

## RESSALVA

Atendendo solicitação do(a)  
autor(a), o texto completo desta  
será disponibilizado somente a partir  
de 20/03/2022.

**CELSO BORTOLINI JÚNIOR**

**Estudo da liga experimental  $Ti_{25}Ta_{25}Nb_{3}Sn$  após deformação plástica severa (ECAP)**

**Celso Bortolini Júnior**

**Estudo da liga experimental Ti<sub>25</sub>Ta<sub>25</sub>Nb<sub>3</sub>Sn após deformação plástica severa (ECAP)**

Tese de Doutorado apresentado ao Conselho de Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, como parte dos requisitos para obtenção do diploma de Doutor em Engenharia Mecânica.

Orientador (a): Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Ana Paula Rosifini  
Alves Claro

Coorientador (a): Prof. Dr. Ângelo Caporalli  
Filho

Guaratinguetá - SP  
2020

B739e	<p>Bortolini Júnior, Celso</p> <p>Estudo da liga experimental Ti<sub>25</sub>Ta<sub>25</sub>Nb<sub>3</sub>Sn após deformação plástica severa (ECAP) / Celso Bortolini Júnior – Guaratinguetá, 2020.</p> <p>68 f. : il.</p> <p>Bibliografia: f. 61-65</p> <p>Tese (doutorado) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2020.</p> <p>Orientadora: Prof<sup>a</sup> Dr<sup>a</sup> Ana Paula Rosifini Alves Claro</p> <p>Coorientador: Prof. Dr. Ângelo Caporalli Filho</p> <p>1. Ligas de Titânio. 2. Ligas - Propriedades mecânicas. 3. Materiais biomédicos. I. Título.</p> <p style="text-align: right;">CDU 669.295(043)</p>
-------	---

Luciana Máximo


Bibliotecária-CRB-8/3595

**CELSO BORTOLINI JÚNIOR**

**ESTA TESE FOI JULGADA ADEQUADA PARA A OBTENÇÃO DO TÍTULO DE  
“DOUTOR EM ENGENHARIA MECÂNICA”**

**PROGRAMA: ENGENHARIA MECÂNICA  
CURSO: DOUTORADO**

**APROVADA EM SUA FORMA FINAL PELO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO**

  
**Prof. Dr.ª Ivonete Ávila**  
Coordenadora

**BANCA EXAMINADORA:**



**Prof.ª Dr.ª ANA PAULA ROSIFINI ALVES CLARO**  
Orientadora / UNESP/FEG



**p/ Prof. Dr. MARCELO DOS SANTOS PEREIRA**  
UNESP/FEG



**p/ Prof. Dr. PAULO NORONHA LISBOA FILHO**  
UNESP/FEB  
Participou por videoconferência



**p/ Prof.ª Dr.ª MIRIAN DE LOURDES NORONHA MOTTA MELO**  
UNIFEI/IEM  
Participou por videoconferência



**p/ Prof. Dr. EUGÊNIO JOSÉ ZOQUI**  
UNICAMP  
Participou por videoconferência

*Março de 2020*

## **DADOS CURRICULARES**

### **CELSO BORTOLINI JÚNIOR**

**NASCIMENTO** 19.12.1990 – Catanduva / SP

**FILIAÇÃO** Celso Bortolini  
Oneide Teresinha Paludo

**2009/2013** Curso de Graduação em Engenharia de Materiais  
Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade  
Estadual Paulista

**2014/2016** Mestrado em Engenharia Mecânica  
Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade  
Estadual Paulista.

Dedico esta tese à minha mãe Oneide Teresinha  
Paludo por estar sempre ao meu lado, me  
incentivando e apoiando em todas as minhas  
escolhas e decisões.

## AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus, fonte de vida e sabedoria, por sempre me guiar e iluminar meu caminho;

à minha irmã Bianca Bortolini por sempre me incentivar a seguir em frente e ser uma pessoa melhor;

à minha madrinha Marisa Aparecida Bortolini e ao meu primo Brunno Bortolini que mesmo estando longe sempre me apoiaram e incentivaram;

especialmente à minha orientadora, Professora Doutora Ana Paula Rosifini Alves Claro pelo apoio, dedicação, paciência e principalmente por acreditar no meu potencial e me incentivar a ir além;

aos meus amigos e familiares que participaram direta ou indiretamente na realização deste trabalho;

aos professores e técnicos do Departamento de Materiais e Tecnologia da FEG/UNESP pela dedicação e cooperação na realização deste trabalho;

aos meus amigos Adelvam Pereira Junior, Danielle Duque Domingues e Luis Felipe de Paula Santos por todo apoio, paciência e incentivo a seguir em frente;

aos meus amigos do grupo de Biomateriais, pelo apoio, dedicação e constante colaboração;

aos meus amigos e estudantes da Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá/UNESP pelo apoio e ajuda na realização deste trabalho;

e a todos que de alguma forma estiveram relacionados direta ou indiretamente na elaboração deste trabalho;



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

“Pass on what you have learned. Strength, mastery. But weakness, folly, failure also. Yes, failure most of all. The greatest teacher, failure is.”

