

GABRIELA DE PAULA ALVES

**DUREZA E MÓDULO DE ELASTICIDADE DE LIGAS Ti-  
10Mo-XNb ( $0 \leq X \leq 30$ ) OBTIDAS POR DIFERENTES  
TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA**

Joinville  
2018

Gabriela de Paula Alves

**DUREZA E MÓDULO DE ELASTICIDADE DE LIGAS Ti-  
10Mo-XNb ( $0 \leq X \leq 30$ ) OBTIDAS POR DIFERENTES  
TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA**

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciências Mecânicas da Universidade Federal de Santa Catarina para obtenção do Grau de Mestre em Engenharia e Ciências Mecânicas

Orientador: Prof. Alexandre Mikowski  
Coorientadora: Prof<sup>a</sup>. Sinara Borborema Gabriel

Joinville  
2018

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor,  
através do Programa de Geração Automática da Biblioteca Universitária da UFSC.

Alves, Gabriela de Paula  
Dureza e módulo de elasticidade de ligas Ti-10Mo-XNb (0 ≤  
X ≤ 30) obtidas por diferentes técnicas de caracterização  
mecânica / Gabriela de Paula Alves ; orientador, Alexandre  
Mikowski, coorientadora, Sinara Borborema Gabriel, 2018.  
100 p.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa  
Catarina, Campus Joinville, Programa de Pós-Graduação em  
Ciência e Engenharia de Materiais, Joinville, 2018.

Inclui referências.

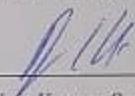
1. Ciência e Engenharia de Materiais. 2. Módulo de  
elasticidade. 3. Dureza. 4. Ligas de titânio. I. Mikowski,  
Alexandre. II. Gabriel, Sinara Borborema. III.  
Universidade Federal de Santa Catarina. Programa de Pós  
Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais. IV. Título.

Gabriela de Paula Alves

**DUREZA E MÓDULO DE ELASTICIDADE DE LIGAS Ti-10Mo-  
XNb (  $0 \leq X \leq 30$  ) OBTIDAS POR DIFERENTES TÉCNICAS DE  
CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA**

Esta Dissertação foi julgada adequada para obtenção do Título de Mestre em Engenharia e Ciências Mecânicas, área de concentração Materiais, e aprovada em sua forma final pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciências Mecânicas da Universidade Federal de Santa Catarina.

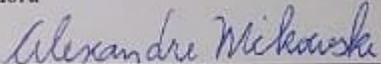
Joinville, 22 de outubro de 2018.



---

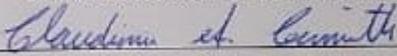
Prof. Régis Kovacs Scalice, Dr. Eng.  
Coordenador do Pós-ECM

**Banca Examinadora**



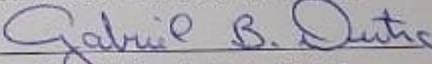
---

Prof. Alexandre Mikowski, Dr. Fis.  
Orientador e Presidente da Banca Examinadora  
Universidade Federal de Santa Catarina



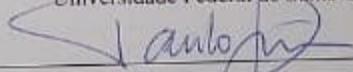
---

Prof. Claudimir Antonio Carminatti, Dr. Eng.  
Universidade Federal de Santa Catarina



---

Prof. Gabriel Benedit Dutra, Dr. Eng.  
Universidade Federal de Santa Catarina



---

Prof. Paulo César Soares Jr, Dr. Eng.  
Pontifícia Universidade Católica do Paraná – PUCPR

## AGRADECIMENTOS

Primeiramente, agradeço à Deus por me conceder o dom da vida e colocar ao meu redor pessoas especiais imprescindíveis à minha caminhada, às quais serão citadas abaixo. Agradeço à Ele e a todos os iluminados amigos espirituais pela inesgotável fonte de auxílio e amparo em meu percurso diário, por sempre me apresentarem oportunidades melhores àquelas que planejo e imagino! Como Chico Xavier já disse “a vida nem sempre segue a nossa vontade, mas ela é perfeita naquilo que tem que ser”.

À minha família pelo amor incondicional, referência de caráter e amor. Obrigada por acreditarem em minha capacidade e serem minha inspiração diária em busca de um constante aprimoramento. Gratidão, esse é meu maior sentimento neste momento em relação a vocês!

Agradeço aos amigos de ontem, de hoje e àqueles que continuarão amanhã. Sem vocês o trajeto seria muito mais pesado! Vocês são meu conforto e trazem brilho aos meus dias, obrigada pelas infinitas conversas virtuais e encontros felizes.

Agradeço ao meu orientador Dr. Alexandre Mikowski pela paciência, compreensão e conhecimentos compartilhados, obrigada pela confiança! Agradeço também a coorientadora Dr.<sup>a</sup> Sinara Borborema pela contribuição e por possibilitar a continuidade deste trabalho.

Estendo o agradecimento a todos os professores que já passaram por minha vida e contribuíram para minha formação.

Agradeço também a todos os colegas de trabalho pelo apoio e incentivo.

Por fim, lembro-me de um verso de Steve Jobs que sempre me inspira: “Você não consegue ligar os pontos olhando pra frente; você só consegue ligá-los olhando pra trás. Então você tem que confiar que os pontos se ligarão algum dia no futuro. Você tem que confiar em algo – seu instinto, destino, vida, carma, o que for. Esta abordagem nunca me desapontou, e fez toda diferença na minha vida”.

## RESUMO

O estudo de materiais e suas propriedades físicas e químicas é prática recorrente em meios industriais tanto quanto em laboratórios de pesquisa, visando maior conhecimento de propriedades daqueles já existentes ou até mesmo para novos desenvolvimentos, além da avaliação da influência de alterações na composição de ligas já conhecidas. Neste contexto, o presente trabalho propõe-se a analisar dados de diferentes ensaios de caracterização mecânica, propriedades dureza e módulo de elasticidade, em ligas de Ti-10Mo-XNb, investigando a influência da alteração do teor de nióbio nos parâmetros estudados e correlacionando os resultados obtidos. As técnicas utilizadas foram microdureza Vickers, método pulso-eco ultrassônico e nanoindentação instrumentada. A microdureza Vickers avalia a dureza do material em níveis macroscópico e microscópico, já a indentação instrumentada estabelece níveis em escala microscópica e nanométrica das propriedades mecânicas apreciadas. A nanoindentação instrumentada foi utilizada para mensuração do módulo de elasticidade das ligas Ti-10Mo-XNb, assim como o método pulso-eco ultrassônico, o qual utiliza de meios sonoros para propagação de ondas em frequências específicas. Por fim, foram realizadas análises estatísticas e avaliadas as divergências físicas dos resultados, que se deve em grande parte a fundamentação matemática para comparação das metodologias utilizadas, obtendo como resultado uma correlação geral dentre os métodos.

**Palavras-chave:** Módulo de elasticidade. Dureza. Ligas de titânio.

## ABSTRACT

The study of materials and their physical and chemical properties is a recurrent practice in industrial environments as well as in research laboratories, aiming at better knowledge of properties of existing ones or even for new developments, besides the evaluation of the influence of alterations in the composition of alloys already known. In this context, the present work proposes to analyze data of different tests of mechanical characterization, hardness and modulus of elasticity, in Ti-10Mo-XNb alloys, investigating the influence of the alteration of the niobium content in the studied parameters and correlating the obtained. The techniques used were Vickers microhardness, ultrasonic pulse-echo method and instrumented nanoindentation. Vickers microhardness evaluates the hardness of the material at macroscopic and microscopic levels, whereas the instrumented indentation establishes microscopic and nanometric scale levels of the appreciated mechanical properties. The instrumented indentation was used to measure the modulus of elasticity of the Ti-10Mo-XNb alloys, as well as the ultrasonic pulse-echo method, which uses sound means to propagate waves at specific frequencies. Finally, statistical analyses were carried out and the physical divergences of the results were evaluated, which is largely due to the mathematical basis for comparison of the methodologies used, resulting in a general correlation among the methods.

**Keywords:** Elastic modulus. Hardness. Titanium alloys.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Difratoograma da liga Ti-10Mo-0Nb. ....	21
Figura 2: Difratoograma da liga Ti-10Mo-3Nb. ....	21
Figura 3: Difratoograma da liga Ti-10Mo-6Nb. ....	21
Figura 4: Difratoograma da liga Ti-10Mo-9Nb. ....	22
Figura 5: Difratoograma da liga Ti-10Mo-20Nb. ....	22
Figura 6: Difratoograma da liga Ti-10Mo-30Nb. ....	22
Figura 7: Micrografia óptica da liga Ti-10Mo tratada termicamente, nas regiões: <b>(A)</b> superior e <b>(B)</b> central. Ataque químico: HNO <sub>3</sub> , HF e H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	23
Figura 8: Micrografia óptica da liga Ti-10Mo-3Nb tratada termicamente, nas regiões: <b>(A)</b> central e <b>(B)</b> inferior. Ataque químico: solução Kroll.	24
Figura 9: Micrografia óptica da liga Ti-10Mo-6Nb tratada termicamente, nas regiões: <b>(A)</b> central e <b>(B)</b> inferior. Ataque químico: solução Kroll	25
Figura 10: Micrografia óptica da liga Ti-10Mo-9Nb tratada termicamente, nas regiões: <b>(A)</b> superior e <b>(B)</b> central. Ataque químico: solução Kroll. ....	26
Figura 11: Micrografia óptica da liga Ti-10Mo-20Nb tratada termicamente, nas regiões: <b>(A)</b> central e <b>(B)</b> inferior. Ataque químico: solução Kroll. ....	27
Figura 12: Micrografia óptica da liga Ti-10Mo-30Nb tratada termicamente, nas regiões: <b>(A)</b> central e <b>(B)</b> inferior. Ataque químico: solução Kroll. ....	28
Figura 13: Micrografia eletrônica de varredura da liga Ti-10Mo. ....	30
Figura 14: Micrografia eletrônica de varredura da liga Ti-10Mo-3Nb. ....	30
Figura 15: Representação do penetrador piramidal de diamante do método Vickers (a) e suas relações geométricas (b). ....	33
Figura 16: Esboço pirâmide de base quadrada. ....	33
Figura 17: Princípio básico de inspeção de materiais por ultrassom ....	36
Figura 18: Diagrama esquemático das técnicas de transparência (1) e pulso-eco ultrassom (2) ....	37
Figura 19: Típica curva obtida pelo ensaio experimental de nanoindentação. ....	39
Figura 20 : Representação da superfície do material durante e após a indentação. ....	40
Figura 21 : Representação do indentador. ....	40
Figura 22: Metodologia de Revisão Sistemática de Literatura. ....	44
Figura 23: Módulo de elasticidade de uma amostra deformada a frio medido pelas técnicas de nanoindentação e ultrassom. ....	49
Figura 24: Representação do fenômeno <i>piling-up</i> e <i>sinking-up</i> com o indentador Vickers. ....	51

Figura 25: Dureza obtida por Microdureza Vickers.....	61
Figura 26: Módulo de elasticidade obtido por Ultrassom. ....	64
Figura 27: Módulo de elasticidade obtido por nanoindentação instrumentada. ....	67
Figura 28: Dureza obtida por Nanoindentação instrumentada. ....	69
Figura 29: Microscopia eletrônica de varredura das amostras com teor de 3, 6 e 9 % de Nióbio (esquerda para direita) e a deformação plástica pontual do sistema indentador-superfície de contato. ....	71
Figura 30: Microscopia eletrônica de varredura da liga Ti10Mo3Nb, nas regiões: <b>(A)</b> predominantemente fase $\beta$ , <b>(B)</b> predominantemente fase martensítica. ....	72
Figura 31: Microscopia eletrônica de varredura da liga Ti10Mo6Nb, nas regiões: <b>(A)</b> predominantemente fase $\beta$ , <b>(B)</b> predominantemente fase martensítica. ....	72
Figura 32: Microscopia eletrônica de varredura da liga Ti10Mo9Nb, nas regiões: <b>(A)</b> predominantemente fase $\beta$ , <b>(B)</b> predominantemente fase martensítica. ....	72
Figura 33: Módulo de elasticidade por Nanoindentação Instrumentada nas regiões predominantemente de fase beta ( $\beta$ ) e martensítica nas ligas estudadas. ....	73
Figura 34: Dureza por Nanoindentação Instrumentada nas regiões predominantemente de fase beta ( $\beta$ ) e martensítica nas ligas estudadas	74
Figura 35: Dureza obtida por Microdureza Vickers e Nanoindentação Instrumentada. ....	75
Figura 36: Comparativo da dureza Vickers corrigida com a dureza Vickers tradicional e dureza por nanoindentação instrumentada. ....	78
Figura 37: Comparativo da dureza Vickers corrigida com a dureza Vickers tradicional e dureza por nanoindentação instrumentada. ....	79
Figura 38: Dureza Vickers em função da Dureza por Nanoindentação Instrumentada. ....	81
Figura 39: Módulo de elasticidade obtido por Ultrassom e Nanoindentação Instrumentada. ....	83
Figura 40: Módulo de elasticidade por Ultrassom em função do Módulo de Elasticidade por Nanoindentação Instrumentada.....	87
Figura 41: Densidade das ligas de Titânio. ....	99

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Composição química via EDS das ligas Ti-10Mo-XNb, X=0, 3, 6, 9, 20, 30.....	20
Tabela 2: Resultado Pesquisa da base de dados.....	45
Tabela 3: Velocidades Transversal e Longitudinal das ligas obtidas via Ultrassom.....	63
Tabela 4: Dureza de ligas de titânio via microdureza Vickers e Nanoindentação Instrumentada.....	76
Tabela 5: Equação da Dureza Vickers com áreas de contato real e projetada.....	77
Tabela 6: Equação Corretiva para comparativo da Dureza por Vickers e Nanoindentação instrumentada.....	82
Tabela 7: Módulo de elasticidade de ligas de titânio via Ultrassom e Nanoindentação Instrumentada.....	85
Tabela 8: Equação Corretiva para comparativo do Módulo de Elasticidade por Ultrassom e Nanoindentação instrumentada.....	88

## LISTA DE QUADROS

Quadro 1: ANOVA para um fator.....	60
Quadro 2: Análise de Variância para Microdureza Vickers.....	62
Quadro 3: Análise de Variância para Pulso-eco Ultrassom. ....	66
Quadro 4: Análise de Variância para Módulo de Elasticidade por Nanoindentação Instrumentada. ....	68
Quadro 5: Análise de Variância para Dureza por Nanoindentação Instrumentada. ....	70
Quadro 6: Análise de Variância para métodos Microdureza Vickers corrigida e Nanoindentação Instrumentada. ....	80
Quadro 7: Análise de Variância para métodos Ultrassom e Nanoindentação Instrumentada. ....	84

## LISTA DE EQUAÇÕES

(1) Dureza Vickers - Equação geral.....	32
(2) Dureza Vickers - Área do triângulo.....	34
(3) Dureza Vickers - Área do triângulo expandida .....	34
(4) Lados do triângulo.....	34
(5) Área do indentador .....	34
(6) Lado do triângulo .....	35
(7) Ultrassom - Velocidade longitudinal.....	38
(8) Ultrassom - Velocidade transversal.....	38
(9) Ultrassom - Velocidade de Rayleigh.....	38
(10) Ultrassom - Módulo de Elasticidade .....	38
(11) Nanoindentação - Carga máxima .....	41
(12) Nanoindentação - Carga de indentação descarregamento .....	41
(13) Nanoindentação - Profundidade da área de contato .....	41
(14) Nanoindentação - Rigidez elástica do material .....	41
(15) Nanoindentação - Dureza .....	41
(16) Nanoindentação - Módulo de elasticidade reduzido.....	42
(17) Nanoindentação - Módulo de elasticidade.....	42
(18) Comparativo entre dureza por Vickers e Nanoindentação por Ji, Yang, Li (2015).....	48
(19) Comparativo entre dureza por Vickers e Nanoindentação por Lijima <i>et al.</i> (2011) .....	48
(20) Modelo matemático para correção do efeito da deformação da amostra acarretada pelo indentador.....	52
(21) Média aritmética.....	57
(22) Desvio Padrão .....	58
(23) Intervalo de Confiança .....	58
(24) Modelamento Matemático ANOVA .....	59
(25) Equação correção Dureza Vickers.....	77
(26) Equação Regressão Linear para Dureza .....	81
(27) Equação Regressão Linear para Módulo de Elasticidade.....	87

## SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO .....	15
1.1 OBJETIVOS .....	17
1.1.1 OBJETIVO GERAL .....	17
1.1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....	18
2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA .....	19
2.1 .. LIGAS DE Ti-10Mo-XNb.....	19
2.2 MÉTODOS PARA DETERMINAÇÃO DA DUREZA E MÓDULO DE ELASTICIDADE.....	31
2.2.1 MICRODUREZA VICKERS.....	32
2.2.2 PULSO-ECO ULTRASSÔNICO .....	35
2.2.3 NANOINDENTAÇÃO INSTRUMENTADA .....	38
2.3 REVISÃO SISTEMÁTICA DA LITERATURA .....	43
2.3.1 APLICAÇÃO DA REVISÃO SISTEMÁTICA DA LITERATURA .....	44
2.3.2 ESTUDOS RELACIONADOS.....	46
3 METODOLOGIA .....	54
3.1 ..MATERIAIS EM ESTUDO.....	54
3.2 CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA E BASE DE DADOS....	55
3.2.1 MICRODUREZA VICKERS.....	56
3.2.2 MÉTODO PULSO-ECO ULTRASSÔNICO .....	56
3.2.3 NANOINDENTAÇÃO INSTRUMENTADA .....	56
3.3 TRATAMENTO E ANÁLISE DOS DADOS.....	57
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	61
4.1 CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA.....	61
4.1.1 DUREZA OBTIDA POR MICRODUREZA VICKERS .....	61
4.1.2 MÓDULO DE ELASTICIDADE OBTIDO POR ULTRASSOM....	63
4.1.3 DUREZA E MÓDULO DE ELASTICIDADE OBTIDO POR NANOINDENTAÇÃO.....	66
4.1.4 DEFORMAÇÃO PLÁSTICA DEVIDO O PROCESSO DE INDENTAÇÃO	70
4.2 INFLUÊNCIA DA MICROESTRUTURA NA DUREZA E MÓDULO DE ELASTICIDADE.....	71
4.3 COMPARAÇÃO E ANÁLISE DO MÉTODO DE DETERMINAÇÃO DE DUREZA E MÓDULO DE ELASTICIDADE	74
4.3.1 DUREZA.....	75
4.3.2 MÓDULO DE ELASTICIDADE .....	83
5 CONCLUSÃO .....	89
REFERÊNCIAS .....	91



## 1 INTRODUÇÃO

Os materiais metálicos são amplamente utilizados como biomateriais para substituição óssea em implantes devido à elevada resistência mecânica e tenacidade, possuindo, porém, limitações resultantes da taxa de corrosão em ambientes agressivos. Com base nisto, ligas metálicas com alta resistência à corrosão tem sido objeto de estudo em aplicações neste ramo da engenharia visando não comprometer as funções dos componentes em uso (ORÉFICE; PEREIRA; MANSUR, 2006).

A definição do termo biomateriais é dada por Helmus e Tweden (1995) na *Encyclopedic handbook of biomaterials and bioengineering* como “qualquer substância [...] que possa ser usada por um período de tempo, completa ou parcialmente, como parte de um sistema que trate, aumente ou substitua qualquer tecido, órgão ou função do corpo” (SILVA, s.d., apud HELMUS e TWEDEN, 1995).

Diante desta realidade, o titânio e suas ligas são particularmente excelentes para este tipo de aplicação, visto que têm baixa densidade e alta resistência mecânica, além de ser um metal com baixa taxa de corrosão em ambientes agressivos, sendo não magnético. Em suma, ligas de titânio são leves e resistentes se comparadas a outros metais, o que justifica a diversidade de pesquisas com aplicação deste metal (LÜTJERING; WILLIAMS, 2007; CALLISTER, 2008).

Este material é geralmente utilizado com elevada pureza, os chamados comercialmente puros, ou em ligas específicas, em que combinado a outros elementos químicos tem suas propriedades aperfeiçoadas. O titânio comercialmente puro, bem como a maior parte das ligas de titânio, em baixas temperaturas apresenta estrutura cristalina hexagonal compacta (HC), denominada titânio  $\alpha$ . Em altas temperaturas, no entanto, a estrutura cúbica de corpo centrado (CCC) é estável e é referida como titânio  $\beta$ . A existência de duas estruturas cristalinas e a correspondente temperatura de transformação alotrópica (882 °C) influenciam nas propriedades das ligas de titânio (PETERS; LEYENS, 2003). Vale apontar que a estrutura cristalina é o arranjo atômico fundamental dentro dos grãos dos cristais (REED-HILL, 1982).

As propriedades dos materiais formados pelas fases  $\alpha$  e  $\beta$  dependem das características individuais de cada um deles separadamente, sendo um desafio a análise da fração volumétrica de cada fase para ajuste da composição da liga (JI; YANG; LI, 2015).

Comparativamente, pode-se descrever as ligas de titânio  $\alpha$  como aquelas com maior resistência à fluência, por outro lado, menores forjabilidade, tenacidade à fratura e dureza em relação às ligas de titânio  $\beta$ . Outro ponto relativo as ligas  $\alpha$  é a excelente conformabilidade e resistência à corrosão (PETERS; LEYENS, 2003).

Durante a têmpera, em ligas com altos teores de soluto, ocorre o fenômeno de decomposição da fase  $\beta$  para uma fase denominada  $\omega$ , fase de transição martensítica. Esta microestrutura formada acarreta fragilização da liga e suas propriedades mecânicas são comprometidas (LUTJERING; WILLIAMS, 2007; MORAES *et al.*, 2014).

Moraes *et al.* (2014) apontam a importância do acréscimo de nióbio, elemento estabilizador da fase  $\beta$ , as ligas de titânio para garantir que a fase martensítica não seja formada. Ligas de titânio  $\beta$  metaestáveis asseguram baixo módulo de elasticidade.

Isto posto, os elementos de liga ajudam a estabilizar as fases e/ou alterar a temperatura de transição favorecendo a microestrutura desejada, o que possibilita a formação de inúmeras combinações com variadas propriedades (MELO, 2003).

A principal liga de titânio utilizada comercialmente em aplicações biomédicas é Ti-6Al-4V, possui uma combinação das fases  $\alpha$  e  $\beta$ . Apesar de associar benefícios de ambas microestruturas, estudos apontam que pequenas quantidades de alumínio e vanádio são liberadas para o corpo humano quando em aplicações ortopédicas, acarretando efeitos colaterais devido a toxicidade, o que impulsiona a busca de novas ligas para tal propósito (GABRIEL *et al.*, 2010; XU *et al.*, 2013).

Outro ponto negativo do uso da liga Ti-6Al-4V é seu módulo de elasticidade, tabelado por volta de 100-120 GPa, com grande diferença dos valores dos ossos humanos, na faixa de 10-30 GPa (OZALTIN *et al.*, 2014).

O uso dos implantes por períodos prolongados é facilitado com ligas de módulo de elasticidade mais próximos ao osso humano, evitando a ocorrência de um fenômeno denominado “*stress shielding*”, quando há uma atrofia do osso humano e dificuldade em remodelá-lo (NIINOMI; NAKAI, 2011).

Desse modo justifica-se o foco das recentes pesquisas no desenvolvimento de ligas de titânio do tipo  $\beta$ , bem como este trabalho, com uso de elementos de liga não tóxicos, como molibdênio e nióbio, e análise das características mecânicas apresentadas. As ligas Ti-10Mo-XNb contêm como base de formação a fase  $\beta$ , devido a presença dos estabilizadores molibdênio e nióbio. O molibdênio tende a aumentar a resistência e diminuir o módulo de elasticidade da liga, sendo um

estabilizador da fase  $\beta$  a temperatura ambiente. Por sua vez, o nióbio é também um estabilizador da fase  $\beta$ , inerte, que reduz o módulo de elasticidade e aumenta a resistência da liga. A redução da rigidez e módulo de elasticidade é importante para que o material, quando utilizado como biomaterial, tenha um aspecto mais próximo ao osso humano (GABRIEL *et al.*, 2010; LUTJERING; WILLIAMS, 2007).

As propriedades mecânicas de um material descrevem suas características específicas, bem como as respostas destes componentes quando expostos a qualquer tipo de sollicitação, sejam tensões aplicadas, carregamentos, temperatura. Por conta da necessidade de conhecer limites e aplicações possíveis para componentes, o estudo das propriedades mecânicas dos materiais tem tamanha significância. Vale apontar que tais características são determinadas por fatores como a microestrutura, processamento dos materiais e composição química (ASKELAND; PHULÉ, 2011).

Este trabalho objetiva realizar um tratamento e análise de dados das propriedades mecânicas das ligas Ti-10Mo-XNb do tipo  $\beta$ , com variação no teor de nióbio, elemento estabilizador da fase  $\beta$ . Para tanto, os resultados de diferentes ensaios de caracterização foram tratados e comparados analiticamente e estatisticamente visando confrontar as discrepâncias físicas das técnicas de caracterização mecânica aplicadas e correlacionar tais métodos.

## **1.1 OBJETIVOS**

Os objetivos desta dissertação sintetizam o escopo da pesquisa e as temáticas desenvolvidas no trabalho.

