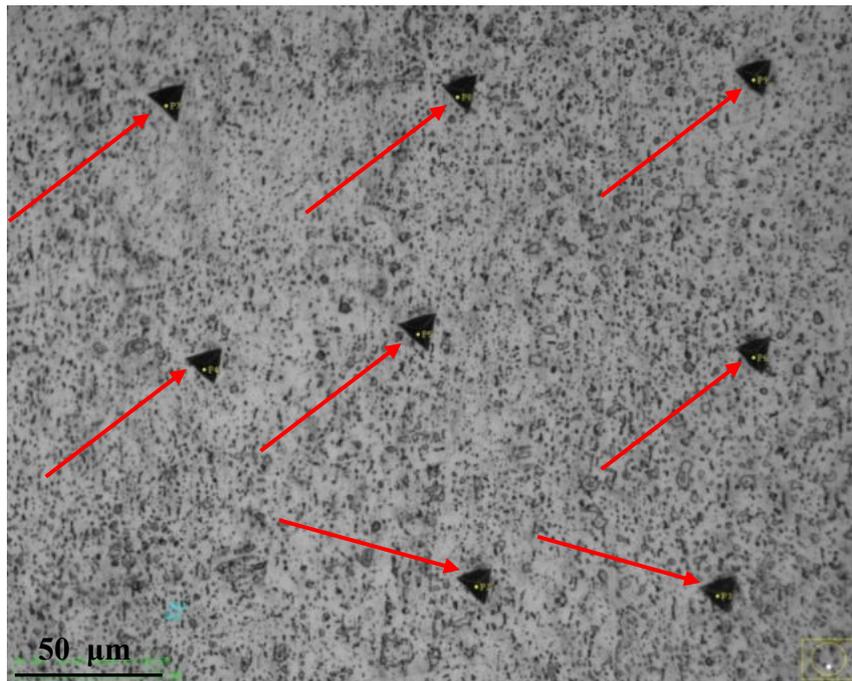
Por ser uma ponta em escala nanométrica, a nanoindentação é extremamente sensível às irregularidades superficiais, podendo resultar em dados inexatos. (Larsson, 2004)(Pintaude et al, 2014)

Apesar do polimento os CdP ainda continham certa irregularidade superficial e, por este motivo, muito cuidado na seleção dos pontos de indentação foi dispensado para minimizar este efeito.

As imagens das nanoindentações são mostradas na figura 5-22, onde as marcas triangulares indicadas pelas setas vermelhas são resultado da penetração da ponta de indentação, que são efetuadas de forma automática e bastante precisa. Nota-se, pela figura, que a amostra eletropolida apresenta as indentações melhor definidas sendo, portanto, mais confiável.



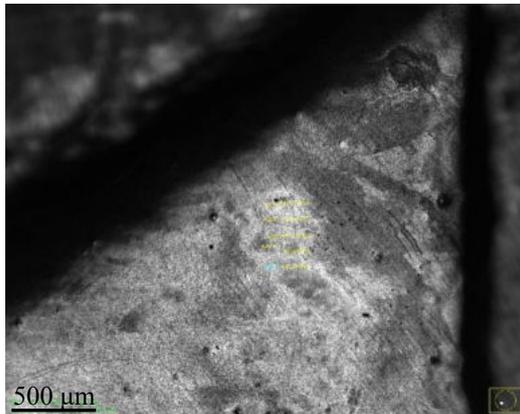
a)



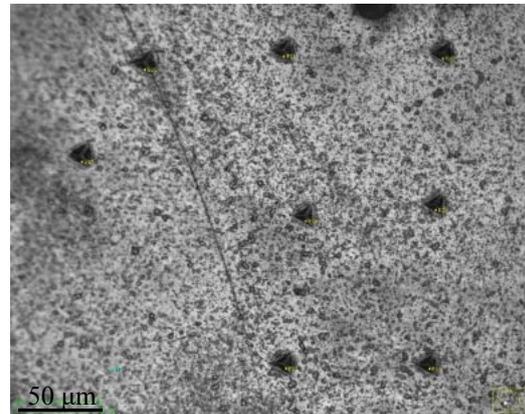
b)

Fig. 5-22. Imagens tiradas do sistema de câmeras do nanoindentador ASMEC®. As flechas vermelhas indicam as marcas triangulares de indentação da ponta Berkovich de ensaio para leitura. a) CdP que não passou pelo processo mecânico de preparação da superfície; b) CdP que passou pelo processo de eletropolimento. (Fonte: o autor)

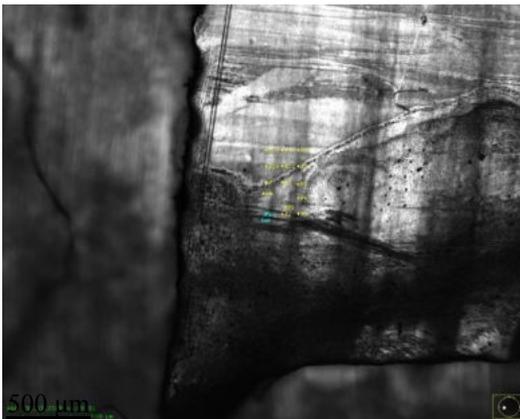
Na figura 5-23 estão as imagens dos CdP da tabela 5-07, que passaram pela nanoindentação. Na imagem da esquerda está a seleção do campo e da direita a marcação deixada pela ponta de endentação.



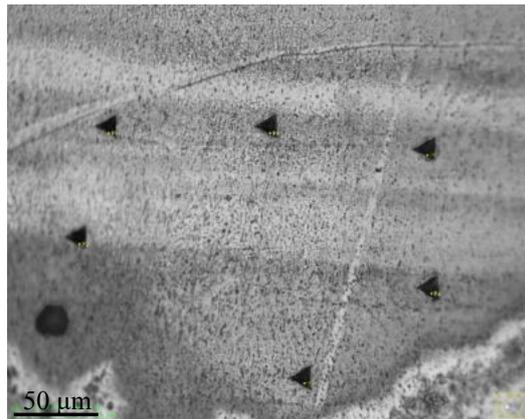
a)



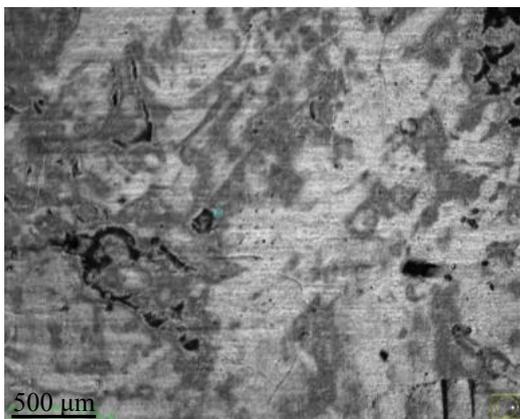
b)



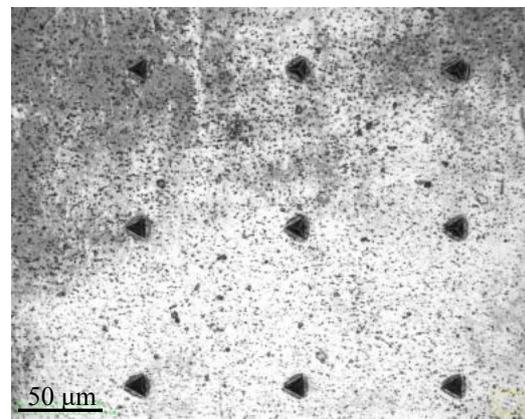
c)



d)



e)



f)

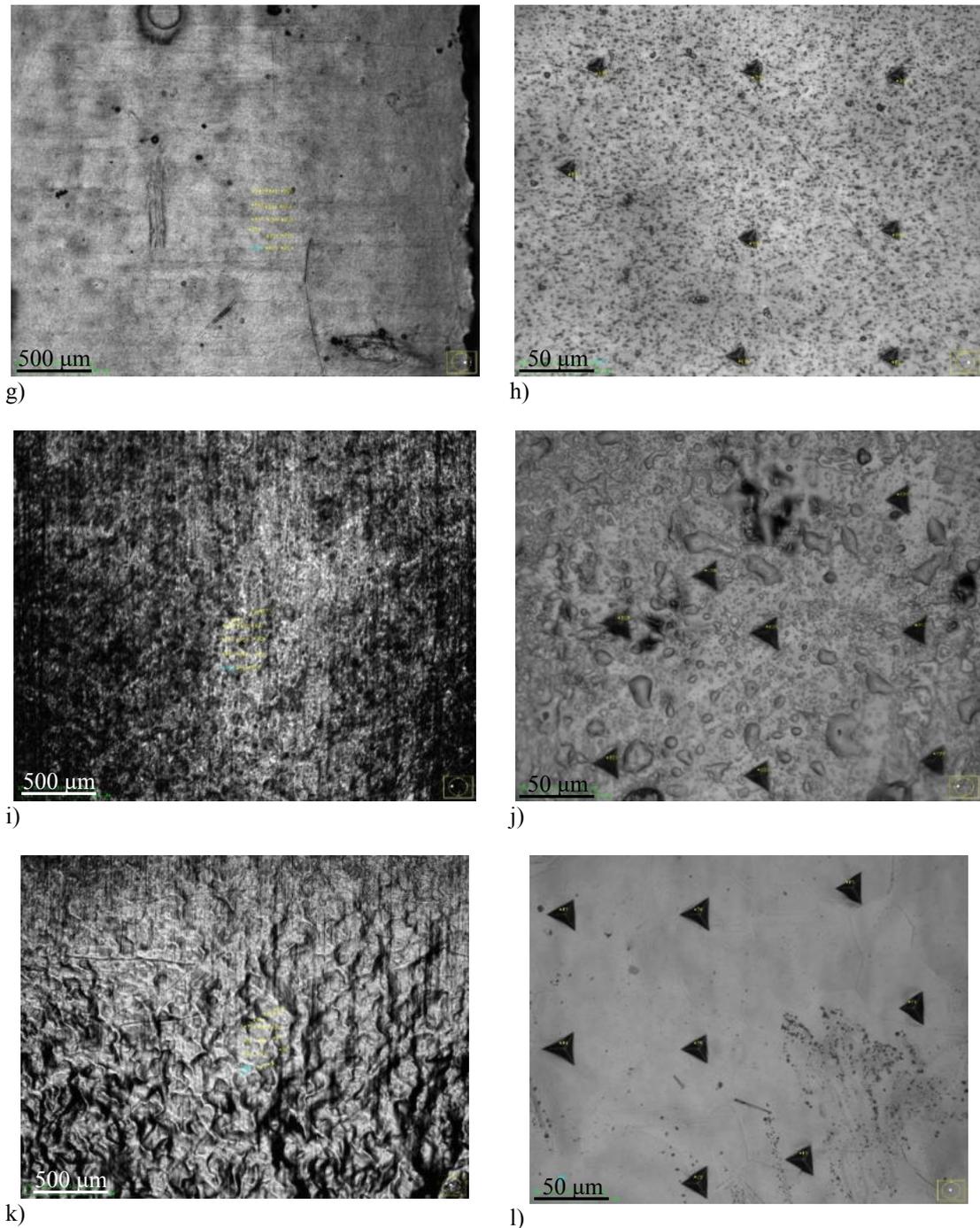


Fig. 5-23. Imagens tiradas pelo sistema ótico do nanoindentador durante os ensaios. Nas imagens da esquerda está a verificação e escolha do campo para o ensaio e da direita, a imagem após o ensaio executado, com a visualização das marcas da ponta do nanoindentador: a) e b) CdP 46D; c) e d) CdP 46F; e) e f) CdP 47Y; g) e h) CdP 48F; i) e j) CdP 58C; k) e l) CdP 59A. (Fonte: o autor)

É importante ressaltar que os valores do E determinados pelo ETr estão relacionados à deformação da seção de ensaio do CdP e, por isso, diferentes aspectos de deformação entre as fases presentes na liga, microtrincas, e planos de escorregamento das estruturas cristalinas afetam os resultados (Milman et al, 2011). O ensaio de

nanoindentação, no entanto, realiza a leitura localizada considerando a influência das estruturas cristalinas na deformação (Hernot et al, 2006) e escoamento localizado do material sendo, portanto, altamente dependente do paralelismo da face e da extremidade do indentador. Certamente uma leitura no ponto exato em uma discordância cristalina, ou em um contorno de grão, não será idêntica àquela do meio de um grão, uniforme e estruturalmente homogêneo (Gee et al, 1996)(Pintaude et al, 2014). Por isso, são efetuadas várias leituras e considerada a média delas.

No Anexo I estão apresentados todos os resultados obtidos pelas leituras do ensaio com o nanoindentador.

5.3 ENSAIO COM FBG - CDP 0,5 MM COM TP EM TC

Para validar os resultados do módulo de elasticidade extraídos dos ETr e da nanoindentação, foi realizado o ensaio de TP em TC nos CdP da liga estudada, com leitura das deformações durante a imersão por meio de FBG. Como este método é bastante sensível, como apresentado na seção 2.6, deseja-se avaliar as consequências e efeitos para a validação e interpretação das variações.

A rotina do ensaio, que é apresentada na figura 5-24, foi utilizada nos ensaios em um CdP. O ensaio consiste em fixar uma FBG no CdP, com o uso de adesivo Epoxi Profissional® cujas características e comportamento são conhecidos. Esta fixação foi efetuada com antecedência de 24 h, para garantir que o adesivo estará completamente curado no momento do ensaio. Caso esta cura não seja completa, o resultado pode ser o descolamento do adesivo da superfície do CdP, deixando-a não conectada ao substrato e, portanto, insensível à leitura de modificação dimensional deste.

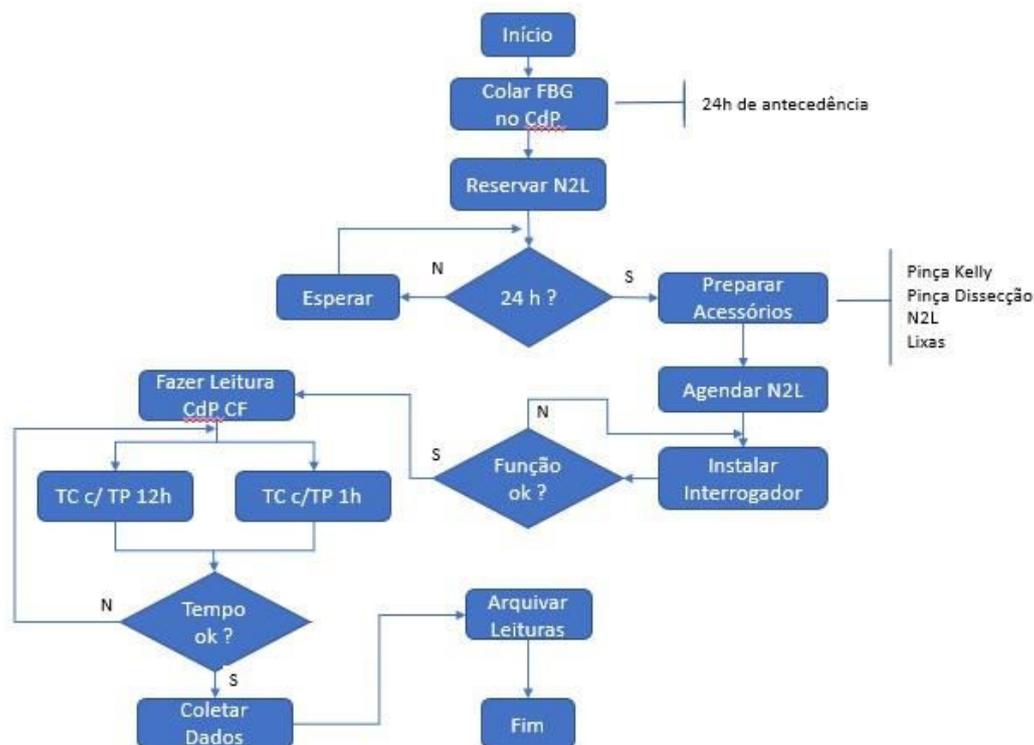
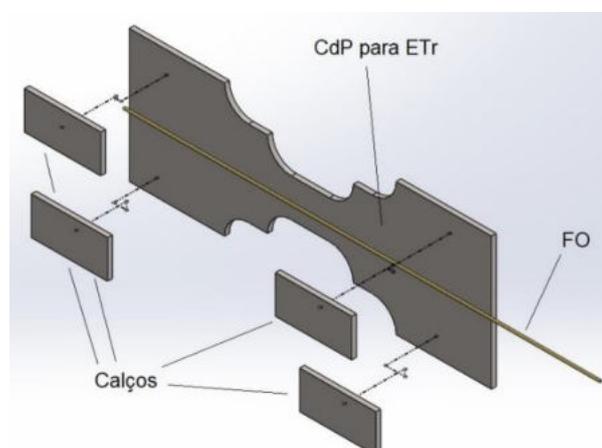
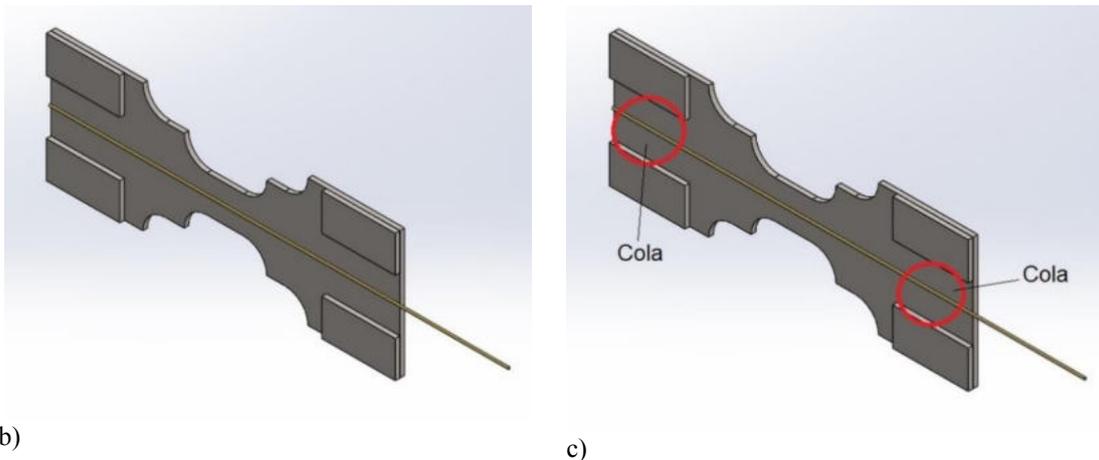


Fig. 5-24. Fluxograma para o ensaio de 24 h de TP em TC do CdP para a leitura por Fibra Ótica. (Fonte: o autor)

Na Figura 5-25 é apresentada a sequência de preparação do CdP para a fixação da FBG no CdP. Trata-se da colagem de calços nas extremidades do CdP a fim de permitir que exista um canal de proteção, pelo qual passa a FBG fixada com o adesivo epoxi já mencionado.



a)



b) c)
 Fig 5-25. Sequência de montagem da FBG e dos calços no CdP para aumentar a proteção mecânica durante o ensaio de TP em TC. (Fonte: o autor)

A FBG não deve ser colada nas regiões de estrição do CdP, pois em concordância à norma, esta é a região que sofre deformação e rompimento, ou seja, aquela que se deseja fazer as medições. Após concluída a preparação do CdP com a FBG, o conjunto foi conectado nos equipamentos de leitura de dados, segundo a Escala de Banhos mostrada na figura 5-26.