Jedi Master Yoda

## RESUMO

Dentre os materiais utilizados em aplicações biomédicas, o titânio e suas ligas apresentaram destaque devido a suas excelentes propriedades de volume, como por exemplo, resistência mecânica. No entanto, essas propriedades estão diretamente ligadas à microestrutura, que estão diretamente relacionadas com o seu processamento. O objetivo deste trabalho foi avaliar a influência da deformação plástica severa por Equal Channel Angular Presssing (ECAP) na microestrutura e propriedades mecânicas da liga experimental Ti<sub>25</sub>Ta<sub>25</sub>Nb<sub>3</sub>Sn. Os lingotes da liga Ti<sub>25</sub>Ta<sub>25</sub>Nb<sub>3</sub>Sn foram processados em forno de fusão a arco voltaico com atmosfera controlada e submetidos a tratamento térmico de homogeneização para posterior forjamento a frio. Para o processamento por ECAP os lingotes foram previamente tratados por solubilização. Uma matriz com canal de 90° foi utilizada no processamento por ECAP, seguindo a rota Bc, processando o material com 2 e 4 passes. A morfologia, composição e estrutura foram investigadas usando microscopia eletrônica de varredura, microscopia eletrônica de transmissão e análise por EBSD. As análises de microscopia e EBSD mostraram uma estrutura com uma mistura de grãos refinados e grãos grosseiros após 2 passes e uma homogeneidade maior de grãos refinados após 4 passes. A difração de Raios X indicou a formação da fase  $\alpha''$  e  $\beta$  após 2 passes do processamento por ECAP e após 4 passes apenas a fase  $\beta$  estava presente na estrutura.

**PALAVRAS-CHAVE:** Ligas de Titânio. Propriedades mecânicas. Caracterização microestrutural. ECAP.

## ABSTRACT

Titanium and its alloys have been widely used in biomedical applications due to its bulk properties, such as mechanical strength. However, these properties are very sensitive to the microstructure which depend on the processing. The purpose of this study was to evaluate the microstructure and the evolution of the mechanical properties of the Ti25Ta25Nb3Sn experimental alloy after ECAP processing. Ingots of the Ti25Ta25Nb3Sn alloy were obtained in arc melting furnace. Alloys were treated at 950° C for 24 hours for chemical homogenization in vacuum tubular furnace and cold worked by swaging into rods with 10 mm in diameter. Samples where then solution treated at 900° C for 2 hours and water quenched. Samples with 40mm in length were cut for ECAP processing. A die with a 90° channel was used for ECAP processing, following the Bc route, with 2 and 4 passes. After 2 passes samples were cut from the parallel and perpendicular directions to the ECAP and after 4 passes samples were cut only from the perpendicular direction to the ECAP, using discs with 3 mm in thickness for analysis. The morphology, composition and structure were investigated using scanning electron microscopy, transmission electron microscopy and EBSD analysis. The microscopy and EBSD analysis shows a microstructure consisting of a mix of refined and coarse grains after 2 passes and a homogeneous and refined structure after 4 passes. The X-Rays diffraction analysis indicated the formation of  $\alpha''$  and  $\beta$  phases after 2 ECAP passes and after 4 passes only the  $\beta$  phase was observed.

**KEYWORDS:** Titanium alloys. Microstructural characterization. Mechanical properties. ECAP.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Dedo artificial de uma múmia egípcia .....	15
Figura 2 – Componentes das próteses de quadril comerciais .....	16
Figura 3 – Células unitárias das fases $\alpha$ (a) e $\beta$ (b).....	20
Figura 4 – Tipos de elementos de liga e seus efeitos na temperatura $\beta$ transus .....	21
Figura 5 – Diagrama de fases Ti-Ta.....	23
Figura 6 – Diagrama de fases do sistema Ti-Nb .....	25
Figura 7 – Curvas de tensão x deformação das ligas Ti-Nb .....	26
Figura 8 – Curva tensão x deformação da liga ternária Ti <sub>25</sub> Ta <sub>25</sub> Nb .....	27
Figura 9 – Curva tensão x deformação da liga Ti <sub>25</sub> Ta <sub>25</sub> Nb <sub>3</sub> Sn.....	28
Figura 10 – Esquematização do processamento por ECAP .....	31
Figura 11 – (a) Processamento por ECAP e (b) o processo de deformação por cisalhamento simples .....	31
Figura 12 – Rotas do processamento por ECAP .....	32
Figura 13 – Sistemas de deslizamentos nas rotas do processo ECAP.....	33
Figura 14 – Distorções induzidas no elemento cúbico .....	34
Figura 15 – Fluxograma da metodologia empregada nessa pesquisa.....	37
Figura 16 – Metais empregados na obtenção da liga (a) Titânio, (b) Tântalo, (c) Nióbio e (d) Estanho .....	38
Figura 17 – Forno a arco voltaico, (a) o equipamento completo, (b) detalhe dos materiais depositados no cadinho refrigerado, (c) botão obtido após a fusão.....	39
Figura 18 – (a) Lingote do material e o cadinho de alumina e (b) forno tubular com atmosfera de Argônio .....	40
Figura 19 – (a) Gráfico da temperatura em função do tempo do tratamento de homogeneização e (b) esquematização da temperatura em função do tempo no tratamento térmico de solubilização .....	41
Figura 20 – Equipamentos utilizados no processo ECAP: (a) Prensa hidráulica que acomodará a matriz e (b) matriz de 90° .....	43
Figura 21 – Fluxograma das condições utilizadas na pesquisa .....	44
Figura 22 – Microscópio eletrônico de varredura Supra 55VP.....	45
Figura 23 – Microscópio eletrônico de varredura LEO 1530 com detector de elétrons retroespalhados .....	46