### **1.1.1 Objetivo Geral**

Analisar métodos de determinação das propriedades mecânicas dureza e módulo de elasticidade em ligas de Ti-10Mo-XNb por meio do tratamento de dados de diferentes técnicas de caracterização: microdureza Vickers, pulso-eco ultrassônico e nanoindentação instrumentada, propondo um modelo de correção das discrepâncias entre os processos.

### 1.1.2 Objetivos Específicos

- i) Revisar sistematicamente a literatura de artigos publicados inerentes a temática de confrontamento das técnicas de caracterização mecânica aplicadas ao trabalho
- ii) Comparar os métodos de caracterização mecânica por nanoindentação instrumentada e microdureza Vickers para determinação da dureza em ligas Ti-10Mo-XNb;
- iii) Comparar os métodos de caracterização mecânica por nanoindentação instrumentada e pulso-eco ultrasônico para determinação do módulo de elasticidade em ligas Ti-10Mo-XNb;
- iv) Analisar matematicamente as discrepâncias entre as técnicas, propondo um modelo comparativo direto entre os resultados obtidos nos diferentes ensaios aplicados

## 2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Este capítulo destina-se a exposição de conceitos teóricos inerentes ao desenvolvimento do trabalho, tais como a descrição das ligas de Ti-10Mo-XNb, bem como os modelos para determinação das propriedades mecânicas destes materiais e relacionamento entre resultados já obtidos relativos aos mesmos.

### 2.1 LIGAS DE Ti-10Mo-XNb

As ligas Ti-10Mo-XNb contém como base de formação a fase  $\beta$  devido a presença dos estabilizadores molibdênio e nióbio. O molibdênio tende a aumentar a resistência e diminuir o módulo de elasticidade da liga, sendo um estabilizador da fase  $\beta$  a temperatura ambiente. Do mesmo modo, o nióbio é também um estabilizador da fase  $\beta$ , inerte, que reduz o módulo de elasticidade e aumenta a resistência da liga. A redução da rigidez e do módulo de elasticidade é importante para que o material, quando utilizado como biomaterial, tenha um aspecto mais próximo ao osso humano (GABRIEL *et al.*, 2010; LUTJERING; WILLIAMS, 2007).

As ligas de titânio- $\beta$  podem ser tratadas termicamente através do tratamento de solubilização ou envelhecimento. O primeiro consiste em elevar a temperatura do sistema acima da temperatura de transição  $\beta$  e, posteriormente, resfriar em água, resultando em uma fase  $\beta$  recristalizada. Outro modo de aplicar a solubilização consiste em aquecer abaixo da temperatura de transição  $\beta$ , ocasionando uma mistura das fases  $\beta$  e  $\alpha$ . Já o tratamento de envelhecimento pode ser realizado de diversas maneiras, dependendo do resultado almejado (GABRIEL, 2008).

Estudos comprovam que a partir da composição de 10% em massa de Mo é possível reter 100% da fase  $\beta$  na condição metaestável. Ligas do binário titânio-nióbio necessitam de cerca de 35% de Nb para estabilização da fase  $\beta$ , o que eleva consideravelmente o custo do material. Ao unir os elementos de liga citados, Nb e Mo, obtém-se ligas com alta resistência, baixo módulo de elasticidade e alta plasticidade, associando propriedades atraentes para aplicações na indústria biomédica (GABRIEL, 2008; XU *et al.*, 2008).

Mediante análises, percebe-se que o aumento do teor de nióbio nas ligas acarreta diminuição do volume da fase martensítica na liga. Tal fase possui elevada dureza como característica principal (GABRIEL, 2008).

A composição química das ligas pode ser obtida por meio do ensaio de microanálise por EDS, espectroscopia de raios X por dispersão em energia, apresentados na Tabela 1, sendo o resultado a média de três medidas em pontos aleatórios da amostra.

Tabela 1: Composição química via EDS das ligas Ti-10Mo-XNb, X=0, 3, 6, 9, 20, 30.

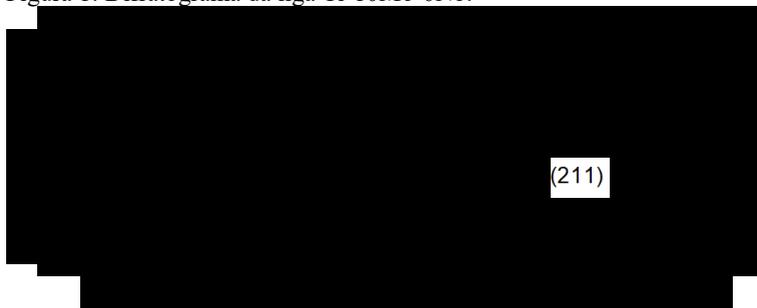
<b>Ligas</b>	<b>Ti (% em massa)</b>	<b>Mo (% em massa)</b>	<b>Nb (% em massa)</b>
<b>Ti-10Mo</b>	91,0	9,0	—
<b>Ti-10Mo-3Nb</b>	88,5	8,5	3,0
<b>Ti-10Mo-6Nb</b>	86,3	8,3	5,4
<b>Ti-10Mo-9Nb</b>	82,1	9,1	8,8
<b>Ti-10Mo-20Nb</b>	72,1	9,7	18,2
<b>Ti-10Mo-30Nb</b>	58,8	10,5	30,7

Fonte: Gabriel (2008) e Gabriel *et al.* (2010).

A análise da composição das ligas, Tabela 1, evidencia pequenas alterações dos teores nominais dos elementos, com variação de até 10% para o nióbio e 17% para o molibdênio, sendo que ambas ocorreram na mesma amostra, Ti-10Mo-6Nb.

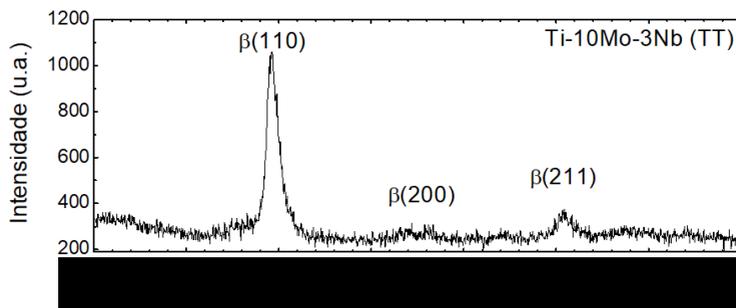
Para a verificação das fases constituintes em cada amostra, Gabriel (2008) e Gabriel *et al.* (2010) realizaram medidas de difratometria de raios X após a realização dos tratamentos térmicos. Na caracterização, Figuras 1 a 6, percebe-se que a fase predominante é a fase  $\beta$ .

Figura 1: Difratoograma da liga Ti-10Mo-0Nb.



Fonte: Gabriel (2010).

Figura 2: Difratoograma da liga Ti-10Mo-3Nb.



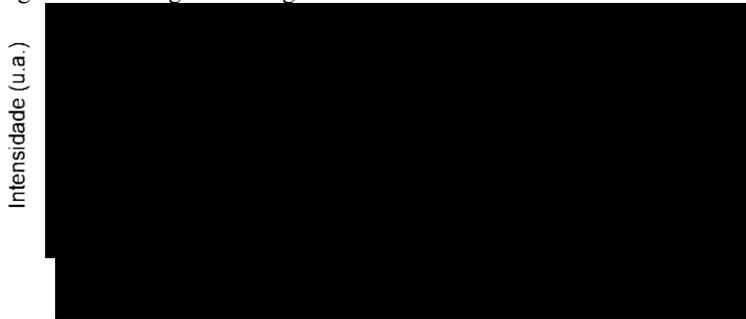
Fonte: Gabriel (2010).

Figura 3: Difratoograma da liga Ti-10Mo-6Nb.



Fonte: Gabriel (2010).

Figura 4: Difratoograma da liga Ti-10Mo-9Nb.



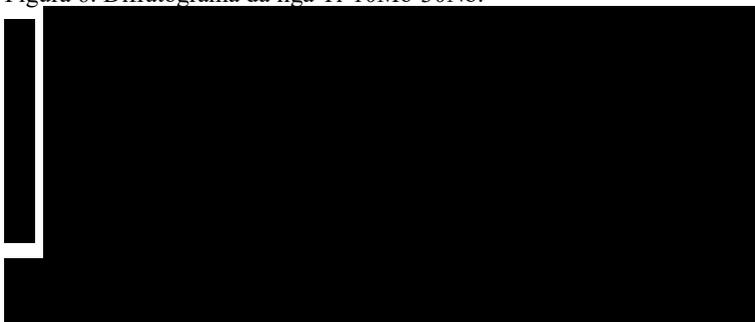
Fonte: Gabriel (2010).

Figura 5: Difratoograma da liga Ti-10Mo-20Nb.



Fonte: Gabriel (2008).

Figura 6: Difratoograma da liga Ti-10Mo-30Nb.



Fonte: Gabriel (2008).

Através da análise dos difratogramas das Figuras 1 a 6, constata-se que, em ligas com maiores teores de nióbio, tem-se picos de

intensidade mais elevados relativos a fase  $\beta$ . Outra conclusão que pode ser observada é a prevalência da fase  $\beta$  para todas as ligas estudadas.

As micrografias ópticas das ligas Ti-10Mo-XNb também são apresentadas neste tópico, Figuras 7 a 12, com imagens do material referentes às regiões central, inferior ou superior da amostra analisada.

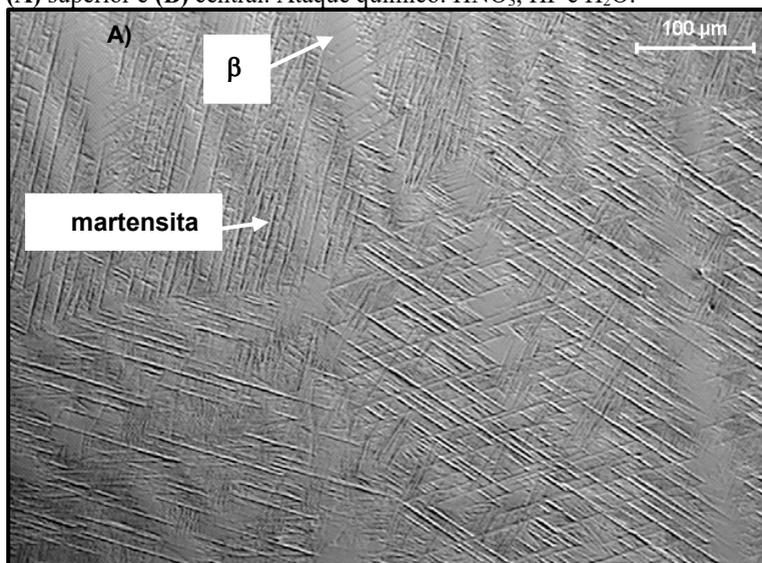
É perceptível que o aumento do teor de nióbio nas ligas acarreta diminuição do volume da fase martensítica, fase esta que possui elevada dureza como característica principal (GABRIEL, 2008).

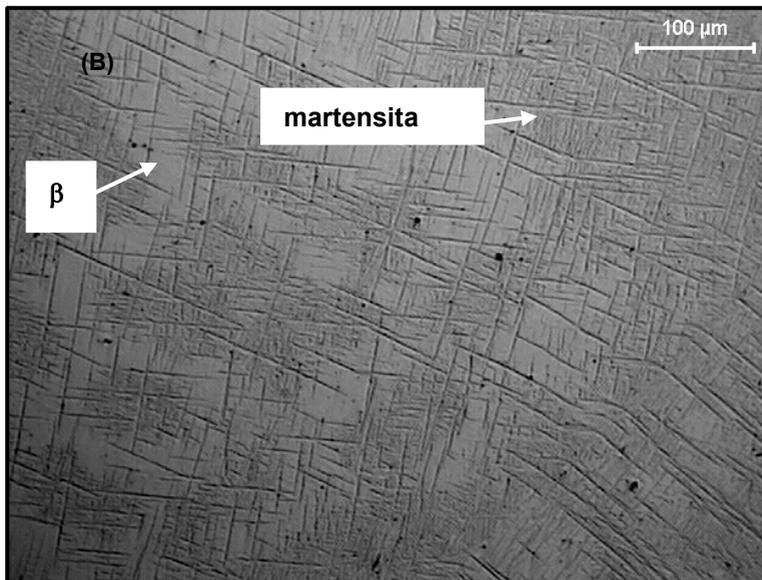
Perante observação, comprovam-se os estudos realizados por Xu *et al.* (2008) que enuncia que a partir da composição de 10% em massa de Mo, agente estabilizador da fase  $\beta$  bem como o nióbio, a fase  $\beta$  é dominante e em maiores concentrações a fase  $\beta$  é exclusiva.

A fase martensítica esteve presente nas ligas com teor de nióbio variando de 3% a 9%, diminuindo consideravelmente seu aparecimento em ligas com maiores teores de nióbio, comprovado pelas Figuras 7 a 12.

Vale apontar que foram analisadas diferentes partes da amostra, visando avaliar as microestruturas presentes e a homogeneidade do corpo de prova. Desse modo, a análise metalográfica nas figuras está nomeada com a composição química da liga apresentada e as regiões da amostra exibidas.

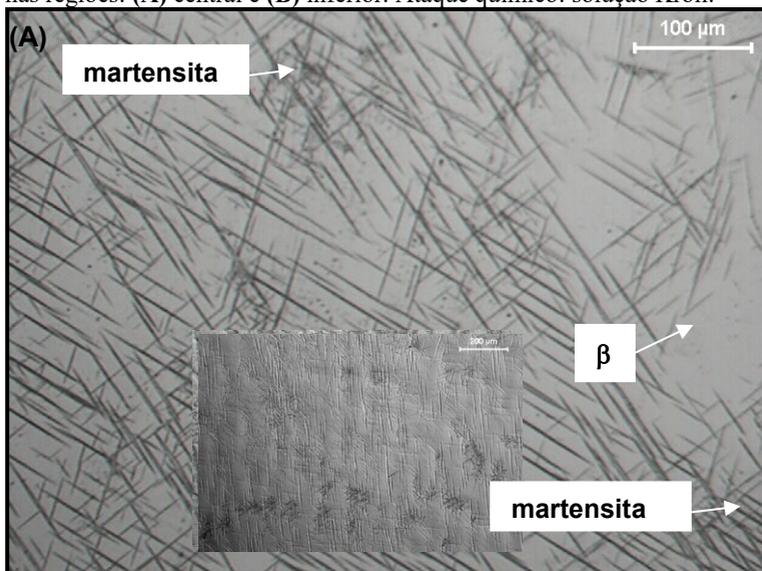
Figura 7: Micrografia óptica da liga Ti-10Mo tratada termicamente, nas regiões: (A) superior e (B) central. Ataque químico:  $\text{HNO}_3$ , HF e  $\text{H}_2\text{O}$ .





Fonte: Gabriel (2010).

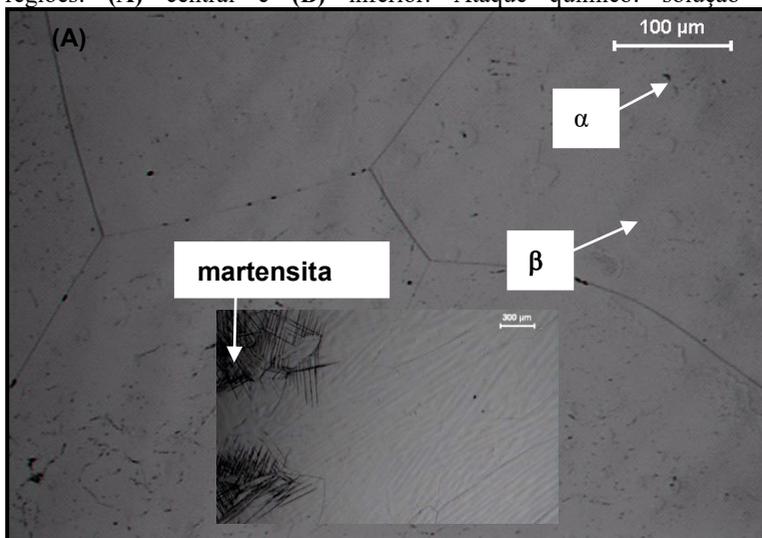
Figura 8: Micrografia óptica da liga Ti-10Mo-3Nb tratada termicamente, nas regiões: (A) central e (B) inferior. Ataque químico: solução Kroll.

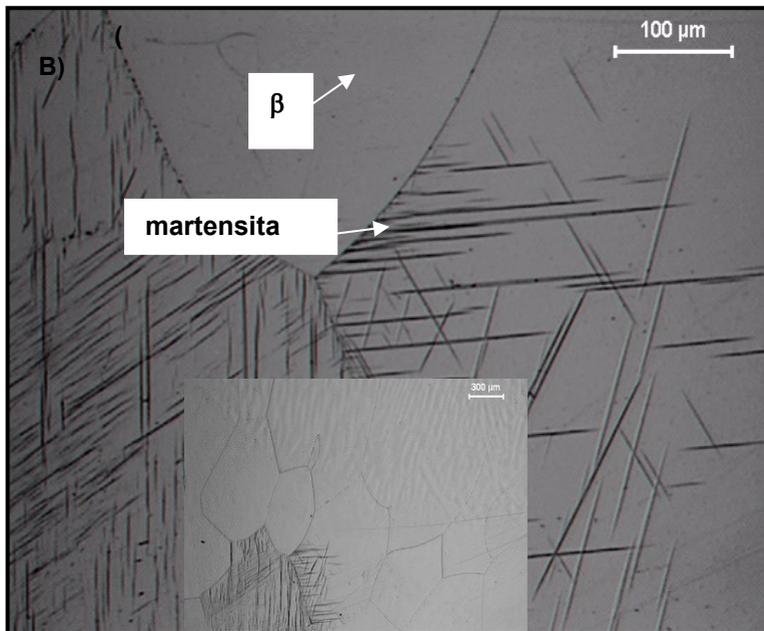




Fonte: Gabriel (2010).

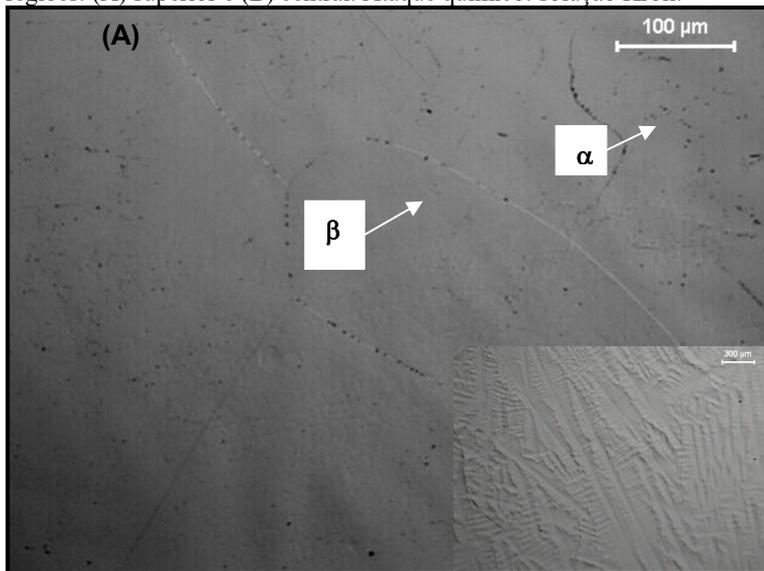
Figura 9: Micrografia óptica da liga Ti-10Mo-6Nb tratada termicamente, nas regiões: (A) central e (B) inferior. Ataque químico: solução Kroll.

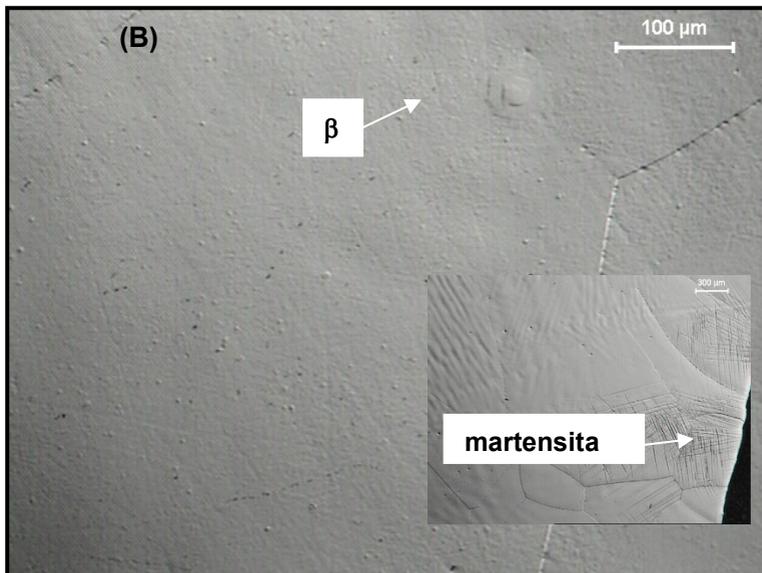




Fonte: Gabriel (2010).

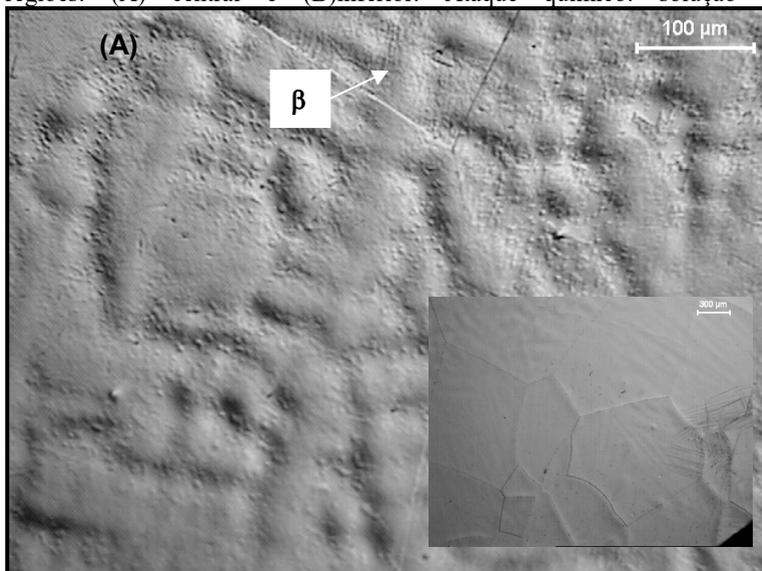
Figura 10: Micrografia óptica da liga Ti-10Mo-9Nb tratada termicamente, nas regiões: (A) superior e (B) central. Ataque químico: solução Kroll.

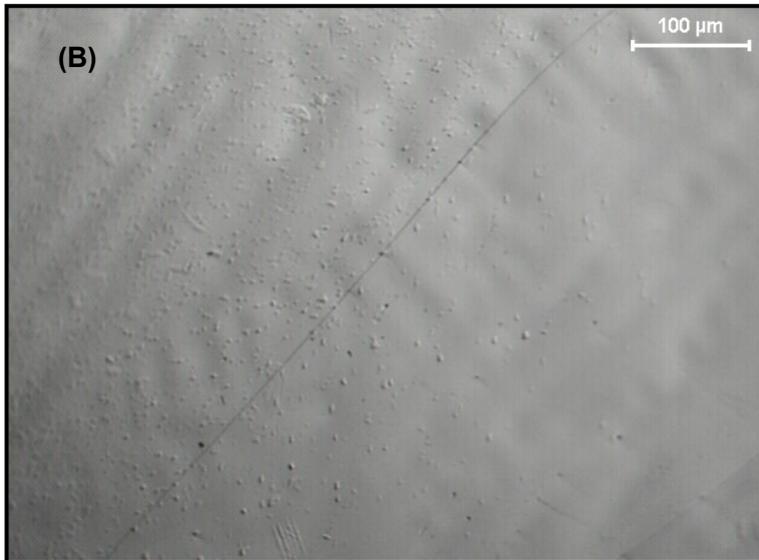




Fonte: Gabriel (2010).

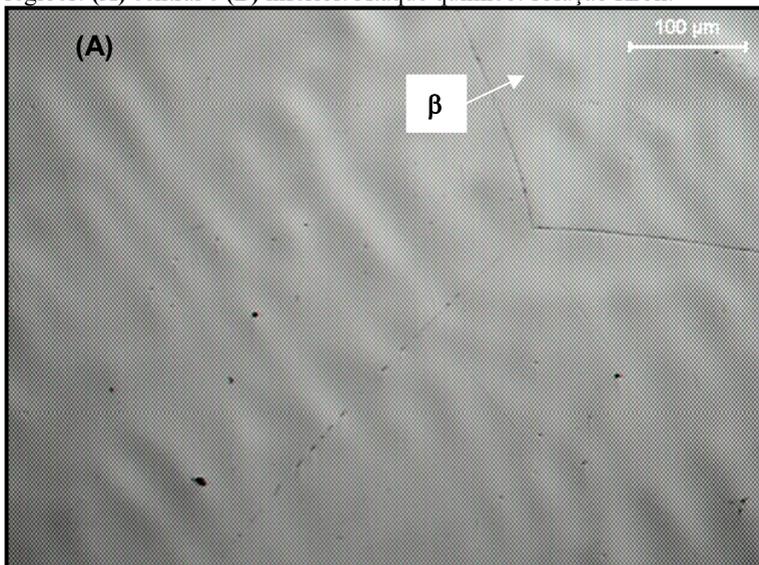
Figura 11: Micrografia óptica da liga Ti-10Mo-20Nb tratada termicamente, nas regiões: (A) central e (B) inferior. Ataque químico: solução Kroll.