Fig 5-26. Escala de Banhos usada para a preparação dos ensaios. (Fonte o autor)

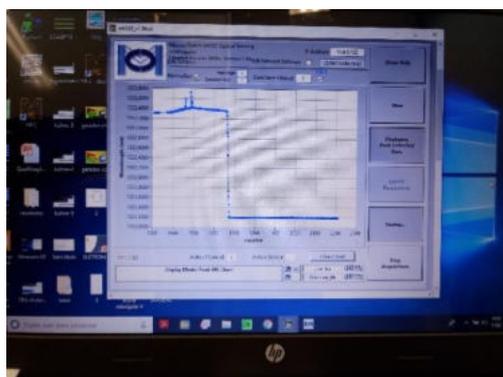
Na sequência, foi instalado o interrogador (Micron-Optics, SM125®), faixa de operação entre 1520 nm e 1570 nm e resolução de 5 pm, para a leitura dos dados na FBG, conforme as fotos apresentadas na figura 5-27 e a imersão em N2L foi efetuada no próprio reservatório disponibilizado pelo Laboratório de Cultivo Celular (PUCPR).



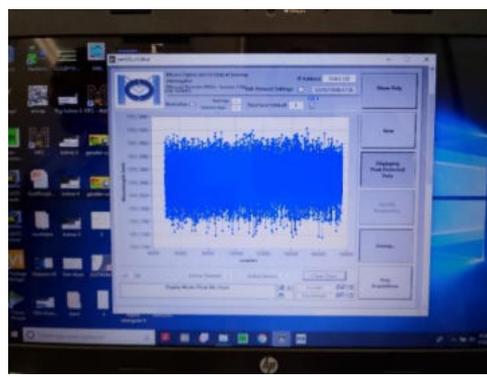
a)



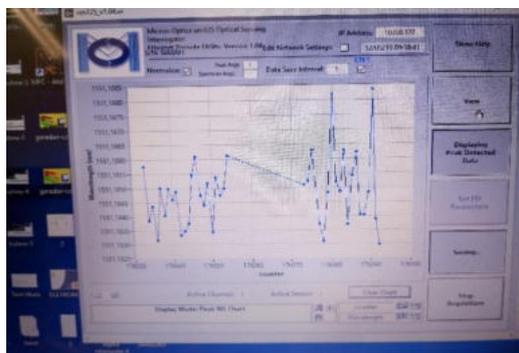
b)



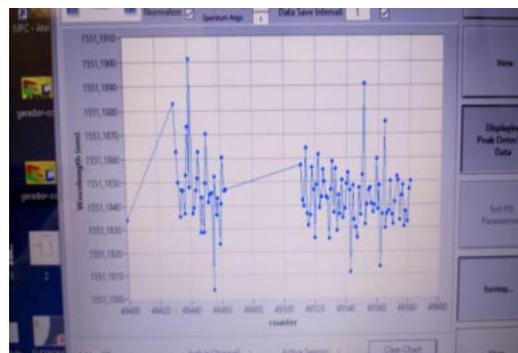
c)



d)



e)



f)

Fig 5-27. Imagens do ensaio com FBG: a) vista do painel do interrogador de 5pm ; b) imersão do CdP com a FBG no reservatório de N2L; c) leitura logo após imersão no N2L; d) leitura com 24 h de TP em TC; e) exemplo com ampliação da leitura aprox. em 1 h de TP; f) exemplo com ampliação da leitura aprox. em 12 h de TP. (Fonte: o autor)

A tabela 5-08 indica a sequência das leituras do TP em TC por meio de FBG.

Tabela 5-08. Tabela de ensaios dos CdP preparados com FBG

CdP	TP	Tipo Ensaio
076	CF	Leitura FBG
077	1h	Leitura FBG
077	12h	Leitura FBG
077	24h	Leitura FBG

Fonte: o autor

A primeira aquisição de dados com o interrogador foi efetuada na FBG colada ao CdP em Ti6Al4V ELI para a verificação do comportamento do sensor FBG para temperaturas criogênicas. Na figura 5-28 está apresentado o resultado que indica: (a) a leitura da variação do comprimento de onda em função do TP em criogenia e (b) a observação do decréscimo da temperatura ($^{\circ}\text{C}$), em função do TP em criogenia (s).

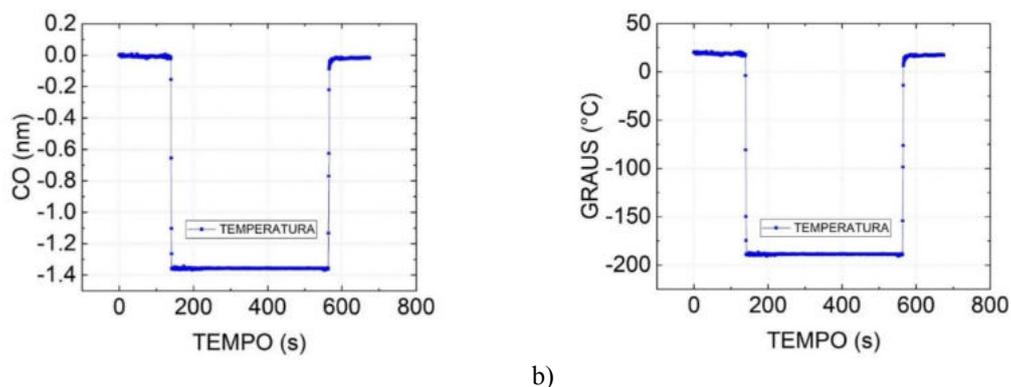


Fig. 5-28. Ensaio experimental para a FBG na criogenia (a) variação da deformação [nm] como função do TP [s] e da temperatura em [$^{\circ}\text{C}$], (b) temperatura [$^{\circ}\text{C}$] em relação ao TP [s]. (Fonte: o autor)

Em seguida, conforme o roteiro de banhos mostrado na figura 5-26, foram efetuadas novas leituras para a identificação dos dados coletados. A sequência da figura 5-29 (a) ilustra a aquisição dos dados na FBG colada ao CdP de Ti6Al4V ELI (em verde) e a aquisição dos dados na FBG livre (em vermelho) Assim, na figura 5-29 (b) é mostrada somente a influência da deformação/variação do comprimento de onda [nm] do CdP em função do TP em TC desejado para este estudo. Ou seja, corresponde à subtração entre: (1) os dados de deformação sob influência da temperatura ao longo do tempo (Gráfico 5.29 (a) - em verde) e (2) os dados somente da ação da temperatura ao longo do tempo (i.e. a curva do Gráfico 5.28 (a)).

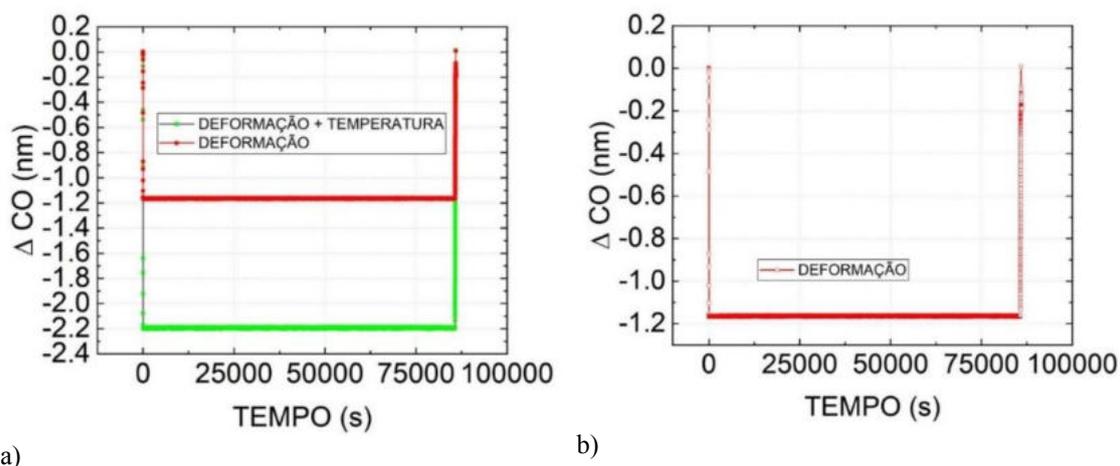


Fig. 5-29. Gráficos com as diferentes variáveis determinadas em relação ao tempo [s], utilizados para a identificação das variações ocorridas nos CdP fornecidos pelo interrogador de 5 pm: a) deformação [nm] como função do TP [s]; b) deformação[nm] e temperatura [°C] como em função do TP [s]. (Fonte: o autor)

Os gráficos dos resultados de deformação mostram uma faixa larga na horizontal ao longo do TP, o que desperta curiosidade para a sua verificação com maior aproximação, de modo a avaliar se existe significativa variação dos resultados em escala nanométrica. Essa avaliação também é mostrada na sequência.

A seguir estão apresentados os tempos de análise, para que a região ampliada (zoom) nos gráficos, fosse aplicado:

- 1 – No instante da imersão em N2L;
- 2 – Com TP de 1 h em TC;
- 3 – Com TP de 12 h em TC;
- 4 – No instante da retirada do CdP do N2L.

Na figura 5-30 está apresentado o instante da imersão em N2L, sendo o tempo de 0 s considerado como aquele no qual o CdP efetivamente foi mergulhado no líquido. A deformação percebida na contração do CdP, identificada pela FBG, tem a duração entre o instante 0 s e 8 s. A partir de 8s é perceptível que o CdP cessa a contração devido ao TC. Pesquisas têm sido feitas com o uso das FBG a fim de determinar o seu comportamento em TC, como sensores de temperatura e deformação (Lima Filho et al, 2014). Aqui vale salientar uma importante característica da FBG, a sua estabilidade dimensional em relação à temperatura na qual o sensor está imerso, apresentando resultados confiáveis, o que garante que a sua leitura não tem qualquer histerese (Lima

Filho et al, 2014); sendo assim sua grande sensibilidade térmica confere estabilidade dimensional (Miguel-Soto et al, 2017). Desse modo, a contração percebida na figura se deve exclusivamente às deformações ocorridas no CdP.

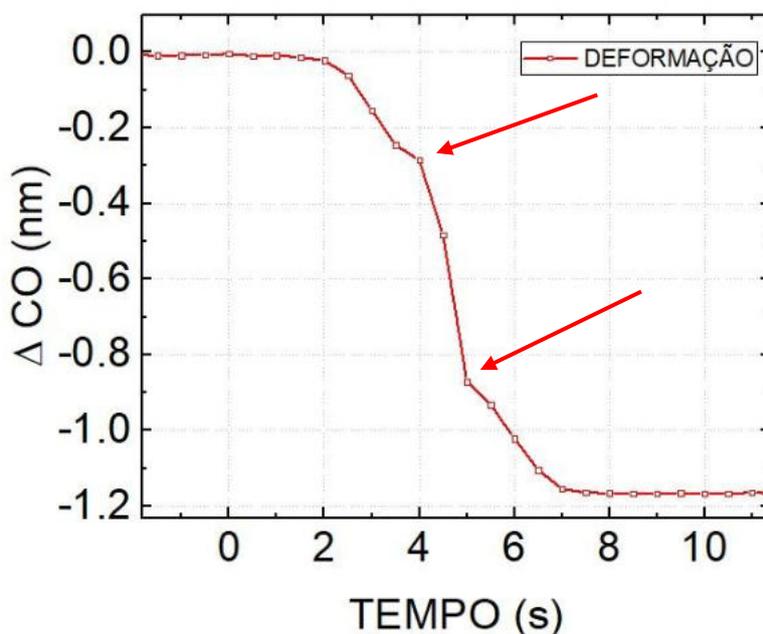
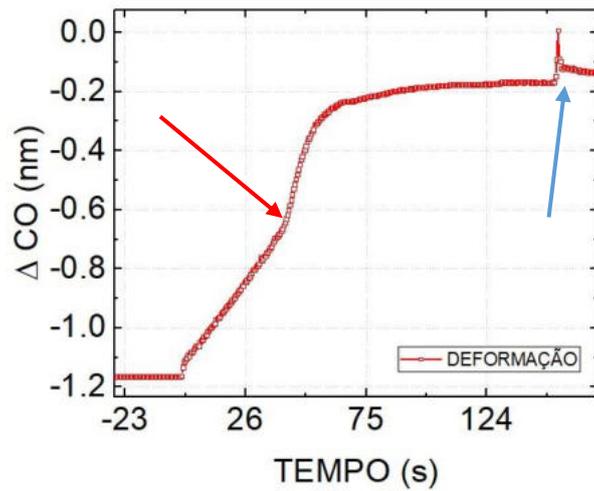
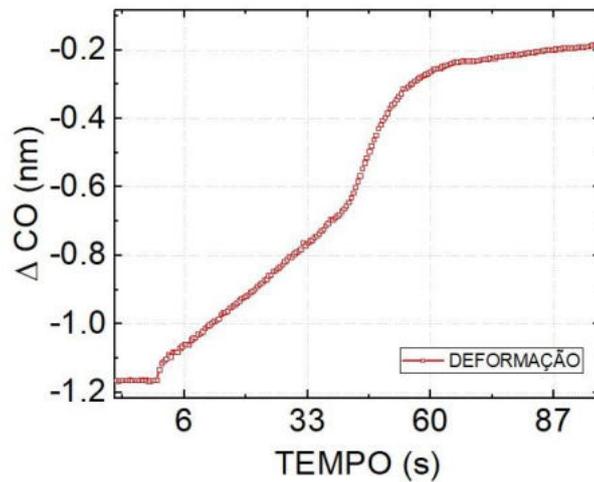


Fig. 5-30. Deformação [nm] pelo tempo [s] no instante da imersão em N2L. É possível perceber que, apesar de abrupta, a deformação tem patamares (não linearidade) que indicam comportamento a ser estudado, indicados pelas setas vermelhas. (Fonte: o autor)

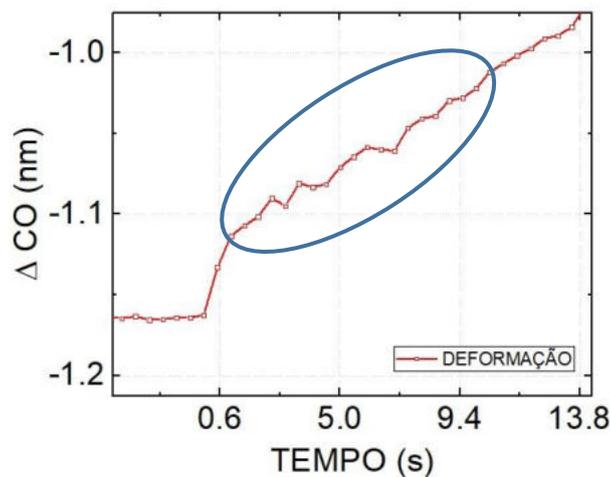
De forma análoga, os instantes de aquecimento foram apresentados a fim de verificar o desempenho da dilatação do CdP, após retirado do TC. Na figura 5-31 é possível observar, de forma semelhante ao resfriamento, que a região ampliada (zoom) mostra a dilatação feita de forma não contínua, pelas suas inflexões. Quando foi efetuado o zoom para análise da dilatação no ponto de retirada do TC, optou-se por mostrar o eixo do tempo considerado como zero (por meio do software de controle: Origin); sendo assim para facilitar tal análise, o eixo do Tempo mostrado na figura aparece com nova contagem a partir de 0 s (no instante da retirada do TC). A figura 5-31 ilustra particularidades específicas de acordo com a região de análise, por exemplo, em (a) apresenta-se o aquecimento durante o período de retorno do TC até atingir a temperatura ambiente (21 ° C), em (b) a análise foi na região de ampliação entre 0 s e 87 s, e em (c) ampliação próxima ao instante de retirada do TC, detalhando as oscilações em escala nanométrica.



a)



b)



c)

Fig. 5-31. Deformação em ΔCO com a dependência do tempo (0 s = instante de retirada do TC): a) Aquecimento completo entre TC e a temperatura ambiente (21 ° C) que levou cerca de 150 s (flecha vermelha = mudança de comportamento da dilatação durante o aquecimento, seta azul = possível ruído de leitura); b) Ampliação entre 0 s e 87 s para avaliar a mudança de comportamento no instante 45 s após retirado do TC; c) ampliação da curva de deformação próximo ao instante de retirada do TC. A elipse azul

mostra o detalhe do comportamento da dilatação do CdP nos instantes iniciais do aquecimento, que chama a atenção pelas oscilações em escala nanométrica. (Fonte: o autor)

A avaliação do comportamento da deformação durante as 24 h de TP em TC, foi realizada da mesma forma que os gráficos anteriores, exceto pela determinação de um tempo específico para que o Tempo não seja considerado zero novamente. Na figura 5-32 está a ampliação dos resultados no intervalo de 0 s até 86400 s (i.e., durante as 24 h) de permanência na criogenia.