Figura 24 – Microdurômetro .....	47
Figura 25 – Esquemática das medidas do ensaio de microdureza .....	47
Figura 26 – Corpo de prova após o 4º passe do processamento por ECAP .....	49
Figura 27 – Microestrutura da liga Ti <sub>25</sub> Ta <sub>25</sub> Nb <sub>3</sub> Sn após 2 passes do processamento por ECAP – seção transversal .....	51
Figura 28 – Microestrutura da liga Ti <sub>25</sub> Ta <sub>25</sub> Nb <sub>3</sub> Sn após 4 passes do processamento por ECAP – seção transversal .....	52
Figura 29 – Microestrutura da liga Ti <sub>25</sub> Ta <sub>25</sub> Nb <sub>3</sub> Sn após 2 passes do processamento por ECAP – seção longitudinal .....	53
Figura 30 – Mapa por EBSD da liga Ti <sub>25</sub> Ta <sub>25</sub> Nb <sub>3</sub> Sn após 2 passes do processamento por ECAP – seção longitudinal (b) distribuição do tamanho dos grãos e (c) figura de polo inversa da região .....	54
Figura 31 – (a) Mapa por EBSD da liga Ti <sub>25</sub> Ta <sub>25</sub> Nb <sub>3</sub> Sn após 2 passes do processamento por ECAP – seção transversal, (b) distribuição do tamanho dos grãos e (c) figura de polo inversa da região .....	55
Figura 32 – (a) Mapa por EBSD da liga Ti <sub>25</sub> Ta <sub>25</sub> Nb <sub>3</sub> Sn após 4 passes do processamento por ECAP – seção transversal, (b) distribuição do tamanho dos grãos (c) figura de polo inversa da região .....	56
Figura 33 – Difractogramas da liga Ti <sub>25</sub> Ta <sub>25</sub> Nb <sub>3</sub> Sn após processamento por ECAP.....	58

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Ligas comerciais utilizadas na fabricação de implantes biomédicos.....	19
Tabela 2 – Comparação das propriedades mecânicas das ligas com fases $\alpha$ , $\beta$ e $\alpha+\beta$ .....	21
Tabela 3 – Propriedades mecânicas das ligas do sistema Ti-Ta.....	24
Tabela 4 – Propriedades mecânicas do Ti CP e das ligas Ti6Al4V, Ti25Ta25Nb e Ti25Ta25Nb3Sn.....	28
Tabela 5 – Propriedades mecânicas do Ti CP após ECAP .....	35
Tabela 6 – Medidas de microdureza das amostras antes e após o processamento por ECAP ..	50

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

BP	Back pressure
CCC	Cúbica de corpo centrado
CDP	Corpo de prova
CP	Comercialmente Puro
ECAP	Equal Channel Angular Pressing
LRT	Limite de Resistência à tração



## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b> .....	15
1.1	OBJETIVOS .....	18
<b>2</b>	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	19
2.1	CONSIDERAÇÕES GERAIS .....	19
2.2	TITÂNIO E SUAS LIGAS .....	20
<b>2.2.1</b>	<b>O sistema binário titânio-tântalo (Ti-Ta)</b> .....	23
<b>2.2.2</b>	<b>O sistema binário titânio-nióbio (Ti-Nb)</b> .....	25
<b>2.2.3</b>	<b>A liga quaternária Ti<sub>25</sub>Ta<sub>25</sub>Nb<sub>3</sub>Sn</b> .....	26
2.3	PROCESSAMENTO DE LIGAS DE TITÂNIO EMPREGANDO DEFORMAÇÃO PLÁSTICA SEVERA .....	29
<b>3</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	37
3.1	OBTENÇÃO DA LIGA .....	38
3.2	PROCESSAMENTO POR ECAP .....	42
3.3	CARACTERIZAÇÃO DA LIGA .....	44
<b>4</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÕES</b> .....	48
4.1	PROCESSAMENTO DA LIGA Ti <sub>25</sub> Ta <sub>25</sub> Nb <sub>3</sub> Sn EMPREGANDO ECAP .....	48
4.2	CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL APÓS PROCESSAMENTO POR ECAP .....	49
<b>5</b>	<b>CONCLUSÕES</b> .....	60
	<b>REFERÊNCIAS</b> .....	61
	<b>BIBLIOGRAFIA CONSULTADA</b> .....	67

## 1 INTRODUÇÃO

Desde os primórdios, sempre existiu uma preocupação no reparo ou substituição das funções perdidas do corpo humano buscando uma melhor qualidade de vida, constatado pelos achados das civilizações egípcias e sul-americanas, como implantes dentários ou até mesmo membros substituídos, como exemplificado na Figura 1 (SAINI, 2015; FINCH, 2011; RATNER et al., 2004).

Figura 1 - Dedo artificial de uma múmia egípcia



Fonte: Adaptado de Finch (2011).

Na década de 1970 surgiu a primeira definição para materiais que seriam implantados em organismos vivos, os biomateriais, que tiveram um aumento significativo em seu uso no final do século XIX com os avanços da medicina moderna e da indústria metalúrgica (CHEN e THOUAS, 2015).

Os biomateriais metálicos são empregados na fabricação de dispositivos para substituição de tecidos duros submetidos a cargas elevadas, como por exemplo as próteses de quadril nesse caso os materiais cerâmicos e poliméricos fazem parte do conjunto porém apenas na composição dos pares articulares sujeitos a desgaste e menores cargas conforme mostra a ilustração da Figura 2.

Para a seleção de um biomaterial algumas propriedades devem ser consideradas como por exemplo o módulo de elasticidade, que mede a rigidez do material, sendo definida pela razão entre a tensão aplicada ao material e a deformação específica verificada. Quando a diferença entre o módulo de elasticidade do osso e do implante é muito grande, ocorre o fenômeno

chamado de stress shielding, que se dá pela carga insuficiente do osso, causando graves complicações para o paciente (NIINOMI e NAKAI, 2011; GEETHA et al., 2009).

Figura 2 - Componentes das próteses de quadril



Fonte: Adaptado de Crosby (2013).

Outra propriedade do material que requer atenção é a resistência à corrosão, ou seja, a capacidade do material suportar a ação de agentes corrosivos quando em serviço, sem que o comprometimento de suas funcionalidades mecânicas. O corpo humano é um ambiente agressivo e se o implante possuir em sua composição elementos tóxicos ao paciente, tais elementos serão liberados na corrente sanguínea se o implante sofrer corrosão levando à complicações fisiológicas (GEETHA et al., 2009; MANIVASAGAM et al., 2003).

Os materiais comumente utilizados, como aços inoxidáveis e ligas a base de cobalto-cromo (Co-Cr) possuem um módulo de elasticidade muito superior ao do osso humano, sendo assim as ligas de titânio são candidatas ideais para a sua substituição ou possuem propriedades mecânicas mais próximas às dos ossos (NIINOMI e NAKAI, 2011; GEETHA et al., 2009; MANIVASAGAM et al., 2003).

A liga Ti6Al4V empregada inicialmente na indústria aeronáutica, por possuir propriedades satisfatórias, passou a ser utilizada como biomaterial a partir da década de 1960. No entanto, a resistência à corrosão desta liga é comprometida em aplicações de longo prazo,

ocorrendo a liberação de íons Al e V na corrente sanguínea do paciente, que podem resultar na ocorrência de doenças graves como o mal de Alzheimer (ELIAS et al., 2008).

Dessa forma, surgiram novas linhas de pesquisa para produzir ligas de titânio livres de elementos tóxicos para o corpo humano, como a Nitinol (Liga NiTi), Ti30Ta, Ti15Mo, Ti15Nb, Ti25Ta25Nb e Ti35Nb4Sn (GEETHA et al., 2009; NIINOMI e NAKAI, 2011; JANEČEK, M. et al., 2014; ZHOU et al., 2007; BERTRAND et al., 2010).