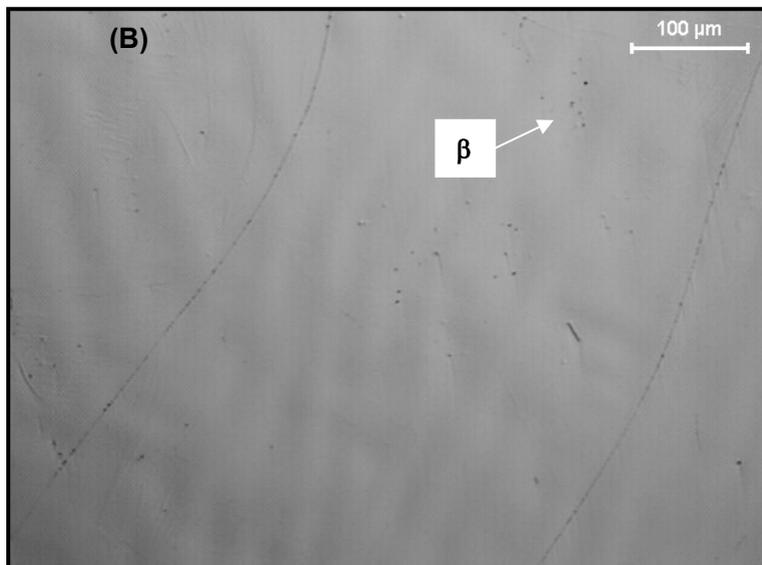




Fonte: Gabriel (2008).

Figura 12: Micrografia óptica da liga Ti-10Mo-30Nb tratada termicamente, nas regiões: (A) central e (B) inferior. Ataque químico: solução Kroll.

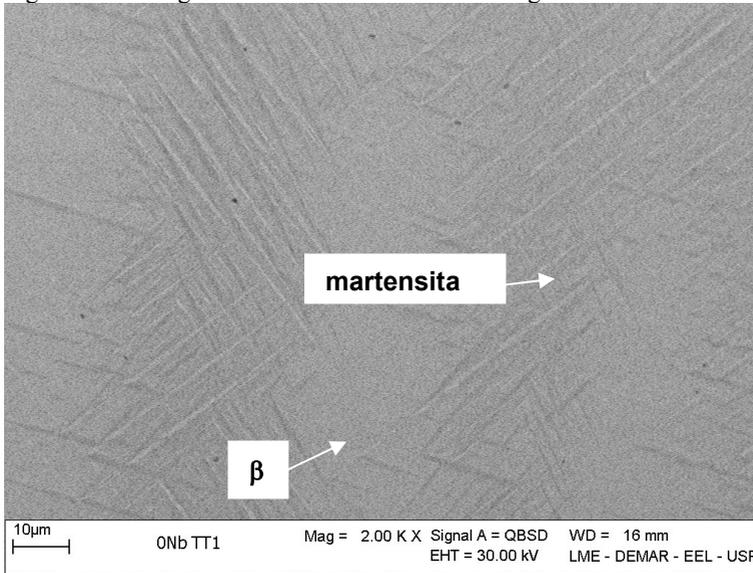




Fonte: Gabriel (2008).

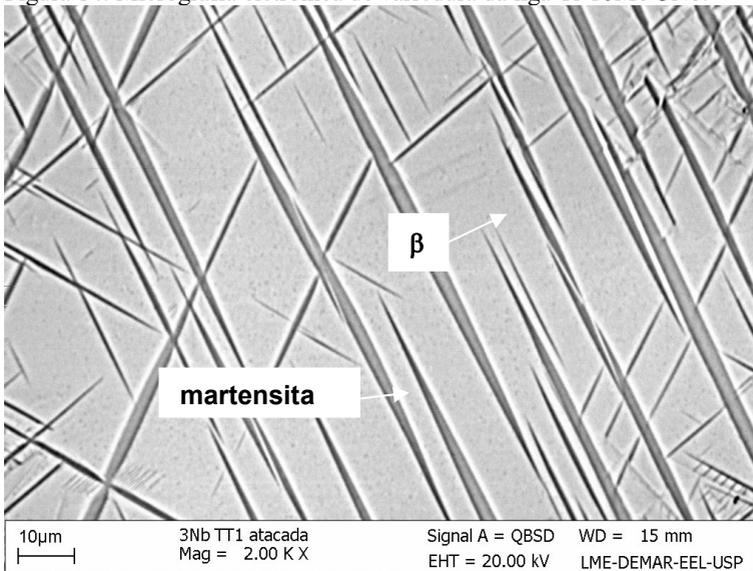
Comparando os difratogramas apresentados, percebe-se a ausência da fase martensítica na maioria das amostras, contrastando aos resultados apresentados na micrografia das ligas. Este fato pode estar relacionado a análise de uma pequena fração da fase na estrutura. Para verificação desta observação, Gabriel (2008) realizou análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV) na ligas Ti-10Mo e Ti-10Mo-3Nb como forma exemplificativa, apresentados na Figuras 13 e 14.

Figura 13: Micrografia eletrônica de varredura da liga Ti-10Mo.



Fonte: Gabriel (2010).

Figura 14: Micrografia eletrônica de varredura da liga Ti-10Mo-3Nb.



Fonte: Gabriel (2010).

O ensaio metalográfico via microscopia eletrônica de varredura comprova a existência da fase martensítica nas amostras da ligas Ti-10Mo e Ti-10Mo-3Nb, mesmo que a microestrutura não tenha sido detectada por difratometria de raios X, validando as análises realizadas.

## 2.2 MÉTODOS PARA DETERMINAÇÃO DA DUREZA E MÓDULO DE ELASTICIDADE

As propriedades mecânicas dos materiais descrevem o quanto um material resiste às solicitações aplicadas, sejam elas esforços trativos, compressivos, cíclicos ou quase estáticos. Um dos ensaios mais utilizados para caracterização dos materiais é o teste de dureza (ASKELAND; PHULÉ, 2008).

A dureza é definida como a resistência de um material a deformação plástica quando um ensaio de indentação é realizado, ou seja, sua determinação consiste em pressionar um penetrador sob carga específica e, subsequentemente, dimensionar a marca superficial impressa. Desse modo, correlaciona-se a tensão que o penetrador necessita para vencer a resistência superficial do material. Vale apontar que a dureza depende diretamente das forças de ligações químicas, do escorregamento de planos atômicos e da resistência mecânica de um material, sendo possível ser modificada por meio de tratamentos especiais, como tratamentos térmicos, trabalho a frio, adição de soluto, dentre outras alternativas (GARCIA; SPIM; SANTOS, 2012; GUDER *et al.*, 2010).

Outra propriedade de elevada importância para caracterização de um material é o módulo de elasticidade, ou módulo de Young, que é uma medida indicativa da rigidez elástica de um material, correspondendo a inclinação da parte linear da curva tensão – deformação, ou seja, da região de deformação elástica. O módulo de elasticidade depende tanto das ligações atômicas quanto da composição química do material (GARCIA; SPIM; SANTOS, 2012; ASKELAND; PHULÉ, 2008).

Concluindo, é relevante enfatizar que o módulo de elasticidade corresponde a uma propriedade mecânica elástica de um material e a dureza a uma propriedade mecânica plástica de um material.

### 2.2.1 Microdureza Vickers

O método matemático para determinação da dureza Vickers foi introduzido em 1925, baseado na análise da área superficial de um indentador de diamante com ângulo de 136° entre faces opostas. Dessa forma, o penetrador é praticamente indeformável devido a elevada resistência do diamante. A forma geométrica de contato considerada pode ser expressa pela diagonal do indentador, representado por um losango regular, com impressão final perfeita apresentando lados retos (GARCIA; SPIM; SANTOS, 2012; GUDER *et al.*, 2010).

Em suma, o penetrador é pressionado sobre o corpo de prova e, posteriormente, mede-se o comprimento da diagonal da impressão deixada na superfície do material.

A norma brasileira que determina os procedimentos para o ensaio de dureza Vickers é ABNT NBR NM ISO 6507-1 (2008).

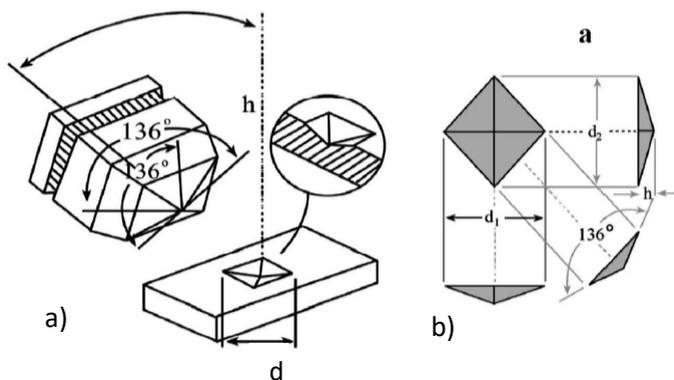
A formulação matemática para obtenção da dureza Vickers é dada pela Equação (1), uma relação entre a força de ensaio pela área da impressão:

$$H_V = \frac{P}{A} = 1,8544 \frac{P}{d^2} \quad (1)$$

Analisando a Equação 1, tem-se que  $P$  é igual a carga aplicada no ensaio, em Newtons (N),  $d$  a média do comprimento de duas diagonais do penetrador, em micrômetros ( $\mu\text{m}$ ),  $A$  a área de contato do indentador e 1,8544 é uma constante geométrica da pirâmide de diamante (GUDER *et al.*, 2010).

Uma representação do método Vickers é apresentada na Figura 15.

Figura 15: Representação do penetrador piramidal de diamante do método Vickers (a) e suas relações geométricas (b).

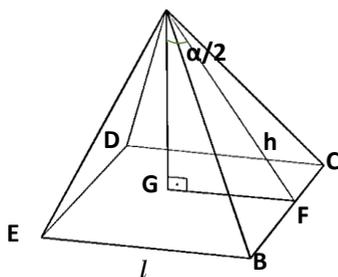


Fonte: (GUDER *et al.*, 2010).

Para melhor entendimento do método e sua fundamentação matemática, realizou-se a dedução da Equação (1), conforme segue descrita.

Consoante a Figura 15, o penetrador piramidal de base quadrada possui como área projetada no material a área superficial de 4 triângulos (BAC, CAD, DAE, EAB), que formam a pirâmide. Com base nestas afirmações e na Figura 16, segue dedução matemática.

Figura 16: Esboço pirâmide de base quadrada.



Fonte: Os autores (2017).

A dureza de um material,  $H_V$ , é dada por:

$$H_V = \frac{P}{A} = \frac{P}{4A_{\Delta}} \quad (2)$$

Baseando-se no triângulo ABC da Figura 16, com lado igual a  $l$  e altura  $h$ , tem-se que:

$$4A_{ABC} = 4 \frac{(BC)(h)}{2} = 2lh \quad (3)$$

Analisando o triângulo retângulo AFG da figura 11 percebe-se que o ângulo do mesmo é igual a metade do ângulo de incidência do indentador, ou seja, o ângulo do triângulo é igual a  $68^\circ$ . Além disso, pela Figura 11, seu lado é igual a metade de  $l$  e a hipotenusa igual a  $h$ .

Desse modo, utilizando conceitos básicos matemáticos e geométricos, tem-se a forma de cálculo da hipotenusa  $h$ .

$$\sin\left(\frac{\alpha}{2}\right) = \frac{FG}{AF} = \frac{\textit{cateto oposto}}{\textit{hipotenusa}} = \frac{\left(\frac{l}{2}\right)}{h}$$

$$h = \frac{\left(\frac{l}{2}\right)}{\sin\left(\frac{\alpha}{2}\right)} \quad (4)$$

Substituindo a Equação (4) em (3):

$$4A_{ABC} = 2lh = 2l \frac{\left(\frac{l}{2}\right)}{\sin\left(\frac{\alpha}{2}\right)}$$

$$4A_{ABC} = \frac{l^2}{\sin\left(\frac{\alpha}{2}\right)} \quad (5)$$

Como a base da pirâmide é quadrada (BCDE), pode-se calcular a diagonal da base ( $CE=BD$ ) com base no triângulo retângulo formado por BCE ou CED, com lados iguais a  $l$  e diagonal  $d$ .

$$\begin{aligned}
 d &= BD = CE \\
 d^2 &= l^2 + l^2 \\
 l^2 &= \frac{d^2}{2}
 \end{aligned} \tag{6}$$

Utilizando as Equações (2), (5) e (6), obtém-se a formulação final para cálculo da microdureza Vickers.

$$\begin{aligned}
 H_V &= \frac{P}{A} = \frac{P}{4A_{\Delta}} = \frac{P}{\frac{l^2}{\sin\left(\frac{\alpha}{2}\right)}} = \frac{P}{\frac{\frac{d^2}{2}}{\sin\left(\frac{\alpha}{2}\right)}} \\
 H_V &= P \frac{2 \sin\left(\frac{\alpha}{2}\right)}{d^2} = P \frac{2 \sin(68^\circ)}{\frac{d^2}{P}} \\
 &= 1,8544 \frac{P}{d^2}
 \end{aligned} \tag{1}$$

Desse modo, fica esclarecido a relevância do fator geométrico na constante usada para cálculo da dureza no método Vickers, Equação (1) (apresentada anteriormente), e que a área corresponde à área de contato (GUDER *et al.*, 2010).

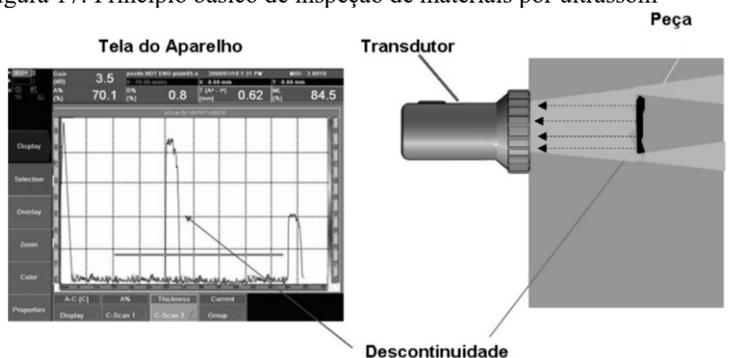
### 2.2.2 Pulso-Eco Ultrassônico

A análise de materiais via ultrassom pode ser realizada utilizando distintas técnicas de estudo. O ensaio é realizado por meio da passagem e propagação de ondas acústicas no meio de inspeção. Estas ondas acarretam movimento das partículas em torno do ponto de equilíbrio e podem ser capturadas para análise. O método pulso-eco ultrassônico consiste na propagação das diferentes frequências sonoras utilizando um

único transdutor para emissão e recepção dos sinais. Os chamados ecos são as ondas emitidas e transmitidas. Sabe-se que o espectro acústico com frequências compatíveis ao ouvido humano é na faixa de 20 Hz a 20.000 Hz. Já os ultrassons utilizados nos ensaios mecânicos estão na faixa de 1 MHz a 25 MHz, frequências consideravelmente superiores (BERUTTI, 2004; ANDREUCCI, 2014).

A Figura 17 mostra a representação do ensaio de ultrassom, no qual ondas sonoras percorrem um meio elástico e as discontinuidades ou características específicas da peça são detectadas pelos sinais enviados ao aparelho (ANDREUCCI, 2014).

Figura 17: Princípio básico de inspeção de materiais por ultrassom



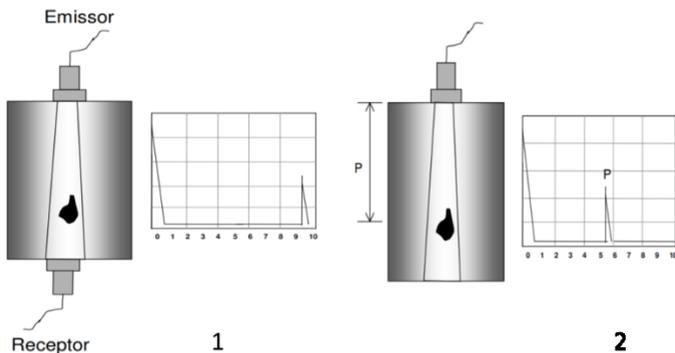
Fonte: (ANDREUCCI, 2014).

Vale apontar que ondas sonoras precisam de um meio material para propagação. As mesmas são induzidas na superfície do material a ser analisado se propagam e refletem, sendo então captadas por um receptor, o que possibilita sua análise. A mecânica de vibração é posteriormente recebida por um transdutor. Trata-se de um método não destrutivo e sem contato direto com o material em análise (BERUTTI, 2004; LIMA et al, 2005).

A inspeção de materiais por ultrassom pode ser realizada através da técnica de pulso-eco ou de transparência. O método pulso-eco, conforme já explicitado, tem um único transdutor para inspeções através da emissão e recepção do sinal. O método de transparência usa dois transdutores separados, um transmitindo e um recebendo os sinais, porém não é possível determinar a posição da descontinuidade ou localização na peça, técnicas representadas no diagrama esquemático apresentado na Figura 18 (TROMBINI, 2015).

A norma brasileira que determina os procedimentos para o ensaio de ultrassom é ABNT NBR 6002 (2015).

Figura 18: Diagrama esquemático das técnicas de transparência (1) e pulso-eco ultrassom (2)



Fonte: (ANDREUCCI, 2014).

Consoante a Figura 18, percebe-se que na técnica pulso-eco o mesmo transdutor emite e recebe o sinal, diferentemente da técnica de transparência.

Em termos dos resultados que podem ser obtidos, pode-se relatar acerca do módulo de elasticidade de um material ( $E_U$ ), o qual tem relação direta com a velocidade ultrassônica, que pode ser alcançada mediante associações entre dois tipos de velocidades da onda, a velocidade longitudinal ( $V_L$ ) e a velocidade Rayleigh ( $V_R$ ). Na onda longitudinal, as partículas vibram na direção da propagação da onda. Na onda Rayleigh, ou onda superficial, há duas componentes, uma longitudinal e uma transversal, sendo que na última as partículas movem-se em sentido perpendicular ao movimento das ondas. Em decorrência do processo de propagação, a velocidade de propagação é característica específica dos meios (LIMA *et al.*, 2005).

Para obtenção das propriedades mecânicas, deve-se portanto, determinar as velocidades longitudinal ( $V_L$ ) e transversal ( $V_T$ ) por meio da velocidade Rayleigh ( $V_R$ ) e, então, utilizar as equações mostradas. Vale ressaltar que uma limitação do método é o fato das relações serem válidas apenas para materiais isotrópicos, ou seja, aqueles que possuem as mesmas propriedades mecânicas independentemente da direção analisada (LIMA *et al.*, 2005).

Considerando o que foi dito e embasando-se nas equações das velocidades Rayleigh, longitudinal e transversal - Equações (7) a (9) - apresentadas por Berutti (2004), desenvolveu-se a dedução da equação que associa o módulo de elasticidade de um material,  $E$ , a sua densidade,  $\rho$ , e as velocidades acima elencadas por intermédio de modelamento matemático. Vale esclarecer que  $\nu$  corresponde ao coeficiente de Poisson, conceituado abaixo.

$$V_L = \sqrt{\frac{E_U (1 - \nu)}{\rho(1 + \nu)(1 - 2\nu)}} \quad (7)$$

$$V_T = \sqrt{\frac{E_U}{2\rho(1 + \nu)}} \quad (8)$$

$$V_R = \frac{(0,87\nu + 1,12\nu)}{1 + \nu} V_T \quad (9)$$

Conhecendo a velocidade Rayleigh,  $V_R$ , é possível obter a velocidade transversal,  $V_T$ , visto que o coeficiente de Poisson é uma propriedade mecânica para um dado material. Askeland (2008) conceitua coeficiente de Poisson como a relação entre as deformações transversal e longitudinal na região elástica.

Por meio de modelamento matemático com as equações das velocidades transversal e longitudinal, obtém-se a relação do módulo de elasticidade usando o método pulso-eco ultrassom, Equação 10.

$$E_U = \frac{\rho V_T^2 (3V_L^2 - 4V_T^2)}{(V_L^2 - V_T^2)} \quad (10)$$

Assim, o módulo de elasticidade do material,  $E_U$ , pode ser obtido por meio do método de análise ultrassom.

### 2.2.3 Nanoindentação Instrumentada

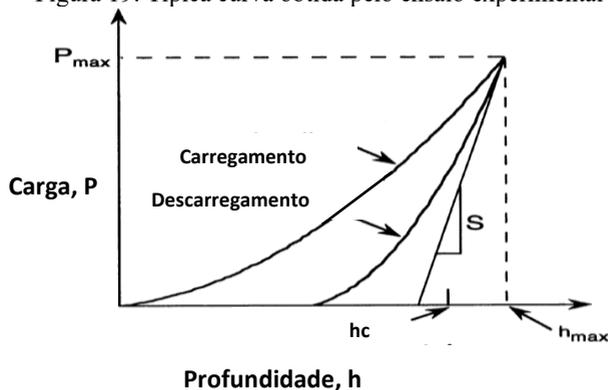
A nanoindentação, também intitulada como indentação instrumentada, é mais um método de determinação da dureza de materiais, em micro e nano escala. A técnica especialmente é usada para

estimar propriedades mecânicas como o módulo de elasticidade e dureza para pequenos volumes de material ou filmes finos. Uma grande vantagem a ser enunciada é o fato da análise não necessitar de imagens posteriores da impressão para cálculo da propriedade investigada (PHARR; OLIVER, 1992).

A norma internacional que determina os procedimentos para o ensaio de nanoindentação é ISO 14577 (2015).

A configuração do indentador mais utilizada é de uma pirâmide com base triangular, indentador de Berkovich, que será aplicada no presente trabalho. Diversas são as maneiras de determinar a dureza e o módulo de elasticidade por indentação, sendo amplamente empregado o método de Oliver e Pharr, em que continuamente há o controle da carga e da profundidade de penetração, durante o carregamento e o descarregamento, resultando em um diagrama conforme Figura 19 (PHARR, 1998).

Figura 19: Típica curva obtida pelo ensaio experimental de nanoindentação.

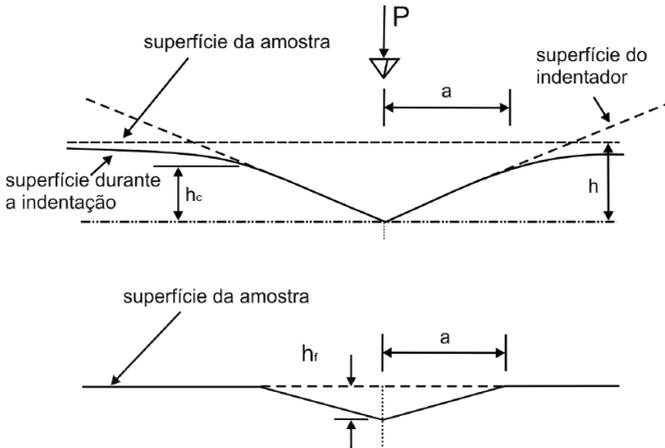


Fonte: Adaptado de PHARR; OLIVER (1992).

As curvas do carregamento e o descarregamento mostradas na Figura 19 diferenciam-se durante a indentação. Apesar de uma porção de deformação elástica do material, que tende a retornar ao estágio inicial, há também deformação plástica, irreversível. Tudo isto é considerado no modelamento matemático do método em questão.

A curva de carregamento, em seu ponto de máxima carga, é utilizada para cálculo da dureza do material, enquanto a curva de descarregamento é usada para determinação do módulo de elasticidade (N'JOCK *et al.*, 2015).

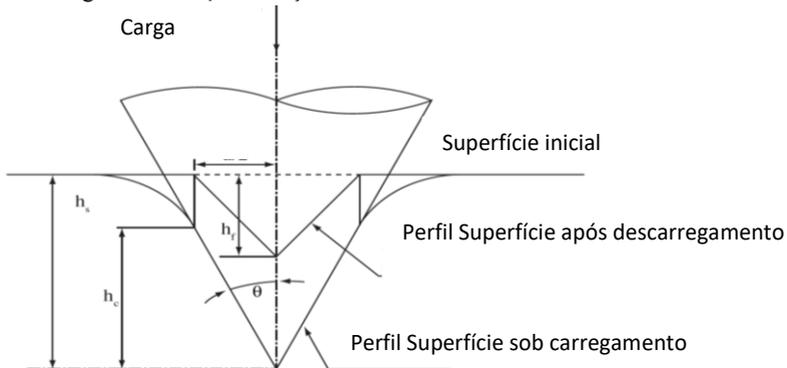
Figura 20 : Representação da superfície do material durante e após a indentação.



Fonte: (PHARR e OLIVER, 1992).

Analogamente a Figura 20, a Figura 21 representa de modo mais detalhado a ponta do indutor no início e final do processo de carregamento-descarregamento.

Figura 21 : Representação do indutor.



Fonte: (MEZA *et al.*, 2007).