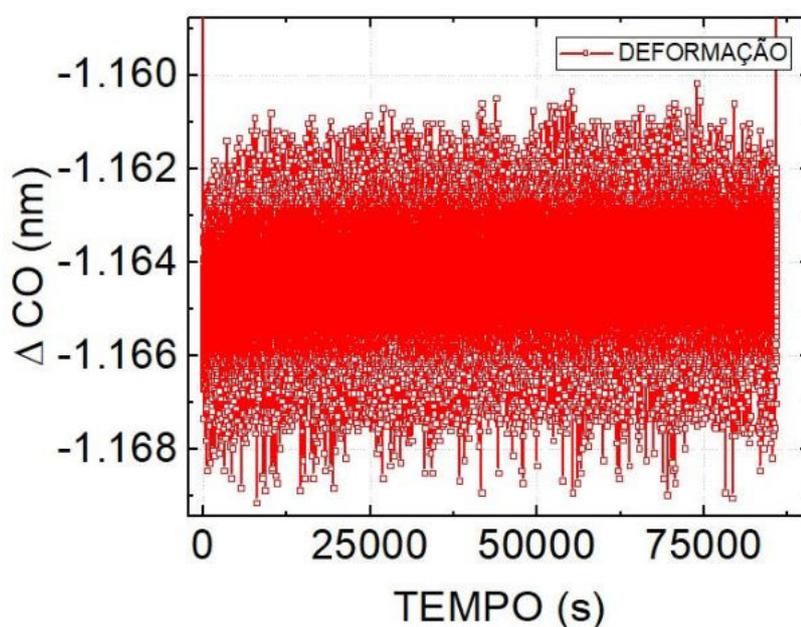
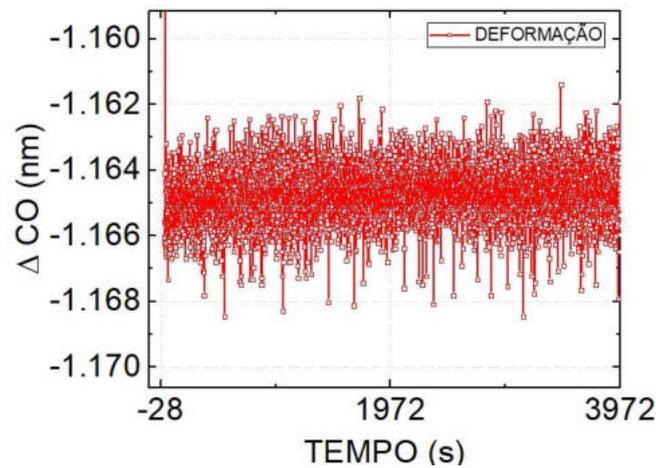


Fig. 5-32. Deformação durante o TP de 86400s. Devido à pouca ampliação não se pode perceber os detalhes de oscilação da deformação, no entanto, sua magnitude está entre -1.169nm e -1.160nm, o que indica que ocorre variação da deformação ao longo do TP. (Fonte: o autor)

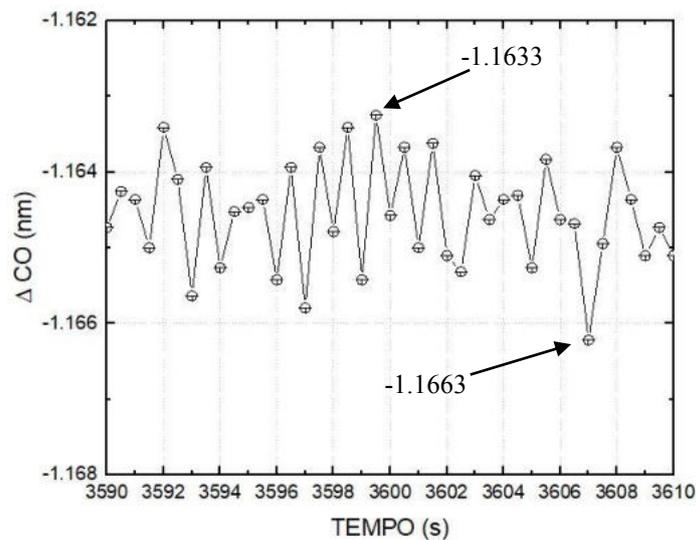
A figura 5-33 mostra os milhares de dados retirados pelo sistema com FBG durante a imersão do CdP em TC. Claramente, ocorrem variações na deformação, mesmo sem interferência de uma força externa, pois o sistema está imerso completamente no reservatório e sem interferência externa. A variação de deformação ao longo do TP em TC é de extrema importância para entender o comportamento da FBG nestas condições criogênicas.

Na figura 5-33 estão apresentados o comportamento da deformação (variação do comprimento de onda) de acordo com o TP de 3600 s (1 h), onde é possível verificar o comportamento dimensional do CdP ao longo deste período.

Na figura 5-33 (b) observa-se que o material da liga estudada tem variação dimensional entre -1,1633 nm e -1,1663 nm aproximadamente (0,26%), que indica alterações nas características físicas do CdP ao longo do TP, uma vez que estas variações não são resultantes de histerese da FBG. (Lima Filho et al, 2014)



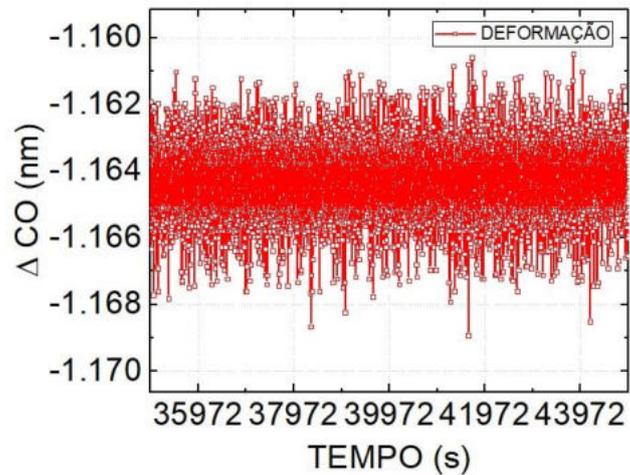
a)



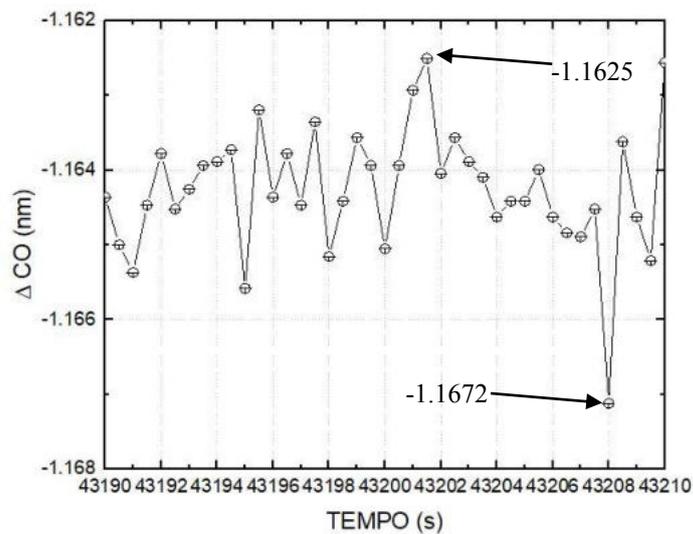
b)

Fig. 5-33. Deformação durante o período de até 4320 s (1,2 h) em TC: a) visualização ampliada da variação de deformação em nm; b) grande ampliação, na qual é possível visualizar a oscilação da deformação no CdP ao longo do TP em TC. (Fonte: o autor)

Uma análise similar foi efetuada para TP de 12 h, mostrado na figura 5-34, cujos resultados apresentam variação dimensional entre -1,1625 nm e -1,1672 nm aproximadamente (0,40%).



a)



b)

Fig. 5-34. Imagens para 12 h (43200 s) de TP em TC: a) deformação com ampliação para visualização da oscilação da deformação do CdP em nm; b) o mesmo ponto de TP, mas grande ampliação, no qual é possível visualizar a oscilação na deformação ao longo do TP. (Fonte: o autor)

Na figura 5-35 estão os resultados sobrepostos das deformações em TP para 1 h e 12 h. Nota-se comportamento similar nos dois TP, com amplitudes semelhantes para deformação. O perfil vermelho (1 h de TP) e o perfil azul (12 h de TP) têm comportamento semelhante, com variações de amplitude de deformação, sem histerese. (Lima Filho et al, 2014)

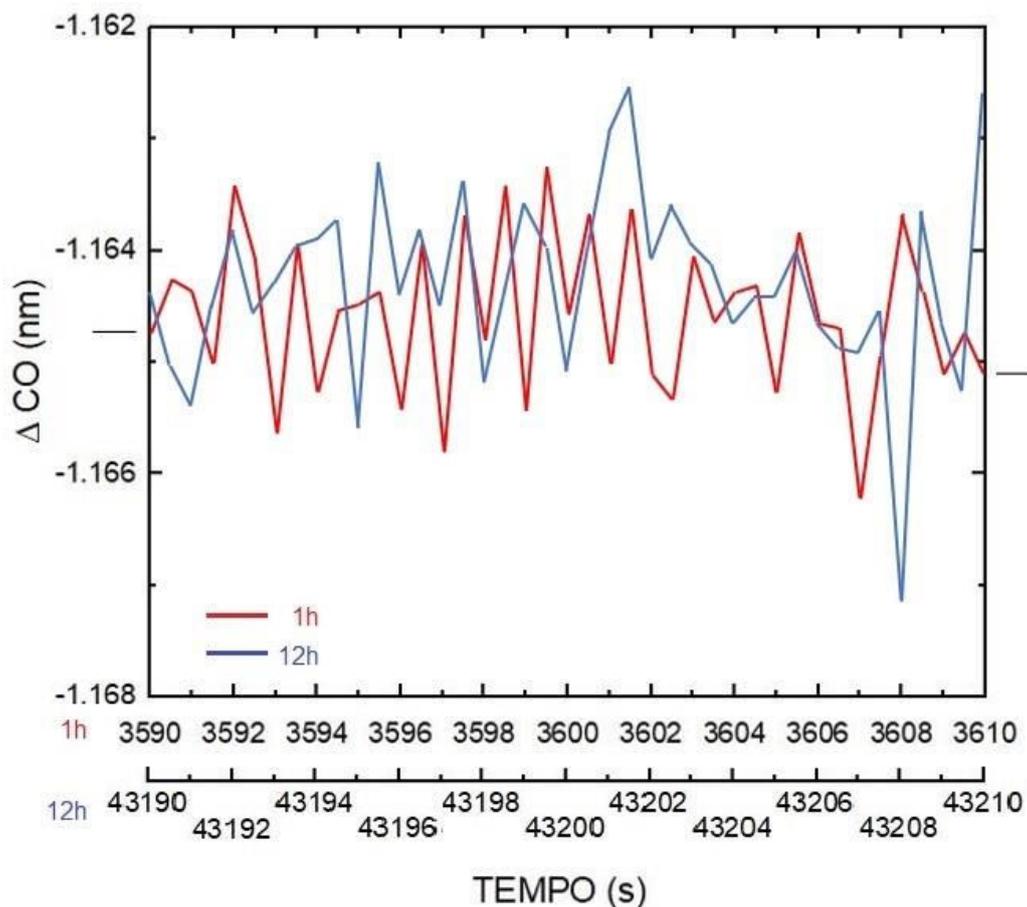


Fig. 5-35. Sobreposição dos gráficos para 1 h (vermelha) e 12 h (azul) de TP em TC. Observa-se que as variações são próximas em amplitude e frequência. (Fonte: o autor)

Como mostram as figuras anteriores, ocorre oscilação na deformação dos CdP ao longo do TP em TC, em escala nm e, portanto, na escala da rede cristalina do material (Gu et al, 2013a)(Gu et al, 2018). Esta alteração dimensional pode explicar as variações observadas no módulo de elasticidade obtidos por meio dos ETr e confirmados na avaliação por nanoindentação. Na figura 5-35, como nas figuras anteriores, é perceptível que variações dimensionais continuam a ocorrer ao longo do TP em escala cristalina e cíclica.

Confirmada a variação do módulo de elasticidade com o TP em TC e, de acordo com os resultados apresentados nas imagens de MO, pode-se sugerir o mecanismo por meio do qual as propriedades mecânicas da liga são alteradas.

O mecanismo de deformação da fase α da liga Ti6Al4V na RT é o deslocamento das discordâncias, enquanto que na fase β é a formação de maclas. Em TC, mais discordâncias do que as presentes na liga em RT são continuamente geradas. Tem sido

sugerido que, com pequenas deformações impostas, as discordâncias se aglomeram formando blocos e, eventualmente, esses blocos se encontram em ângulos de diferentes orientações, gerando subgrãos que, por sua vez, refinam a microestrutura e aumentam a resistência mecânica da liga (Aranfard et al, 2015), como observado nas deformações dos resultados de ETr para 1h de TP em TC, na ordem de 0,8%.

Outro comportamento interessante acontece em 12 h de imersão em N2L, quando o módulo de elasticidade e a σ_{esc} sofrem alterações em relação aos valores apresentados na liga CF e depois de TP de 1 h, ampliando também o campo elástico para a liga. Os metais CCC e HC, como a liga Ti6Al4V ELI, tendem a formar maclas quando deformados em baixas temperaturas. Especialmente nos metais CCC, como o Al, o principal mecanismo de deformação na RT é o deslocamento de discordâncias, prevalecendo aquelas em hélice. Supõe-se que as maclas ocorrem quando as discordâncias não conseguem mais acomodar a deformação plástica imposta pela taxa da carga aplicada e, então, outro mecanismo é necessário (Zhang et al, 2016)(Clausen et al, 2008). Portanto, considerando que as discordâncias em hélice precedem a formação das maclas, é razoável assumir que, na TC, o número de maclas aumenta constantemente e, como a relaxação da tensão ocorre nos grãos com o aparecimento das maclas (Zhang et al, 2016)(Florando et al, 2016), o valor do E e da σ_{esc} diminui, como visto nos resultados dos ETr no TP de 12 h.

Pelas imagens do MO na figura 5-08, nota-se um aumento da fase β nos contornos dos grãos da fase α equiaxial em TP de 12 h em TC. Em metais não ferrosos, o resfriamento em N2L causa aumento das tensões residuais, cuja intensidade depende no tempo de permanência na TC. As tensões residuais geradas pela diminuição da constante de rede acumulam energia de deformação, a qual induz a precipitação da fase β . (Sonar et al, 2018)(Lai et al, 2016)

No entanto, a composição da fase β instável precipitada afeta o mecanismo de deformação como as transformações induzidas por tensão, na fase martensítica α'' reversível. Alguns estudos mostram que, sob carregamento, a fase β instável se transforma em martensita α'' contendo maclas em sua estrutura, sendo estas formadas pelas oscilações na deformação durante a transformação de fase (Matsumoto et al, 2009). No caso do presente estudo, é possível notar a oscilação na deformação pelos resultados dos ETr. O volume formado de martensita α'' , uma fase intermediária àquelas observadas em MO, depende da temperatura e do volume da fase β presente na liga. Portanto, é

possível sugerir que a formação das maclas na fase martensita α'' , também intermediária, foram as responsáveis pelas variações no módulo de elasticidade e nas tensões verificadas nos resultados dos ETr, pois as maclas são mecanismos de alívio de tensões (Kolli et al, 2015)(Ji et al, 2019)(Elmay et al, 2017)(Dey et al, 2005)

A formação da fase β instável é dependente do tempo. Portanto, depois de 12 h de TP em TC, a fase α começa a nuclear juntamente com o aumento do número de discordâncias e o processo observado entre 5 min e 1 h de TP se repete até 24 h de TP em TC. O comportamento oscilatório continua com o aumento do TP, como observado nos resultados dos ETr. No entanto, a diferença entre os máximos e os mínimos das curvas do módulo de elasticidade, da σ_{esc} parecem diminuir com o aumento do TP enquanto σ_{max} parece aumentar, sugerindo uma tendência à estabilidade dos valores com o consequente aumento do campo plástico da liga.

Quando uma deformação é imposta na liga Ti6Al4V na TC, as maclas são formadas em ambas as fases α e β (Dong et al, 2007). No entanto, pode-se observar que mecanismos mais complexos ocorrem quando essa liga é tratada em TC, como mostra os resultados apresentados. Além disso, os resultados do ETr e da FBG, mostram que a liga Ti6Al4V ELI tem comportamento mecânico dinâmico quando tratada em criogenia e este comportamento é afetado pelo TP em TC. Portanto, não é correto que se conclua que o tratamento criogênico na liga Ti6Al4V aumenta ou diminui a sua resistência mecânica, sem vincular esta propriedade com o TP em TC.