A liga Ti25Ta25Nb3Sn derivada da liga ternária Ti25Ta25Nb pode ser uma alternativa viável para essas aplicações biomédicas devido a seu modo de elasticidade (65 GPa) ser próximo ao do osso humano (SEIXAS 2018). A adição de estanho ao sistema ternário levou a supressão do duplo escoamento no entanto os autores verificaram uma resistência mecânica em torno de 583 MPa. As propriedades mecânicas podem ser alteradas a partir da adição de elementos de liga, tratamentos térmicos ou processamentos mecânicos. Por se tratar de uma liga  $\beta$ , suas propriedades mecânicas não podem ser alteradas a partir de tratamentos térmicos, devido à metaestabilidade da fase  $\beta$ , então, é desejável um processo mecânico que eleve a resistência mecânica sem elevar o módulo de elasticidade.

O processo por ECAP (Equal Channel Angular Pressing) é um processo de deformação plástica severa, preconizado por V. M. Segal na década de 1970. Essa técnica consiste na passagem do material por dois canal de uma matriz interceptados por um ângulo  $\phi$ , refinando a microestrutura em escala nanométrica, sem alterar a fase existente na microestrutura, elevando a resistência mecânica do material processado (GUNDEROV et al., 2013).

Neste escopo, o processo por ECAP é ideal por não alterar o módulo de elasticidade do material, se tornando um processo alternativo para materiais que não podem ter suas propriedades mecânicas melhoradas por tratamentos térmicos.

## 1.1 OBJETIVOS

O presente trabalho tem como objetivo avaliar a influência da deformação plástica severa por Equal Channel Angular Presssing (ECAP) na microestrutura e propriedades mecânicas da liga experimental Ti<sub>25</sub>Ta<sub>25</sub>Nb<sub>3</sub>Sn.

Para atingir esse objetivo foram traçados os seguintes objetivos específicos:

- Processamento da liga Ti<sub>25</sub>Ta<sub>25</sub>Nb<sub>3</sub>Sn por ECAP empregando a técnica;
  - Estudo dos parâmetros do processamento por ECAP: Temperatura de processamento; Velocidade de avanço;
  - Rota de processamento;
- Caracterização microestrutural da liga após o processamento por ECAP;
  - Electron Backscatter Diffraction (EBSD);
  - Difração de Raios X (DRX);
- Caracterização mecânica da liga após o processamento por ECAP;

## 5 CONCLUSÕES

A partir da realização deste estudo é possível concluir que:

O processamento da liga  $Ti_{25}Ta_{25}Nb_{3}Sn$  por ECAP é viável e é uma técnica eficaz na redução do tamanho de grão da microestrutura, os parâmetros utilizados produziram um material com uma superfície lisa e livre de trincas.

A redução no tamanho médio de grão não foi homogênea nos dois primeiros passes do processamento, criando regiões de grãos refinados com tamanho médio próximo de 800 nm dentro de uma matriz de grãos grosseiros com tamanho médio de aproximadamente 1,5  $\mu m$ . Após quatro passes, a redução alcançou maior homogeneidade porém ainda não foi suficiente para um refino total da microestrutura, reduzindo o tamanho médio de grão para aproximadamente 350 nm. A estrutura após dois passes apresentou uma grande misorientação entre os grãos refinados e os grãos grosseiros, porém após quatro passes os grãos que já haviam sido refinados anteriormente não sofreram um refino maior, criando regiões com misorientações pequenas e regiões com misorientações grandes.

Devido ao caráter termomecânico do processamento por ECAP, os dois primeiros passes levaram à formação de uma fase  $\alpha''$  metaestável na estrutura. Após o quarto passe esta fase não estava mais presente na estrutura, existindo apenas a fase  $\beta$  na estrutura final.

A caracterização mecânica apontou um aumento não significativo, em torno de 20 HV, na microdureza do material após quatro passes no processamento por ECAP quando comparado à condição solubilizada, porém, para comprovar a melhoria nas propriedades mecânicas, outros ensaios de caracterização são necessários.

Após quatro passes no processamento por ECAP houve uma redução no tamanho de grão médio porém não foi o suficiente para produzir uma estrutura totalmente homogênea e com grande misorientação, assim, são necessários mais passes no processamento por ECAP para garantir uma estrutura totalmente homogênea e com um aumento satisfatório nas propriedades mecânicas para aplicações biomédicas.