Analisando as Figuras 20 e 21, é possível verificar que  $h$  corresponde a penetração de carga máxima total,  $h_c$  corresponde a profundidade da superfície efetiva de contato,  $h_s$  o deslocamento da superfície durante a indentação e  $h_f$  a profundidade da penetração após a retirada da carga, ou seja, após o fim do descarregamento.

$$h = h_c + h_s \quad (11)$$

No descarregamento o método de Oliver e Pharr (1992) propõe que a equação da curva é dada pela relação:

$$P = B(h - h_f)^m \quad (12)$$

Sendo  $P$  a carga de indentação,  $B$  e  $m$  parâmetros determinados para ajuste da curva,  $h$  o deslocamento total da superfície e  $h_f$  o deslocamento da superfície após retirada total da carga.

A profundidade da área de contato pode ser mensurada por:

$$h_c = h_{max} - \varepsilon \frac{P_{max}}{S} \quad (13)$$

Em que  $P_{max}$  é a carga máxima aplicada com deslocamento máximo da superfície,  $h_{max}$ ,  $\varepsilon$  é uma constante dependente da forma do indentador utilizado. Para o penetrador Berkovich usa-se  $\varepsilon$  igual a 0,75.

Outra variável integrante da Equação (13) é a rigidez elástica do material,  $S$ , que é dada pela derivada da curva de descarregamento em relação à profundidade no ponto de carga máxima:

$$S = \frac{dP}{dh} (h = h_{max}) = mB(h_{max} - h_f)^{m-1} \quad (14)$$

A dureza,  $H$ , é calculada no ensaio de indentação instrumentada pela Equação (15):

$$H = \frac{P_{max}}{A} \quad (15)$$

Em que  $P_{max}$  é a carga máxima e  $A$  a área de contato projetada do indentador, correspondente a  $h_c$  e igual a  $24,56h_c^2$  para o indentador de Berkovich.

Para obtenção do módulo de elasticidade através da técnica da indentação instrumentada, usando o método de Oliver e Pharr (1992), consideram-se as características do indentador e do material analisado, inicia-se com o cálculo do módulo de elasticidade reduzido,  $E_r$ :

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi} S_{max}}{2\beta_i \sqrt{A}} \quad (16)$$

Em que  $S_{max}$  corresponde a rigidez elástica na etapa de descarregamento no experimento, conforme Figura 19, a área,  $A$ , refere-se a área de contato projetada e  $\beta$  um fator geométrico dependente do indentedor, sendo igual a 1,034 para Berkovich.

Destaca-se que no carregamento e descarregamento, ou seja, durante o contato entre amostra e indentedor, ocorre deformação na superfície da amostra, devido a interação na ponta do indentedor. A Figura 20, apresentada anteriormente, elucidou de forma clara este fato em relação à amostra.

Relacionando o módulo de elasticidade do material,  $E_{OP}$ , ao módulo de elasticidade reduzido,  $E_r$ , tem-se:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu^2}{E_{OP}} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i}$$

De modo que:

$$E_{OP} = \frac{1 - \nu^2}{\frac{1}{E_r} - \frac{1 - \nu_i^2}{E_i}} \quad (17)$$

Em que  $\nu$  corresponde ao coeficiente de Poisson do material e  $\nu_i$  ao coeficiente de Poisson do indentedor.

Vale apontar que a norma regulamentadora, ISO 14577-1 (2002), classifica o ensaio de acordo com a carga aplicada sendo nível macro para  $2 \text{ N} \leq P \leq 30 \text{ kN}$ , nível micro para  $P \leq 2 \text{ N}$  e  $h > 0,2 \mu\text{m}$  e nível nano para  $h \leq 0,2 \mu\text{m}$  (ISO 14577-1, 2002).

Zinelis *et al.* (2015) aponta que o módulo de elasticidade e dureza quando determinado pela técnica usando parâmetros nanométricos apresenta valores discrepantes aos resultados de ensaios tradicionais devido a contribuição do possível filme óxido superficial formado e a elevada influência da rugosidade da amostra. Estes fatores podem ser minimizados se utilizada a escala macroscópico da carga aplicada no ensaio de indentação instrumentada.

## 2.3 REVISÃO SISTEMÁTICA DA LITERATURA

O uso de diversas tecnologias para obtenção de respostas referentes a características específicas de componentes e materiais favorece segmentos de pesquisa acadêmica e industrial, uma vez que é possível ter uma gama de processos para escolha do método a ser utilizado de acordo com os recursos disponíveis. Contudo, é necessário que seja viável confrontar estes processos de caracterização de modo direto, facilitando assim a intercambialidade entre resultados.

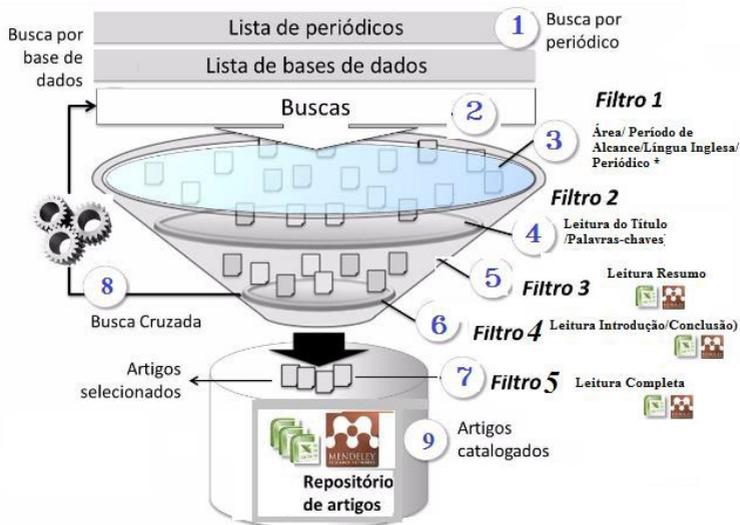
Este tópico do trabalho visa identificar e avaliar na literatura atual pesquisas relativas à temática mediante técnicas de revisão sistemática de literatura. Trata-se de um método para investigação e análise de resultados de buscas, que podem ser contínuas, até obtenção de um resultado não tendencioso, sendo necessário ser reproduzível por outros pesquisadores, com clareza de procedimentos (OLIVEIRA *et al.*, 2017).

Fernandes *et al.* (2018) pontua que a revisão sistemática é uma técnica científica para mapeamento de estudos e identificação de lacunas a serem preenchidas, contribuindo para o desenvolvimento teórico e compreensão de terminologias e estudos relevantes, auxiliando desse modo na construção de uma bibliografia sólida e confiável.

A pesquisa inicial deve ser realizada em periódicos referência da área. Portanto, tratam-se de estudos secundários, que utilizam como fonte de dados estudos primários. Então, deve-se selecionar plataformas para busca de dados e combinações de termos inerentes ao tema desenvolvido, ou seja, os logaritmos de busca que serão usados ou palavras-chave. A realização de filtros é necessária para melhor adequação ao tipo de documento desejado, dentro de critérios específicos e bem delimitados. O próximo passo é a leitura superficial dos arquivos e seleção daqueles que serão lidos completamente, isto é, os documentos alinhados ao escopo da pesquisa. Logo após, analisa-se àqueles relevantes que serão abordados no trabalho de pesquisa por meio de indicadores de avaliação de aderência e, por último, cataloga-se todos os selecionados para citação e organização da melhor maneira que o pesquisador julgar apropriado (OLIVEIRA *et al.*, 2017; FERNANDES *et al.*, 2018; GALVÃO; PEREIRA, 2014).

A representação visual da metodologia proposta e explanada acima está demonstrada na Figura 22.

Figura 22: Metodologia de Revisão Sistemática de Literatura.



Fonte: Oliveira *et al.* (2017).

A grande contribuição do método é a sistematização da pesquisa bibliográfica, podendo ser aplicada em qualquer área da ciência.

Conforto *et al.* (2011) enfatiza a importância que o rigor nas revisões de literatura desempenha, principalmente em pesquisas mais avançadas que exigem originalidade. Outro ponto abordado pelo autor é a ausência de correlações entre pesquisas quando este tópico é realizado superficialmente, comprometendo o progresso científico.

### 2.3.1 Aplicação da Revisão Sistemática da Literatura

Visando análise abrangente dos estudos já produzidos tangíveis ao tema objeto de pesquisa, promoveu-se um levantamento das publicações atuais por meio do método de revisão sistemática da literatura.

Para início da coleta de dados, foram adotadas as plataformas de pesquisa *Scopus*, *Scielo*, *Science Direct* e *Web of Science*. Visando alinhamento aos temas de análise, utilizou-se como palavras-chave na busca de artigos: *Titanium AND nanoindentation AND hardness AND "Vickers hardness"*; *Titanium AND nanoindentation AND "elastic modulus" AND "Vickers hardness"*; *Titanium AND nanoindentation AND "Young modulus" AND "Vickers hardness"*; *Titanium AND*

*nanoindentation AND “elastic modulus” AND ultrasound; Titanium AND nanoindentation AND “Young modulus” AND ultrasound.*

Após o levantamento dos artigos obtidos em cada busca, os mesmos foram analisados e selecionados para composição da dissertação de acordo com a aderência dos assuntos abordados e a técnica apresentada no tópico anterior. O resultado do levantamento em estado bruto e dos dados selecionados, assim como as palavras chaves utilizadas, encontram-se organizados na Tabela 2. Vale ressaltar que pode ocorrer repetição de artigos obtidos por diferentes plataformas de pesquisa.

Tabela 2: Resultado Pesquisa da base de dados.

Base de Dados (Número Artigos Brutos – Selecionados)								
Conjunto de Palavra-chave	Periódicos							
	Scopus		Web of Science		Science Direct		SciELO	
	Dados Brutos	Dados Selecionados	Dados Brutos	Dados Selecionados	Dados Brutos	Dados Selecionados	Dados Brutos	Dados Selecionados
	28	2	84	10	7	2	2	1
	12	6	49	12	4	2	2	1
	6	1	4	2	0	0	0	0
	2	1	2	0	1	0	0	0
	2	0	3	2	0	0	0	0
Conjunto de Palavra-chave	Busca							
1	<i>Titanium AND nanoindentation AND hardness AND “Vickers hardness”</i>							
2	<i>Titanium AND nanoindentation AND “elastic modulus” AND “Vickers hardness”</i>							
3	<i>Titanium AND nanoindentation AND “Young modulus” AND “Vickers hardness”</i>							
4	<i>Titanium AND nanoindentation AND “elastic modulus” AND ultrasound</i>							
5	<i>Titanium AND nanoindentation AND “Young modulus” AND ultrasound</i>							

Fonte: Os autores (2018).

Para este trabalho, foram selecionados apenas os artigos disponíveis gratuitamente, em texto completo, nas plataformas de busca. O conteúdo dos documentos escolhidos foi extraído e sintetizado no tópico abaixo intitulado “estudos relacionados”.

### 2.3.2 Estudos Relacionados

Após levantamento e avaliação da literatura atual aplicada à temática, a análise e descrição dos pontos principais dos artigos selecionados pertinentes à pesquisa foi realizada.

O estudo comparativo entre as técnicas para medição de dureza via nanodureza e microdureza, indentação instrumentada e método Vickers, foi explorado por Qian *et al.* (2005) baseando-se no ensaio de materiais metálicos e não metálicos usando os dois processos citados.

Como resultado, Qian *et al.* (2005) obtiveram a dureza via indentação instrumentada cerca de 10 a 30% maior que a dureza Vickers para todos os materiais analisados, cobre, silício, sílica fundida, liga níquel-titânio (51,33% Ni – 48,67% Ti), porém não houve a proposição de um modelo corretivo para os valores. A fundamentação matemática dos métodos é a principal explicação para tal diferenciação, conforme demonstrado na dedução das equações para cálculo da dureza via os dois processos apresentados neste trabalho. No ensaio de indentação pelo método Oliver-Pharr, a dureza é proveniente da relação da carga máxima com a área de contato projetada para o indentador, sendo esta maior que a área residual, conforme pode ser visto na Figura (20). Já no ensaio Vickers o cálculo da dureza considera a carga de trabalho pela área de contato, ou seja, após retirada da carga.

Outros autores já pesquisaram métodos corretivos comparativos dentre ensaios de dureza baseando-se nas técnicas Vickers à Knoop, principalmente aplicado à revestimentos (CHICOT *et al.*, 2008).

Já as técnicas de indentação instrumentada e ultrassom para obtenção do módulo de elasticidade de materiais foram estudadas comparativamente por Majumdar, Singh, Chakraborty (2008), mediante uso de diferentes amostras de ligas metálicas. Como resultado, percebeu-se que o módulo de elasticidade obtido pelo método de indentação instrumentada é invariavelmente menor que via método ultrassônico.

Uma possível explicação para tal fato reside no tamanho da superfície analisada no método de indentação, visto que a mesma pode não ter sido representativa em relação ao restante da amostra. Vale lembrar que o módulo de elasticidade para uma liga multifases é determinado pela fração volumétrica das fases individuais, sendo,

portanto, um fator com alta sensibilidade em ligas que não possuem fases totalmente homogêneas. Por outro lado, no método ultrassônico as velocidades de resposta são específicas para cada material e a densidade também, possuindo uma menor possibilidade de erro em termos de superfície escolhida para análise e, conseqüentemente, do resultado final da caracterização (MAJUMDAR; SINGH; CHAKRABORTY, 2008).

Vale ressaltar que, devido a importância das ligas Ti-Mo-Nb para aplicações biomédicas, estudos comparativos relacionados a outros métodos também foram realizados.

Xu *et al.* (2013) investigou o comportamento de ligas Ti-15Mo-XNb (X=5, 10, 15, 20 % em massa) por meio de parâmetros mecânicos e tribológicos. Como resultado, observou-se que o maior limite convencional de escoamento por compressão e o maior valor para microdureza Vickers foi obtido na liga Ti-15Mo-10Nb. Por outro lado, a menor medida do limite convencional de escoamento por compressão ocorreu na liga com menor teor de nióbio e a menor microdureza Vickers na liga com maior teor de nióbio. Além disso, observou-se que o principal mecanismo de desgaste desta liga é o desgaste adesivo.

Chelariu *et al.* (2014) experimentou ligas Ti-Nb-Mo expostas a solução salina e mediu a resistência a corrosão via impedância eletroquímica e polarização potenciodinâmica. Os autores comprovaram a capacidade de passivação das ligas quando em soluções salinas com concentrações próximas às dos fluidos do corpo humano, sendo que a adição de nióbio aumenta significativamente a resistência a corrosão em solução salina. No entanto, apesar de utilizar o mesmo material, o foco da pesquisa não tem relação direta a este trabalho.

Jiang *et al.* (2011) equacionou formas empíricas de obter a microdureza de compostos covalentes por meio de constantes específicas dos materiais, como exemplo o módulo de elasticidade, o módulo de elasticidade transversal e a ductilidade. Como resultado, obteve respostas com desvio de até 11,3%.

Ji, Yang e Li (2015) avaliaram a liga de titânio de fase  $\alpha$  exposta a compressão e tratada termicamente, com composição química igual a 6,69% Al, 2,26% Zr, 1,77% Mo, 2,25% V, 0,14% Fe e Titânio. A temperatura de tratamento variou de modo a obter ligas com fases  $\alpha$  de diferentes propriedades. Posteriormente, realizou-se análise de dureza utilizando os métodos macroscópico Vickers e nanoindentação. Os autores então relacionaram os valores obtidos por ambas técnicas e equacionaram uma relação matemática de ajuste. No artigo em questão, não foi explicitada a dedução da equação, Equação 18.

$$H_v = \frac{9,8 H_V}{1000 \sin(68)} \quad (18)$$

Sendo que 9,8 é a carga máxima aplicada, em Newtons, no ensaio Vickers,  $H_V$  corresponde a dureza obtida pela técnica Vickers,  $H_v$  a correção para obtenção da dureza Vickers baseada na área de contato projetada, utilizando desta forma o mesmo princípio que a nanoindentação instrumentada. O fator impulsor para proposição da Equação (18) na pesquisa em questão se deu em vista de que a dureza obtida pelo método de indentação instrumentada diminui a medida que a profundidade de indentação aumenta. Para eliminar este efeito, aplicouse o método macroscópico de medição Vickers, relacionando-o a técnica microscópica, em que é possível analisar separadamente as fases, conforme escopo do trabalho (JI; YANG; LI, 2015).

Lijima *et al.* (2011) analisaram as principais ligas metálicas comercializadas em aparelhos ortodônticos; aços inoxidáveis, cobalto-cromo-níquel, níquel-titânio, titânio- $\beta$ ; comparando os valores obtidos para as propriedades mecânicas dureza e módulo de elasticidade superficiais e com um corte transversal alcançados nos métodos de indentação instrumentada, Vickers e ensaio de tração. De acordo com a norma ISO 14577-1, a dureza Vickers pode ser comparada com a obtida via indentação instrumentada através da relação descrita na Equação (19).

$$H_V = 0,0924 H_{IT} \quad (19)$$

Sendo  $H_V$  a dureza obtida via ensaio Vickers e  $H_{IT}$  pelo ensaio de indentação instrumentada. Como resultado de Lijima *et al.* (2011), no teste de nanoindentação, a dureza aumentou com o decréscimo da profundidade do indentador, o que pode ser explicado pela formação de óxidos superficiais nos materiais analisados. Houveram discrepâncias entre os valores de dureza calculados nos ensaios em questão, devido ao ensaio de nanoindentação ser capaz de explorar uma área muito menor do material.

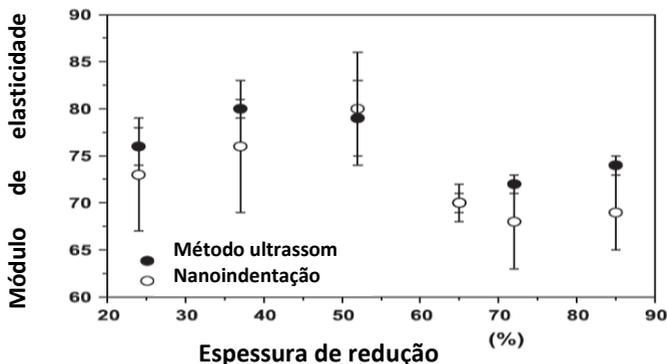
Souza *et al.* (2005) evidencia o uso de ligas de titânio em aplicações biológicas e pontua sobre a necessidade de elevar a resistência ao desgaste de tais materiais com uso de camadas superficiais. Os autores destacam inclusive a dificuldade de avaliação entre as diferentes técnicas de medição de dureza, visto que a nanoindentação não contempla plenamente a mensuração para materiais duros devido à dificuldade de

visualização da área final e para materiais com tratamentos superficiais, o penetrador profundo não ser capaz de demonstrar plenamente a correta dureza das diferentes camadas.

O estudo descrito acima se concentra em analisar os ensaios de nanoindentação para obtenção da dureza e módulo de elasticidade em amostras de titânio submetidas a tratamentos superficiais de deposição a plasma com diferentes gases e misturas através do uso do método de Oliver e Pharr (1992), avaliando as superfícies rugosas. Como resultado, têm-se a elevada dependência da temperatura e atmosfera de trabalho (SOUZA *et al.*, 2005).

Hayama *et al.* (2014) estudou a deformação de uma liga Ti-35 Nb exposta a técnica de conformação mecânica de laminação a frio. No trabalho, utilizou-se os métodos de nanoindentação e ultrassom para análise do módulo de elasticidade do material contendo o gráfico exposto abaixo, Figura 23.

Figura 23: Módulo de elasticidade de uma amostra deformada a frio medido pelas técnicas de nanoindentação e ultrassom.



Fonte: Hayama *et al.* (2014).

Hayama *et al.* (2014) também avaliaram a dureza e o módulo de elasticidade da liga através dos ensaios ultrassom e nanoindentação. Para avaliação do módulo de elasticidade, o método de ultrassom e a nanoindentação para a liga estudada apresentou, respectivamente, o módulo de elasticidade igual a  $(65 \pm 1)$  GPa e  $(63 \pm 3)$  GPa, assim como para a dureza Vickers e a nanoindentação, respectivamente  $(181 \pm 4)$  VHN,  $(194 \pm 6)$  VHN, sendo estes valores consideravelmente próximos.

Kim *et al.* (2004) analisaram as técnicas de indentação instrumentada e ensaio Vickers para análise da dureza de materiais

revestidos a plasma utilizando a carga crítica para fratura. Os autores concluíram que os resultados de dureza obtidos com a indentação instrumentada são altamente afetados devido a camada de revestimento, sendo mais adequado neste caso comparar as cargas críticas aplicadas.

Utilizando a mesma abordagem, Berriche *et al.* (1997) pesquisaram a técnica de indentação instrumentada com indentador do tipo cônico para análise das cargas críticas à fratura aplicadas a amostras de titânio revestidas, comparando a espessura da deposição. Como conclusão, obtiveram que há redução do módulo de elasticidade com o aumento da superfície depositada.

Ctibor *et al.* (2006), Chicot *et al.* (2013) e Yener *et al.* (2016) apontam a importância da homogeneidade da amostra no ensaio de nanoindentação instrumentada, visto que o resultado pode sofrer grande influência caso haja porosidade ou microtrincas no material, por exemplo.

Os autores recomendam o uso de elevadas cargas aplicadas visando trabalho em região plástica e redução dos desvios em relação as propriedades mecânicas microestruturais do material. Outro ponto analisado são os possíveis defeitos na ponta do indentador e a influência dos mesmos aos resultados. Para isso, foram usados 4 tipos de indentadores para análise da dureza e módulo de elasticidade da cerâmica  $TiB_2 - 60\%B_4C$ , baseando-se no método de Oliver e Pharr (CHICOT *et al.*, 2013).

A proposta apresentada por Chicot *et al.* (2013) acrescenta um fator referente ao tipo de defeito de ponta do indentador à Equação 10, profundidade de contato do indentador, assumindo que as possíveis imperfeições dos penetradores influenciem nas propriedades mecânicas dos materiais. Como resultado, demonstrou-se que, para materiais cerâmicos, a influência da correção é pequena e se mostra constante para o mesmo tipo de defeito, não acarretando alterações comparativas, por exemplo.

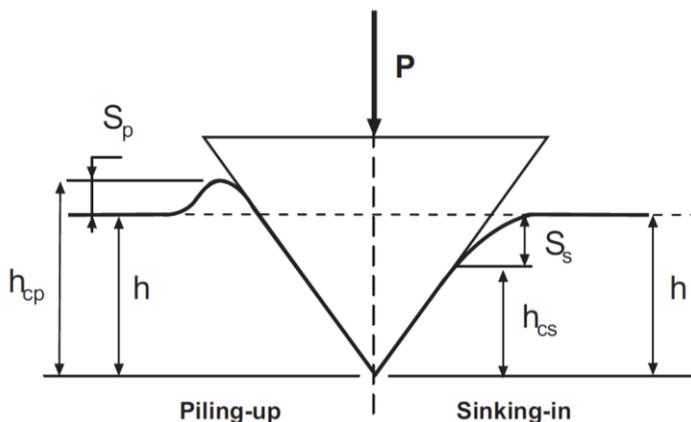
Bouzakis *et al.* (2003) também exploraram os tipos de defeitos da ponta do indentador aos resultados apresentados no ensaio de nanoindentação. Como conclusão, obteve que, caso a rugosidade do material não seja excessiva, um elevado número de amostras é capaz de minimizar erros de medida, principalmente quando os tipos de defeitos de ponta são idênticos.

N'Jock *et al.* (2015) apontam que, para materiais com relação entre a profundidade residual da indentação e a carga máxima de até 0,83, o fenômeno principal da deformação é através de empilhamento (*piling-up*), para aqueles com relação menor que 0,83, a deformação se dá por aprofundamento (*sinking-up*). Aos com relação igual a 0,83, ambos

fenômenos são obtidos. De acordo com os autores, esta descrição auxilia na escolha do indentedor apropriado para cada material.

A Figura (24) explicita os fenômenos *piling-up* e *sinking-up* descritos acima.

Figura 24: Representação do fenômeno *piling-up* e *sinking-up* com o indentedor Vickers.



Fonte: Adaptado de N'jock *et al.* (2015).

N'jock *et al.* (2015) afirmam que o método de cálculo de Oliver e Pharr é ideal para deformações do tipo *sinking-up* e o método de Loubet ideal para deformações do tipo *piling-up*. No experimento realizado pelos pesquisadores, analisou-se 8 diferentes tipos de materiais e comprovou-se a eficácia do critério do método de seleção exposto acima para indentedores do tipo Berkovich e Vickers. Porém, conforme pontuado pelos autores, métodos corretivos computacionais também são utilizados adequadamente para área projetada.

N'jock *et al.* (2016) em continuidade da linha de estudos apresentada, propôs uma metodologia única para cálculo do módulo de elasticidade dos materiais considerando a energia plástica e elástica.

A Equação (20), mostrada a seguir, expressa a relação entre a energia de trabalho total para deformação e a energia de trabalho na região elástica, em que  $\beta$  é igual a 1,05;  $\gamma$  é o coeficiente de Poisson dependente,  $k$  é igual a 5,17 quando a relação  $\left(\frac{U_E}{U_T}\right)$  é maior que 0,25, indicando deformação do tipo *sinking-in*, e  $k$  igual a 7,3 quando a relação  $\left(\frac{U_E}{U_T}\right)$  for menor que 0,15, indicando deformação do tipo *piling-up*. Além disso,

$P_{max}$  corresponde a carga máxima aplicada,  $C_T$  e  $C_f$  relacionam-se ao sistema de indentação e ao instrumento usado,  $E_R$  indica o módulo de elasticidade reduzido. Vale ressaltar que  $U_T$  corresponde ao trabalho total da deformação devido a indentação,  $U_P$  a energia de trabalho na região plástica e  $U_E$  a energia da região elástica, calculadas como a área do gráfico equivalente (N'JOCK *et al.*, 2016).

$$\frac{U_E}{U_T} = 1 - \frac{U_P}{U_T} = k \frac{4 \beta^2 \gamma^2}{\pi} P_{max} (C_T - C_f)^2 E_R \quad (20)$$

Os resultados obtidos no estudo de N'jock *et al.* (2016) foram satisfatórios para cálculo do módulo de elasticidade utilizando a energia de deformação, obtendo valores convergentes ao método de Oliver e Pharr (1992).