6. CONCLUSÕES

A investigação efetuada nos ensaios piloto, capítulo 3, apresentaram resultados nos ETr que confirmam variação nas propriedades mecânicas da liga Ti6Al4V ELI. Os resultados apresentam modificações no comportamento das propriedades mecânicas como tensões, deformações e módulos de elasticidade, que variam ao longo do TP em TC e as figuras relacionadas a cada ensaio piloto deste capítulo demonstram estas variações, o que torna possível identificar a amplitude variável entre a σ_{esc} e a σ_{max} , o campo plástico, ao longo dos ensaios. Existem TP nos quais a amplitude do campo plástico é

menor e aqueles nos quais a amplitude é maior, como resultados infere-se que os processos de fabricação podem ser beneficiados por esta variação, uma vez que são dependentes do campo plástico da liga.

Os ensaios apresentados nos capítulos 5.1 e 5.2 foram executados nos TP de 0,08 h; 0,25 h; 1 h; 2 h; 3 h; 6 h; 12 h; 24 h; 36 h; 42 h e 48 h e mostraram que ocorre variação no campo plástico e no módulo de elasticidade da liga proposta. Pode ser concluído que o TP em TC altera o campo plástico da liga estudada porque, da tabela 5-01, a análise da variação dos resultados de tensões mostra que ao longo dos diferentes TP o campo plástico apresenta diferenças que variam de 471,07 MPa para CF até 598,10 MPa para 12 h de TP sendo para 1 h de 485,50 MPa e para 12 h atinge o seu máximo com 598,10 MPa que representa amplitude de 112,60 MPa, uma variação de 23,19% do campo plástico. Para o módulo de elasticidade, a tabela 5-01 apresenta que o valor máximo atingido é de 96,08 GPa em 1 h e o mínimo de 80,91 GPa em 12 h de TP, seguindo a inflexão que ocorre nos resultados de tensão.

Por outro lado, da tabela 5-02 quando o TP de 0,25 h, a variação demonstrada no campo plástico tem o mínimo de 374,54 MPa e o máximo de 424,04 MPa, ou seja, uma amplitude de 49,50 MPa que representa 13,22% de variação do campo plástico. Entretanto, a tabela 5-03 não pode ser considerada para a análise do campo plástico porque o ETr foi interrompido dentro do campo plástico, ou seja, antes de atingida a σ_{\max} .

O módulo de elasticidade sofre a influência do TP em TC, pois na figura 5-04 observa-se que existem as inflexões de maior intensidade com máximo de 96,08 GPa em 1 h e com mínimo de 80,91 GPa em 12 h de TP. Com a mesma análise, observando a figura 5-11, é possível perceber que o módulo de elasticidade tem comportamento oscilante em relação ao valor de CF, à exceção do resultado perdido do CdP E. Embora na figura 5-14 seja possível observar comportamento de leve aumento desta propriedade, não ocorre alteração ou inflexão significativa, à exceção dos CdP Y1 e E1 perdidos por escorregamento do CdP, portanto em um mesmo TP o resultado tende a ter variação com pouca amplitude.

Nas imagens apresentadas na figura 5-08 fica claro que ocorrem variações nas concentrações e formação das fases α e β na liga estudada, dependente do TP em TC. Observa-se que na direção paralela de laminação (L') no CdP CF apresenta 32,82% de concentração da fase β , que se reduz para 10,60% quando TP é de 1 h e volta a crescer

para 31,81% quando TP é de 12 h. De igual forma, na direção perpendicular de laminação (L”) a concentração da fase β é de 21,54% no CdP CF, reduzindo para 7,82% quando o TP é de 1 h e volta a crescer para 28,98% quando o TP é de 12 h. Assim, com base nas imagens que demonstram a concentração e a formação da fase β sobre a fase α , pode-se afirmar que o TP é um fator determinante na concentração e forma das fases nesta liga.

A figura 5-21 demonstra a evolução dos resultados médios dos módulos de elasticidades dos CdP apresentados na tabela 5-07, que resume os resultados médios das tabelas 5-02 e 5-03. Embora os CdP 46D e 46F não apresentem resultados próximos entre nanoindentação e ETr, os demais são significativamente próximos e se pode compreender dentro da variação que a própria literatura (ASM, 2002) considera como natural desta liga quando sem TC. Outro fator de importante relevância é a incerteza de algumas medições, ocasionada pela superfície dos CP 46D e 46F, que foram submetidos ao eletropolimento mas não estavam mecanicamente polidos, permanecendo com maior grau de erro na indentação e a superfície no material indentado (Gee et al, 1996). Uma vez que os outros CdP do ensaio estavam com polimento mecânico, os resultados se aproximam bastante daqueles obtidos em ETr. Isso permitindo assumir que o módulo de elasticidade tem o comportamento como demonstrado nos ETr e a nanoindentação confirma os valores por aproximação.

O estudo de deformação com a FBG, depois de serem descontados as influências da temperatura sobre a fibra, oferece dados precisos e com grande acuracidade em escala nanométrica da estrutura metálica, tendo mostrado, no presente estudo, ser uma ferramenta importante para a determinação de eventos relacionados com as deformações sofridas pela liga quando imersa em N2L.

Os resultados apresentados pelo ensaio com FBG, as figuras 5-30, 5-31, 5-33, 5-34 e 5-35 mostram variações de contração e relaxamento dos sistemas cristalinos que demonstram a dinâmica que ocorre em escala nanométrica na liga, em tempo real, com grande quantidade de dados. Os resultados de deformação apresentados pela FBG em TP de 1 h, mostram deformações na liga imersa em N2L entre -1,1635 nm e -1,1663 nm, ou seja, uma variação dimensional de 0,0028 nm (0,028 Å) que representa 0,24%. Para os resultados em TP de 12 h, ocorreu variação entre -1,1625 nm e -1,1673 nm, o que representa variação dimensional de 0,0048 nm (0,048 Å) que representa 0,41%. A variação de 0,0048 nm é 0,9% do parâmetro de rede “a” de uma estrutura cristalina HC ($a = 0,295$ nm e $c = 0,468$ nm), a estrutura do Ti sendo que o raio atômico (Ra) de um

átomo de Ti é de aproximadamente 0,1445 nm e a deformação representa 3,32% do seu Ra.

Portanto, se conclui que a liga submetida ao TP em TC sofre contrações e relaxamentos em escala nanométrica que induzem a formação de discordâncias e de maclas, assim como a precipitação da fase α ou β , dependendo do TP, resultando nas variações das propriedades mecânicas confirmadas pelos ETr.

Em análise conjunta dos resultados obtidos pelos ETr, MO e FBG, pode-se afirmar que as alterações nos parâmetros de rede nos primeiros minutos em TC (até TP de 1 h) fazem com que discordâncias sejam criadas. Estas discordâncias então se movimentam até que, eventualmente, se encontram em orientações diferentes formando subgrãos de fase α que refinam a estrutura e aumentam a resistência mecânica da liga. De 1 h até 12 h em TP, ocorre a precipitação da fase β nos contornos dos grãos da fase α , e neste contorno de grão o principal mecanismo de alívio de tensões é a formação de maclas, cuja maior intensidade ocorre em TP de 12 h, que tem a maior queda na resistência mecânica. Estes mecanismos se repetem de acordo com o TP em TC, sugerindo uma tendência à oscilação, principalmente das tensões no campo plástico e do módulo de elasticidade entre picos com menor e maior valor, porém, tendendo a um equilíbrio. Por certo a percepção de dimensões fica prejudicada com tão pequenos valores, mas é intuitivo que a variação em uma estrutura cristalina não tem variação maior que este valor. Por fim, a deformação imposta ao CdP nestas condições parecem promover a dinâmica na formação e eliminação das tensões cristalinas corroborando para a modificação nas discordâncias e modificações ou criação de maclas que impõem ao material resultados diretos nas propriedades mecânicas do mesmo. No entanto, estudos com maiores TP precisam ser realizados para que se possa concluir sobre esta tendência.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

7.1 BIBLIOGRAFIA UTILIZADA

1. AHMADIAN P, ABBASI SM, MORAKABATI M. The role of Initial α -phase orientation on Tensile and Strain Hardening Behavior of Ti-6Al-4V Alloy. *Materials Today Communications*, vol. 13, 332-345, 2017.
2. AN J, WANG YF, WANG QY, CAO WQ, HUANG CX. The Effects of Reducing Specimen Thickness on Mechanical Behavior of Cryo-rolled Ultrafine-grain Copper. *Materials Science & Engineering A*, vol. 651, 1-7, 2016.
3. ANDRADE A, MORCELLI A, LOBO R. Deformation and Fracture of an alpha/beta Titanium Alloy. *Revista Matéria*, vol. 15(2), 364-370, 2010.
4. ARANFARD M, DENG C. Disclination mediated dynamic recrystallization in metals at low temperature. *Sci Rep.* vol 5, 1-10, 2015.
5. ASK M, LAUSMAA J, KASEMO B. Preparation and Surface Spectroscopic Characterization of Oxide Films on Ti6Al4V. *Applied Surface Science*, vol. 35, 283-301, 1988-89.
6. ASM. *Atlas of Stress-Strain Curves*, 2nd Ed, ASM International, 2002.
7. ASM HANDBOOK. *Alloy Phase Diagrams*, vol 3, ASM International, 1992.
8. ASTM B265-20. *Standard Specification for Titanium, and Titanium Alloy Strip, Sheet, and Plate*. ASTM International, 2020.
9. ASTM E3-11. *Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens*. ASTM International, 2017.
10. ASTM E8-8M. *Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials*. ASTM International, 2016.
11. ASTM E384-99. *Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials*. ASTM International, 1999.
12. ASTM E407-07. *Standard Practice for Microetching Metals and Alloys*. ASTM International, 2016.
13. ASTM E646-16 *Standard Test Method for Tensile Strain-Hardening Exponents (n-values) of Metallic Sheet Materials*. ASTM International, 2016.

14. ASTM E2546-15 Standard Practice of Instrumented Indentation Testing. ASTM International, 2015.
15. ASTM F136-13 Standard Specification for Wrought Titanium-6Aluminum-4Vanadium ELI (Extra Low Interstitial) Alloy for Surgical Implant Applications (UNS R56401). ASTM International, 2012.
16. BANERJEE D, WILLIAMS JC. Perspectives on Titanium Science and Technology. *Acta Materialia*, vol. 61, 844-879, 2013.
17. BARBOSA CL, RABELO RC, LISBÔA O, HATTORI HT, CAZO RM. Fabricação E Caracterização de Grades de Bragg Através do Uso da Técnica da Máscara de Fase. *Revista Telecomunicações*, vol. 03 (02), 22-26, 2000.
18. BIROSKA S, BUFFIERE JY, KARADGE M, PREUSS M. 3-D Observations of Short Fatigue Crack Interaction with Lamellar and Duplex Microstructures in a Two-phase Titanium Alloy. *Acta Materialia*, vol. 59, 1510-1522, 2011.
19. BOYER R, COLLINGS EW, WELSCH G. *Materials Properties Handbook: Titanium Alloys*: ASM International, 1994.
20. BRIDGES PJ, MAGNUS B. *Manufacture of Titanium Alloy Components for Aerospace and Military Applications*, Proc. RTO AVT Specialists on Cost Effective Application of Titanium Alloys in Military Platforms. Editora Loen, Norway, 2001.
21. CALLISTER WD, RETHWISCH DG. *Materials Science and Engineering: an Introduction*: 8th Ed. Hoboken, NJ: Editora John Wiley & Sons Inc., 2010.
22. CAZO RM, HATTORI HT, BARBOSA CL, LISBÔA O, RABELO RC. Sensor de Deformação Usando Grades de Bragg. *Revista Telecomunicações*, vol. 03 (02), 76-79, 2000.
23. CLAUSEN B, TOMÉ CN, BROWN DW, AGNEW SR. Reorientation and Stress Relaxation due to Twinning: Modeling and Experimental Characterization for Mg, *Acta Materialia*, Vol. 56, 2456-2468, 2008.
24. COTTURA M, APPOLAIRE B, FINEL A, LE BOUAR Y. Phase Field Study of Acicular Growth: Role of Elasticity in Widmanstätten Structure. *Acta Materialia*, vol. 72, 200-210, 2014.
25. COURBON C, PUSAVEC F, DUMONT F, RECH J, KOPAC J. Tribological Behaviour of Ti6Al4V and Inconel718 under Dry and Cryogenic Conditions. Application to the context of machining with carbide tools. *Tribology International*, vol. 66, 72-78, 2013.

26. DESTEFANI J. Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials. 9th Edition. ASM METALS HANDBOOK, vol. 2, 1992.
27. DEY SR, HAZOTTE A, BOUNZY E, NAKA S. Development of Widmanstätten Laths in a Near- γ TiAl Alloy. *Acta Materialia*, vol. 53, 3783-3794, 2005.
28. DONG SL, XIN YC, LU G, YANG DZ, HE SY, HAN EH. Tensile Properties and Deformation-Fracture Behavior of Ti-6Al-4V Alloy at Cryogenic Temperature. *Materials Science Forum*, Vol. 561-565, 207-210, 2007.
29. DU W-C, TAO X-M, TAM H-Y. Fiber Bragg Grating Cavity Sensor for Simultaneous Measurement of Strain and Temperature. *IEEE Photonics Technology Letters*, vol. 11 (1), 105–107, Jan 1999.
30. ECKE W, LATKA I, HABISREUTHER T, LINGERTAT J. Fiber-optic Bragg Grating Sensors for Structural Health Monitoring at Cryogenic Temperatures. *Proceedings of SPIE*, Vol. 6530, 1-10, 2007.
31. EI-TAYEB NSM, YAP TC, BREVERN PV. On the Tribo-cryogenic Characteristics of Titanium Alloys. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers Part J Journal of Engineering Tribology*, vol. 208-210, 1994-1996, April 2010.
32. ELMAY W, BERVEILLER S, PATOOR E, GLORIAN T, PRIMA F, LAHEURT P. Texture evolution of orthorhombic α'' titanium alloy investigated by in situ X-ray diffraction, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 679, 504-510, 2017. <http://doi.org/10.1016/j.msea.2016.10.072>
33. FERNANDES CR, FERNANDES BL. Evidence of the Semi-solid Formation in the Medical Grade Ti6Al4V Alloy Using Induction Heating. *Facta Universitatis Series: Mechanical Engineering*, vol. 13(3), 229 – 239, 2015.
34. FIORIN R, ADACHI JLS, OLIVEIRA V, KALINOWSKI H, KAMIKAWACHI RC, ABE I. Temperature and Reflective Index Measurements by using a Microcavity Engraved with Femtosecond Laser in Multimode Fiber. 25th International Conference on Optical Fiber Sensors, *Proceedings of SPIE*, vol. 10323, 103234Q-1, 2017.
35. FLORANDO JN, EI-DASHER BS, CHEN C, SWIFT DC, BARTON NR, McNaney JM, RAMESH KT, HEMKER KJ, KUMAR M. Effect of Strain Rate and Dislocation Density on the Twinning Behavior in Tantalum. *AIP Advances*, vol. 6(4), 2158-3226, 2016.

36. FLYNN T. Cryogenic Engineering, 2nd Ed. Revised and Expanded. New York: Ed. Marcel Dekker, 2005.
37. FREITAS F.E., OLIVEIRA H.S., SUGAHARA T., YOGI L. M., REIS D. A. P., SILVA M. M., NETO C.M. Caracterização mecânica e Microestrutural da Liga Ti-6Al-4V Após Processo de Implantação Iônica por Imersão em Plasma. XII Encontro Latino Americano de Iniciação Científica e VIII Encontro Latino Americano de Pós-Graduação – Universidade do Vale do Paraíba, Outubro, 2008.
38. GEE MG, ROEBUCK B, LINDAHL P, ANDREN H-O. Constituent Phase Nanoindentation of WC/Co and Ti(C,N) Hard Metals. *Materials Science and Engineering A*, vol. 209, 128-136, 1996.
39. GLEZER AM, RUSANENKO VV, ZHUKOV OP, LIBMAN MA, KLIPPENSHTAIN AD. Effect of Cryogenic Deformation on the Structure and Properties of Chromium-Nickel Steels. *Russian Metallurgy*, vol. 10, 869-872, 2012.
40. GLICKSMAN, ME. Principles of Solidification: an Introduction to Modern Casting and Crystal Growth Concepts. New York, NY: Springer Science + Business, 2011.
41. GONG MG, XU S, XIE D, WANG S, WANG J, SCHUMAN C, LACOMTE J-S. Steps and {1121} Secondary Twinning Associated with {1122} Twin in Titanium. *Acta Materialia*, vol. 164, 776-787, 2019.
42. GRONOSTAJSKI Z, BANDOLA P, SKUBISZEWSKI T. Argon-Shielded Hot Pressing of Titanium Alloy (Ti6Al4V) Powders. *Acta of Bioengineering and Biomechanics*, vol. 12(1), 41-46, 2010.
43. GU K, ZHANG H, ZHAO B, WANG J, ZHOU Y, LI Z. Effect of Cryogenic Treatment and Aging Treatment on the Tensile Properties and Microstructure of Ti-6Al-4V Alloy. *Materials Science & Engineering A*, vol. 584, 170-176, 2013.
44. GU K, LI Z, WANG J, ZHOU Y, ZHANG H, ZHAO B, JI W. The Effect of Cryogenic Treatment on the Microstructure and Properties of Ti-6Al-4V Titanium Alloy. *Materials Science Forum*, Vols. 747-748, 899-903, 2013a.
45. GU K, WANG J, ZHOU Y. Effect of Cryogenic Treatment on Wear Resistance of Ti-6Al-4V Alloy for Biomedical Applications. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, vol. 30, 131-139, 2014.

