

UNESP
FACULDADE DE ENGENHARIA DE GUARATINGUETÁ

Caracterização Microestrutural e
fractográfica do produto da reciclagem
da lig. Ti-6Al-4v por processamento
digital de Imagens

Guaratinguetá
2002



1110000484



***"Caracterização Microestrutural e
Fractográfica do Produto da
Reciclagem da Liga Ti-6Al-4V por
Processamento Digital de Imagens"***

LUCIANO MONTEIRO FLORENCE RIBEIRO

172



LUCIANO MONTEIRO FLORENCE RIBEIRO

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E FRACTOGRÁFICA
DO PRODUTO DA RECICLAGEM DA LIGA Ti-6Al-4V
POR PROCESSAMENTO DIGITAL DE IMAGENS

FACULDADE DE ENGENHARIA
DE GUARATINGUETÁ

BIBLIOTECA

Dissertação apresentada à Faculdade
de Engenharia do Campus de
Guaratinguetá, Universidade Estadual
Paulista, para a obtenção do Título de
Mestre em Engenharia Mecânica na
área de Projetos e Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Luis Rogerio de Oliveira Hein

Co-orientador: Prof. Dr. Antônio Fernando Branco Costa

484

- 484

Guaratinguetá

2002

24/05/02

R\$20,00

Doação

Ribeiro, Luciano Monteiro Florence

R484p Caracterização microestrutural e fractográfica do produto da
reciclagem da liga Ti-6Al-4V por processamento digital de imagens /
Luciano Monteiro Florence Ribeiro. – Guaratinguetá : [s.n.], 2001
137f. : il.

Bibliografia: f.

Dissertação (mestrado) – Universidade Estadual Paulista,
Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2001

Orientador: Prof. Dr. Luis Rogerio de Oliveira Hein

Co-orientador: Prof. Dr. Antônio Fernando Branco Costa

1.Processamento digital de imagens 2. Fractografia I. Título

CDU 621.381



**“CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E FRACTOGRÁFICA DO
PRODUTO DA RECICLAGEM DA LIGA Ti-6Al-4V
POR PROCESSAMENTO DIGITAL DE IMAGENS”**

LUCIANO MONTEIRO FLORENCE RIBEIRO

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

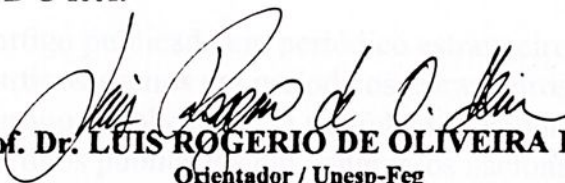
**ESPECIALIDADE: ENGENHARIA MECÂNICA
ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: PROJETOS E MATERIAIS**

APROVADA EM SUA FORMA FINAL PELO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO

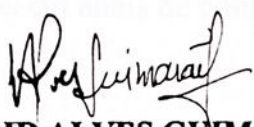


Prof. Dr. José Luz Silveira
Coordenador

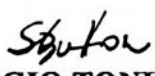
BANCA EXAMINADORA:



Prof. Dr. LUIS ROGERIO DE OLIVEIRA HEIN
Orientador / Unesp-Feg



Prof. Dr. VALDIR ALVES GUIMARÃES
Unesp-Feg



Prof. Dr. SÉRGIO TONINI BUTTON
UNICAMP

fevereiro de 2002

DADOS CURRICULARES

LUCIANO MONTEIRO FLORENCE RIBEIRO

NASCIMENTO 24.05.1977 – CRUZEIRO / SP

FILIAÇÃO Moacyr de Andrade Ribeiro
 Maria Suzana Monteiro Florence Ribeiro

1995/1999 Curso de Graduação
 Engenharia Mecânica – Universidade de Taubaté

2000/2002 Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica,
 nível de Mestrado na faculdade de Engenharia do Campus
 de Guaratinguetá da UNESP, na área de Projetos e
 Materiais

Artigos Publicados:

- 1 artigo publicado em periódico estrangeiro indexado
- 3 artigos aceitos em periódicos estrangeiros indexados
- 2 artigos publicados em periódicos nacionais
- 4 artigos publicados em congressos nacionais
- 1 artigo submetido a periódico estrangeiro indexado
- 4 artigos publicados em anais de congressos regionais.