Nachev *et al.* (2015) e Su *et al.* (2006) utilizaram amostras de ligas com memória de forma para avaliar a alteração do módulo de elasticidade e dureza do material após 10 ciclos de carregamento-descarregamento no ensaio de indentação instrumentada. Os resultados demonstraram que não houveram alterações significativas nas respostas referentes a dureza das ligas, porém, o módulo de elasticidade sofre grande variação, até 68% de diferença, com multiciclos. Esta alteração pode ser relacionada a formação de aglomerados, com redução da densidade de defeitos do material ensaiado, de acordo com os autores do experimento. Outro ponto abordado na pesquisa de Su *et al.* (2006) foi a observação de que os indentadores apresentam deformação do tipo *piling-up* após ciclo térmico.

O ensaio de ultrassom foi utilizado por Dirras *et al.* (2016) para mensuração da constante elástica de ligas de TiHfZrTaNb. Inicialmente, por meio da técnica pulso-eco ultrassônica, a velocidade acústica longitudinal ( $V_L$ ) foi medida com a propagação das ondas sonoras, posteriormente, utilizou-se a técnica do espalhamento de Brillouin para obtenção da velocidade de Rayleigh ( $V_R$ ), dois métodos acústicos complementares. Com os valores de  $V_L$  e  $V_R$  é possível calcular a velocidade transversal,  $V_T$ , das ondas sonoras e o módulo de elasticidade da amostra. O método de Brillouin estabelece uma relação espaço-temporal de uma onda em um meio sem dispersão, o que é comum em materiais metálicos, que possuem características opacas (DIRRAS *et al.*, 2016). Em suma, sabe-se que os métodos são importantes e amplamente utilizados para caracterização mecânica, porém, devido a fatores específicos de cada processo, ocorrem discrepâncias entre os resultados

obtidos para um mesmo material, o que torna necessário um modelamento para comparação direta entre técnicas.

### 3 METODOLOGIA

Conforme Marconi e Lakatos (2003), este trabalho corresponde a uma dissertação científica argumentativa, ou seja, os dados apresentados serão interpretados e utilizados para solução do problema de pesquisa. Além disso, pode ser classificada como pesquisa aplicada, em que há o estudo de um problema relativo ao conhecimento científico no qual sua resolução é aplicável, com uso prático de seus resultados.

O projeto consiste no estudo de caso de amostras de ligas de Ti-10Mo-XNb ( $0 \leq X \leq 30$ ) que foram manufaturadas no laboratório da Escola de Engenharia de Lorena (Universidade de São Paulo), tratadas termicamente a 950 °C por 1 hora, resfriadas em água a temperatura ambiente e ensaiadas mecanicamente através de técnicas de Microdureza Vickers, Pulso-eco ultrassônico e nanoindentação instrumentada. A etapa experimental de fabricação e ensaios mecânicos foi realizada como parte integrante da tese de doutorado de Sinara Borborema Gabriel (2008) e as amostras foram previamente analisadas, porém sem contemplação da interpretação dos dados obtidos e com ênfase na influência da composição química nas fases presentes do material. Os ensaios de nanoindentação foram realizados por Alexandre Mikowski (2007) e também, previamente analisados (GABRIEL *et al.*, 2007).

Desse modo, o presente estudo, baseando-se nos resultados dos ensaios mecânicos já praticados, tratará e analisará os dados já obtidos, interpretando-os e investigando as divergências físicas apresentadas pelas diferentes técnicas de caracterização. Por fim, almeja-se tratar estatisticamente os resultados e propor um modelo matemático comparativo.

#### 3.1 MATERIAIS EM ESTUDO

Conforme exposto no item anterior, os dados analisados no presente trabalho foram obtidos através da continuidade do estudo de amostras previamente manufaturadas através da rota de processamento descrita.

As ligas de Ti-10Mo-XNb, com variação do teor de nióbio entre 0 e 30% em massa, foram produzidas e analisadas visando identificar a alteração das propriedades mecânicas com a composição química por Gabriel (2008).

O teor mínimo de molibdênio para garantir a estabilidade da microestrutura de fase  $\beta$  nas ligas de titânio a temperatura ambiente é de 10% em massa, fator relevante para escolha da composição química da

liga estudada. O efeito do teor de nióbio, elemento também estabilizador da fase  $\beta$ , foi analisado. Desse modo, as ligas possuíam composições que resultassem em 100% de fase  $\beta$  (GABRIEL *et al.*, 2008).

Inicialmente, as ligas foram preparadas com uso dos metais titânio comercialmente puro grau 2, molibdênio (>99,9%) e nióbio (>99,9%), sendo os mesmos decapados quimicamente com ácidos específicos para cada um e posteriormente fundidos em um forno a arco voltaico com eletrodo de tungstênio não consumível, cadinho de cobre resfriado a água, com atmosfera pura em argônio (99,999% de pureza) no início do processo. Para início da fusão, fez-se o vácuo ( $10^{-4}$  mbar) e purgas de argônio para manter a atmosfera controlada. Os lingotes foram fundidos a vácuo por cinco vezes para garantir total homogeneidade química. Posteriormente, os mesmos foram cortados e decapados, processo utilizado para retirada de impurezas superficiais. A decapagem química foi realizada com uma solução ácida de  $\text{HNO}_3$  e HF em proporção de 4:1, respectivamente. Em seguida, as amostras cortadas foram encapsuladas a vácuo em um tubo de quartzo para tratamento de solubilização. Então, as amostras foram tratadas termicamente a 950 °C por uma hora em um forno tubular e resfriadas em água a temperatura ambiente. Visando melhoria da qualidade superficial, as amostras passaram novamente pelo processo de decapagem química com uma solução ácida de  $\text{HNO}_3$  e HF em proporção de 4:1, respectivamente (GABRIEL *et al.*, 2008).

Em concordância ao já relatado, o estudo das propriedades mecânicas foi realizado nas amostras tratadas termicamente.

### 3.2 CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA E BASE DE DADOS

Com as ligas manufaturadas pelo processo descrito na seção anterior, as amostras tratadas termicamente foram caracterizadas mecanicamente por meio de ensaios de microdureza Vickers, método pulso-eco ultrassônico e nanoindentação instrumentada, que serão detalhados.

Os resultados obtidos foram previamente realizados por estudos de Gabriel (2008) e analisados com ênfase na influência da composição química nas fases presentes do material, sem ainda uma pesquisa detalhada e focada em termos de caracterização mecânica e comparativa entre tais processos. Além disso, a base de dados brutos não contempla análise matemática e estatística das técnicas visando exame aprofundado das discrepâncias físicas entre métodos.

### 3.2.1 Microdureza Vickers

O ensaio de microdureza Vickers foi realizado em um equipamento da marca BUEHLER, modelo Micromet 2004.

Para tanto, as amostras das ligas Ti-10Mo–XNb foram preparadas superficialmente através de etapas de embutimento, lixamento e polimento, sendo então aplicada uma carga de 100 gf (gramas-força) por um tempo em carga máxima de 30 segundos, repetindo a medida 10 vezes para obtenção da média dos resultados (GABRIEL *et al.*, 2007).

### 3.2.2 Método Pulso-Eco Ultrassônico

Para análise do módulo de elasticidade das ligas Ti-10Mo–XNb a técnica de ultrassom foi realizada conforme norma técnica ASTM E494-15 (2015). Amostras de espessura de 5 mm e diâmetro médio de 15 mm foram ensaiadas com uso de um transdutor com cristais piezelétricos de frequência de 5 MHz em contato com a amostra usando um acoplamento de mel de abelha entre a peça e o cabeçote do transdutor, visando minimizar interferências. Utilizando o equipamento Tektronix, modelo TDS 420A, realizou-se o ensaio de 3 amostras no sentido longitudinal e transversal e obteve-se os tempos de voo longitudinal e transversal, o que possibilitou calcular as velocidades sonoras longitudinal e transversal (velocidade igual a distância percorrida, ou seja, espessura da peça, dividido pelo tempo de voo) (GABRIEL *et al.*, 2010; BERUTTI, 2004).

### 3.2.3 Nanoindentação Instrumentada

A técnica de nanoindentação instrumentada destina-se a obtenção das propriedades mecânicas dureza e módulo de elasticidade.

O equipamento utilizado para pesquisa foi um NanoindenterXP da MTS Systems Corporation, com faixa de aplicação em teste para cargas mínima e máxima de 10  $\mu$ N e 500 mN, possuindo resolução igual a 0,5 nN. O nanoindentador apresenta profundidade de penetração mínima igual a 5 nm e máxima de 40  $\mu$ m, possuindo resolução igual a 0,5 nm (MIKOWSKI, 2008).

Para os testes, foi aplicada uma carga máxima de 400 mN com 10 ciclos completos de carregamento e descarregamento utilizando uma profundidade de impressão do indentador de aproximadamente 2  $\mu$ m. Vale ressaltar que foi utilizada a ponta do tipo Berkovich, indentador de diamante com forma geométrica piramidal de três lados com base triangular.

Em cada amostra foram feitas 3 matrizes (3 x 3), totalizando 27 indentações por amostra, distanciadas de 0,5 mm entre si.

Antes do ensaio é necessário que seja realizada a calibração da ponta do indentador e ajustada a área de contato projetada de acordo com os resultados obtidos no processo de calibração que foi realizado (MIKOWSKI, 2008).

Posteriormente, foram analisados separadamente os resultados da caracterização mecânica para regiões de fase predominantemente  $\beta$  e predominantemente martensítica, de acordo com os pontos de análise metalográfica, em amostras que apresentaram ambas as fases de modo relevante, visando investigação da influência da região de indentação com os resultados das propriedades obtidos.

### 3.3 TRATAMENTO E ANÁLISE DOS DADOS

Utilizando a base de dados brutos dos resultados obtidos em cada método de caracterização da dureza e do módulo de elasticidade, propriedades mecânicas das ligas Ti-10Mo-XNb, foi realizado um tratamento estatístico dos mesmos.

Inicialmente, a média para cada conjunto de dados foi calculada. A média é uma medida da tendência central de um grupo de observações. Há diversas maneiras de mensurar tal distribuição, sendo aplicada neste trabalho a média aritmética. Para o cálculo, é realizada a soma de todos os valores e o resultado é dividido pelo número de observações realizadas (MOORE, 2011).

Matematicamente, a média pode ser descrita como a relação entre o somatório das variáveis aleatórias dividido pelo número total de observações, conforme Equação (21).

$$X = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad (21)$$

Na Equação 21, a variável  $X$  corresponde a média aritmética das propriedades mecânicas e  $x_i$  demonstra o resultado para cada método de análise, sendo  $n$  o total de repetições para cada técnica.

A comparação da variação em diferentes conjuntos de dados é realizada por meio de medidas de dispersão, sendo aplicada neste trabalho o desvio padrão das observações, que é um indicativo estatístico do

quanto os resultados se afastam da média. Sendo assim, altos desvios demonstram que há grande variabilidade dos dados (MOORE, 2011).

O desvio padrão é calculado por meio da Equação (22).

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - X)^2}{n - 1}} \quad (22)$$

Na Equação (22), os parâmetros  $X$ ,  $x_i$  e  $n$  são os mesmos apresentados na Equação (21) e a variável  $\sigma$  representa o desvio padrão.

Os resultados foram representados de maneira gráfica com a exposição do intervalo de confiança para cada grupo de dados. O intervalo de confiança pode ser entendido como os limites superior e inferior de determinado conjunto de observações, ou seja, uma margem de erro. Para tal análise, há um nível de confiança ou precisão de estimação para cada conjunto de dados que exprime a probabilidade da afirmação, ou seja, um intervalo com nível de confiança de 95% indica que temos 95% dos resultados corretos (MONTGOMERY; RUNGER, 2016; MOORE, 2011).

Baseando-se na distribuição normal de probabilidades, pode-se exprimir os resultados por meio da seguinte representação, Equação (23).

$$\text{Resultado} = X \pm \alpha \sigma \quad (23)$$

Desse modo, tem-se o resultado expresso como a média,  $X$ , com a variação da margem de erro igual ao número de desvios padrões da média que serão usados para análise,  $\alpha$ . Ao utilizar  $\alpha=1$ , ou seja, 1 desvio padrão expresso na margem de erro, tem-se 68% das observações; para  $\alpha=2$ , 95% e  $\alpha=3$ , 99,7% (MONTGOMERY; RUNGER, 2016; MOORE, 2011).

Para o comparativo entre os valores obtidos em cada técnica de caracterização mecânica, foi realizada uma análise de regressão linear, uma maneira de modelar matematicamente e explorar relações entre variáveis. Para tanto, um diagrama de dispersão é plotado em um sistema bidimensional de coordenadas, com os valores dispersos aleatoriamente em torno de uma linha reta, ou seja, um gráfico com relação linear. No caso ideal, o coeficiente angular da reta tende a 1 (um), enquanto que, o coeficiente linear da reta tende para 0 (zero). Posteriormente a equação da reta e o coeficiente de correlação são obtidos, mensurando a representatividade da associação entre variáveis. Em suma, a correlação,  $R$ , é um indicador da qualidade do ajuste, sendo um número entre -1 e 1. Sua interpretação é de que quanto mais forte a relação entre as variáveis

na associação linear, mais próximo dos valores extremos a correlação estará (MONTGOMERY; RUNGER, 2016; MOORE, 2011).

Outro método estatístico aplicado no tratamento dos dados foi a análise de variância, ou ANOVA, técnica eficiente para análise estatística de experimentos aleatorizados. O objetivo do estudo da análise de variância é analisar as diferenças entre as médias aritméticas dos grupos a partir de uma análise na variação dos dados. Supondo que haja um fator de interesse com  $k$  tratamentos distintos, ou seja,  $k$  diferentes níveis de um único fator para comparação em um dado experimento, sendo que a resposta de cada um dos  $k$  tratamentos é uma variável aleatória (MONTGOMERY; RUNGER, 2016; WERKEMA; AGUIAR, 1996).

A base para a ANOVA é a comparação dos fatores por meio de um teste de hipóteses, no qual compara-se a igualdade das médias ou variâncias como uma hipótese e, caso seja verdadeira, aceita-se tal hipótese e conclui-se a igualdade como válida. A aprovação ou não do teste de hipóteses é realizado por meio de fatores estatísticos, como o teste  $F$  ou valor  $p$ . Vale apontar que para este tipo de experimento considera-se que o erro é normal e independentemente distribuído com média zero e variância constante. Ademais, considera-se que as observações foram aleatórias e o ambiente em que os tratamentos foram realizados é o mais uniforme possível, temos desse modo um planejamento experimental denominado planejamento completamente aleatorizado, ou PCA (MONTGOMERY; RUNGER, 2016; WERKEMA; AGUIAR, 1996).

O modelamento matemático para aplicação da análise de variância para um fator é demonstrado pela Equação (24).

$$x_{ij} = \mu + \tau_i + \varepsilon_{ij}, \text{ em que } i = 1, 2, \dots, k \text{ e } j = 1, 2, \dots, n. \quad (24)$$

Em que  $x_{ij}$  é o valor da variável resposta, ou seja, uma variável aleatória denotando a  $ij$ -ésima observação;  $\mu$  um parâmetro comum a todos os tratamentos, sendo a média global de todos os tratamentos;  $\tau_i$  um parâmetro associado ao efeito do  $i$ -ésimo tratamento e  $\varepsilon_{ij}$  o erro aleatório associado à  $x_{ij}$  (MONTGOMERY; RUNGER, 2016).

O quadro típico de saída de uma análise de variância para um experimento com um único fator do modelo pode ser visto no Quadro 1.

Quadro 1: ANOVA para um fator

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Média quadrática	$F_0$
Tratamentos	$SQ_{\text{Tratamentos}}$	k-1	$MQ_{\text{Tratamentos}}$	$F_0 = \frac{MQ_{\text{Tratamentos}}}{MQ_E}$
Erros	$SQ_E$	k(n-1)	$MQ_E$	
Total	$SQ_T$	kn-1		

Fonte: (MONTGOMERY; RUNGER, 2016).

No Quadro 1 são mostradas as saídas da ANOVA, sendo que, usando o método dos mínimos quadrados, tem-se a média quadrática dos tratamentos,  $MQ_{\text{Tratamentos}}$ , que corresponde a uma relação entre variação total dos tratamentos e os graus de liberdade de tal componente; a média quadrática do erro,  $MQ_E$ , correspondente a uma relação entre a diferença entre as observações dentro de um tratamento e as médias globais de tal tratamento, ou seja, os erros e os graus de liberdade de tal componente. E o parâmetro de aceitação, fator  $F_0$ , que relaciona a variação entre as médias amostrais e a variação entre indivíduos na mesma amostra (MOORE, 2011; MONTGOMERY; RUNGER, 2016).

Foram realizadas 112 análises de variância entre ligas e 16 testes dentre métodos para exploração dos dados.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A seguir serão apresentados os resultados e discussão da caracterização mecânica das ligas.

### 4.1 CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA

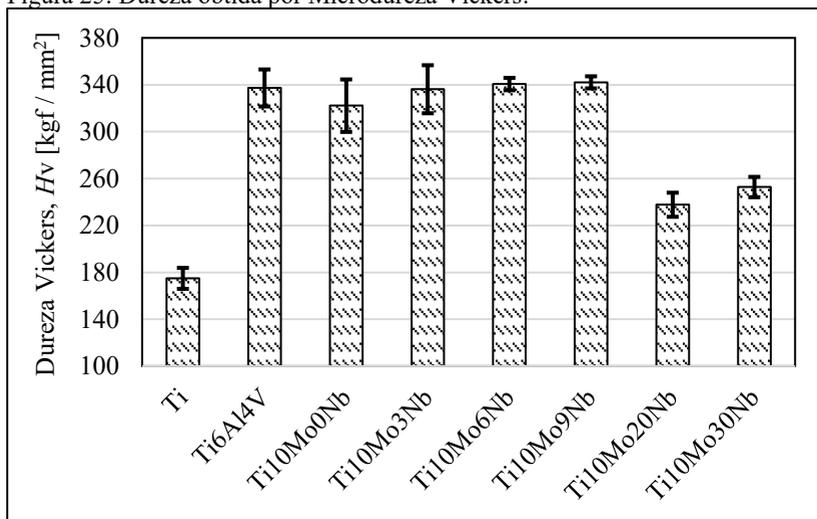
Nesta seção serão expostos os resultados obtidos para dureza e módulo de elasticidade nos ensaios de microdureza Vickers, nanoindentação instrumentada e ultrassom pelo método pulso-eco.

#### 4.1.1 Dureza obtida por Microdureza Vickers

A dureza Vickers foi obtida mediante cálculo da média das dez medidas do teste de dureza realizado nas amostras em análise, Ti-10Mo-XNb (X = 0, 3, 6, 9, 20, 30), no Ti (cp) e no Ti-6Al-4V. Nota-se que todas as ligas apresentam dureza maior que o titânio comercialmente puro, com pequenas variações entre a liga de Ti6Al4V e as ligas Ti10Mo0Nb, Ti10Mo3Nb, Ti10Mo6Nb, Ti10Mo9Nb.

Os resultados dos ensaios foram organizados numa representação gráfica, Figura 25.

Figura 25: Dureza obtida por Microdureza Vickers.



Fonte: Os autores (2018).

Observou-se que de 0% a 9% de Nb, a dureza da liga é maior que com teores mais elevados, Ti10Mo20Nb e Ti10Mo30Nb, legitimando a metalografia realizada nas amostras que demonstram a presença da fase martensítica em ligas com tais teores. Vale apontar, conforme já descrito no presente trabalho, que a martensita é uma fase que apresenta dureza elevada, corroborando assim para os resultados apresentados em ligas nas quais a fase martensítica está presente.

Além disso, de acordo com a literatura, é mais uma confirmação da teoria de Xu *et al.* (2008) de que a fase martensítica não estará presente em ligas com teores de nióbio acima de 10%, sendo esperado, portanto, menores resultados para dureza em tais ligas. Outro ponto abordado pelos autores e confirmado com os resultados obtidos é o fato de que todas as ligas apresentam valores maiores de dureza Vickers quando comparadas ao titânio comercialmente puro, predominantemente de fase  $\alpha$ , tipicamente com menor resistência.

Outros comparativos já apresentados na literatura são de Meza *et al.* (2007) para o titânio (cp) cujo resultado foi de 158,1 Hv, denotando uma diferença de cerca de 10% dos valores obtidos no experimento, evidenciando que não há grande disparidade com demais referências.

Aplicando um tratamento estatístico nas observações, análise de variância, tem-se a resposta em relação as diferenças entre as médias aritméticas dos grupos a partir de uma análise na variação dos dados, conforme Quadro 2. No quadro, o índice indicado com “SD” e “NSD” representam que as médias são significativamente diferentes e que as médias não são significativamente diferentes, respectivamente.

Quadro 2: Análise de Variância para Microdureza Vickers.

Microdureza Vickers, Hv								
	Ti	Ti6Al4V	Ti10Mo0Nb	Ti10Mo3Nb	Ti10Mo6Nb	Ti10Mo9Nb	Ti10Mo20Nb	Ti10Mo30Nb
Ti	-	SD	SD	SD	SD	SD	SD	SD
Ti6Al4V	-	-	NSD	NSD	NSD	NSD	SD	SD
Ti10Mo0Nb	-	-	-	NSD	SD	SD	SD	SD
Ti10Mo3Nb	-	-	-	-	NSD	NSD	SD	SD

<b>Ti10Mo6Nb</b>	-	-	-	-	-	NSD	SD	SD
<b>Ti10Mo9Nb</b>	-	-	-	-	-	-	SD	SD
<b>Ti10Mo20Nb</b>	-	-	-	-	-	-	-	SD
<b>Ti10Mo30Nb</b>	-	-	-	-	-	-	-	-

Fonte: Os autores (2018).

Por meio do uso da ANOVA, com nível de significância de 5%, pode-se destacar que as médias não são significativamente diferentes para a liga Ti6Al4V e Ti10MoXNb, com X = 0, 3, 6, 9. Todas as ligas possuem microestruturas semelhantes, mistura de fases  $\beta$  e martensítica, conforme demonstrado pela análise de microscopia óptica.

#### 4.1.2 Módulo de Elasticidade obtido por Ultrassom

O módulo de elasticidade via ensaio de ultrassom foi calculado baseando-se na Equação (10) apresentada na seção 2.2.2 do presente trabalho. Os dados das velocidades longitudinais e transversais utilizados para o cálculo do módulo de elasticidade encontram-se organizados na Tabela 3.

Tabela 3: Velocidades Transversal e Longitudinal das ligas obtidas via Ultrassom.

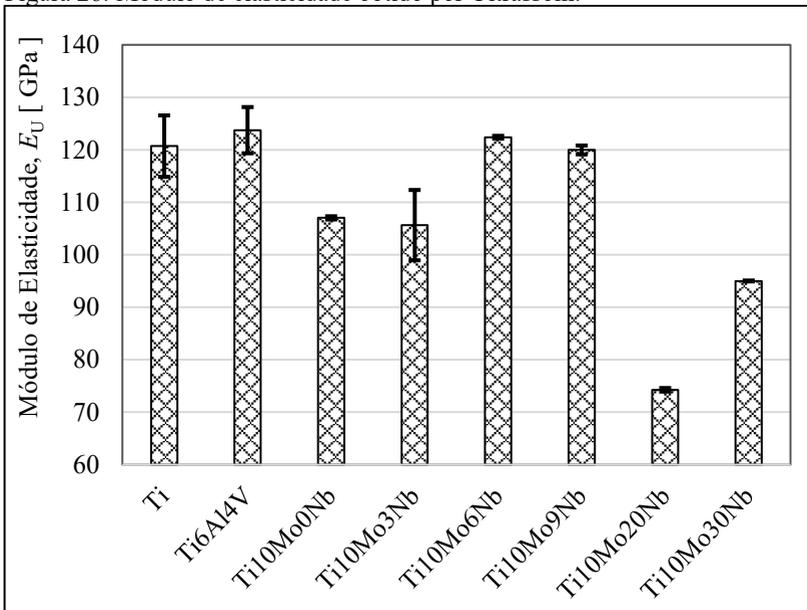
Ultrassom - Método Pulso Eco		
<b>Amostra</b>	Velocidade Longitudinal - $V_L$ [ m/s ]	Velocidade Transversal - $V_T$ [ m/s ]
Ti	6168,87	3183,58
Ti6Al4V	6293,64	3256,20
Ti10Mo0Nb	5594,87	2897,78
Ti10Mo3Nb	5640,74	2858,85
Ti10Mo6Nb	5678,28	3098,71
Ti10Mo9Nb	5664,05	3029,51
Ti10Mo20Nb	5113,82	2241,88
Ti10Mo30Nb	5101,94	2490,53

Fonte: Os autores (2018).