46. GUK X, WANG J J, YUAN Z, ZHANG H, LI Z Q, ZHAO B. Effect of Cryogenic Treatment on the Plastic Property of Ti-6Al-4V Titanium Alloy. AIP Conference Proceedings 1574, 42-47, 2014a.
47. GU K, ZHAO B., WENG Z., WANG, K., CAI H., WNAG J. Microstructure Evolution in Metastable β Titanium Alloy Subjected to Deep Cryogenic Treatment. Materials Science & Engineering A, vol. 723, 157-164, 2018.
48. GUIMARÃES Jr JM. Transformação Martensítica Induzida por Deformação em Aços Inoxidáveis Austeníticos AISI 304 e AISI 316 Deformados por Diferentes Processos. UEPG, Ponta Grossa, 2016.
49. GUPTA S, MIZUNAMI T, YAMAO T, SHIMOMURA T. Fiber Bragg Grating Cryogenic Temperature Sensors. Applied Optics, vol. 35 (25), 5202-5205, 1996.
50. HERNOT X, BARTIER O, BEKOUICHE Y, ABDI R EL, MAUVOISIN G. Influence of Penetration Depth and Mechanical Properties on Contact Radius Determination of Spherical Indentation. International Journal of Solid and Structures, vol 43, 4136-4153, 2006.
51. HU D, HUANG AJ, WU X. TEM Characterization of Widmanstätten Microstructures in TiAl-based Alloys. Intermetallics, vol. 13, 211-216, 2005.
52. HUA K, ZHANG Y, GAN W, KOU H, LI J, ESLING C. Correlation Between Imposed Deformation and Transformation Lattice Strain on α Variant Selection in a Metastable β -Ti Alloy under Isothermal Compression. Acta Materialia, vol. 161, 150-160, 2018.
53. HUANG ZW, YONG PL, LIANG NN, LI YS. Slip, Twinning and Twin-Twin Interaction in a Gradient Structured Titanium. Materials Characterization, vol. 149, 52-62, 2019.
54. INAGAKI I, TAKECHI T, SHIRAI Y, ARIYASU N. Application and Features of Titanium for the Aerospace Industry. Nippon Steel & Sumitomo Metal Technical Report, nr. 106, July, 2014.
55. INFOMET METAIS E LIGAS – TITÂNIO. Disponível em: <http://www.infomet.com.br/site/metais-e-ligas-assunto.php?codSecao=14>. Acessado em: 31/01/2018.
56. JAMES SW, TATAM R, TWIN A, MORGAN M, NOONAN P. Strain Response of Fibre Bragg Grating Sensors at Cryogenic Temperatures. Measurement Science and Technology, vol. 13, 1535-1539, 2002.

57. JAWAHIR IS, PULEO DA, SCHOOP J. Cryogenic Machining of Biomedical Implant Materials for Improved Functional Performance, Life and Sustainability. *Procedia CIRP*, vol. 46, 7–14, 2016.
58. JAWAHIR IS, ATTIA H, BIERMANN D, DUFLOU J, KLOCKE F, MEYER D, NEWMAN ST, PUSAVEC F, PUTZ M, RECH J, SCHULZE V, UMBRELLO D. Cryogenic Manufacturing Processes. *CIRP Annals - Manufacturing Technology*, vol. 65, 713–736, 2016a.
59. JI X, GUTIERREZ-URRUTIA I, EMURA S, LIU T, HARA T, MIN X, PING D, TSUCHIYA K. Twinning behavior of orthorhombic- α ” martensite in a Ti-7.5Mo alloy, *Science And Technology Of Advanced Materials*, vol. 20 (1), 401–411, 2019.
60. JOSEPH S, BANTOUNAS I, LINDLEY TC, DYE D. Slip Transfer and Deformation Structures Resulting from the Low Cycle Fatigue of Near-Alpha Titanium Alloy Ti-6242Si. *International Journal of Plasticity*, vol. 100, 90-103, 2018.
61. JOSHI, VA. *Titanium Alloys: An Atlas of Structures and Fracture Features*. Boca Raton, FL: CRC Press, 2006.
62. KANG K, BULATOV VV, CAI W. Singular Orientations and Faceted Notion of Dislocations in Body-Centered Cubic Crystals. *PNAS - Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, VOL. 109 (38), 15174-15178, September, 2012.
63. KASHYAP R. *Fiber Bragg Gratings*. Academic Press, 2nd Edition, 632, 2009.
64. KOLLI RP, JOOST WJ, ANKEM S. Phase Stability and Stress-Induced Transformations in Beta Titanium Alloys, *JOM: The Journal of the Minerals, Metals & Materials Society*, vol. 67(6), 1273-1280, 2015.
65. KUNCICKÁ L, KOCICH R, LOWE TC. Advances in Metals and Alloys for Joint Replacement. *Progress in Materials Science*, vol. 88, 232–280, 2017.
66. KWEON S, RAJA DS. Comparison of Anisotropy Evolution in BCC and FCC Metals Using Crystal Plasticity and Texture Analysis. *European Journal of Mechanics A/Solids*, vol. 62, 22-38, 2017.
67. LAI MJ, TASAN CC, RAABE D. On the Mechanism of {332} Twinning in Metastable β Titanium Alloys. *Acta Materialia*, Vol. 111, 173-186, 2016.
68. LAPEIRE L, SIDOR J, VERLEYSSEN P, VERBEKEN K, De GRAEVE I, TERRYN H, KESTENS L. Texture Comparison Between Room Temperature

- Rolled and Cryogenically Rolled Pure Copper. *Acta Materialia*, vol. 95, 224–235, 2015.
69. LARSSON P-L. On the Mechanical Behavior of Global Parameters in Material Characterization by Sharp Indentation Testing. *Journal of Testing and Evaluation*, vol. 32 (4), 310-321, July 2004.
 70. LARSSON P-L, OLSSON E. Plastic Zone Size at Sharp Indentation Contact of Classical Elastic-Plastic Materials: Behavior at Linear Hardening. *Journal of Testing and Evaluation*, vol. 45 (5), 1854-1861, 2017.
 71. LATKA I, ECKE W, HÖFER B, HABISREUTHER T, WILLSCH R. Fiber-optic Bragg Gratings as Magnetic Field-insensitive Strain Sensors for the Surveillance of Cryogenic Devices. *Cryogenics*, vol. 49, 490-496, 2009.
 72. LEE S-W, MEZA L, GREER JR. Cryogenic Nanoindentation Size Effect in [0 0 1]-oriented Face-centered Cubic and Body-centered Cubic Single Crystals. *Applied Physics Letters*, vol 103, 101906, 2013.
 73. LEYENS, C.; PETERS, M. Titanium and Titanium Alloys - Fundamentals and Applications: Editora Willey-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA Weinheim, Germany, 2003.
 74. LI H, TONG W, CUI J, ZHANG H, CHEN L, ZUO L. The Influence of Deep Cryogenic Treatment on the Properties of High-Vanadium Alloy Steel. *Materials Science & Engineering A*, vol. 662, 356-362, 2016.
 75. LIMA FILHO ES, BAIAD MD, GAGNÉ M, KASHYAP R. Fiber Bragg Gratings for Low-temperature Measurement. *Optics Express*, vol. 22 (22), 1-14, 2014.
 76. LOUZGUINE-LUZGIN DV. High-strength Ti-based Alloys Containing Fe as One of the Main Alloying Elements. *Materials Transactions*, vol. 10, 1537-1544, 2018.
 77. LÜTJERING, G.; WILLIAMS, J.C. Titanium. New York, NY: Springer Science + Business, 2007.
 78. MA Y, XUE Q, WANG H, HUANG S, GIU J, FENG X, LEI J, YANG R. Deformation Twinning in Fatigue Crack Tip Plastic Zone of Ti6Al-4V Alloy with Widmanstätten Microstructure. *Materials Characterization*, vol. 132, 338-347, 2017.
 79. MA Y, YOUSSEF SS, FENG X, WANG H, HUANG S, QIU J, LEI J, YANG R. Fatigue Crack Tip Plastic Zone of $\alpha+\beta$ Titanium Alloy with Widmanstätten

- Microstructure. *Journal of Materials Science & Technology*, vol. 34, 2107-2115, 2018.
80. MAGALHÃES DCC, HUPALO MF, CINHO OM. Natural Aging Behavior of AA7050 Al Alloy After Cryogenic Rolling. *Materials Science and Engineering A*, vol. 593, 1-7, 2014.
 81. MAGALHÃES DCC. *Microestrutura e Propriedades Mecânicas da Liga AA6061 Processada por Deformação Plástica Severa em Temperatura Criogênica*. Universidade Federal de São Carlos, 2017.
 82. MATA M, ALCALÁ J. Mechanical Property Evaluation Through Sharp Indentations in Elastoplastic and Fully Plastic Contact Regimes. *Journal of Materials Research*, vol 18 (7), 1705-1709, 2003.
 83. MATSUMOTO H, KODAIRA K, SATO K, KONNO TJ, CHIBA A. Microstructure and Mechanical Properties of α' Martensite Type Ti Alloys Deformed under the α'' Processing. *Materials Transactions*, vol. 50, nr. 12, 2755-2750, 2009.
 84. MATSUMOTO H, YONEDA H, FEBREGUE D, MAIRE E, CHIBA A, GEJIMA F. Mechanical Behaviors of Ti-V-(Al, Sn) Alloys with α' Martensite Microstructure. *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 509, 2684-2692, 2011.
 85. MATSUMOTO H, YONEDA H, SATO K, KUROSU S, MAIRE E, FEBREGUE D, KONNO TJ, CHIBA A. Room Temperature Ductility of Ti-6Al-4V Alloy with α' Martensite Microstructure. *Materials Science and Engineering A*, vol. 528, 1512-1520, 2011a.
 86. MIGUEL-SOTO V, LEANDRO D, LOPEZ-ALMADA A, BEATO-LOPEZ JJ, PÉREZ-LANDEZÁBAL JI, AUGUSTE JL, JAMIER R, ROY P, LOPEZ-AMO M. Study of Optical Fiber Sensors for Cryogenic Temperature Measurements. *Sensors*, vol. 17, 1-12, 2017.
 87. MILMAN YV, GOLUBENKO AA, DUB SN. Indentation Size effect in Nanohardness. *Acta Materialia*, vol. 59, 7480-7487, 2011.
 88. MIN BW, SONG K-S, BAE K-C, CHO C-H, LEE K-J, KIM H-J. Second-Generation Cementless Total Hip Arthroplasty in Patients with Osteonecrosis of the Femoral Head. *The Journal of Arthroplasty*, vol. 23 No. 6, 902-910, September, 2008.

89. MINE Y, ANDO S, TAKASHIMA K. Crystallographic Fatigue Crack Growth in Titanium Single Crystals. *Materials Science and Engineering A*, vol. 528, 7570-7578, 2011.
90. MIZUNAMI T, TATEHATA H, KAWASHIMA H. High-sensitivity Cryogenic Fibre-Bragg-Grating Temperatures Sensors using Teflon Substrates. *Measurement Science and Technology*, Vol. 12, 914-917, 2001.
91. OTHONOS A, KALLI K. Fiber Bragg Gratings: Fundamentals and Applications in Telecommunications and Sensing. *Physics Today*, vol. 33 (5), 61, Mar 2000.
92. PANCHAKSHARI HV, GIRISH DP, KRISHN M. Effect of Deep Cryogenic Treatment on Microstructure, Mechanical and Fracture Properties of Aluminum-Al₂O₃ Metal Matrix Composites. *International Journal of Soft Computing and Engineering*, vol. 1(6), 340-346, 2012.
93. PINTAUDE G, HOECHELE AR. Experimental Analysis of Indentation Morphology After Spherical Indentation. *Materials Research*, vol. 17(1), 56-60, 2014.
94. RAJINI-KUMAR R, SUESSER M, NARAYANKHEDKAR KG, KRIEG G, ATREY MD. Performance Evaluation of Metal-Coated Fiber Bragg Grating Sensors for Sensing Cryogenic Temperature. *Cryogenics*, vol. 48, 142-147, 2008.
95. SONAR T, LOMTE S, GOGTE C. Cryogenic Treatment of Metal – A Review, *Materials Today: Proceedings* vol. 5, 25219–25228, 2018.
96. VRANCKEN B, THIJS L, KRUTH J-P, VAN HUMBEECK J. Microstructure and Mechanical Properties of a Novel β Titanium Metallic Composite by Selective Laser Melting. *Acta Materialia*, vol. 68, 150–158, 2014.
97. WANG K, LI MQ. Morphology and Crystallographic Orientation of the Secondary α Phase in a Compressed α/β Titanium Alloy. *Scripta Materialia*, vol. 68, 964-967, 2013.
98. WANG Y, HE W, LIU N, CHAPUIS A, LUAN B, LIU Q. Effect of Pre-annealing Deformation on the Recrystallized Texture and Grain Boundary Misorientation in Commercial Pure Titanium. *Materials Characterization*, vol. 136, 1-11, 2018.
99. WEI T, HAN Y, LI Y, TSAI H-L, XIAO H. Temperature-insensitive Miniaturized Fiber Inline Fabry-Perot Interferometer for Highly Sensitive Refractive Index Measurement. *Optics Express*, vol. 16 (8), 5764–5769, Apr 2008.
100. WU Z, YIN B, CURTIN WA. Energetics of dislocation transformations in hcp metals. *Acta Materialia*, VOL. 119, 203-217, 2016.

101. YANG L-Q, YANG Y-Q. Deformed Microstructure and Texture of Ti6Al4V Alloy. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, vol. 24, 3103-3110, 2014.
102. YARRIS L - A Metallic Alloy that is Tough and Ductile at Cryogenic Temperatures. Berkeley and Oak Ridge Labs News Release, September 4, 2014. Disponível em: <http://newscenter.lbl.gov/2014/09/04/a-metallic-alloy-that-is-tough-and-ductile-at-cryogenic-temperatures/>. Acessado em: 05/02/2018.
103. ZHANG J-M, XU K-W, GUELORGET B. Effect of Loading Schemes on Depth-sensing Indentation Tests. Journal of Testing and evaluation, vol. 32 (6), 504-507, Nov. 2004.
104. ZHANG D, JIANG L, ZHENG B, SCHOENUNG JM, MAHAJAN S, LAVERNIA EJ. Deformation Twinning (Update), Reference Module in Materials Science and Materials Engineering, 2016.
105. ZHOU B, TAI J, LU Y, SUI ML. Dislocation-modified High Index Twinning Mechanisms in Deformed Magnesium Alloy. Journal of Alloys and Compounds, vol. 787, 423-429, 2019.
106. ZHOU K, WEBB DJ, MOU C, FARRIES M, HAYES N, BENNION I. Optical Fiber Cavity Ring Down Measurement of Refractive Index with a Microchannel Drilled by Femtosecond Laser. IEEE Photonics Technology Letters, vol. 21 (22), 1653–1655, Nov 2009.

7.2 BIBLIOGRAFIA CONSULTADA

1. ABE I, OLIVEIRA V, FIROIN R, KALINOWSKI HJ. Thermal Characterization of Bragg Grating in Polarization-maintaining Optical Fibres: Analysis of Birefringence and Regeneration. Measurement Science and Technology, vol. 28 (042206), 1-10, 2017.
2. ANKEM S, WYATT ZW, JOOST W. Advances in Low-Temperature (<0.25Tm) Creep Behavior of Single and Two-Phase Titanium Alloys. Procedia Engineering, vol. 55, 10-16, 2013.
3. ASTM . Behavior of Materials at Cryogenic Temperatures. Symposium Presented at the Sixty-eighth Annual Meeting ASTM, Lafayette, Ind., June, 1965.

4. ASTM E9-09. Standard Test Methods of Compression Testing of Metallic Materials at Room Temperature. ASTM International, 2009.
5. ASTM E45-97 R02. Standard Test Methods for Determining the Inclusion Content of Steel. ASTM International, 2002.
6. ASTM E837-13a. Standard Test Method for Determining Residual Stresses by the Hole-Drilling Strain-gage Method. ASTM International, 2013.
7. ASTM E1558-09. Standard Guide for Electrolytic Polishing of Metallographic Specimens. ASTM International, 2014.
8. ASTM E2347-16 Standard Test Method for Indentation Softening Temperature by Thermomechanical Analysis. ASTM International, 2016.
9. ASTM E2658-15. Standard Practices for Verification of Speed for Material Testing Machines. ASTM International, 2015.
10. ASTM F138-13a. Standard Specification for Wrought 18Chromium-14Nickel-2.5Molibdenium Stainless Steel Bar for Surgical Implants (UNS S31673). ASTM International, 2013.
11. ASTM F3001-14 Standard Specification for Additive Manufacturing Titanium-6 Aluminum-4 Vanadium ELI (Extra Low Interstitial) with Powder Bed Fusion. ASTM International, 2014.
12. BAKER, H. et al. Metallography and Microstructures - ASM METALS HANDBOOK. 9a ed., vol. 9, Editora ASM, 1992.
13. BIAN X, WANG G, WANG Q, SUN B, HUSSAIN I, ZHAI Q, MATTERN N, BEDNARCIK J, ECKERT J. Cryogenic-temperature-induced Structural Transformation of a Metallic Glass. *Materials Research Letters*, Vol. 5 (4), 284-291, 2017.
14. BELLOUARD Y, SAID A, DUGAN M, Philippe BADO P. Fabrication of High-aspect Ratio, Micro-fluidic Channels and Tunnels using Femtosecond Laser Pulses and Chemical Etching. *Optics Express*, OSA, vol. 12 (10), 2120–2129, 2004.
15. BUEHLER. Electromet 4 Polisher/Etcher Operation and Maintenance Instructions. Buehler Ltd, Illinois, USA.
16. CASTRO WB. Ligas Solidificadas Rapidamente: Ciência, Tecnologia e Aplicações. *Revista Eletrônica de Materiais e Processos*, vol. 1 (1), 37-44, 2006.