## REFERÊNCIAS

- AZUSHIMA, A. *et al.* Severe plastic deformation (SPD) processes for metals. **CIRP annals**, Amsterdã, v. 57, n. 2, p. 716-735, 2008.
- BANERJEE, S.; MUKHOPADHYAY, P. **Phase transformations**: examples from titanium and zirconium alloys. Amsterdã: Elsevier, 2010. 813 p.
- BERTRAND, E.; CASTANY, P.; GLORANT, T.; Investigation of the martensitic transformation and the damping behavior of a superelastic Ti-Ta-Nb alloy. **Acta Materialia**, Oxford, v. 61, n. 2, p. 511-518 – 2013
- BERTRAND, E. *et al.* Twinning system selection in a metastable  $\beta$ -titanium alloy by Schmid factor analysis. **Scripta Materialia**, Bethesda, v. 64, n. 12, p. 1110-1113, 2011.
- BERTRAND, E. *et al.* Synthesis and characterisation of a new superelastic Ti-25Ta-25Nb biomedical alloy. **Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials**, Amsterdã, v. 3, n. 8, p. 559-564, 2010.
- CHEN, Q.; THOUAS, G. A. Metallic implant biomaterials. **Materials Science and Engineering: R: Reports**, Lausanne, v. 87, p. 1-57, 2015.
- CROSBY, K. D.; **Titanium-6Aluminum-4Vanadium for functionally graded orthopedic implant applications**. 2013. 242 f. Tese (Doutorado em Ciência dos Materiais) – University of Connecticut, Storrs, 2013.
- DONACHIE JÚNIOR, M. J. **Titanium a technical guide**. Materials Park, Ohio: ASM International, 2000. 380 p.
- ELIAS, C. N. *et al.* Biomedical applications of titanium and its alloys. **Jom**, Warrendale, v. 60, n. 3, p. 46-49, 2008.

FINCH, J. The ancient origins of prosthetic medicine. **The Lancet**, Londres, v. 377, n. 9765, p. 548-549, 2011.

GEETHA, M. *et al.* Ti based biomaterials, the ultimate choice for orthopaedic implants—a review. **Progress in Materials Science**, Londres, v. 54, n. 3, p. 397-425, 2009.

GUNDEROV, D. V. *et al.* Evolution of microstructure, macrotexture and mechanical properties of commercially pure Ti during ECAP-conform processing and drawing. **Materials Science and Engineering: A**, Lausanne, v. 562, p. 128-136, 2013.

HAO, Y. L. *et al.* Aging response of the Young's modulus and mechanical properties of Ti-29Nb-13Ta-4.6 Zr for biomedical applications. **Metallurgical and Materials Transactions A**, Warrendale, v. 34, n. 4, p. 1007-1012, 2003.

KIM, H. Y. *et al.* Mechanical properties and shape memory behavior of Ti-Nb alloys. **Materials Transactions**, Sendai, v. 45, n. 7, p. 2443-2448, 2004.

LEYENS, C.; PETERS, M. **Titanium and titanium alloys: fundamentals and applications**. Weinheim: John Wiley & Sons, 2003. 532 p.

LI, S. J. *et al.* Fatigue properties of a metastable  $\beta$ -type titanium alloy with reversible phase transformation. **Acta Biomaterialia**, Amsterdã, v. 4, n. 2, p. 305-317, 2008.

LOWE, T. C.; VALIEV, R. Z. Producing nanoscale microstructures through severe plastic deformation. **Jom**, Warrendale, v. 52, n. 4, p. 27, 2000.

LÜTJERING, G.; WILLIAMS, J. C. **Titanium**. Berlin: Springer Science & Business Media, 2007. 442 p.

MANIVASAGAM, G. *et al.* Corrosion and microstructural aspects of titanium and its alloys as orthopaedic devices. **Corrosion Reviews Special Issue**, Berlin, v. 21, n. 1 p. 125-160, 2003.



MARECI, D. *et al.* Comparative corrosion study of Ti–Ta alloys for dental applications. **Acta Biomaterialia**, Amsterdã, v. 5, n. 9, p. 3625-3639, 2009.

MASSALSKI, T. B. *et al.* **Binary alloy phase diagrams vol. 2**. Materials Park, Ohio: ASM International, 1990. 2104 p.

NIINOMI, M. Mechanical properties of biomedical titanium alloys. **Materials Science and Engineering: A**, Lausanne, v. 243, n. 1-2, p. 231-236, 1998.

NIINOMI, M.; NAKAI, M. Titanium-based biomaterials for preventing stress shielding between implant devices and bone. **International Journal of Biomaterials**, Londres, v. 2011, 10 p., 2011.

O'BRIEN, F. J. Biomaterials & scaffolds for tissue engineering. **Materials Today**, Kidlington, v. 14, n. 3, p. 88-95, 2011.

POLYAKOV, A. V. *et al.* Fatigue life and failure characteristics of an ultrafine-grained Ti–6Al–4V alloy processed by ECAP and extrusion. **Advanced Engineering Materials**, Weinheim, v. 16, n. 8, p. 1038-1043, 2014.

PRABHA, A . J. *et al.* Thermodynamics of  $\alpha'' \rightarrow \beta$  phase transformation and heat capacity measurements in Ti–15 at% Nb alloy. **Physica B: Condensed Matter**, Amsterdã, v. 406, n. 22, p. 4200-4209, 2011.

RATNER, B. D. *et al.* **Biomaterials science: an introduction to materials in medicine**. Oxford: Elsevier, 2004. 868 p.