A norma ASTM E 494-15 lista a velocidade transversal do titânio (cp) igual a 3215 m/s e a velocidade longitudinal igual a 6240 m/s, de modo que os valores obtidos experimentalmente são coerentes aos esperados, variando cerca de 2% dos valores tabelados.

Por meio dos dados elencados na Tabela 3 foi possível calcular o módulo de elasticidade para as amostras, que demonstram que o Ti (cp), a liga Ti6Al4V e as ligas Ti10Mo6Nb, Ti10Mo9Nb foram similares em termos numéricos, com decréscimo do parâmetro em análise para as amostras Ti10Mo0Nb e Ti10Mo3Nb e redução de forma ainda mais acentuada para as ligas Ti10Mo20Nb e Ti10Mo30Nb, conforme representado na Figura 26.

Figura 26: Módulo de elasticidade obtido por Ultrassom.



Fonte: Os autores (2018).

Lutjering e Williams (2007) enunciam que ligas de titânio predominantemente fase  $\beta$  possuem módulo de elasticidade menores que ligas fase  $\alpha$  e  $\alpha+\beta$ , sendo os valores típicos próximos a 100-105 GPa para ligas tipo  $\beta$ , 105 GPa para titânio (cp) e 115 GPa para ligas  $\alpha+\beta$ . Já o resultado obtido por meio do cálculo do módulo de elasticidade para o titânio (cp) com os valores normalizados, norma ASTM E494-15, é igual a 123,8 GPa.

Xu *et al.* (2008) afirmam que o acréscimo de nióbio nas ligas reduz o módulo de elasticidade das mesmas devido ao aumento da microestrutura de fase  $\beta$ .

Analisando os resultados, percebe-se que as amostras constituídas pelas fases  $\alpha$  e  $\alpha+\beta$ , Ti (cp) e Ti6Al4V respectivamente, apresentam maiores valores para o módulo de elasticidade, o que está conforme o enunciado por Lutjering e Williams (2007), bem como o decréscimo do módulo de elasticidade em ligas com fase  $\beta$  em sua totalidade, como Ti10Mo20Nb e Ti10Mo30Nb.

O aumento do módulo de elasticidade na amostra Ti20Mo30Nb em relação a Ti10Mo20Nb tem como uma das hipóteses explicativas a Equação (10), que demonstra um aumento do módulo de elasticidade com a elevação da densidade do material. A alteração da densidade pode ser vista no Apêndice 1. Tal fato pode estar ligado a um acréscimo da quantidade de defeitos na estrutura com aumento excessivo do teor nióbio e completa fase  $\beta$ , gerando tensões residuais no material e interações nas velocidades das ondas, o que pode ser uma justificativa para tal alteração entre amostras fase  $\beta$ .

Aplicando um tratamento estatístico nas observações, análise de variância, tem-se a resposta em relação as diferenças entre as médias aritméticas dos grupos a partir de uma análise na variação dos dados, conforme Quadro 3. No quadro, o índice indicado com “SD” e “NSD” representam que as médias são significativamente diferentes e que as médias não são significativamente diferentes, respectivamente.

Quadro 3: Análise de Variância para Pulso-eco Ultrassom.

Ultrassom, E <sub>U</sub>								
	Ti	Ti6Al4V	Ti10Mo0Nb	Ti10Mo3Nb	Ti10Mo6Nb	Ti10Mo9Nb	Ti10Mo20Nb	Ti10Mo30Nb
Ti	-	NSD	SD	SD	NSD	NSD	SD	SD
Ti6Al4V	-	-	SD	SD	NSD	NSD	SD	SD
Ti10Mo0Nb	-	-	-	NSD	SD	SD	SD	SD
Ti10Mo3Nb	-	-	-	-	SD	SD	SD	NSD
Ti10Mo6Nb	-	-	-	-	-	SD	SD	SD
Ti10Mo9Nb	-	-	-	-	-	-	SD	SD
Ti10Mo20Nb	-	-	-	-	-	-	-	SD
Ti10Mo30Nb	-	-	-	-	-	-	-	-

Fonte: Os autores (2018).

Por meio do uso da ANOVA, com nível de significância de 5%, não há um padrão específico das médias significativamente diferentes ou não tornando possível um relacionamento entre as variações.

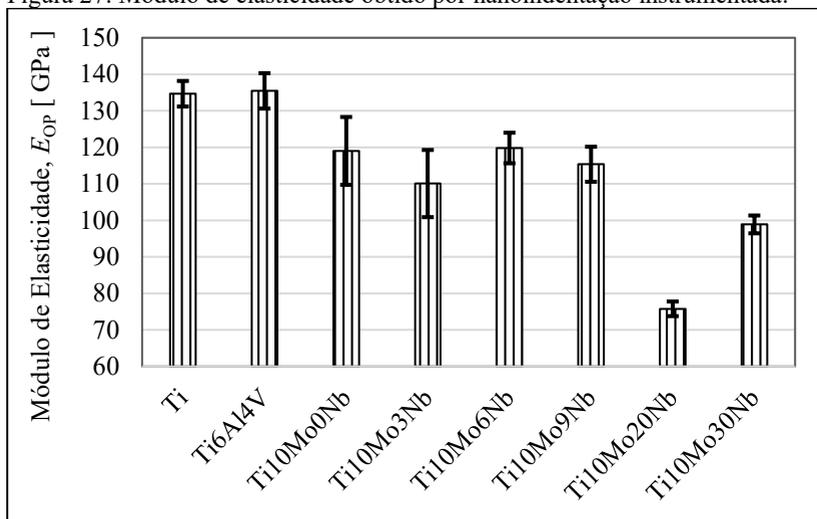
#### 4.1.3 Dureza e Módulo de Elasticidade obtido por Nanoindentação

Utilizando o ensaio de nanoindentação instrumentada foi possível obter resultados do módulo de elasticidade e da dureza das ligas estudadas.

O módulo de elasticidade, conforme analisado na seção anterior do trabalho, tende a ser reduzido com o aumento da fase  $\beta$  no material, elevando a resistência do material e diminuindo os valores de tal parâmetro (LUTJERING, WILLIAMS; 2007).

As Figuras 27 e 28 demonstram de forma visual a representação dos resultados obtidos do módulo de elasticidade e da dureza das ligas Ti-10Mo-XNb medidos por meio da nanoindentação instrumentada.

Figura 27: Módulo de elasticidade obtido por nanoindentação instrumentada.



Fonte: Os autores (2018).

Analisando a Figura 27 percebe-se que o Ti (cp) e a liga Ti6Al4V apresentaram maiores valores numéricos para o módulo de elasticidade, com decréscimo do parâmetro em análise para as amostras das ligas Ti10Mo0Nb, Ti10Mo3Nb, Ti10Mo6Nb, Ti10Mo9Nb, Ti10Mo20Nb e Ti10Mo30Nb. O resultado obtido é coerente com a literatura, conforme Lutjering e Williams (2007) enunciam, em que indica a redução desta propriedade mecânica com o aumento da fase  $\beta$  na liga, congruente ao também exposto nas micrografias das amostras, que mostram a evolução da fase  $\beta$  com a elevação dos teores de Nb. Outro ponto a ser ressaltado é a redução do módulo de elasticidade de forma ainda mais acentuada para a liga Ti10Mo20Nb, sendo a mesma a primeira amostra a apresentar em sua totalidade apenas fase  $\beta$  em sua estrutura. Amostras totalmente fase  $\beta$  não apresentam a microestrutura martensítica em sua composição, conseqüentemente espera-se uma menor dureza neste tipo de material (GABRIEL *et al.*, 2010; LUTJERING; WILLIAMS, 2007).

Em relação ao aumento do módulo de elasticidade na amostra Ti20Mo30Nb, uma das hipóteses que podem ser averiguadas é o fato que, por se tratar de uma propriedade absoluta, o aumento excessivo do teor de fase  $\beta$  pode gerar um acréscimo das discordâncias existentes e, com isso, um aumento da tensão residual no material, o que pode ser uma justificativa para tal alteração.

Comparativamente a literatura, os valores para o  $Ti(cp)$  obtidos nos ensaios de nanoindentação instrumentada destoam cerca de 15% aos obtidos por Meza *et al.* (2007) e Sakharova *et al.* (2010) utilizando a mesma técnica de caracterização, com resultados iguais a cerca de 110 GPa para a amostra.

Aplicando um tratamento estatístico nas observações, análise de variância, tem-se a resposta em relação as diferenças entre as médias aritméticas dos grupos a partir de uma análise na variação dos dados, conforme Quadro 4. No quadro, o índice indicado com “SD” e “NSD” representam que as médias são significativamente diferentes e que as médias não são significativamente diferentes, respectivamente.

Quadro 4: Análise de Variância para Módulo de Elasticidade por Nanoindentação Instrumentada.

Nanoindentação Instrumentada, E <sub>op</sub>								
	Ti	Ti6Al4V	Ti10Mo0Nb	Ti10Mo3Nb	Ti10Mo6Nb	Ti10Mo9Nb	Ti10Mo20Nb	Ti10Mo30Nb
Ti	-	NSD	SD	SD	SD	SD	SD	SD
Ti6Al4V	-	-	SD	SD	SD	SD	SD	SD
Ti10Mo0Nb	-	-	-	SD	NSD	NSD	SD	SD
Ti10Mo3Nb	-	-	-	-	SD	SD	SD	SD
Ti10Mo6Nb	-	-	-	-	-	SD	SD	SD
Ti10Mo9Nb	-	-	-	-	-	-	SD	SD
Ti10Mo20Nb	-	-	-	-	-	-	-	SD
Ti10Mo30Nb	-	-	-	-	-	-	-	-

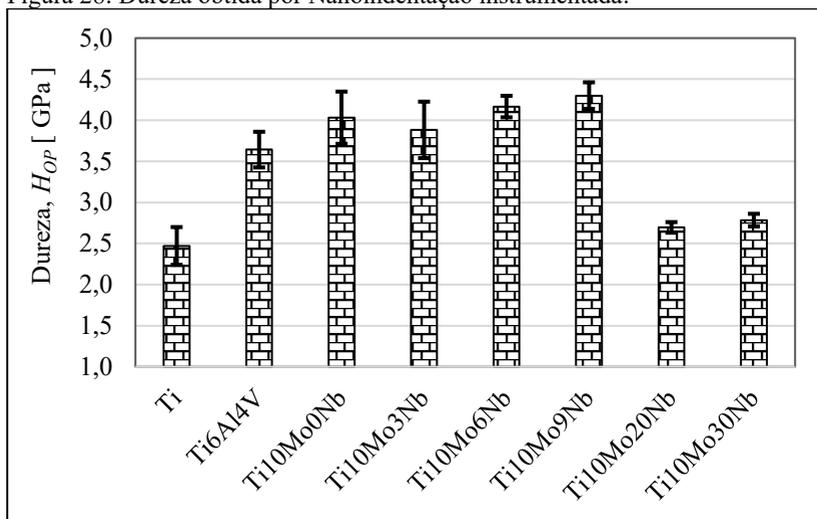
Fonte: Os autores (2018).

Por meio do uso da ANOVA, com nível de significância de 5%, não há um padrão específico das médias significativamente diferentes ou não tornando possível um relacionamento entre as variações.

A Figura 28 representa a dureza das ligas concebido por meio do ensaio de nanoindentação instrumentada e, com isso, pode-se confirmar a análise exposta acima acerca da microestrutura das ligas.

Coerente ao resultado obtido via microdureza Vickers o Ti(cp), fase  $\alpha$ , possui menor dureza em relação as outras ligas. As ligas com teor de nióbio variando de 0% a 9% têm maior valor de dureza devido a presença da microestrutura martensítica e, acima deste teor tem-se a redução da dureza em consequência da predominância da fase  $\beta$ .

Figura 28: Dureza obtida por Nanoindentação instrumentada.



Fonte: Os autores (2018).

Nota-se que há um decréscimo substancial dos valores da dureza do material ao ter predominantemente a fase  $\beta$  na microestrutura da liga, sendo, portanto, uma comprovação do que a literatura propõe.

Aplicando um tratamento estatístico nas observações, análise de variância, tem-se a resposta em relação as diferenças entre as médias aritméticas dos grupos a partir de uma análise na variação dos dados, conforme Quadro 5. No quadro, o índice indicado com “*SD*” e “*NSD*” representam que as médias são significativamente diferentes e que as médias não são significativamente diferentes, respectivamente.

Quadro 5: Análise de Variância para Dureza por Nanoindentação Instrumentada.

Nanoindentação Instrumentada, Hop								
	Ti	Ti6Al4V	Ti10Mo0Nb	Ti10Mo3Nb	Ti10Mo6Nb	Ti10Mo9Nb	Ti10Mo20Nb	Ti10Mo30Nb
Ti	-	SD	SD	SD	SD	SD	SD	SD
Ti6Al4V	-	-	SD	SD	SD	SD	SD	SD
Ti10Mo0Nb	-	-	-	NSD	NSD	SD	SD	SD
Ti10Mo3Nb	-	-	-	-	SD	SD	SD	SD
Ti10Mo6Nb	-	-	-	-	-	SD	SD	SD
Ti10Mo9Nb	-	-	-	-	-	-	SD	SD
Ti10Mo20Nb	-	-	-	-	-	-	-	SD
Ti10Mo30Nb	-	-	-	-	-	-	-	-

Fonte: Os autores (2018).

Por meio do uso da ANOVA, com nível de significância de 5%, apenas a liga Ti10Mo0Nb apresentou média não significativamente diferente de outras ligas, no caso Ti10Mo3Nb e Ti10Mo6Nb.

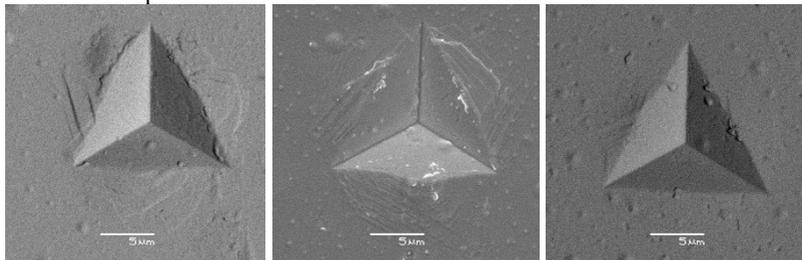
#### 4.1.4 Deformação plástica devido o processo de indentação

Dos fenômenos de deformação plástica ocorridos no sistema indentador-superfície de contato, os mais relevantes são o empilhamento (*piling-up*) ou aprofundamento (*sinking-up*) no local de contato, conforme esclarecido na Figura 24 do presente trabalho. Bolshakov e Pharr (1998) apontam a importância da ocorrência para os resultados, visto que as equações baseadas no método de Oliver e Pharr (1992) são provenientes da análise do contato elástico do material, quando só ocorre *sinking-up*, diferentemente da região elástica/plástica quando pode haver *sinking-up* e *piling-up*. N'jock *et al.* (2015) estudaram formulações

matemáticas para a correção de tal método, utilizando a energia de trabalho elástico e plástico conforme Equação (20).

O empilhamento torna-se visível nas amostras, conforme Figura 29, porém não são significativos ao ponto de acarretar erros na área de contato projetada.

Figura 29: Microscopia eletrônica de varredura das amostras com teor de 3, 6 e 9 % de Nióbio (esquerda para direita) e a deformação plástica pontual do sistema indentador-superfície de contato.



Fonte: Os autores (2018).

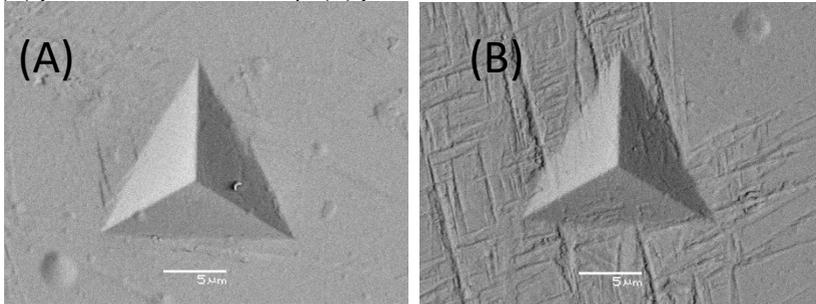
Um estudo mais aprofundado dos parâmetros envolvidos neste processo de deformação plástica, com modelos computacionais e matemáticos para análise pode ser realizado, sendo fator significativo para resultados envolvendo filmes finos (N'JOCK *et al.*, 2015).

#### 4.2 INFLUÊNCIA DA MICROESTRUTURA NA DUREZA E MÓDULO DE ELASTICIDADE

Baseando-se nos resultados apresentados para o ensaio de nanoindentação instrumentada, foi possível separar as regiões de aplicação da carga para análise da possível influência da microestrutura nos resultados de dureza e do módulo de elasticidade para algumas ligas estudadas.

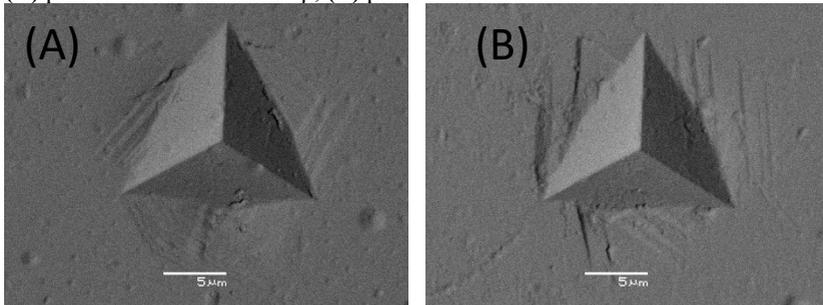
As regiões em que o ensaio de nanoindentação instrumentada foi realizado estão retratadas nas Figuras 30, 31 e 32, visando uma análise conjunta com as representações gráficas que serão apresentadas.

Figura 30: Microscopia eletrônica de varredura da liga Ti10Mo3Nb, nas regiões: **(A)** predominantemente fase  $\beta$ , **(B)** predominantemente fase martensítica.



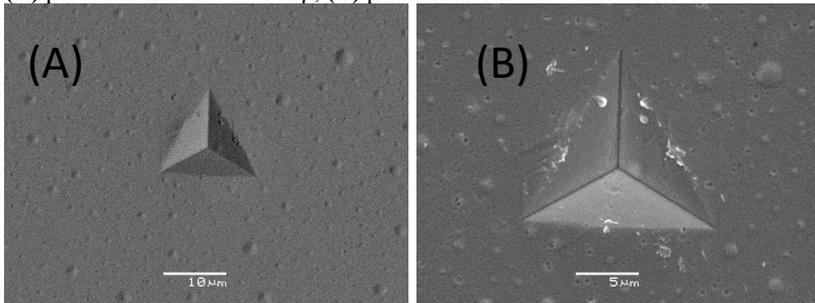
Fonte: Os autores (2018).

Figura 31: Microscopia eletrônica de varredura da liga Ti10Mo6Nb, nas regiões: **(A)** predominantemente fase  $\beta$ , **(B)** predominantemente fase martensítica.



Fonte: Os autores (2018).

Figura 32: Microscopia eletrônica de varredura da liga Ti10Mo9Nb, nas regiões: **(A)** predominantemente fase  $\beta$ , **(B)** predominantemente fase martensítica.

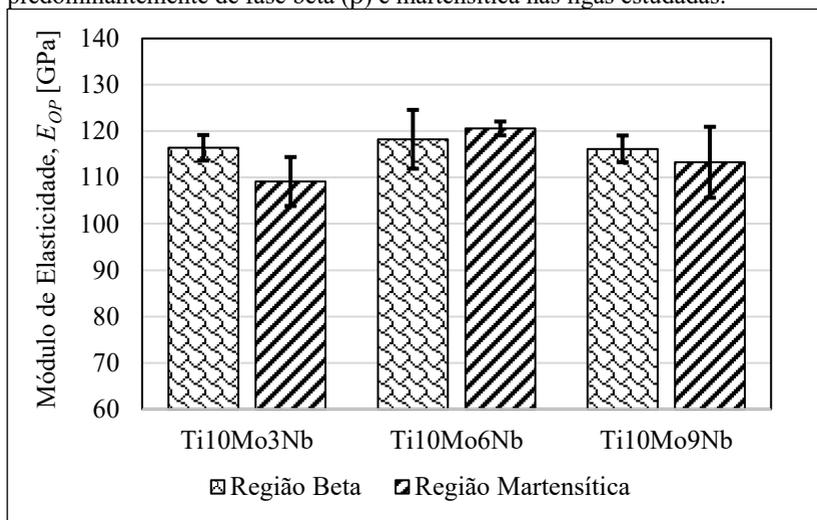


Fonte: Os autores (2018).

As Figuras 30, 31 e 32 evidenciam a presença das fases martensíticas e  $\beta$  nas amostras das ligas citadas, consoante ao que já foi exibido nas Figuras 8, 9 e 10.

Na Figura 33 representa-se o módulo de elasticidade das ligas Ti10Mo3Nb, Ti10Mo6Nb e Ti10Mo9Nb discriminados pela região de indentaç o, ou seja, se a mediç o foi realizada em uma regi o predominantemente de fase  $\beta$  ou uma regi o predominantemente de fase martensítica para an lise de uma poss vel influ ncia no resultado global.

Figura 33: M dulo de elasticidade por Nanoindentaç o Instrumentada nas regi es predominantemente de fase beta ( $\beta$ ) e martensítica nas ligas estudadas.



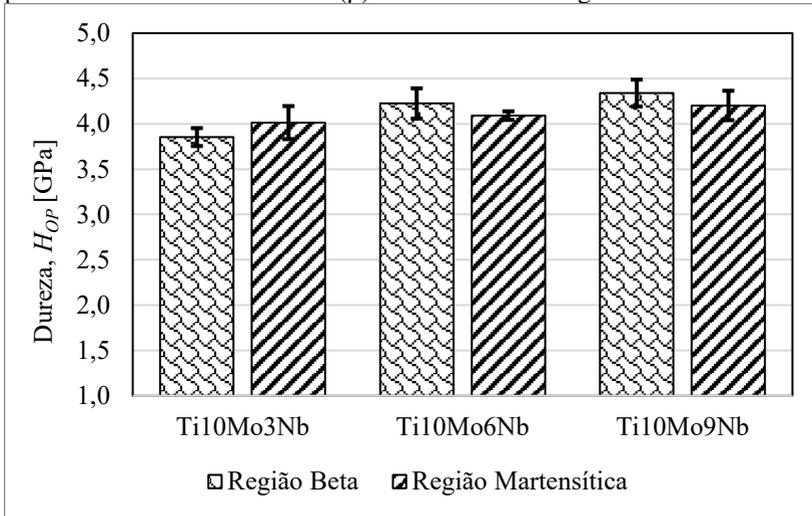
Fonte: Os autores (2018).

Vale apontar que, considerando o desvio padr o representado, o resultado n o comprova que haja uma influ ncia significativa nos valores por regi o de indentaç o. Isto posto, pode-se concluir que se trata de ligas homog neas, sem grandes variaç es das caracter sticas por  rea investigada com relaç o ao m dulo de elasticidade.

A an lise realizada contempla apenas as amostras com teores mais baixos de ni bio pois, conforme an lise metalogr fica apresentada no trabalho, acima de 9% de ni bio n o h  preval ncia da fase martensítica.

Utilizando o mesmo procedimento de separaç o por regi es com microestruturas predominantes, o gr fico da Figura 34 foi montado, analisando a dureza das ligas Ti10Mo3Nb, Ti10Mo6Nb e Ti10Mo9Nb com as regi es de indentaç o.

Figura 34: Dureza por Nanoindentação Instrumentada nas regiões predominantemente de fase beta ( $\beta$ ) e martensítica nas ligas estudadas.



Fonte: Os autores (2018).

Tal qual o módulo de elasticidade, a dureza das ligas também não variou consideravelmente comparando as diferentes regiões de análise. Da mesma maneira, pode-se inferir que as amostras estudadas são primordialmente homogêneas, sem divergências de resultados devido à região de exploração, seja fase beta ou martensítica.

#### 4.3 COMPARAÇÃO E ANÁLISE DO MÉTODO DE DETERMINAÇÃO DE DUREZA E MÓDULO DE ELASTICIDADE

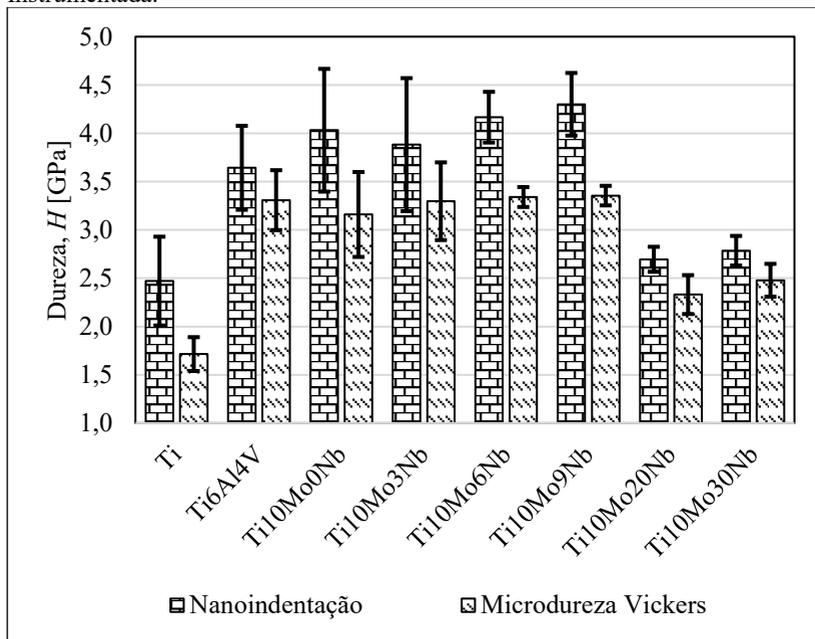
Neste tópico serão abordadas as discrepâncias físicas dos métodos de análise de dureza e módulo de elasticidade utilizando diferentes técnicas de ensaio, comparando-as e analisando as possíveis adequações para compatibilização dos resultados obtidos por testes distintos.