*À meus pais, Moacyr e Suzana, à minha mulher, Claudia, e à nossa
pequenina Eduarda, por todo amor e apoio, necessários para a realização da
primeira etapa de um grande sonho.*

AGRADECIMENTOS

A realização deste trabalho se deve à contribuição de inúmeras pessoas, às quais manifesto aqui meus sinceros agradecimentos.

Agradeço ao meu orientador, Prof. Dr. Luis Rogerio de Oliveira Hein, primeiramente, pela oportunidade de ingressar em seu grupo de trabalho, por todo aprendizado e dedicação no sentido de nos proporcionar um ambiente de trabalho agradável e bastante produtivo, nos dando todo apoio necessário. Agradeço também à sua amizade e ao excelente trabalho de orientação.

Agradeço ao meu co-orientador, Prof. Dr. Antônio Fernando Branco Costa, por toda assistência com relação ao planejamento de experimentos, além das discussões de caráter geral e esclarecimentos de dúvidas em relação ao respectivo trabalho.

Aos professores Valdir Alves Guimarães, Ângelo Caporalli Filho, Marcelo dos Santos Pereira, Tomaz Manabu Hashimoto, Eduardo Norberto Codaro, pelos cursos de pós-graduação que contribuíram para a minha formação e pelo auxílio no esclarecimentos de dúvidas.

À Profa. Dra. Ana Paula Rosifini Alves do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade de Taubaté, pelo incentivo à minha carreira e pela amizade.

Agradeço aos professores Nilson Cristino da Cruz e Elidiane, do Departamento de Física desta instituição, pelos ensaios de nanoidentação e microscopia de força atômica.

Aos colegas e amigos Glaucio Aparecido Jesuino, Ana Lúcia Horovistiz, Rosinei Batista Ribeiro, Emersom Ferreira de Lucena, Kamila Amato de Campos, André Alves Tamaki, pelo incentivo e cooperação durante a realização deste trabalho.

A todos os técnicos do DMT/FEG, pela ajuda em diversas etapas deste trabalho. Em especial a Manoel Francisco dos Santos Filho, Domingos Hassman Neto, Ely de Almeida Fornitano e Odir Vieira da Silva.

Também manifesto minha gratidão à Sra. Rita Helena Buso Jacon, do DEMa – UNICAMP, pelas análises em DTA das amostra de Ti-4Al-4V.

À Sra. Elisabeth Godoy, Alexandre e Rogério Duque Gonçalves, da Divisão de Materiais - CTA /IAE /AMR, pela realização de Microscopia Eletrônica de Varredura. Também ao Doutorando Alfeu Saraiva Ramos, pela sessão de MEV realizada no DEMAR – FAENQUIL.

Ao Engenheiro Gilbert, do DEMAR – FAENQUIL, pela realização da difração de Raios-X.

Às secretárias da pós-graduação Elisa Mara Carvalho, Regina Célia Galvão Faria Alves e Maria Auxiliadora M. C. A. da Silva, pela eficiência nos procedimentos burocráticos. Sou grato a Maria Aparecida Alkimin, secretária do DMT, por toda a ajuda prestada, às bibliotecárias Rosana e Ana Maria, por todo apoio com relação aos artigos necessários para a revisão bibliográfica.

Enfim, agradeço a Deus por toda a vida. Aos meus pais, Moacyr e Maria Suzana, por todo amor e incentivo e por terem me proporcionado a realização do sonho de ser Engenheiro. À minha mulher Claudia, pelo seu amor, incentivo e compreensão, principalmente nas horas mais árduas. À minha filha Eduarda, por ter me dado a honra de poder ser seu pai.

Este trabalho contou com o apoio das seguintes entidades:

- FAPESP, pelo apoio financeiro do projeto 1997/06287-5.
- FUNDUNESP, pelo apoio financeiro do projeto DFP 088/2001.
- CAPES, pela concessão da bolsa de Mestrado.



SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS

LISTA DE TABELAS

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

LISTA DE SÍBOLOS

1	INTRODUÇÃO E OBJETIVOS.....	22
1.1	LINHAS GERAIS.....	22
1.2	JUSTIFICATIVA DO TRABALHO.....	22
1.3	OBJETIVOS DO TRABALHO.....	23
2	LIGAS DE TITÂNIO E FRACTOGRAFIA.....	24
2.1	LIGAS DE TITÂNIO.....	24
2.2	CLASSIFICAÇÃO DAS LIGAS DE TITÂNIO.....	25
2.2.1	Ligas α	25
2.2.2	Ligas <i>near</i> - α	26
2.2.3	Ligas $\alpha + \beta$	26
2.2.4	Ligas <i>near</i> - β	27
2.2.5	Ligas β	28
2.2.6	Diagramas de fases de sistemas binários de Titânio.....	28
2.3	TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA NAS LIGAS DE TITÂNIO.....	29
2.4	Ti-4Al-4V COMO PRODUTO DA RECICLAGEM DA LIGA Ti-6Al-4V.....	33
2.5	MORFOLOGIAS DA FASE α PRECIPITADA E PROPRIEDADES MECÂNICAS OBTIDAS POR TRATAMENTOS TÉRMICOS.....	36
2.5.1	Morfologia lamelar.....	38
2.5.2	Estrutura de Widmanstätten.....	39
2.5.3	Propriedades mecânicas obtidas por tratamentos térmicos.....	40

2.6	CONCEITOS DE FRACTOGRAFIA QUANTO A INTERPRETAÇÃO E MEDIÇÃO DA TOPOGRAFIA DA SUPERFÍCIE DE FRATURA.....	43
2.6.1	Interpretação das superfícies de fratura.....	43
2.6.1.1	Fratura por clivagem.....	45
2.6.1.2	Ruptura dúctil ou ruptura por coalescência de microcavidades.....	48
2.6.1.3	Fratura intergranular.....	49
2.6.2	Fractografia quantitativa.....	50
2.6.2.1	Dimensão fractal como parâmetro de análise de relevos.....	50
2.6.2.1.1	Geometria fractal.....	50
2.6.2.1.2	Fractais mistos.....	52
2.6.2.2	Método para a obtenção de perfis e a técnica de Minkowski.....	54
2.6.2.2.1	Método do seccionamento vertical.....	54
2.6.2.2.2	Técnica de Minkowski para estimar a dimensão fractal.....	54
2.7	COMENTÁRIOS FINAIS.....	56
3	MATERIAIS E MÉTODOS.....	57
3.1	ANÁLISE TÉRMICA DIFERENCIAL.....	57
3.2	ANÁLISE DA INFLUÊNCIA DE DIFERENTES FATORES NO TRATAMENTO TÉRMICO DA LIGA Ti-4Al-4V.....	58
3.2.1	Objetivo geral.....	58
3.2.2	Planejamento fatorial 2^k ($K=4$).....	59
3.2.3	Planejamento fatorial 2^k ($K=3$).....	61
3.2.3.1	Análise da curvatura do sistema.....	62

3.2.3.2	Modelo e análise de regressão.....	65
3.2.3.3	Análise de variância e validade do modelo.....	66
3.2.3.4	Análise da falta de ajuste do modelo de regressão.....	68
3.2.3.5	Metodologia da superfície de resposta.....	69
3.3	ROTAS DO TRATAMENTO TÉRMICO.....	73
3.4	ANÁLISE POR DIFRAÇÃO DE RAIOS-X.....	74
3.5	ENSAIOS MECÂNICOS.....	74
3.5.1	Ensaio de dureza.....	74
3.5.2	Ensaio de impacto Charpy.....	74
3.5.3	Ensaio de tração.....	75
3.6	ANÁLISE MATERIALOGRÁFICA.....	76
3.6.1	Microscopia óptica.....	76
3.7	PROCESSAMENTO DIGITAL DE IMAGENS.....	78
3.7.1	Rotina para o cálculo da dimensão fractal.....	78
3.8	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA	80
3.9	NANOIDENTAÇÃO E MICROSCOPIA DE FORÇA ATÔMICA.....	82
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO – Parte I.....	83
4.1	ASPECTOS GERAIS.....	83
4.2	PRIMEIRA ETAPA: ANÁLISE DAS COLÔNIAS DE FASE α	83
4.2.1	Definições básicas sobre imagens.....	83
4.2.2	Processamento digital de imagens.....	85
4.2.2.1	Aquisição das imagens.....	86
4.2.2.2	Pré-processamento.....	87
4.2.2.2.1	Filtragem espacial.....	89
4.2.2.3	Segmentação.....	92
4.2.2.4	Extração de dados.....	94
4.2.2.4.1	Parâmetros de medição.....	94