ROODPOSHTI, P. S. *et al.* Microstructural approach to equal channel angular processing of commercially pure titanium: a review. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, China, v. 25, n. 5, p. 1353-1366, 2015.

SAINI, M. *et al.* Implant biomaterials: a comprehensive review. **World Journal of Clinical Cases: WJCC**, Pleasanton, v. 3, n. 1, p. 52, 2015.

SEGAL, V. M. Equal channel angular extrusion: from macromechanics to structure formation. **Materials Science and Engineering: A**, Lausanne, v. 271, n. 1-2, p. 322-333, 1999.

SEGAL, V. M. Materials processing by simple shear. **Materials Science and Engineering: A**, Lausanne, v. 197, n. 2, p. 157-164, 1995.

SEIXAS, M. R. *et al.* Development of a new quaternary alloy Ti–25Ta–25Nb–3Sn for biomedical applications. **Materials Research Express**, Oxford, v. 5, n. 2, p. 025402, 2018.

SEMENOVA, I. P. *et al.* Mechanical behavior and impact toughness of the ultrafine-grained Grade 5 Ti alloy processed by ECAP. **Materials Science and Engineering: A**, Lausanne, v. 696, p. 166-173, 2017.

SEMENOVA, I. P. *et al.* The effect of equal-channel angular pressing on the structure and mechanical behavior of Ti–6Al–4V alloy. **Materials Science and Engineering: A**, Lausanne, v. 387, p. 805-808, 2004.

SORDI, V. L. *et al.* Microstructure and tensile strength of grade 2 titanium processed by equal-channel angular pressing and by rolling. **Journal of Materials Science**, Norwell, v. 47, n. 22, p. 7870-7876, 2012.

SOUZA, K. A.; ROBIN, A. Preparation and characterization of Ti–Ta alloys for application in corrosive media. **Materials Letters**, Amsterdã, v. 57, n. 20, p. 3010-3016, 2003.

SUN, X. *et al.* A comparative study on the microstructure and mechanical behavior of titanium: Ultrafine grain vs. coarse grain. **Materials Science and Engineering: A**, Lausanne, v. 669, p. 226-245, 2016.

SURESH, K. S. *et al.* Effect of equal channel angular pressing on grain refinement and texture evolution in a biomedical alloy Ti13Nb13Zr. **Materials Characterization**, Nova Iorque, v. 82, p. 73-85, 2013.

VALIEV, R. Z.; LANGDON, T. G. Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement. **Progress in Materials Science**, Londres, v. 51, n. 7, p. 881-981, 2006.

VALIEV, R. *et al.* Nanostructured SPD processed titanium for medical implants. **Materials Science Forum**, Suíça, v. 586, n.1, p. 49-54, 2008.

VISHNOI, M. *et al.* Analysis of plastic deformation of Al6063, Magnesium AZ91C and commercially used Titanium alloys using ECAP. **Materials Today: Proceedings**, Amsterdã, 2019.

WANG, Y. B.; ZHENG, Y. F. Corrosion behaviour and biocompatibility evaluation of low modulus Ti–16Nb shape memory alloy as potential biomaterial. **Materials Letters**, China, v. 63, n. 15, p. 1293-1295, 2009.

ZHAO, X. *et al.* The processing of pure titanium through multiple passes of ECAP at room temperature. **Materials Science and Engineering: A**, Lausanne, v. 527, n. 23, p. 6335-6339, 2010.

ZHAO, X. *et al.* Processing of commercial purity titanium by ECAP using a 90 degrees die at room temperature. **Materials Science and Engineering: A**, Lausanne, v. 607, p. 482-489, 2014.

ZHOU, Y. L.; NIINOMI, M.; AKAHORI, T. Changes in mechanical properties of Ti alloys in relation to alloying additions of Ta and Hf. **Materials Science and Engineering: A**, Lausanne, v. 483, p. 153-156, 2008.

ZHOU, Y. L.; NIINOMI, M.; AKAHORI, T. Decomposition of martensite  $\alpha$  during aging treatments and resulting mechanical properties of Ti– Ta alloys. **Materials Science and Engineering: A**, Lausanne, v. 384, n. 1-2, p. 92-101, 2004.

ZHOU, Y. L.; NIINOMI, M.; AKAHORI, T. Effects of Ta content on Young's modulus and tensile properties of binary Ti–Ta alloys for biomedical applications. **Materials Science and Engineering: A**, Lausanne, v. 371, n. 1-2, p. 283-290, 2004.

ZHOU, Y. L. *et al.* Corrosion resistance and biocompatibility of Ti–Ta alloys for biomedical applications. **Materials Science and Engineering: A**, Lausanne, v. 398, n. 1-2, p. 28-36, 2005.

ZHOU, Y. L. *et al.* Comparison of various properties between titanium-tantalum alloy and pure titanium for biomedical applications. **Materials transactions**, Sendai, v. 48, n. 3, p. 380-384, 2007.