Para tanto, os resultados obtidos pelas diversas técnicas foram padronizados em unidades do Sistema Internacional de Unidades de Medidas (SI).

### 4.3.1 Dureza

As diferentes técnicas de mensuração da dureza estudadas, microdureza Vickers e nanoindentação instrumentada, tiveram seus resultados padronizados na unidade de medida gigapascal, apresentados na Figura 35.

Figura 35: Dureza obtida por Microdureza Vickers e Nanoindentação Instrumentada.



Fonte: Os autores (2018).

Analisando a representação gráfica, nota-se que os resultados da nanoindentação instrumentada são todos superiores a microdureza Vickers. Conforme exposto nas seções anteriores, a formulação matemática para cálculo da dureza se difere nos dois métodos estudados. A microdureza Vickers tem como forma de cálculo a relação da carga aplicada com o uso da área de contato para obtenção da dureza, por outro lado, a nanoindentação instrumentada relaciona a carga aplicada a área de contato projetada do indentedor na amostra. Por conta disto, a alteração numérica entre os resultados é fundamentada na formulação matemática dos métodos.

Consoante ao que foi enunciado por Qian *et al.* (2005), a dureza Vickers tende a ser de 10 a 30% menor que a dureza por nanoindentação instrumentada. Vale apontar que a dureza não é uma propriedade mecânica absoluta do material, visto que tem dependência da técnica de análise.

Como forma comparativa das medidas obtidas, foram confrontados resultados de pesquisas com diversas ligas de titânio na Tabela 4.

Tabela 4: Dureza de ligas de titânio via microdureza Vickers e Nanoindentação Instrumentada.

<b>Comparativo ligas de Titânio</b>			
<b>Autor</b>	<b>Material</b>	<b>Técnica de Caracterização</b>	<b>Dureza, <math>H</math> [ GPa ]</b>
Zhang <i>et al.</i> (2015)	Ti-15Mo	Vickers	3,28
Zhang <i>et al.</i> (2015)	Ti-15Mo-5Nb	Vickers	3,17
Zhang <i>et al.</i> (2015)	Ti-15Mo-10Nb	Vickers	2,67
Zhang <i>et al.</i> (2015)	Ti-15Mo-15Nb	Vickers	2,57
Xu <i>et al.</i> (2008)	Ti-15Mo-5Nb	Vickers	2,41
Xu <i>et al.</i> (2008)	Ti-15Mo-10Nb	Vickers	2,52
Xu <i>et al.</i> (2008)	Ti-15Mo-15Nb	Vickers	2,30
Xu <i>et al.</i> (2008)	Ti-15Mo-20Nb	Vickers	2,04
Xu <i>et al.</i> (2008)	Ti-10Mo-3Nb	Vickers	4,32
Xu <i>et al.</i> (2008)	Ti-10Mo-10Nb	Vickers	3,86
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb	Vickers	3,73
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb	Nanoindentação	3,80
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb-2Sn	Vickers	2,73
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb-2Sn	Nanoindentação	2,75
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb-4Sn	Vickers	2,60
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb-4Sn	Nanoindentação	2,57
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb-6Sn	Vickers	2,10
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb-6Sn	Nanoindentação	2,50
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb-8Sn	Vickers	2,28
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb-8Sn	Nanoindentação	2,60
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb-10Sn	Vickers	2,30
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb-10Sn	Nanoindentação	2,65

Cojocarú <i>et al.</i> (2013)	Ti-29Nb-9Ta-10Zr	Vickers	2,86
Cojocarú <i>et al.</i> (2013)	Ti-29Nb-9Ta-10Zr	Nanoindentação	2,87

Fonte: Zhang *et al.* (2015), Xu *et al.* (2008), Moraes *et al.* (2014), Cojocarú *et al.* (2013).

Um ponto a ser enfatizado são os valores obtidos por Xu *et al.* (2008), nas ligas estudadas com composição próximas às ensaiadas, atingindo resultados coerentes aos que foram alcançados.

Moraes *et al.* (2014) realizou um estudo comparativo das técnicas com diversas ligas de Ti-30Nb-XSn (X = 0, 2, 4, 6, 8, 10), resultados integrantes da Tabela 4, em que obteve como resposta valores da dureza via nanoindentação instrumentada acima daqueles por microdureza Vickers, concordante à pesquisa de Cojocarú *et al.* (2013) e a conclusão dos ensaios do presente trabalho.

Uma maneira de correção de tais discrepâncias físicas é proposta, por meio da adequação da formulação matemática para dureza Vickers. Usualmente, a mesma é calculada por meio da área de contato residual real, sendo, portanto, adotado um referencial diferente da nanoindentação instrumentada, que utiliza a área de contato projetada. Para realização de tal reparação, utiliza-se o método proposto por Chicot *et al.* (2010), que é apresentado na Tabela 5. No procedimento, utiliza-se a dureza Meyers como forma de ajuste das áreas de contato.

Tabela 5: Equação da Dureza Vickers com áreas de contato real e projetada.

	Área de contato real	Área de contato projetada
Microdureza Vickers	$H_V = 1,8544 \frac{P}{d^2}$	$H_m = 2 \frac{P}{d^2}$

Fonte: Chicot *et al.* (2010).

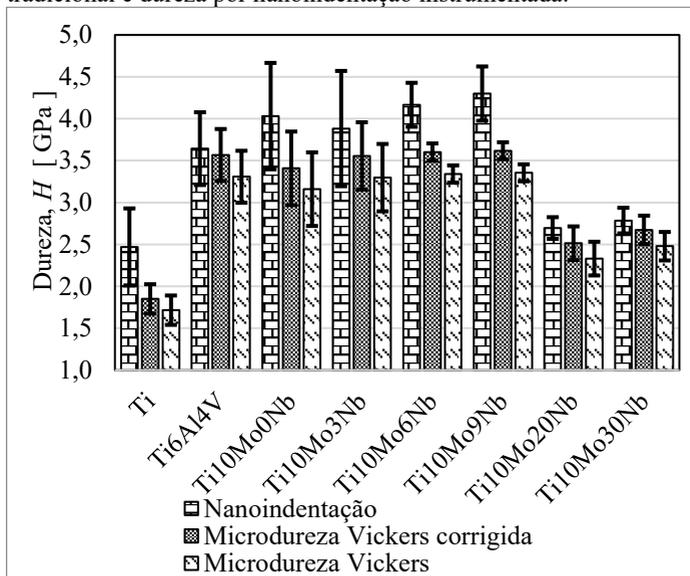
Assim sendo, a dureza Vickers corrigida foi calculada conforme Equação (25).

$$H_{Vc} = \frac{2}{1,8544} H_V \quad (25)$$

Embasado no que foi exposto, a dureza Vickers foi corrigida e a Figura 36 foi montada para comparativo dos resultados após ajuste

matemático visando adequação das mesmas referências relativas à área de contato do indentedor para cálculo, ou seja, utilizando a correlação proposta.

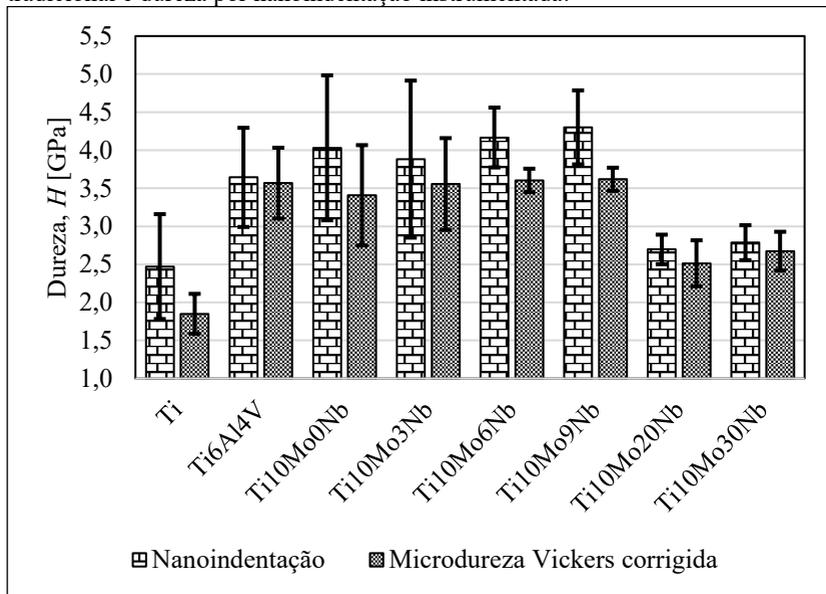
Figura 36: Comparativo da dureza Vickers corrigida com a dureza Vickers tradicional e dureza por nanoindentação instrumentada.



Fonte: Os autores (2018).

A representação gráfica da Figura 36, adotando dois desvios padrões para média na barra de erros, demonstra que, após correção da forma de cálculo dos métodos, há uma igualdade entre os resultados obtidos utilizando as diferentes técnicas, o que já era esperado, visto que trata-se da mesma amostra. Porém, devido as discrepâncias apresentadas nas amostras Ti-10Mo-6Nb e Ti-10Mo-9Nb, que não possuíam valores correspondentes para as duas técnicas após correção matemática, foram adotados três desvios padrões da média e organizados os resultados na Figura 37. Neste caso, adotou-se o erro máximo tolerável, conforme a estatística descritiva. Tais discrepâncias físicas nas amostras podem ser resultado da realização da indentação em um ponto com fases distintas ou até mesmo de mudança de fases, visto que ambas técnicas são pontuais, ou seja, medidas de uma pequena região da amostra.

Figura 37: Comparativo da dureza Vickers corrigida com a dureza Vickers tradicional e dureza por nanoindentação instrumentada.



Fonte: Os autores (2018).

Conforme exposto, utilizando três desvios padrões da média, tem-se a correção das discrepâncias físicas do resultado da dureza das amostras via nanoindentação instrumentada e microdureza Vickers, tendo as medidas de todos os ensaios com valores correspondentes, considerando os limites superiores e inferiores possíveis para cada liga.

Aplicando um tratamento estatístico nas observações, análise de variância, tem-se a resposta em relação as diferenças entre as médias aritméticas dos grupos microdureza Vickers corrigida e nanoindentação instrumentada utilizando dois desvios da média a partir da análise na variação dos dados, conforme Quadro 6. No quadro, o índice indicado com “*SD*” e “*NSD*” representam que as médias são significativamente diferentes e que as médias não são significativamente diferentes, respectivamente.

Quadro 6: Análise de Variância para métodos Microdureza Vickers corrigida e Nanoindentação Instrumentada.

Microdureza Vickers corrigida, $H_{vc}$ X Nanoindentação Instrumentada, $H_{OP}$								
	Ti	Ti6Al4V	Ti10Mo0Nb	Ti10Mo3Nb	Ti10Mo6Nb	Ti10Mo9Nb	Ti10Mo20Nb	Ti10Mo30Nb
Dureza, H [GPa]	SD	NSD	SD	SD	SD	SD	SD	SD

Fonte: Os autores (2018).

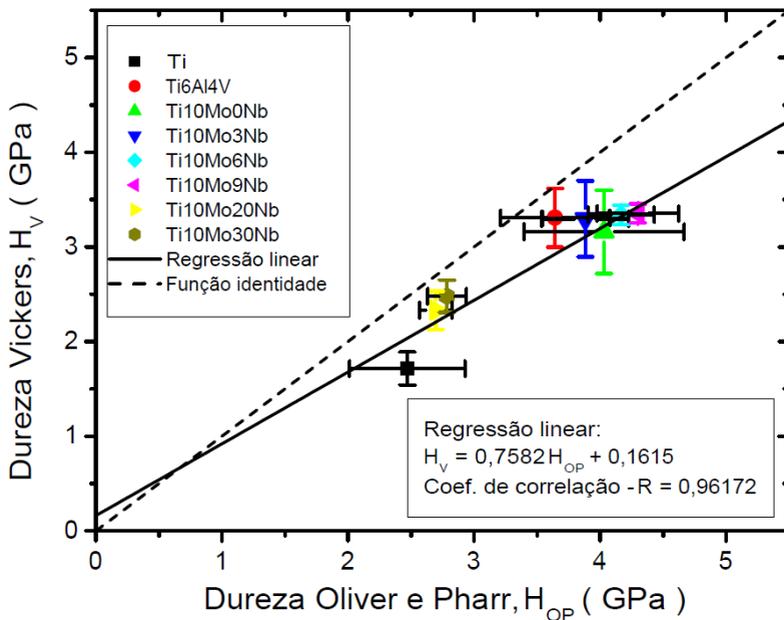
Por meio do uso da ANOVA, com nível de significância de 5%, a maioria das médias apresentadas foram significativamente diferentes, o que pode ser explicado pela hipótese de, devido aos baixos valores das medidas, pequenas variações nas médias acarretarem grande significância para a variância.

Para comparativo de modo efetivo para as duas técnicas, foi analisada a relação entre  $H_V$ , dureza por microdureza Vickers, e  $H_{OP}$ , dureza por nanoindentação instrumentada, obtida pelo método de Oliver e Pharr (1992), por meio da regressão linear apresentada graficamente na Figura 38.

A função identidade foi exposta no mesmo sistema cartesiano como forma de representar a diferença relativa ao modelo linear de regressão obtido. A função identidade,  $f(x) = x$ , é um caso particular de uma função afim, ou função de primeiro grau, em que o coeficiente linear é igual a 0 e o coeficiente angular igual a 1 (DANTE, 2016).

A qualidade do ajuste da regressão foi avaliada mediante análise do coeficiente de correlação,  $R$ . Vale apontar que os dados aplicados foram os mesmos que aqueles utilizados no gráfico mostrado na Figura 36, ou seja, com uso de dois desvios padrões para média.

Figura 38: Dureza Vickers em função da Dureza por Nanoindentação Instrumentada.



Fonte: Os autores (2018).

Neste caso, a função identidade demonstra que  $H_V = H_{OP}$ , porém, devido a existência de erros, inerentes a qualquer procedimento, tem-se uma variação entre a função identidade e a regressão linear, sendo possível comparar tais relações por meio do afastamento à função identidade. Ademais, nota-se que o erro do ajuste foi menor que 4%, indicado pelo coeficiente de correlação de 0,9617, o que demonstra que a relação linear entre as variáveis é caracterizada por uma forte associação entre as medidas (MONTGOMERY; RUNGER, 2016; MOORE, 2011).

A equação obtida na regressão linear do ajuste, Equação (26) foi aplicada para fins comparativos com os dados apresentados na Tabela 4 para ligas que tiveram resultados dos dois ensaios de mensuração da dureza, de modo a validar as correlações com o uso de tal modelo.

$$H_{Vc} = 0,7582 H_{OP} + 0,1615 \quad (26)$$

Para tanto, inicialmente foi empregado nos dados a correção da dureza Vickers com uso da Equação (25) e, posteriormente, a Equação

(26) da regressão linear obtida com os resultados do trabalho. A solução de tal procedimento foi organizada na Tabela 6.

Tabela 6: Equação Corretiva para comparativo da Dureza por Vickers e Nanoindentação instrumentada

<b>Comparativo ligas de Titânio</b>					
<b>Dureza, <math>H</math> [ GPa ]</b>					
<b>Autor</b>	<b>Material</b>	<b>Técnica de Caracterização</b>	<b>Dureza, Gpa</b>	<b>Vickers corrigida</b>	<b>Vickers corrigida Regressão</b>
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb	Vickers	3,73	4,02	3,05
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb	Nano-indentação	3,80		
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb-2Sn	Vickers	2,73	2,94	2,24
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb-2Sn	Nano-indentação	2,75		
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb-4Sn	Vickers	2,60	2,80	2,11
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb-4Sn	Nano-indentação	2,57		
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb-6Sn	Vickers	2,10	2,26	2,06
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb-6Sn	Nano-indentação	2,50		
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb-8Sn	Vickers	2,28	2,45	2,13
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb-8Sn	Nano-indentação	2,60		
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb-10Sn	Vickers	2,30	2,49	2,17
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb-10Sn	Nano-indentação	2,65		
Cojocarú <i>et al.</i> (2013)	Ti-29Nb-9Ta-10Zr	Vickers	2,86	3,09	2,34
Cojocarú <i>et al.</i> (2013)	Ti-29Nb-9Ta-10Zr	Nano-indentação	2,87		

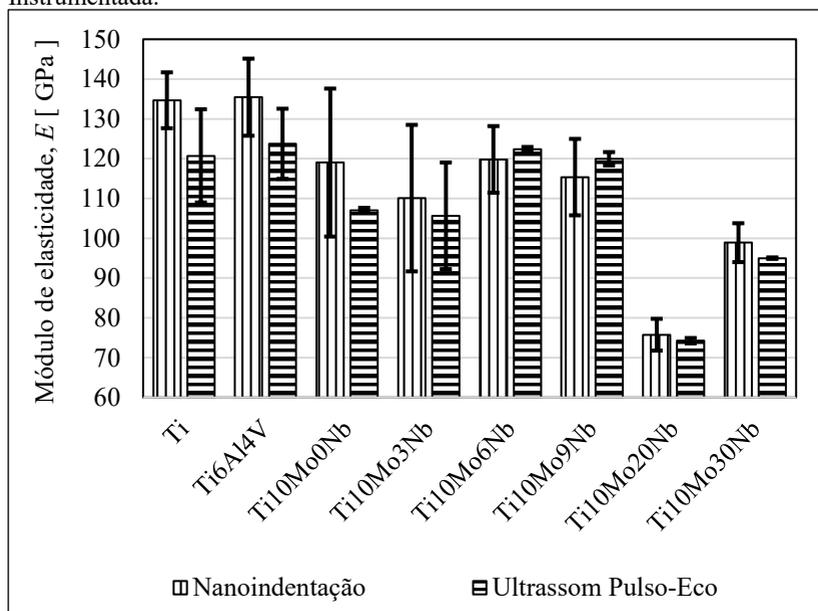
Fonte: Moraes *et al.* (2014); Cojocarú *et al.* (2013)

Conclui-se que a aplicação da equação corretiva do modelo de regressão nos dados obtidos na literatura, Tabela 6, também apresentam variações com relação ao real esperado, o que é coerente, visto que o modelo proposto apresenta uma parcela de erro, sendo neste caso necessário replicar para outros dados experimentais e, com isso, ser validado de modo mais eficiente. Outro ponto a ser ressaltado é o fato do ensaio de dureza Vickers ser realizado com carga diferente ao ensaio de nanoindentação instrumentada, fato no qual que pode gerar uma variação na homogeneidade da área indentada e alteração nos resultados obtidos.

### 4.3.2 Módulo de elasticidade

A mensuração do módulo de elasticidade por diferentes técnicas, nanoindentação instrumentada e pulso-eco ultrassom, resultou nas medidas correspondentes as ligas apresentadas graficamente na Figura 39.

Figura 39: Módulo de elasticidade obtido por Ultrassom e Nanoindentação Instrumentada.



Fonte: Os autores (2018).

Analisando a representação gráfica e considerando dois desvios padrão da média para as amostras, pode-se inferir que não há uma variação significativa nos resultados obtidos por diferentes técnicas de análise. Vale apontar que o módulo de elasticidade é uma medida de uma grandeza física, sendo, portanto, uma propriedade elástica do material dependente das forças interatômicas da liga (REED-HILL, 1982).

As diferenças apresentadas entre as técnicas podem resultar de uma questão inerente à metodologia de cada ensaio, sendo a nanoindentação instrumentada um procedimento realizado pontualmente na amostra e o ultrassom uma análise global da liga, visto que as ondas sonoras percorrem todo o material. Outro ponto importante a ser ressaltado é que, apesar de serem ligas do mesmo lote de fabricação, não são partes de amostras exatamente iguais, são apenas do mesmo lote, não a mesma amostra, o que também pode gerar pequenas variações.

Aplicando um tratamento estatístico nas observações, análise de variância, tem-se a resposta em relação as diferenças entre as médias aritméticas dos grupos módulo de elasticidade por pulso-eco ultrassom e nanoindentação instrumentada utilizando dois desvios da média a partir da análise na variação dos dados, conforme Quadro 7. No quadro, o índice indicado com “SD” e “NSD” representam que as médias são significativamente diferentes e que as médias não são significativamente diferentes, respectivamente.

Quadro 7: Análise de Variância para métodos Ultrassom e Nanoindentação Instrumentada.

Ultrassom, E <sub>U</sub> X Nanoindentação Instrumentada, E <sub>OP</sub>								
	Ti	Ti6Al4V	Ti10Mo0Nb	Ti10Mo3Nb	Ti10Mo6Nb	Ti10Mo9Nb	Ti10Mo20Nb	Ti10Mo30Nb
Módulo de Elasticidade, E [GPa]	SD	SD	NSD	NSD	NSD	NSD	NSD	NSD

Fonte: Os autores (2018).

Por meio do uso da ANOVA, com nível de significância de 5%, a maioria das ligas apresentam médias que não são significativamente diferentes em relação aos diferentes métodos. Isto demonstra que o

módulo de elasticidade, por ser uma propriedade absoluta do material, apresenta resultados similares independente da técnica aplicada.

Como forma comparativa das medidas obtidas, foram contrapostos resultados de pesquisas com diversas ligas de titânio na Tabela 7.

Tabela 7: Módulo de elasticidade de ligas de titânio via Ultrassom e Nanoindentação Instrumentada.

<b>Comparativo ligas de Titânio</b>			
<b>Autor</b>	<b>Material</b>	<b>Técnica de Caracterização</b>	<b>Módulo de Elasticidade, E [ GPa ]</b>
Nnamchi <i>et al.</i> (2016)	Ti-8Mo-4Nb-2Zr	Ultrassom	35,4
Nnamchi <i>et al.</i> (2016)	Ti-8Mo-5Nb-3Zr	Ultrassom	69,0
Nnamchi <i>et al.</i> (2016)	Ti-8Mo-6Nb-4Zr	Ultrassom	72,0
Nnamchi <i>et al.</i> (2016)	Ti-8Mo-4Nb-5Zr	Ultrassom	52,0
Dirras <i>et al.</i> (2016)	TiHfZrTa Nb	Ultrassom	78,5
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb	Ultrassom	110,0
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb	Nanoindentação	108,0
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb-2Sn	Ultrassom	88,0
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb-2Sn	Nanoindentação	78,0
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb-4Sn	Ultrassom	68,0
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb-4Sn	Nanoindentação	72,0
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb-6Sn	Ultrassom	66,0
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb-6Sn	Nanoindentação	50,0
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb-8Sn	Ultrassom	74,0

Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb-8Sn	Nanoindentação	80,0
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb-10Sn	Ultrassom	90,0
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb-10Sn	Nanoindentação	100,0
Cojocarú <i>et al.</i> (2013)	Ti-29Nb-9Ta-10Zr	Nanoindentação	75,0
Xu <i>et al.</i> (2008)	Ti-10Mo-3Nb	Nanoindentação	28,4
Xu <i>et al.</i> (2008)	Ti-10Mo-7Nb	Nanoindentação	27,3
Xu <i>et al.</i> (2008)	Ti-10Mo-10Nb	Nanoindentação	24,7
Gabriel <i>et al.</i> (2015)	Ti-6Al-4V	Nanoindentação	140,0
Gabriel <i>et al.</i> (2015)	Ti-12Mo-13Nb	Nanoindentação	110,0

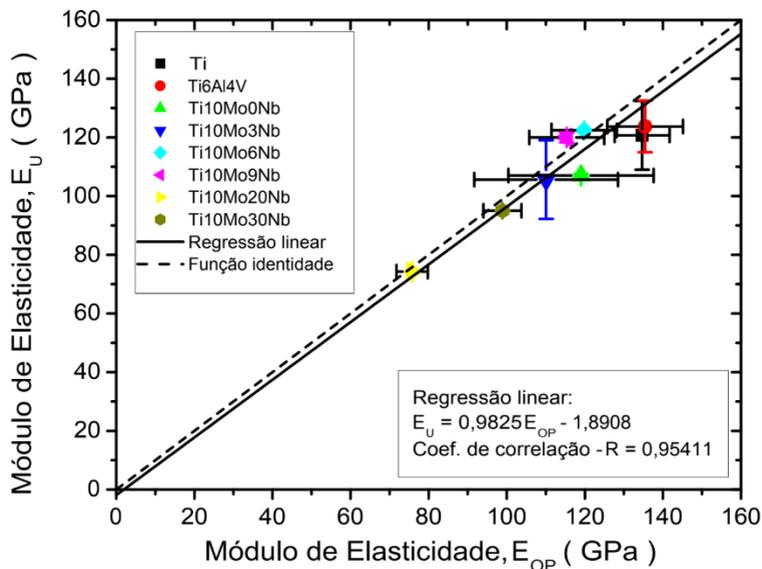
Fonte: Gabriel *et al.* (2015), Xu *et al.* (2008); Cojocarú *et al.* (2013), Moraes *et al.* (2014), Dirras *et al.* (2016), Nnamchi *et al.* (2016).