17. CHENG G, HU X, FRAZIER WE, LAVENDER CA, JOSHI VV. Effect of Second Phase Particles and Stringers on Microstructures After Rolling and Recrystallization. *Materials Science & Engineering A*, vol. 736, 41-52, 2018.
18. CHOI S-W, WON JW, LEE S, HONG JK, CHOI YS. Deformation Twinning Activity and Twin Structure Development of Pure Titanium at Cryogenic Temperature. *Materials Science & Engineering A*, vol. 738, 75-80, 2018.
19. CRIVOI M. Estudo in situ da Deformação Criogênica em Aços Inoxidáveis AISI 430 e AISI 316L Utilizando Radiação Síncrotron. Universidade Estadual de Ponta Grossa, 2018.
20. DONACHIE Jr MJ. *Titanium - A Technical Guide*. ASM International, 1988
21. EPASTO G, PALOMBA G, D'ANDREA D, GUGLIELMINO E, DI BELLA S, TRAINA F. Ti-6Al-4V ELI Microlattice Structures Manufactured by Electron Beam Melting: Effect of Unit Cell Dimensions and Morphology on Mechanical Behavior. *Materials Science & Engineering A*, vol 753, 31-41, 2019.
22. FIORIN R, MENDONÇA AT, ADACHI JLS, OLIVEIRA V, KALINOWSKI HJ, KAMIKAWACHI RC, ABE I. Refractive Index Measurement with a Microcavity Fabricated by Femtosecond Laser Pulses in Fiber Bragg Grating. *Latin American Workshop on Optical Fiber Sensors*, Porto Alegre, 2016.
23. FIORIN R. Microestruturas em Fibras Óticas e Estruturas Planares Gravadas por Microusinagem com Laser de Femtosegundos: Controle, Produção e Caracterização. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Elétrica e Informática Industrial – UTFPR, 2019.
24. HALLIDAY D, RESNICK R, WALKER J. *Fundamentos da Física*, vol. 4: Óptica e Física Moderna, 8ª Edição. LTC – Livros Técnicos e Científicos Editora S.A. Rio de Janeiro, 2009.
25. HUANG C X, WANG K, WU S D, ZHANG Z F, LI G Y, LI S X. Deformation Twinning in Polycrystalline Copper at Room Temperature and Low Strain Rate. *Acta Materialia*, vol. 54, 655-665, 2006.
26. HUANG ZW, JIN SB, ZHOU H, LI YS, CAO Y, ZHU YT. Evolution of Twinning Systems and Variants During Sequential Twinning in Cryo-rolled Titanium. *International Journal of Plasticity*, vol. 112, 52-67, 2019a.
27. HUFNAGEL TC. Cryogenic Rejuvenation. *Nature Materials*, vol. 14, 867-868, September, 2015.

28. ISUMI MT. Estudo in situ da Deformação Criogênica de Metais CFC de Diferentes Energias de Defeito de Empilhamento. Universidade Estadual de Ponta Grossa, 2018.
29. KONECNÁ R, KUNZ L, BACA A, NICOLETTO G. Long Fatigue Crack Growth in Ti6Al4V Produced by Direct Metal Laser Sintering. *Procedia Engineering*, vol. 160, 69-76, 2016.
30. KORADE D, RAMANA KV, JAGTAP K. Influence of Cryogenic Treatment on the Tribological Behavior of AISI H21 Tool Steel. *Materials Research*, vol. 22 (1), 1-12, 2019.
31. KUANG QB, ZOU LM, CAI YX, LIU X, XIE HW. Microstructure and Properties of High Temperature Titanium Alloys with a High Si Content Prepared by Powder Metallurgy. *Materials Transactions*, vol. 58, (12), 1735-1741, 2017.
32. LIU G, YANG Y, LUO X, HUANG B, KOU Z, LI P. Improving the Mechanical Properties of Titanium Films by Texture Strengthening. *Materials Characterization*, vol. 127, 365-370, 2017.
33. LOU J-R, SONG X, ZHUANG L-Z, ZHANG J-S. Twinning Behavior of a Basal Textured Commercially Pure Titanium Alloy TA2 at Ambient and Cryogenic Temperatures. *Journal of Iron and Steel Research, International*, vol. 23 (1), 7-77, 2016.
34. MATSUMOTO H, YOSHIDA K, LEE S-H, ONO Y, CHIBA A. Ti-6Al-4V Alloy with an Ultrafine-grained Microstructure Exhibiting Low-temperature-high-strain-rate Superplasticity. *Materials Letters*, vol. 98, 209-212, 2013.
35. MATSUMOTO H, VELAY V, CHIBA A. Flow Behavior and Microstructure in Ti-6Al-4V Alloy with an Ultrafine-grained α -single Phase Microstructure During Low-temperature-high-strain-rate Superplasticity. *Materials and Design*, vol. 66, 611-617, 2015.
36. MAYOLO CMGA. Difração de Raios-X em Ângulos de Bragg em Torno de $\pi/2$. UFPR - Departamento de Física, 1991.
37. MORLOCK MM, BÜNTE D, ETTEMA H, VERHEYEN CC, HAMBERG Å, GILBERT J. Primary Hip Replacement Stem Taper Fracture Due to Corrosion in 3 Patients. *Acta Orthopaedica*, vol. 87(2), 189-192, 2016.
38. MOWER TM. Degradation of titanium 6Al-4Vij fatigue strength due to electrical discharge machining, *International Journal of Fatigue*, vol.64, 84-96, 2014. <http://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2014.02.018>

39. MURZINOVA MA. Effect of Temperature on the Specific Energy of β/α Interfaces in Ti-6Al-4V Alloy. *Letters on Materials*, vol. 7 (1), 55-59, 2017.
40. NOUARI M, MAKICH H. Experimental Investigation on the Effect of the Material Microstructure on Tool Wear When Machining Hard Titanium Alloy: Ti-6Al-4V and Ti-555. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, vol. 41, 259-269, 2013.
41. PEIRS J, VERLEYSSEN P, TIRRY W, RABET L, SCHRYVERS D, DEGRIECK J. Dynamic Shear Localization in Ti6Al4V. *Procedia Engineering*, vol. 10, 2342-2347, 2011.
42. POLINSKI J. *Materials in Cryogenics*. Wroctaw University of Technology – European Course in Cryogenics, CERN, Geneva, August, 2010.
43. PSALTIS D, QUAKE, SR, YANG C. Developing Optofluidic Technology Through the Fusion of Microfluidics and Optics. *Nature*, vol. 441 (27), July 2006.
44. QU SG, SUN FJ, YUAN ZM, LI G, LI XQ. Effect of Annealing Treatment on Microstructure and Mechanical Properties of Hot Isostatic Pressing Compacts Fabricated Using Ti-6Al-4V Powder. *Powder Metallurgy*, vol. 58 (4), 312-319, 2015.
45. READ WT, SHOCKLEY W. Dislocation Models of Crystal Grain Boundaries. *Physical Review*, vol. 78 (3), 275-289, 1950.
46. SAMPAIO M, BUCIUMEANU M, HENRIQUES B, SILVA SS, SOUZA JCM, GOMES JR. Tribocorrosion Behavior of Veneering Biomedical PEEK to Ti6Al4V Structures. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, vol. 54, 123-130, 2016.
47. SHA W, MALINOV S. *Titanium Alloys: Modelling of Microstructure, Properties and Applications*. CRC Press LLC, Boca Raton, USA, 2009.
48. SHAH FA, TROBOS M, THOMSEN P, PALQUIST A. Commercially Pure Titanium (cp-Ti) versus Titanium Alloy (Ti6Al4V) Materials as Bone Anchored Implants – Is One Truly Better than the Other?. *Materials Science and Engineering C*, vol. 62, 960-966, 2016.
49. U.S. Department of Energy. *DOE Fundamentals Handbook, Material Science*, vol 1, vol 2, January 1993.
50. VILOTIC D, MOVRIN D, ALEXANDROV S. Ductile Fracture Criterion of Ti-6Al-4V at Room Temperature. *Experimental Mechanics*, vol. 57, 359-366, 2017.

51. VRANCKEN B, THIJS L, KRUTH J-P, VAN HUMBEECK J. Heat Treatment of Ti6Al4V Produced by Selective Laser Melting: Microstructure and Mechanical Properties. *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 541 (0), 177-185, 2012.
52. WANG CH, RUSSEL AM, CAO GH. A Semi-Empirical Approach to the Prediction of Deformation Behaviors of β -Ti Alloys. *Scripta Materialia*, Vol. 158, 62-65, 2019.
53. WANG F, WNAG Y. Effect of Cryogenic Cooling and Adiabatic Shearing in Processing Titanium Alloy. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 102, 3587-3596, 2019.
54. WANG J, YADAV SK, HIRTH JP, TOMÉ CN, BEYERLEIN IJ. Pure-Shuffle Nucleation of Deformation Twins in Hexagonal-Close-Packed Metals. *Materials Research Letters*, Vol. 1 (3), 126-132, 2013a.
55. WANG W, HUANG R, ZHAO Y, LIU H, HUANG C, YANG X, SHAN Y, ZHAO X, LI L. Adjustable Zero Thermal Expansion in Ti Alloys at Cryogenic Temperature. *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 740, 47-51, 2018.
56. WANG Y, YANG M, WANG DN, LIU S, LU P. Fiber in-line Mach-Zehnder Interferometer Fabricated by Femtosecond Laser Micromachining for Refractive Index Measurement with High Sensitivity. *Journal of Optical Society of America B*, vol. 27 (3), 370–374, Mar 2010.
57. XU LY, ZHU J, JING HY, ZHAO L, LY XQ, HAN YD. Effect of Deep Cryogenic Treatment on the Residual Stress and Mechanical Properties of Electron-beam-welded Ti-6Al-4V Joints. *Materials Science & Engineering A*, vol. 673, 503-510, 2016.
58. YAMADA T, KIM KH, KIM BN, TAKEDA N, KISHI T. Dynamic Fracture Toughness of Ti-6Al-4V alloys and its Dependence on Microstructures. *Journal of the Japan Institute of Metals*, vol. 54 (10), 1065-1071, 1990.
59. YAN CK, FENG AH, QU SJ, CAO GJ, SUN JL, SHEN J, CHEN DL. Dynamic Recrystallization of Titanium: Effect of Pre-activated Twinning at Cryogenic Temperature. *Acta Materialia*, vol. 154, 311-324, 2018.
60. YAN Y, CHIBOWSKI E, SZCZES A. Surface Properties of Ti-6Al-4V Alloy Part I: Surface Roughness and Apparent Surface Free Energy. *Materials Science and Engineering C*, vol. 70, 207-215, 2017.

61. YANG D, ZHANQIANG L. Quantification of Microstructural Features and Prediction of Mechanical Properties of a Dual-Phase Ti-6Al-4V Alloy. *Materials*, vol 9, 1-14, 2016.
62. YANG L-Q, YANG Y-Q. Deformed Microstructure and Texture of Ti6Al4V Alloy. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, vol. 24, 3103-3110, 2014.
63. YU H, YAN M, LI J, GODBOLE A, LU C, TIEU K, LI H, KONG C. Mechanical Properties and Microstructure of a Ti-6Al-4V Alloy Subjected to Cold Rolling, Asymmetric Rolling and Asymmetric Cryorolling. *Materials Science & Engineering A*, Vol 710, 10-16, 2018.
64. ZENG L R, CHEN H L, LI X, LEI L M, ZHANG G P. Influence of Alloy Element Partitioning on Strength of Primary α Phase in Ti-6Al-4V Alloy. *Journal of Materials Science & Technology*, vol. 34, 782-787, 2018.
65. ZHOU G, CHEN L, LIU L, LIU H, PENG H, ZHONG Y. Low-Temperature Superplasticity and Deformation Mechanism of Ti-6Al-4V Alloy. *Materials*, vol 11, 1-12, 2018.
66. ZHOU K, LAI Y, CHEN X, SUGDEN K, ZHANG L, BENNION I. A Refractometer Based on a Micro-Slot in a Fiber Bragg Grating Formed by Chemically Assisted Femtosecond Laser Processing. *Optics Express*, vol. 15 (24), 15848– 15853, Nov 2007.
67. ZHOU K, YAN Z, ZHANG L, BENNION I. Refractometer Based on Fiber Bragg Grating Fabry-Perot Cavity Embedded with a Narrow Microchannel. *Optics Express*, vol. 19 (12), 11769–11779, Jun 2011.
68. ZHOU K, WEI B. Determination of the Thermophysical Properties of Liquid and Solid Ti-6Al-4V Alloy. *Applied Physics A*, vol. 122 (248), 1-5, 2016.

8. ANEXOS

- Anexo A Certificado de qualidade da matéria prima fornecida - lote 1
- Anexo B Certificado de qualidade da matéria prima fornecida - lote 2
- Anexo C Desenho CdP Subsize
- Anexo D EDS da Liga Ti6Al4V ELI
- Anexo E SCRIPT para ETr – EMIC DL500 e DL2000
- Anexo F Protocolo de Pedido no INPI
- Anexo G Certificado Calibração - EMIC DL2000
- Anexo H Certificado Calibração - EMIC DL500
- Anexo I Resultados Nanoindentação

QUALITY CERTIFICATE



陕西天华实业发展有限公司
SHAANKI JINGTIAN HUAMAO INDUSTRIAL DEVELOPMENT Co., LTD.

证书编号 (Certification No.)
2018-12-29-01

产品名称 Production	订单号 Contract No.	牌号 Designation No.	批号 Batch No.	炉号 Heat No.	状态 Condition	规格 Size(mm)	数量 (件) Quantity (pieces)	净重 (千克) Net Weight (kg)	技术标准 Specification
钛板 Ti Sheets	JTHA20181204	Gr5 ELI	16092013	JT-16-191	M	38*14*0.5	200	/	ASTM F136
室温力学性能 Tensile Test	试样状态 Sample Condition	Rm Tensile Strength Mpa	Rp0.2 Yield Strength, 0.2% offset Mpa	A ₄₀₀ Elongation(%)	d ₀ Reduction of area(%)	弯曲试验 Bend Test ≥ 105°			
其它 Other	M	T/C 20	1006	924	14	/	/	/	
	外型尺寸 Dimensional Inspection	表面质量 Visual Inspection	探伤检验 Ultrasonic Inspection	低倍组织 Macrostructure	高倍组织 Microstructure	压扁试验 Flattening Test	扩口试验 Flaring Test	水压试验 Hydraulic Test	气压试验 Pneumatic Inspection
	合格 GOOD	合格 GOOD	/	/	/	/	/	/	/
化学成分 Chemical Composition(%)									
Ti	Al	V	Fe	D	N	C	H	其它元素 Other	
基 Remained	6.08	4.06	0.15	0.06	0.005	0.013	0.001	单个 (Each ≤ 0.1) 总合 (Total ≤ 0.4)	
Note	In case of dispute the purchaser shall supply the number of certificate, contract, batch, heat and trade, dimension, quality, etc.								
Add	Baoji, Shaanxi, China								
Prompt	WE HEREBY THAT MATERIAL DESCRIBED HEREIN HAS MANUFACTURED AND TESTED WITH SATISFACTORY RESULTS IN ACCORDANCE WITH THE REQUIREMENTS OF THE ABOVE MATERIAL SPECIFICATION EN 10201 3.1.				Lister	Date	Stamp		
					Raymond	2018.12.29			

QUALITY CERTIFICATE

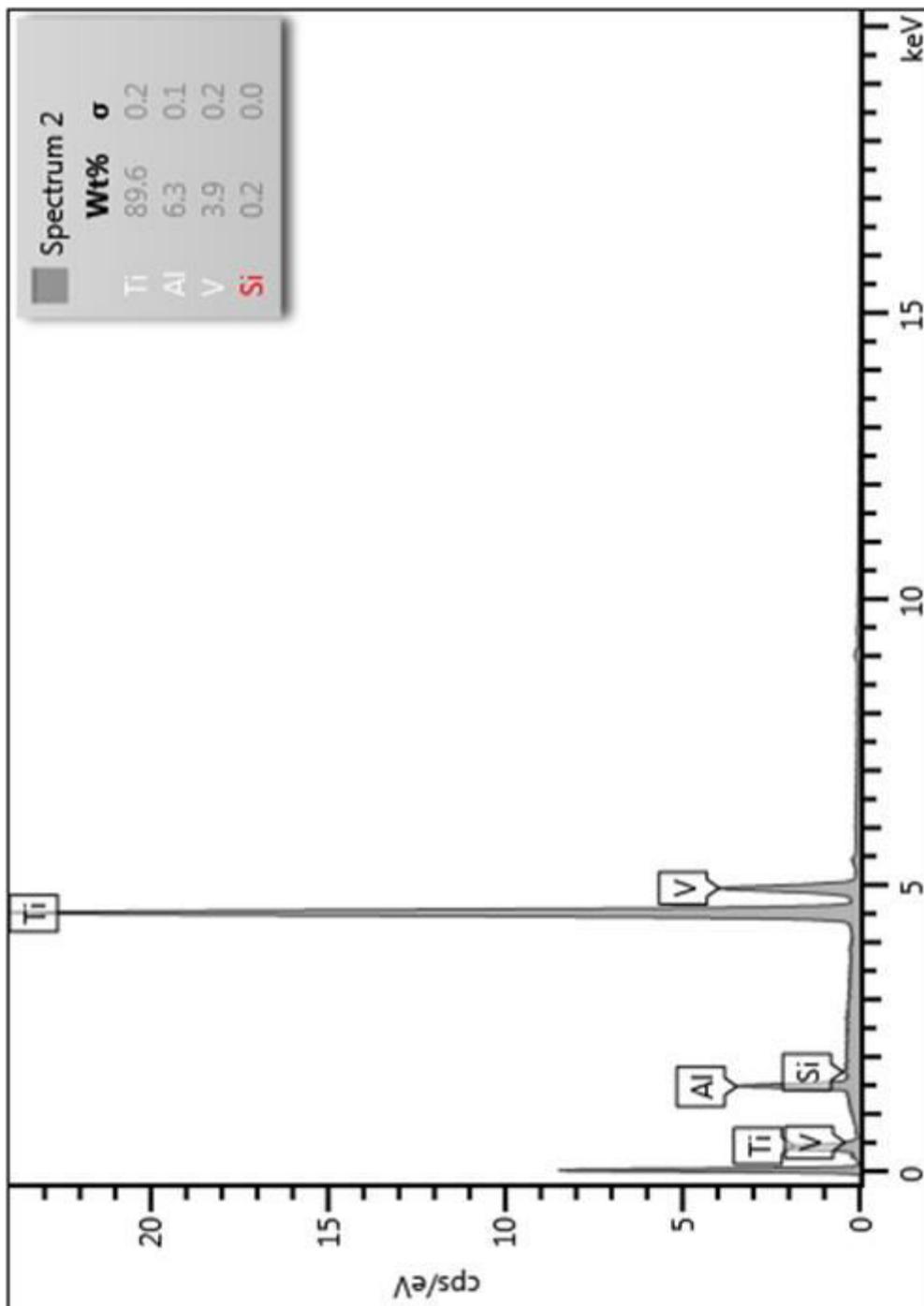


陕西景天华奥实业发展有限公司
SHAANXI JINGTIAN HUIMAO INDUSTRIAL DEVELOPMENT Co., LTD.