**BIBLIOGRAFIA CONSULTADA**

BIELER, T. R.; TREVINO, R. M.; ZENG, L. **Alloys: Titanium**. Amsterdã: Elsevier, 2005. 725 p.

BIESIEKIERSKI, A. *et al.* A new look at biomedical Ti-based shape memory alloys. **Acta Biomaterialia**, Amsterdã, v. 8, n. 5, p. 1661-1669, 2012.

DU, Z. *et al.* Effect of heat treatment on microstructure and mechanical properties of a new  $\beta$  high strength titanium alloy. **Materials & Design**, Surrey, v. 55, p. 183-190, 2014.

FARGHADANY, E. *et al.* The strain accommodation in Ti–28Nb–12Ta–5Zr alloy during warm deformation. **Materials Science and Engineering: A**, Lausanne, v. 592, p. 57-63, 2014.

GILL, P. *et al.* Effect of manufacturing process on the biocompatibility and mechanical properties of Ti-30Ta alloy. **Journal of materials engineering and performance**, Materials Park, Ohio, v. 20, n. 4-5, p. 819-823, 2011.

GUO, W. Y. *et al.* Evolution of microstructure and texture during recrystallization of the cold-swaged Ti-Nb-Ta-Zr-O alloy. **Metallurgical and Materials Transactions A**, Lausanne, v. 39, n. 3, p. 672-678, 2008.

HANDBOOK, A. S. M. Vol. 9: **Metallography and Microstructures**. Materials Park, Ohio: ASM International, 2004. 1184 p.

HUMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M. **Recrystallization and related annealing phenomena**. Amsterdã: Elsevier, 2012. 496 p.

INAMURA, T. *et al.* Effect of  $\{0\ 0\ 1\} \langle 1\ 1\ 0 \rangle$  texture on superelastic strain of Ti–Nb–Al biomedical shape memory alloys. **Materials Science and Engineering: A**, Lausanne, v. 438, p. 865-869, 2006.

JANEČEK, M. *et al.* Microstructure evolution in solution treated Ti15Mo alloy processed by high pressure torsion. **Materials Characterization**, Nova Iorque, v. 98, p. 233-240, 2014.

KOBAYASHI, E. *et al.* Mechanical properties and corrosion resistance of Ti–6Al–7Nb alloy dental castings. **Journal of Materials Science: Materials in Medicine**, Norwell, v. 9, n. 10, p. 567-574, 1998.

KULKARNI, M. *et al.* Biomaterial surface modification of titanium and titanium alloys for medical applications. **Nanomedicine**, Londres, v. 111, p. 111-136, 2014.

LEARMONTH, I. D. Artificial joints: a biotechnological revolution. **The Surgeon**, v. 3, n. 3, p. 171-183, 2005.

LI, S. *et al.* Effect of Nb on microstructural characteristics of Ti-Nb-Ta-Zr alloy for biomedical applications. **Materials transactions**, v. 43, n. 12, p. 2964-2969, 2002.

LONG, M.; RACK, H. J. Titanium alloys in total joint replacement: a materials science perspective. **Biomaterials**, Surrey, v. 19, n. 18, p. 1621-1639, 1998.

LOPES, E. S. N. *et al.* Effects of double aging heat treatment on the microstructure, Vickers hardness and elastic modulus of Ti–Nb alloys. **Materials characterization**, Nova Iorque, v. 62, n. 7, p. 673-680, 2011.

MANTANI, Y.; TAJIMA, M. Phase transformation of quenched  $\alpha$  martensite by aging in Ti–Nb alloys. **Materials Science and Engineering: A**, Lausanne, v. 438, p. 315-319, 2006.

NAG, S. **Influence of beta instabilities on the early stages of nucleation and growth of alpha in beta titanium alloys**. 2008. 315 f. Tese (Doutorado em Ciência dos Materiais) – The Ohio State University, Newark, 2008.

NAJDAHMAI, A.; ZAREI-HANZAKI, A.; FARGHADANI, E. Mechanical properties enhancement in Ti–29Nb–13Ta–4.6 Zr alloy via heat treatment with no detrimental effect on its biocompatibility. **Materials & Design**, Surrey, v. 54, p. 786-791, 2014.

OEPPEN, J.; VAUPEL, J. W. **Broken limits to life expectancy**, Estados Unidos da América, v. 296, n. 5570, p. 1029-1031, 2002.

PADILHA, A. F.; SICILIANO JUNIOR, F. **Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura**. São Paulo: ABMM, 2005. 232 p.

VALIEV, R. Z. *et al.* Nanostructured titanium for biomedical applications. **Advanced Engineering Materials**, Weinheim, v. 10, n. 8, p. B15-B17, 2008.