Segundo Majumdar *et al.* (2008), o módulo de elasticidade medido por nanoindentação tem tendência a ser menor que via ultrassom devido ao tamanho da superfície analisada. Com base nos resultados obtidos neste trabalho e na literatura apresentada na Tabela 7 não é possível confirmar tal alegação.

Há uma grande variação dos resultados do módulo de elasticidade com a alteração dos elementos de liga usados na composição química do material, conforme pode ser visto na Tabela 7.

Analogamente ao que foi feito para dureza, para comparativo entre as duas técnicas, foi analisada a relação entre  $E_U$ , módulo de elasticidade por ultrassom, e  $E_{OP}$ , módulo de elasticidade por nanoindentação instrumentada obtida pelo método de Oliver e Pharr (1992), por meio da regressão linear apresentada graficamente na Figura 40. Além disso, a função identidade para o módulo de elasticidade,  $E_U = E_{OP}$ , também foi exibida no gráfico da Figura 40. A qualidade do ajuste também foi avaliada mediante o coeficiente de correlação,  $R$ .

Figura 40: Módulo de elasticidade por Ultrassom em função do Módulo de Elasticidade por Nanoindentação Instrumentada.



Fonte: Os autores (2018).

Nota-se que a função identidade,  $E_U = E_{OP}$ , é muito próxima a regressão linear dos dados, ao qual possui erro do ajuste menor que 5%, indicado pelo coeficiente de correlação de 0,9541, o que demonstra uma forte relação linear entre as variáveis (MONTGOMERY; RUNGER, 2016; MOORE, 2011).

A equação obtida na regressão linear do ajuste, Equação (27) foi aplicada para fins comparativos com os dados apresentados na Tabela 7 para ligas que tiveram resultados dos dois ensaios de mensuração do módulo de elasticidade, de modo a validar as correlações com o uso de tal modelo.

$$E_U = 0,9825 E_{OP} - 1,8908 \quad (27)$$

A solução de tal procedimento foi organizada na Tabela 8.

Tabela 8: Equação Corretiva para comparativo do Módulo de Elasticidade por Ultrassom e Nanoindentação instrumentada

<b>Autor</b>	<b>Material</b>	<b>Técnica de Caracterização</b>	<b><math>E</math>, [ GPa ]</b>	<b><math>E</math>, [ GPa], Regressão</b>
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb	Ultrassom	110,0	104,2
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb	Nanoindentação	108,0	
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb-2Sn	Ultrassom	88,0	74,7
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb-2Sn	Nanoindentação	78,0	
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb-4Sn	Ultrassom	68,0	68,8
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb-4Sn	Nanoindentação	72,0	
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb-6Sn	Ultrassom	66,0	47,2
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb-6Sn	Nanoindentação	50,0	
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb-8Sn	Ultrassom	74,0	76,7
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb-8Sn	Nanoindentação	80,0	
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb-10Sn	Ultrassom	90,0	96,4
Moraes <i>et al.</i> (2014)	Ti-30Nb-10Sn	Nanoindentação	100,0	

Fonte: Moraes *et al.* (2014)

Conclui-se que a aplicação da equação corretiva do modelo de regressão nos dados obtidos na literatura, Tabela 8, também apresentam variações com relação ao real esperado, o que é coerente, visto que o modelo proposto apresenta uma parcela de erro, sendo neste caso necessário replicar para outros dados experimentais e, com isso, ser validado de modo mais eficiente.

No contexto do trabalho, com base nos resultados é possível concluir que o módulo de elasticidade não é influenciado pela técnica de medida, visto que trata-se de uma propriedade absoluta.

## 5 CONCLUSÃO

O uso de ligas de titânio em aplicações médicas é um fator impulsionador para pesquisas buscando continuamente melhoria de propriedades dos materiais. Neste contexto, o uso de métodos de caracterização mecânica, nanoindentação instrumentada, ultrassom e microdureza Vickers, foram utilizados para comparar os resultados obtidos nas diferentes ligas de titânio, Ti-10Mo-XNb ( $0 \leq X \leq 30$ ), e avaliar a influência de tal elemento nas propriedades mecânicas avaliadas, além de determinar as discrepâncias físicas decorrentes de formulações matemáticas divergentes.

Para mapeamento dos estudos atuais referentes a temática foi realizada uma revisão sistemática de literatura, em que foram lidos e analisados, de acordo com a aderência ao trabalho, 42 artigos publicados.

Por meio da análise dos resultados obtidos, conclui-se que as ligas Ti-10Mo-XNb apresentaram mistura de fases  $\beta$  e martensítica até o teor de 9% de nióbio. Porém, constatou-se que as amostras podem ser consideradas homogêneas com pequenas variações das características básicas quando têm-se as fases analisadas separadamente.

A dureza obtida via nanoindentação instrumentada foi divergente à alcançada por microdureza Vickers, o que já era esperado devido as discrepâncias físicas do modo de cálculo da propriedade, sendo a microdureza Vickers uma relação com a área de contato do indentador-peça real e a nanoindentação instrumentada a área de contato do indentador-peça projetada, sendo esta variação estimada em 10-30% de diferença entre valores. Vale apontar que a força aplicada nos ensaios é distinta, o que também é um fator de relevância na área de contato e profundidade de penetração. Ademais, conforme exposto, a dureza é uma propriedade dependente da técnica na qual é mensurada.

Posteriormente à proposição da correção tendo em vista um modelo comparativo direto, foi possível confrontar os resultados atingindo igualdade de resultados entre amostras correspondentes e, por fim, obter uma correlação linear entre as durezas com qualidade do ajuste de menos de 5% de erro.

Analogamente, o módulo de elasticidade obtido pelas técnicas de nanoindentação instrumentada e ultrassom foi mensurado, alcançando pequenas variações nos resultados das análises, o que pode ser explicado pelos próprios princípios dos métodos, sendo a nanoindentação uma investigação pontual e o ultrassom uma exploração global da amostra. A propriedade medida, módulo de elasticidade, apresentou minimização do

erro nos resultados gerais, o que é esperado devido ao fato de ser uma propriedade absoluta, independente da técnica aplicada. Novamente, confirmou-se uma correlação linear forte das variáveis pela relação entre os módulos de elasticidade e demonstrou-se uma qualidade do ajuste com erro de menos de 5%. Ademais, por meio da ANOVA foi possível constatar que as médias não eram significativamente diferentes para todas as ligas Ti10MoXNb analisadas em relação ao módulo de elasticidade, o que é mais um fator conclusivo em termos da independência da técnica ensaiada para tal resultado desta caracterização.

Por fim, deve-se atentar para a forma de realizar comparações entre técnicas de caracterização, que, apesar de mensurarem a mesma propriedade podem resultar em valores discrepantes devido a formulação de cálculo ou característica intrínseca das propriedades. Os modelos lineares propostos representam as conversões entre as diferentes metodologias de medição destas propriedades mecânicas.

Assim sendo, como sugestões de trabalhos futuros, é possível avaliar a propagação de erros específica de cada metodologia e analisar de forma mais aprofundada as divergências entre os resultados obtidos, bem como suas parcelas para cada ponto de inspeção.

## REFERÊNCIAS

ABNT – ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS.  
**ABNT NBR 6002 - 2015** -Ensaio não destrutivo – Ultrassom –  
Detecção de descontinuidades em chapas metálicas, 2015.

ABNT – ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS.  
**ABNT NBR NM ISO 6507-1 - 2008** -Materiais metálicos – Ensaio de  
Dureza Vickers. Parte 1: Método de Ensaio, 2008.

ANDREUCCI, R.. **Ensaio por Ultrassom**. São Paulo: Abendi, 2014.

ASKELAND, D.; PHULÉ, P. **Ciência e engenharia dos materiais**. São  
Paulo: Cengage learning, 2008.

ASTM - AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS.  
**ASTM E 494 – 15** - Standard Practice for Measuring Ultrasonic  
Velocity in Materials, 2015.

ATKINS, P. W.; JONES, L. **Princípios de química**: questionando a  
vida moderna e o meio ambiente. Porto Alegre: Bookman, 2001.

BERRICHE, R.; KOUL, A.; AU, P.; IMMARIGEON, J.. Evaluation of  
hard TiN coatings by depth sensing indentation and scratch testing  
methods. **Advanced Performance Materials**, v.4, p.357-370, 1997.

BERUTTI, F. A. **Aplicação de métodos de ultra-som para avaliação e  
caracterização da microestrutura de materiais cerâmicos à base de  
alumina e sua associação com propriedades mecânicas**. 2004, 152f.  
Tese (Doutorado em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais)  
– Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul,  
Porto Alegre, 2004.

BOLSHAKOV, A.; PHARR, G. Influences of pileup on the  
measurement of mechanical properties by load and depth sensing  
indentation techniques. **Journal of Materials Research**, v.13, n.4, s/p,  
1998.

BOUZAKIS, K.; MICHAELIDIS, N.; HADJIYIANNIS, S.;  
SKORDARIS, G.; ERKENS, G.. The effect of specimen roughness and

indenter tip geometry on the determination accuracy of thin hard coatings stress-strain laws by nanoindentation. **Materials Characterization**, v.49, p.149-156, 2003.

CALLISTER, W.D.J. **Ciência e engenharia de materiais**. Rio de Janeiro: LTC, 2008.

CHELARIU, R.; BOLAT, G.; IZQUIERDO, J.; MARECI, D.; GORDIN, D.; GLORANT, T.; SOUTO, R. Metastable beta Ti-Nb-Mo alloys with improved corrosion resistance in saline solution. **Electrochimica Acta**, v.137, p.280-289, 2014.

CHICOT, D.; BAETS, P.; STAIA, M.; PUCHI-CABRERA, E.; LOUIS, G.; DELGADO, Y.; VLEUGELS, J.. Influence of tip defect and indenter shape on the mechanical properties determination by indentation of a TiB<sub>2</sub>-60%B<sub>4</sub>C ceramic composite. **International Journal of Refractory Metals and Hard Materials**, v.38, p.102-110c, 2013.

CHICOT, D.; BEMPORAD, E.; GALTIERI, G.; ROUDET, F.; ALVISI, M.; LESAGE, J.. Analysis of data from various indentation techniques for thin films intrinsic hardness modelling. **Thin Solid Films**, v.516, p.1964-1971, 2008.

CHICOT, D.; TRICOTEAUX, A. **Mechanical Properties of Ceramic by Indentation: Principle and Applications, Ceramic Materials**. Wilfried Wunderlich, 2010.

CONFORTO, E.; AMARAL, D.; SILVA, S.. Roteiro para revisão bibliográfica sistemática: aplicação no desenvolvimento de produtos e gerenciamento de projetos. In: Congresso Brasileiro de gestão de desenvolvimento de produto; 2011 set 12-14; Rio Grande do Sul. Porto Alegre: 2011; s/p.

COJOCARU, V.; RADUCANU, D.; GLORANT, T.; GORDIN, D.; CINCA, I. Effects of cold-rolling deformation on texture evolution and mechanical properties of Ti-29Nb-9Ta-10Zr alloy. **Materials Science and Engineering**, v.586, p.1-10, 2013.

CTIBOR, P.; BOHAC, P.; STRANYANEK, M; CTVRTLÍK, R.. Structure and mechanical properties of plasma sprayed coatings of

titania and alumina. **Journal of the European Ceramic Society**, v.26, p.3509-3514, 2006.

DANTE, L. **Matemática: contexto e aplicações**. São Paulo: Ática, 2016.

DIRRAS, G.; LILENSTEN, L.; DJEMIA, P.; LAURENT-BROCQ, M.; TINGAUD, D.; COUZINIÉ, J.; PERRIÈRE, L. CHAUVEAU, T.; GUILLOT, I. Elastic and plastic properties of as-cast equimolar TiHfZrTaNb high-entropy alloy. **Materials Science and Engineering**, v.654, p.30-38, 2016.

FERNANDES, S.; RODRIGUEZ, C.; BORNIA, A.; TRIERWEILLER, A.; SILVA, S.; FREIRE, P.. Revisão sistemática da literatura sobre as formas de mensuração do desempenho da logística reversa. **Gestão e Produção**, v.25, p.175-190, 2018.

GABRIEL, S.B. **Processamento e caracterização de ligas Ti-Mo-Nb para aplicações biomédicas**. 2008, 99f. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2008.

GABRIEL, S.B.; DILLE, J. NUNES, C.A.; SOARES, G.A.. The Effect of Niobium Content on the Hardness and Elastic Modulus of Heat-Treated Ti-10Mo-Xnb Alloys. **Materials Research**, v.13, p.333-337, 2010.

GABRIEL, S.B.; DILLE, J.; REZENDE, M.; MEI, P.; ALMEIDA, L.; BALDAN, R.; NUNES, C. Mechanical Characterization of Ti-12Mo-13Nb Alloy for Biomedical Application Hot Swaged And Aged. **Materials Research**, v.18, p.8-12, 2015.

GABRIEL, S.B.; MIKOWSKI, A.; SOARES, P; LEPIENSKI, C.M.; KUROMOTO, N.K.; NUNES, C.A.; SOARES, G.A. SOCIEDADE BRASILEIRA DE PESQUISA EM MATERIAIS, 2007, Natal. **Hardness and elastic modulus of Ti-10MoxNb ( $0 \leq x \leq 30$ ) alloys**. Natal, 2007

GABRIEL, S.B.; NUNES, C.A.; SOARES, G.A. Production, Microstructural Characterization and Mechanical Properties of As-Cast Ti-10Mo-xNb Alloys. **Artif Organs**, Caxambú, v. 32, n. 4, 2008.

GALVÃO, T.; PEREIRA, M.. Revisão sistemática da literatura: passos para sua elaboração. **Epidemiologia e Serviços de Saúde**, jan-mar 2014; v.23(1), p.183-184.

GARCIA, A.; SPIM JUNIOR, J. A.; SANTOS, C. A. **Ensaaios dos materiais**. Rio de Janeiro: LTC, 2012.

GUDER, H.S.; SAHIN, E.; SAHIN, O.; GOÇMEZ, H.; DURAN, C.; ÇETINKARA, A. H. Vickers and koop indentation microhardness study of  $\beta$ -SiAlON Ceramic. **Acta Physica Polonica**, Turkey, v. 120, n. 6, 2010.

HAYAMA, A.; LOPES, J.; SILVA, M.; ABREU, H.; CARAM, R.. Crystallographic texture evolution in Ti-35Nb alloy deformed by cold rolling. **Materials and Design**, v.60, p.653-660, 2014.

IBGE. Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. Tábua Completa de Mortalidade para o Brasil: 2016. Rio de Janeiro: IBGE, 2017.

ISO – INTERNATIONAL STANDARD. **ISO 14577 - 1 - 2015** – Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters – Part 1: Test method, 2015.  
ISO14577-1. Metallic materials—instrumented indentation test for hardness and materials parameters. Geneva: International Organization for Standardization; 2002.

JI, Z.; YANG, H. LI, H. Contributions of microstructural features to the integrated hardness of TA15 titanium alloy. **Materials Science and Engineering**, v.628, p.358-365, 2015.

JIANG, X.; ZHAO, J.; JIANG, X.. Correlation between hardness and elastic moduli of the covalent crystals. **Computational Materials Science**, v.50, p.2287-2290, 2011.

KIM, S.; CHAE, Y.; CHOI, S.. Characteristics evaluation of plasma sprayed ceramic coatings by nano/micro-indentation test. **Tribology Letters**, v.17, p.663-668, 2004.

LIJIMA, M.; MUGURUMA, T.; BRANTLEY, W.; MIZOGUCHI, I. Comparisons of nanoindentation, 3-point bending, and tension testes for orthodontic wires. **American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics**, v.140, p.65-71, 2011.

LIMA, R.S.; KRUGER, S.E.; LAMOUCHE, G.; MARPLE, B.R. Elastic modulus measurements via laser-ultrasonic and knoop indentation techniques in thermally sprayed coatings. **Journal of Thermal Spray Technology**, v. 14, p. 52-60, mar/2005.

LÜTJERING, G.; WILLIAMS, J.C.. **Titanium**. Germany: Springer, 2007.

MAJUMDAR, P.; SINGH, S.B.; CHAKRABORTY, M. Elastic modulus of biomedical titanium alloys by nano-indentation and ultrasonic techniques—A comparative study. **Materials Science and engineering**, India, v.489, p.419-425, 2008.

MELO, P. J. **Formação e Caracterização de óxidos crescidos anodicamente sobre Ti e Ti6Al4V**. 2003, 80f. Tese (Doutorado em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais) – Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2003.

MEZA, J.; FARIAS, M.; SOUZA, R.; RIANO, L. Using the ratio: Maximum load over unload stiffness squared,  $P_m/S_u^2$ , on the evaluation of machine stiffness and area function of blunt indenters on depth-sensing indentation equipment. **Materials Research**, v.10, n.4, p.437-447, 2007.

MIKOWSKI, A. **Propriedades nanomecânicas e processos de fratura de materiais lamelares**. 2008, 166f. Tese (Doutorado em Física) – Ciências Exatas, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2008.

MONTGOMERY, D.; RUNGER, G. **Estatística aplicada e probabilidade para engenheiros**. Rio de Janeiro: LTC, 2016.

MOORE, D. **A estatística básica e sua prática**. Rio de Janeiro: LTC, 2011.

MORAES, P.; CONTIERI, R.; LOPES, E.; RODIN, A.; CARAN, R.. Effects of Sn addition on the microstructure, mechanical properties and corrosion behavior of Ti-Nb-Sn alloys. **Materials Characterization**, v.96, p.273-281, 2014.

N'JOCK, M.; CHICOT, D.; NDJAKA, J.; LESAGE, J.; DECOOPMAN, X.; ROUDET, F.; MEJIAS, A.. A criterion to identify sinking-in and piling-up in indentation of materials. **International Journal of Mechanical Sciences**, v.90, p.145-150, 2015.

N'JOCK, M.; ROUDET, F.; IDRIS, M.; BARTIER, O.; CHICOT, D.. Work-of-indentation coupled to contact stiffness for calculating elastic modulus by instrumented indentation. **Mechanics of Materials**, v.94, p.170-179, 2016.

NACHEV, S.; RANGO, P.; SKRYABINA, N.; SKACHKOV, A.; APTUKOV, V.; FRUCHART, D.; MARTY, P.. Mechanical behavior of highly reactive nanostructured MgH<sub>2</sub>. **International Journal of Hydrogen Energy**, v.40, p.17065-17074, 2015.

NNAMCHI, P.; OBAYI, C.; TODD, I.; RAINFORTH, M. Mechanical and electrochemical characterization of new Ti-Mo-Nb-Zr alloys for biomedical applications. **Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials**, v.60, p.68-77, 2016.

OLIVEIRA, L.; SCALICE, R.; SACCHELLI, C.. **Levantamento sobre as metodologias de projeto para o desenvolvimento de veículos ferroviários**. In: Congresso Brasileiro de inovação e gestão de desenvolvimento de produto; 2017 set 04-05; São Paulo. São Paulo: 2017; s/p.

OLIVER, W. C.; PHARR, G. M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. **Journal Materials Research**, v. 7, p.1564-1583, 1992.

ORÉFICE, R. L.; PEREIRA, M. M.; MANSUR, H. S. **Biomateriais: fundamentos e aplicações**. Rio de Janeiro: Cultura Médica, 2006.  
OZALTIN, K.; CHROMINSKI, W.; KULCZYK, M.; PANIGRAHI, A.; HORKY, J.; ZEHETBAUER, M.; LEWANDOWSKA, M..

Enhancement of mechanical properties of biocompatible Ti-45Nb alloy by hydrostatic extrusion. **Journal of Materials Science**, v.49, p.6930-6936, 2014.

PETERS, M.; LEYENS, C. **Titanium and titanium alloys**. Weinheim: Wiley-VCH, 2003.

PHARR, G. M. Measurement of mechanical properties by ultra-low load indentation. **Materials Science and Engineering**, v.253, p.151-159, 1998.

QIAN, L.; LI, M.; ZHOU, Z.; YANG, H.; SHI, X. Comparison of nano-indentation hardness to microhardness. **Surface & Coatings Technology**, v.195, p.264-271, 2005.

REED-HILL, R. E. **Princípios de metalurgia física**. 2. ed. Rio de Janeiro: Guanabara-Dois, 1982.

SILVA, M.H.P. **Apostila de biomateriais**. Instituto Militar de Engenharia, s/a. Disponível em <<http://ftp.demec.ufpr.br/disciplinas/TM314/Nova%20pasta/ApostilaBiomateriais.pdf>>. Acesso em 20 nov. 2017.

SAKHAROVA, N.; FERNANDES, J.; OLIVEIRA, M.; ANTUNES, J. Influence of ductile interlayers on mechanical behaviour of hard coatings under depth-sensing indentation: a numerical study on TiAlN. **Journal of Materials Science**, v.45, p.3812-3823, 2010.

SOUZA, G.; FOERSTER, C.; SILVA, S.; SERBENA, F.; LEPIENSKI, C.; SANTOS, C. Hardness and elastic modulus of ion-nitrided titanium obtained by nanoindentation. **Surface & Coatings Technology**, v.191, p.76-72, 2005.

SU, J.; HUANG, W.; HONG, M.. Indentation and two-way shape memory in a NiTi polycrystalline shape-memory alloy. **Smart Materials and Structures**, v.16, p.137-144, 2007.

TROMBINI, M.. **Avaliação da técnica de ultrassom phased array para a otimização do controle de qualidade em aços laminados e forjados**. 2015, 119f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica)

– Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2015.

XU, L.; CHEN, Y.; LIU, Z.; KONG, F. The microstructure and properties of Ti-Mo-Nb alloys for biomedical application. **Journal of alloys and compounds**, v.453, p.320-324, 2008.

XU, L.; XIAO, S.; TIAN, J.; CHEN, Y. Microstructure, mechanical properties and dry wear resistance of  $\beta$ -type Ti-15Mo-xNb alloys for biomedical applications. **Transactions of nonferrous metals Society of China**, v.23, p.692-698, 2013.

YENER, T.; GULER, S.; SIDDIQUE, S.; WALTHER, F.; ZEYTIN, S.. Determination of the Young Modulus of Ti-TiAl<sub>3</sub> Metallic Intermetallic Laminate Composites by Nano-Indentation. **Acta Physica Polonica A**, v.129, p.604-606, 2016.

ZHANG, L.; WANG, K.; XU, L.; XIAO, S.; CHEN, Y.. Effect of Nb addition on microstructure, mechanical properties and castability of  $\beta$ -type Ti-Mo alloys. **Transactions of nonferrous metals Society of China**, v.25, p.2214-2220, 2015.

ZINELIS, S.; JABBARI, Y.; GAINANTZOPOULOU, M.; ELIADES, G.; ELIADES, T.. Mechanical properties of orthodontic wires derived by instrumented indentation testing (IIT) according to ISO 14577. **Progress in Orthodontics**, s/v, p.16-19, 2015.

## APÊNDICE

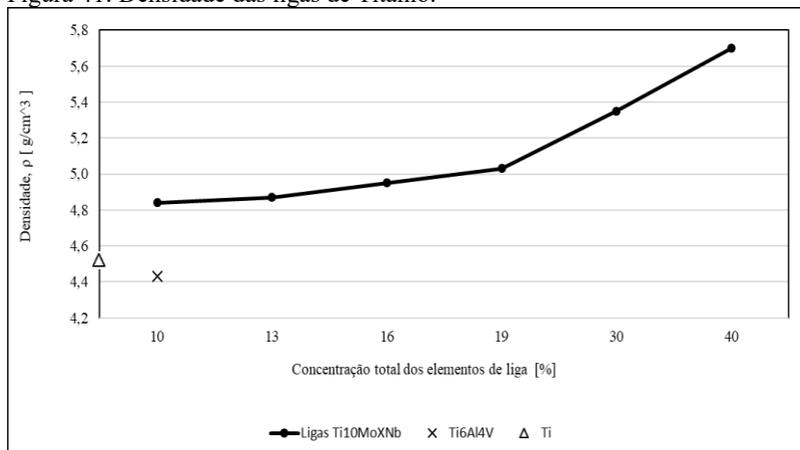
### CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA E FÍSICA

#### Densidade

As densidades das ligas de Ti-10Mo-XNb foram representadas graficamente na Figura 41. Visando manter como referência ligas comercialmente produzidas, os valores das ligas Ti (cp) e Ti-6Al-4V foram acrescidos no gráfico abaixo.

Vale apontar que a representação gráfica foi plotada utilizando o teor dos elementos de ligas totais.

Figura 41: Densidade das ligas de Titânio.



Fonte: Os autores (2018).

Os resultados calculados da densidade das ligas estudadas, do titânio comercialmente puro (cp) e da liga Ti-6Al-4V estão coerentes com o catalogado na literatura. Como exemplo comparativo, o resultado obtido para o Ti(cp) via cálculo foi de 4,52 g/cm<sup>3</sup>, já o valor listado na literatura é de 4,5 g/cm<sup>3</sup> por Lutjering; Williams (2007) e normatizado pela ASTM E494-15 igual a 4,540 g/cm<sup>3</sup>. Desse modo, percebe-se que o método de análise obteve resultados coerentes com o esperado.