证书编号 (Certification No.)
2019-5-20-018

产品名称 Production	订单号 Contract No.	牌号 Designation No.	批号 Batch No.	炉号 Heat No.	状态 Condition	规格 Size(mm)	数量 (件) Quantity (pieces)	净重 (千克) Net Weight (kg)	技术标准 Specification
钛板 Ti Sheets	JTHA20190425	Ti6Al4V ELI	18012064	JT-18-23	M	38*14*0.51	450	/	ASTM F136
室温力学性能 Tensile Test	试样状态 Sample Condition	T/C 20	Rm Tensile Strength Mpa	Rp0.2 Yield Strength, 0.2% offset Mpa	A50 Elongation(%)	φ Reduction of area(%)	弯曲试验 Bend Test ≥ 105°	/	ASTM F136
			1125	1017	10				
其它 Other	外型尺寸 Dimensional Inspection	表面质量 Visual Inspection	探伤检验 Ultrasonic Inspection	低倍组织 Macrostructure	高倍组织 Microstructure	压扁试验 Flattening Test	扩口试验 Flaring Test	水压试验 Hydraulic Test	气压试验 Pneumatic Inspection
化学成分 Chemical Composition(%)									
Ti	Al	V	Fe	O	N	C	H	其它元素 Other	
基 Remained	6.21	4.06	0.092	0.089	0.008	0.011	0.001	单个 (Each ≤ 0.1) 总计 (Total ≤ 0.4)	
Note	In case of dispute the purchaser shall supply the number of certificate, contract, batch, heat and trade, dimension, quality etc.								
Add	Baoji, Shaanxi, China								
Prompt	WE HEREBY THAT MATERIAL DESCRIBED HEREIN HAS MANUFACTURED AND TESTED WITH SATISFACTORY RESULTS IN ACCORDANCE WITH THE REQUIREMENTS OF THE ABOVE MATERIAL SPECIFICATION EN 10201 3.1.				Lister Raymond		Date 2019-5-20 检验专用章		

Anexo D



Anexo E

```
>>>>> Programa Tesc - Esboço de Script
>>>>> Método Carlos RF 21-03-19
>>>>> Data: 21/03/19
1 ### VARIÁVEIS DE ENTRADA
2 ## Secção e comprimento base:
3 Larg -> "Largura", 4 mm, Ent, Edi
4 Espess -> "Espessura", 0.5 mm, Ent, Edi
5 ComprBase -> "Compr. Base", 4 mm
6 ## Especificadores dos eventos dos resultados desejados:
7 Escoam. ES1 -> "", 0.000 %, Const
8 Escoam. ES2 -> "", 0.000 %, Const
9 ## Utilizadas nos comandos
10 Cmd_VE -> "Velocidade de ensaio", 0.750 mm/s, Const
11 Cmd_VR -> "Velocidade de retorno", 7.500 mm/s, Const
12 Cmd_LF -> "Limite de força", 5.000 kN, Const
13 Cmd_LD -> "Limite de deformação", 12.000 mm, Const
14 Cmd_SR -> "Sensibilidade de detecção de ruptura", 0 , Const
15
16 ### VARIÁVEIS ATRIBUÍVEIS
17 ## Resultados desejados:
18 T1 -> "Tensão->@Escoam. ES1", MPa, Res, Rel
19 T2 -> "Tensão->@Força Max.", MPa, Res, Rel
20 T3 -> "Tensão->@Ruptura", MPa, Res, Rel
21 D1 -> "Deformação->@Escoam. ES2", mm, Res, Rel
22 D2 -> "Deformação->@Força Max.", mm, Res, Rel
23 D3 -> "Deformação->@Ruptura", mm, Res, Rel
24 ## Auxiliares:
25 ModElast -> "", MPa
26
27 ### EVENTOS
28 ## Eventos correspondentes aos resultados desejados:
29 @Escoam. ES1 -> "", Vis
30 @Força Max. -> "", Vis
31 @Ruptura -> "", Vis
32 @Escoam. ES2 -> "", Vis
33
34 ### RETAS
35 RetaElast -> "", Vis
36 Rt_Escoam. ES1 -> "", Vis
37 Rt_Escoam. ES2 -> "", Vis
38
39 ### ATRIBUIÇÕES
40 ## Secção e comprimento base:
41 SIS_ÁREA = ÁREA_RETANG( Larg; Espess )
42 SIS_COMPR_BASE = CÓPIA( ComprBase )
43 ## Reta elástica:
44 RetaElast = RETA_INICIAL( ***; *** )
45 ModElast = MÓDULO( RetaElast )
46 ## Resultados desejados:
47 @Escoam. ES1 = @ESCOAM_CONV( Escoam. ES1; RetaElast )
48 Rt_Escoam. ES1 = RETA_EV_MD( @Escoam. ES1; ModElast )
49 T1 = TENSÃO( @Escoam. ES1 )
50 @Força Max. = @FORÇA_MAX( )
51 T2 = TENSÃO( @Força Max. )
52 @Ruptura = @RUPTURA( )
53 T3 = TENSÃO( @Ruptura )
54 @Escoam. ES2 = @ESCOAM_CONV( Escoam. ES2; RetaElast )
```

```

55 Rt_Escoam. ES2 = RETA_EV_MD( @Escoam. ES2; ModElast )
56 D1 = DEFORM( @Escoam. ES2 )
57 D2 = DEFORM( @Força Max. )
58 D3 = DEFORM( @Ruptura )
59
60 ### MENSAGENS
61 Msg1 -> Ensaio finalizado por ação de fim de cur...
62 Msg2 -> Ensaio finalizado por limite de força.
63 Msg3 -> Ensaio finalizado por limite de deformaç...
64
65 ### COMANDOS
66 SALVAR_POSIÇÃO_INICIAL( )
67 ATIVAR_LIMITE_FORÇA( Cmd_LF )
68 ATIVAR_LIMITE_DEFORM( Cmd_LD )
69 ATIVAR_DET_RUPTURA( Cmd_SR )
70 SUBIR_COM_VELOC_CONST( Cmd_VE )
71 AGUARDAR_CHEGADA( )
72 BIP( -2.000 )
73 DISPARAR_MENSAGEM( Msg1; 0.0000 s )
74 FINALIZAR_ENSAIO( )
75 ## Na ocorrência de limite de força:
76 EM_LIMITE_FORÇA( )
77 PARAR_ABRUPTAMENTE( )
78 BIP( -1.000 )
79 DISPARAR_MENSAGEM( Msg2; 0.0000 s )
80 FINALIZAR_ENSAIO( )
81 ## Na ocorrência de limite de deformação:
82 EM_LIMITE_DEFORM( )
83 PARAR_ABRUPTAMENTE( )
84 BIP( -1.000 )
85 DISPARAR_MENSAGEM( Msg3; 0.0000 s )
86 FINALIZAR_ENSAIO( )
87 ## Na ocorrência de ruptura ou colapso:
88 EM_RUPTURA/COLAPSO( )
89 PARAR_SUAVEMENTE( )
90 FINALIZAR_ENSAIO( )

```

Anexo F



Pedido nacional de Invenção, Modelo de Utilidade, Certificado de Adição de Invenção e entrada na fase nacional do PCT

Número do Processo: BR 10 2020 001024 7

Dados do Depositante (71)

Depositante 1 de 1

Nome ou Razão Social: ASSOCIAÇÃO PARANAENSE DE CULTURA - APC

Tipo de Pessoa: Pessoa Jurídica

CPF/CNPJ: 76659820000151

Nacionalidade: Brasileira

Qualificação Jurídica: Associação com intuito não econômico

Endereço: Rua Imaculada Conceição, nº 1155, Prado Velho

Cidade: Curitiba

Estado: PR

CEP: 80215-901

País: Brasil

Telefone: (41) 3271-6428

Fax: (41) 3271-2452

Email: francine.scarpim@grupomarista.org.br

**PETICIONAMENTO
ELETRÔNICO**

Esta solicitação foi enviada pelo sistema Petição Eletrônica em 16/01/2020 às 16:53, Petição 870200007695

Dados do Pedido

Natureza Patente: 10 - Patente de Invenção (PI)

Título da Invenção ou Modelo de Utilidade (54): ACESSÓRIO PARA IMERSÃO DE CORPO DE PROVA EM EQUIPAMENTO DE ENSAIO DE TRAÇÃO, FADIGA E COMPRESSÃO

Resumo: "ACESSÓRIO PARA IMERSÃO DE CORPO DE PROVA EM EQUIPAMENTO DE ENSAIO DE TRAÇÃO, FADIGA E COMPRESSÃO" DESCRIBE-SE A PRESENTE PATENTE DE INVENÇÃO COMO UM ACESSÓRIO PARA IMERSÃO DE CORPO DE PROVA EM EQUIPAMENTO DE ENSAIO DE TRAÇÃO, FADIGA E COMPRESSÃO QUE, DE ACORDO COM AS SUAS CARACTERÍSTICAS, PROPICIA A FORMAÇÃO DE UM ACESSÓRIO PARA IMERSÃO (1) EM ESTRUTURA PRÓPRIA E ESPECÍFICA ACRESCENTADA AOS EQUIPAMENTOS DE ENSAIO DE TRAÇÃO, COMPRESSÃO E FADIGA (B) POR MEIO DE PARAFUSOS NO BARRAMENTO PRINCIPAL DESTES COM UMA GARRAFA TÉRMICA (14) CONTENDO FLUIDO ALTAMENTE REFRIGERADO E CAPACIDADE DE ELEVAÇÃO PARA TRANSFERÊNCIA DESTES FLUIDO ALTAMENTE REFRIGERADO À BACIA (4) FIXADA NA REGIÃO DA GARRA DE FIXAÇÃO DO CORPO DE PROVA, COM VISTAS A POSSIBILITAR UMA COMPLETA OTIMIZAÇÃO NOS PROCEDIMENTOS DE ENSAIO DE CORPOS DE PROVA EM EQUIPAMENTOS DE ENSAIO DE TRAÇÃO, FADIGA E COMPRESSÃO (B) POR MEIO DA PERMISSÃO DE UM CORPO DE PROVA QUE SOFRERÁ ENSAIO, SEJA IMERSO NO LÍQUIDO CRIOGÊNICO, PODENDO SER SUB-ZERO OU QUALQUER FLUIDO AQUECIDO DURANTE A EXECUÇÃO DO ENSAIO.

Figura a publicar: 1

Dados do Inventor (72)

Inventor 1 de 2

Nome: BEATRIZ LUCI FERNANDES

CPF: 13767379813

Nacionalidade: Brasileira

Qualificação Física: Professor do ensino superior

Endereço: R. Prof. Guido Straube, 509, Apto. 201, Vila Izabel

Cidade: Curitiba

Estado: PR

CEP: 80320-030

País: BRASIL

Telefone: (41) 999 278887

Fax:

Email: beatriz.fernandes@pucpr.br

Inventor 2 de 2

Nome: CARLOS ROBERTO FERNANDES

CPF: 51117371972

Nacionalidade: Brasileira

Qualificação Física: Estudante de Pós Graduação

Endereço: R. Cel. Adolfo Guimarães, 200, Jardim Social

Cidade: Curitiba

Estado: PR

CEP: 82520-460

País: BRASIL

Telefone: (41) 326 29101

Fax:

Email: fernandes.roberto@pucpr.edu.br

Anexo G

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO

EMITENTE: LABORATÓRIO DE CALIBRAÇÃO INSTRON
 DATA DE EMISSÃO: 14-nov-2018 NÚMERO DO CERTIFICADO: 191140150



INSTRON Brasil Equipamentos Científicos Ltda.
 Rua Quirino Zaganel, 357 - Vila Braga
 São José dos Pinhais, PR CEP 83020-250
 Telefone: +55 41 3036-0400
 E-mail: servico_brasil@instron.com

Página 1 de 4 páginas

SIGNATÁRIO APROVADO

SILVIO OYAMA
 25489838892

Digitally signed by SILVIO OYAMA
 25489838892
 DN: cn=Silvio Oyama, o=LAB LMC-OYAMA, ou=LABORATÓRIO DE CALIBRAÇÃO

Tipo de calibração: Força
 Padrão relevante: ISO 7500-1:2018
 Data da calibração: 14-nov-2018

RESULTADOS DA CALIBRAÇÃO

ID do sistema: DL2000 NO 11281 NS 755 ID do transdutor: SV50 / 1348563

Indicador 1. - Leitura digital: Tecc 3,04 (N)

PASSOU Classe 0,5: 100% da Faixa no Tração (99,97517 to 499,9729)

PASSOU Classe 0,5: 100% da Faixa no Compressão (-100,0015 to -499,8714)

A Classe do Sistema para um intervalo específico é baseada na avaliação das seguintes variáveis: erro, repetibilidade, retorno a zero, resolução, deriva do ponto utilizado e reprodutibilidade de aplicação!

Cliente		Temperatura	
Nome:	ASSOCIAÇÃO PARANAENSE DE CULTURA	Temperatura Mínima:	22,5 °C
Local:	Rua Inocência Convelção, 1155 Curitiba / PR 80215-901	Temperatura Máxima:	22,6 °C
País:	Brasil		
O.C./Nº do contrato:	OK 15017		
Contato:	Carlos Bauer		
E-mail:	carlos.bauer@pacpr.br		

Máquina		Transdutor	
Fabricante:	EMIC	Fabricante:	INSTRON
Tipo:	Eletrônica Intervalo fixo	Capacidade:	500 N
Ano de fabrico:	Desconhecido	Senso:	Tração/Compressão

Metrologia

A avaliação da máquina de ensaio foi realizada nas instalações do cliente acima mencionado, em conformidade com a norma ISO 7500-1:2018 «Materiais metálicos - Calibração e Verificação de máquinas de ensaio estáticas uniaxiais - Parte 1: Máquinas de ensaio de tração / compressão - Calibração e Verificação do sistema de medição de força utilizando o procedimento tração PTEC-01L».

Instron CalproCB Versão 3.41

Este certificado sempre de acordo de acordo com o sistema de gestão da qualidade do fabricante e o sistema de controle de qualidade do laboratório de calibração. Este certificado não pode ser usado para fins de garantia de produto. Os resultados listados neste certificado e o sigilo de dados são válidos apenas para os itens especificados. Qualquer tentativa de uso em outras condições de validação não realizadas nos comentários. Este relatório não deve ser reproduzido, exceto por completo, sem a aprovação do laboratório emissor.

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO

LABORATÓRIO DE CALIBRAÇÃO ACREDITADO No. 0187 (REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO - RBC)

NÚMERO DO CERTIFICADO:
1911140150

Página 2 de 4 páginas

Classificação do Sistema

Antes da verificação, foi realizada uma inspeção de pré-calibração e o sistema foi considerado em boas condições. A máquina de ensaio foi verificada na condição 'Como Recebida' sem que ajustes ou reparos tenham sido executados. Fato é também a condição 'Como Deixada'.

A calibração e os equipamentos utilizados estão em conformidade com um programa controlado de Garantia de Qualidade, que atende às especificações descritas no norma ISO/IEC 17025:2005.

Nenhuma acessório relacionado mecanicamente foi montado ao se realizar essa calibração.

Resumo de dados - Indicador 1 - Leteira digital - Tese 3.04 (N)

TRAÇÃO

%	Erro Relativo (%)			Repetibilidade Erro (%)	Classe de Erro	Resolução ($\pm N$)	Classe Padrão
	Exceção 1	Exceção 2	Exceção 3				
100 Intervalo % (500 N)							
Retorno para 0	-0,020	0,000	0,000		0,5	0,1	
20	-0,091	-0,075	-0,029	0,062	0,5	0,1	0,5
40	-0,002	0,008	-0,007	0,013	0,5	0,1	0,5
60	0,015	-0,006	0,020	0,041	0,5	0,1	0,5
80	0,007	0,022	0,023	0,016	0,5	0,1	0,5
100	0,017	0,023	0,025	0,008	0,5	0,1	0,5

Resumo de dados - Indicador 1 - Leteira digital - Tese 3.04 (N)

COMPRESSÃO

%	Erro Relativo (%)			Repetibilidade Erro (%)	Classe de Erro	Resolução ($\pm N$)	Classe Padrão
	Exceção 1	Exceção 2	Exceção 3				
100 Intervalo % (500 N)							
Retorno para 0	0,000	0,000	-0,001		0,5	0,1	
20	-0,014	-0,002	0,002	0,016	0,5	0,1	0,5
40	0,006	0,001	0,002	0,005	0,5	0,1	0,5
60	-0,012	0,003	-0,013	0,016	0,5	0,1	0,5
80	-0,013	-0,013	-0,003	0,010	0,5	0,1	0,5
100	-0,007	-0,010	-0,006	0,016	0,5	0,1	0,5

Classe de erro resolução: 0,1 para 100 Intervalo % (Indicador 1: Tração); 0,2 para 100 Intervalo % (Indicador 1: Compressão)

Resumo de dados - Indicador 1 - Leteira digital - Tese 3.04 (N)

TRAÇÃO

%	Exceção 1		Exceção 2		Exceção 3		Intervalo da medição* Relativa % ($\pm N$)
	Indicado (N)	Aplicado (N)	Indicado (N)	Aplicado (N)	Indicado (N)	Aplicado (N)	
100 Intervalo % (500 N)							
Retorno para 0	-0,1		0,0		0,0		
20	100,0	100,0915	99,9	99,97317	100,8	100,8291	0,17
40	200,1	200,1045	200,9	200,884	200,6	200,6138	0,15
60	300,2	300,156	300,2	300,2191	301,1	300,996	0,15
80	400,7	400,6731	400,9	400,8122	400,5	400,4071	0,15

Instrão CalproCB, Versão 3.41

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO

LABORATÓRIO DE CALIBRAÇÃO ACREDITADO No. 0197 (REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO - RBC)

NÚMERO DO CERTIFICADO:
1911140150

Página 3 de 4 páginas

Dados - Indicador 1 - Letreira digital, Teste 3.04 (N)

TRAÇÃO

% do intervalo	Execução 1		Execução 2		Execução 3		Incerteza da medição*	
	Indicador (N)	Aplicado (N)	Indicador (N)	Aplicado (N)	Indicador (N)	Aplicado (N)	Relativa %	(±N)
100 Intervalo % (500 N)								
100	499,8	499,7129	499,3	499,18739	500,0	499,87291	0,15	0,73

Dados - Indicador 2 - Letreira digital, Teste 3.04 (N)

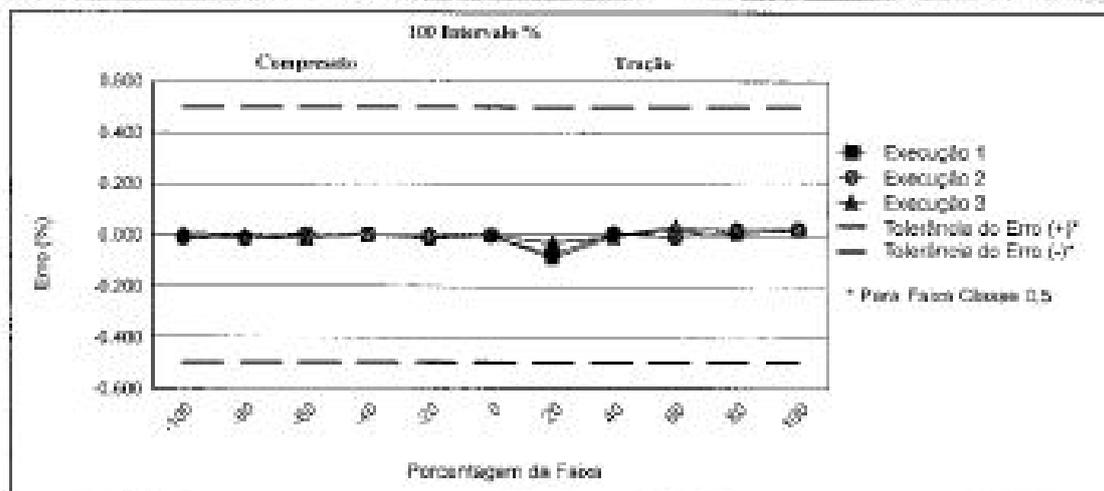
COMPRESSÃO

% do intervalo	Execução 1		Execução 2		Execução 3		Incerteza da medição*	
	Indicador (N)	Aplicado (N)	Indicador (N)	Aplicado (N)	Indicador (N)	Aplicado (N)	Relativa %	(±N)
100 Intervalo % (500 N)								
Retorno para 0	0,0		0,0		0,0			
20	-101,3	-101,8143	-100,8	-100,8016	-100,2	-100,1987	0,15	0,17
40	-200,4	-200,3878	-200,1	-200,16971	-201,0	-200,9955	0,15	0,31
60	-300,4	-300,4349	-300,4	-300,3923	-300,4	-300,478	0,15	0,45
80	-400,0	-400,0533	-401,2	-401,2512	-400,4	-400,413	0,15	0,60
100	-499,3	-499,33782	-499,8	-499,84682	-499,9	-499,87164	0,15	0,73

* A incerteza expandida relatada baseia-se em uma cobertura padrão multiplicada por um fator de cobertura $k = 2$, proporcionando um alto nível de confiança de aproximadamente 95%.

O estado de incerteza refere-se a valores obtidos durante a calibração e não leva em consideração fatores como efeitos de deriva de longo prazo, temperatura e abastecimento. A confiabilidade desses fatores deve ser avaliada em consideração pelo usuário do dispositivo de medição de força.

Dados Gerais - Indicador 3 - Letreira digital, Teste 3.04 (N)



Instron CalproCR Versão 3.41

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO

LABORATÓRIO DE CALIBRAÇÃO ACREDITADO No. 0167 (REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO - RBC)

NÚMERO DO CERTIFICADO:
191140190

Página 4 de 4 páginas

Equipamento de verificação

Os resultados das medições produzidas com os Padrões utilizados pela Insua são rastreados ao SI (Sistema Internacional de Unidades) através do reconhecimento internacional dos Institutos de Metrologia (NIST, NPL, PTB, BIPM, etc.).

ID do equipamento	Descrição	Capacidade	Data da cal.	Validade da cal.	Ref. de certificação
721827	celula de carga	112.405 gf	19-jun-2019	19-jun-2021	175920-101
93049	indicador de força	NA	27-set-2019	27-set-2021	175931-104
1-405	indicador de tempo	NA	08-jun-2019	08-jun-2021	108094-19

A precisão do equipamento de verificação foi igual ou melhor que a citada no qual caso qualquer de ser, foi verificado.

Utilização do equipamento de verificação

Intervalo

Exata

completa

(%)	Modo	ID do equipamento	Porcentuais do intervalo	Precisão (+/-)
100	Tração	721827	20/ 40/ 60/ 80/ 100	0,08% da leitura
100	Compressão	721827	20/ 40/ 60/ 80/ 100	0,08% da leitura
Todos	Tração-Compressão	1-405	Todos	1,8 %

A precisão do indicador de força usado com um dispositivo elétrico está incorporada na precisão informada pelo dispositivo.

A precisão do equipamento de verificação usado, foi igual ou melhor que a precisão indicada no tabela acima.

Comentários

Local de Calibração: Laboratório PC12

Patrimônio do Equipamento: 401.836.023

Verificado por: Silvio Oyama
Field Service Engineer

NOTA: O Artigo 9 da norma ISO 7500-1 declara: O tempo entre as calibrações depende do tipo da máquina de teste, do padrão de manutenção e da quantidade de utilizações. A não ser que seja especificado de outra forma, recomenda-se que a calibração seja realizada em intervalos de no máximo 12 meses. Em qualquer caso, a máquina deve ser calibrada se for movida para um novo local caso a segurança da documentação ou se sofrer danos ou ajustes de nível.

Anexo H

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO	
EMITENTE: LABORATÓRIO DE CALIBRAÇÃO INSTRON	
DATA DE EMISSÃO:	NÚMERO DO CERTIFICADO:
18-jul-19	1907180480



INSTRON Brasil Equipamentos Científicos Ltda
Rua Quirino Zagonel, 257 - Vila Braga
São José dos Pinhais, PR CEP: 83320-250
Telefonia: +55 41 30350400

SIGNATÁRIO AUTORIZADO

SILVIO OYAMA
25489838892

Assinatura digital de SILVIO OYAMA
CPF: 01.078.983-00
CNPJ: 08.907.000/0001-00

Tipo de calibração: Força
Norma relevante: NBR ISO 7500-1: 2018
Data da calibração: 18-jul-19

Técnico: Sílvio Oyama

Cliente

Nome: ASSOCIAÇÃO PARANAENSE DE CULTURA
Local: Rua Imaculada Conceição, 1155
Curitiba / PR / CEP: 80215-901
País: Brasil
OS: 14787
Contato: Carlos Bauer E-mail: carlos.bauer@puopr.br
Temperatura Inicial: 18,8 °C
Temperatura Final: 18,8 °C
Local da Calibração: Laboratório de Biomateriais

Máquina

Fabricante: EMIC
ID do sistema: DL500 NO 5376 NS 123
Patrimônio: 004405

Transdutor

Fabricante: INSTRON
ID do transdutor: 8150 / 1355048
Capacidade: 500 N

Classificação:

A máquina de testes acima foi verificada com os indicadores e nos modos mostrados abaixo somente para o aumento de força, de acordo com a norma ISO 7500-1 usando um equipamento de verificação calibrado de acordo com a norma ISO 376.

Classificação da célula:	Classe 1	Sentido:	TRAÇÃO
	Classe 1	Sentido:	COMPRESSÃO

* A classe do sistema para um intervalo deriva do seguinte: erro, repetibilidade, retorno para zero, resolução e classificação do dispositivo de teste.

Método de verificação

A calibração é realizada conforme procedimento baseado na norma NBR ISO 7500-1.
A máquina de teste foi verificada na condição "conforme encontrada".

Este certificado é válido exclusivamente para o equipamento calibrado nas condições desta ocasião, não sendo estendido a quaisquer outros lotes, modelos ou similares.

Este certificado só deve ser reproduzido completo. Reprodução de partes requer aprovação escrita do laboratório.

Este certificado atende aos requisitos de acreditação pelo Cgcre que avalia a competência do laboratório e comprova sua rastreabilidade a padrões nacionais de medida.

A incerteza expandida de medição relatada é declarada como a incerteza padrão de medição multiplicada pelo fator de abrangência k, o qual para uma distribuição t com $\nu=99$ graus de liberdade efetivos corresponde a uma probabilidade de abrangência de aproximadamente 95,45%. A incerteza padrão de medição foi determinada de acordo com a publicação EA-400.

Antes da calibração a máquina foi verificada se estava em boas condições de funcionamento, tendo sido considerada APROVADA conforme norma NBR ISO 7500-1. Nenhum acessório vinculado mecanicamente foi montado para melhorar essa calibração.



Certificado de Calibração
 EMITENTE: LABORATÓRIO DE CALIBRAÇÃO INSTRON

Laboratório de calibração acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025, sob o número 0197

número: 1807180480

escala calibrada: 500		unidade: N		senso: TRACÇÃO		classificação conforme NBR NM-50 788-1:		Classe 1			
identificação do transdutor: SY50 / 1355248											
% do fundo escala	força máxima	resolução da escala	LC escala	erro relativo de escala	erro relativo de repetibilidade	Classe por Força Aplicada	resolução relativa	incerteza expandida de medição U		ganho de tensão elétrico	taxa de atenuação
	N	N	N	%	%		%	N	%	volt	h
20,0	100,000	0,1000	100,410	-0,408	0,127	Classe 1	0,100	0,300	0,30	175	2,01
40,0	200,000	0,3000	200,062	-0,031	0,049	Classe 1	0,150	0,600	0,30	+ 501	2,00
60,0	300,000	0,3000	300,043	-0,014	0,115	Classe 1	0,100	0,900	0,30	242	2,01
80,0	400,000	0,3000	400,003	-0,001	0,061	Classe 1	0,075	1,200	0,30	+ 501	2,00
100,0	500,000	0,3000	499,754	0,049	0,024	Classe 1	0,060	1,500	0,30	+ 501	2,00

erro relativo de zero (%)		até 1 $\xi_0 = 0,00$	até 2 $\xi_0 = 0,00$	até 3 $\xi_0 = 0,00$		
perfis utilizados na calibração						
perfil	capacidade	identificação	certificado	classe ISO 278	calibração	validade
perfil de carga	2000N	1000078 1	10090-101	Classe 1	12/12/17	12/02/20
Perfil		identificação	certificado		calibração	validade
Terminado		1000017	190130217		25/09/17	25/09/18



Certificado de Calibração

EMITENTE: LABORATÓRIO DE CALIBRAÇÃO INSTRON

Laboratório de calibração acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025, sob o número 0107

número: 1807180480

escala calibrada: 500		unidade: N		sentido: COMPRESSÃO		classificação conforme NBR NM-ISO 7500-1:				Classe I	
identificação do transdutor: SV50 / 1355248											
% do fundo de escala	força indicada	resolução de escala	VC médio	erro relativo de escala	erro relativo de repetibilidade	Classe por Força Aplicada	repetição relativa	incertezas expandidas de medição U		grau de liberdade efetivo	t _{95%}
	N	N	N	%	%			N	%		
20,0	100,000	0,1000	100,242	-0,242	-0,157	Classe I	0,100	0,300	0,30	13	2,21
40,0	200,000	0,3000	200,088	-0,044	-0,093	Classe I	0,150	0,600	0,30	108	2,02
60,0	300,000	0,3000	299,732	0,090	-0,208	Classe I	0,100	0,900	0,30	7	2,42
80,0	400,000	0,3000	399,414	0,147	-0,162	Classe I	0,075	1,200	0,30	9	2,32
100,0	500,000	0,3000	499,404	0,119	-0,124	Classe I	0,060	1,500	0,30	20	2,13

erro relativo de zero (%)		série 1 t ₀ = 0,00	série 2 t ₀ = 0,00	série 3 t ₀ = -0,02		
perfis utilizados na calibração						
perfil	capacidade	identificação	certificado	classe ISO 9001	calibração	validade
curva de carga	2000N	12228179 C	182860-101	Classe 1	12/12/17	12/02/20
Perfil		identificação	certificado		calibração	validade
Termômetro		1048817	179130217		20/08/17	20/08/19

Resultados Manutenção LEP3 - Prof. Gelson

Ida.	Fila	Tempo s	Sample no.	Arreio- af	H(Dy)de 2nd	F mN	dF mm	h mm	dh mm	H GPa	dH GPa	l GPa	eE GPa	rr	DIF s	Wekt s.d	Mo s.d
1	064_0212_400N.07R	464	extremo	42	5	4	460,27	2,507	0,937	2,452	6,108	422,8	1,27	0,2	3,44	226,4	52,487
2	064_02_400N.07R	462	extremo	48	5	4	460,26	2,298	0,958	4,48	0,877	402,8	2,77	0,2	3,4	228,08	72,698
3	056_0218_400N.07R	468	extremo	42	5	4	460,25	2,022	0,932	2,752	6,146	74,82	2,24	0,2	2,83	282,22	48,568
4	072_02_400N.07R	477	extremo	6	5	4	460,24	2,410	0,952	2,762	0,477	60,07	1,72	0,2	2,78	241,41	91,214
5	09a-mm-020(1)_400N.07	504	extremo	44	5	4	460,26	2,477	0,977	1,94	0,775	401,2	42,87	0,2	6,95	404,8	51,288
6	09a-mm-020(1)_400N.07	504	extremo	42	5	4	460,28	2,562	0,965	1,789	6,124	401,7	9,69	0,2	5,5	522,09	51,957

Destacados

Ida.	Fila	Tempo s	Sample no.	Arreio- af	H(Dy)de 2nd	S mN	dS mm	SI mm	Sc mm	fc mm	fr mm	da mm	dc mm	T-40N mm
1	064_0212_400N.07R	464	extremo	42	5	1	1487,2	45,75	2,229	0,746	2,24	0,404	0,208	4,942
2	064_02_400N.07R	462	extremo	48	5	1	1227,9	78,08	2,229	0,743	1,87	0,418	0,248	3,757
3	056_0218_400N.07R	468	extremo	42	5	1	1114,7	10,24	2,229	0,740	2,479	0,432	0,249	3,255
4	072_02_400N.07R	477	extremo	6	5	1	1034,6	33,75	2,155	0,743	2,411	0,476	0,247	3,584
5	09a-mm-020(1)_400N.07	504	extremo	44	5	1	1643,6	130,1	2,155	0,740	2,410	0,332	0,384	4,254
6	09a-mm-020(1)_400N.07	504	extremo	42	5	1	1733,7	305,7	2,155	0,740	2,417	0,306	0,374	4,661

$$\frac{H}{H_0} = \frac{3\sqrt{2}a_0}{H_0} + \sqrt{\left(1 - \frac{3\sqrt{2}a_0}{H_0}\right)^2 + \frac{d^*}{b}}$$

$$\frac{H}{H_0} = \frac{3\sqrt{2}a_0}{H_0} + \sqrt{\left(1 - \frac{3\sqrt{2}a_0}{H_0}\right)^2 + \frac{d^*}{b} + \frac{d^*}{b}}$$

$$d^* = (81/2)a_0^2 \tan^2(\theta_0/H_0)^2$$

$$\rho_{\text{elast-plastic}}(b, T) = \frac{1}{27a^2 \theta^2 b^2} \times \frac{H_0^2(T) \times H^*(T)}{A}$$