4.2.2.4.2	Obtenção das frações volumétricas das amostras recozidas a 800°C por 16 horas, seguido por resfriamento ao ar.....	98
4.2.2.4.3	Obtenção das frações volumétricas das amostras recozidas a partir do aquecimento no campo β , resfriamento a 950°C com permanência de 4 horas, seguido por resfriamento ao ar.....	100
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO – PARTE II.....	102
5.1	FORMA DE APRESENTAÇÃO DOS RESULTADOS..	102
5.2	AMOSTRAS NA CONDIÇÃO BRUTA DE FUSÃO E APÓS CICLOS DE TRANSFORMAÇÕES MARTENSÍTICAS.....	102
5.3	AMOSTRAS RECOZIDAS A 800°C POR 16 HORAS E RESFRIADAS AO AR.....	108
5.4	AMOSTRAS RECOZIDAS COM AQUECIMENTO NO CAMPO β POR 30 MINUTOS, RESFRIAMENTO A 950°C POR 4 HORAS E RESFRIAMENTO AO AR.....	113
5.5	ANÁLISE DOS ASPECTOS DE FRATURA E A RELAÇÃO COM A DIMENSÃO FRACTAL.....	118
5.5.1	Amostras submetidas somente aos tratamentos cíclicos e estrutura bruta de fusão.....	118
5.5.2	Amostras submetidas aos tratamentos cíclicos e recozimento a 800°C.....	121
5.5.3	Amostras submetidas aos tratamentos cíclicos e recozimento a 950°C.....	124
6	CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS.....	127
	REFERÊNCIAS.....	129

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 2.1- Representação esquemática da seção vertical do diagrama para as ligas ternárias de Titânio com estabilizadores α e β	25
FIGURA 2. 2- Classificação dos diagramas de fase de ligas binárias de Titânio.....	29
FIGURA 2. 3- Formação de martensita maciça (α_m) em uma liga Ti-6Al-4V resfriada rapidamente a partir de 900°C.....	31
FIGURA 2. 4- Formação de martensita acicular (α') em uma liga Ti-6Al-4V resfriada rapidamente a partir de 900°C.....	32
FIGURA 2.5- Seção vertical do diagrama ternário Ti-Al-V versus temperatura de equilíbrio da fase sólida.....	34
FIGURA 2.6- Pressão de vapor para o sistema Ti-Al-V para a faixa de 1600 a 2200°C.....	36
FIGURA 2.7- Estrutura bruta de fusão da liga Ti-4Al-4V com morfologia lamelar.....	39
FIGURA 2.8- Estrutura de Widmanstätten da liga Ti-4Al-4V.....	40
FIGURA 2.9- Diagrama esquemático mostrando o efeito dos microconstituintes na resistência mecânica e na tenacidade à fratura das ligas de Titânio.....	41
FIGURA 2.10- Curvas de tensão-deformação: (A) materiais com alta resistência e baixa ductilidade, (B) baixa resistência e alta ductilidade e (C) exemplo de melhor combinação entre resistência e ductilidade.....	44
FIGURA 2. 11- Esquema das “marcas de rio” mostrando a direção do fluxo de propagação de trinca.....	47

FIGURA 2.12-Transição dúctil-frágil em aços ferríticos. O mecanismo de fratura muda de clivagem para coalescência de microcavidades à medida que a temperatura aumenta.....	48
FIGURA 2.13- Esquema ilustrativo de fratura intergranular. (a) Decoesão ao longo de contornos de grão com grãos equiaxiais, (b) decoesão em contornos planos e (c) decoesão ao longo de contornos de grão com grãos alongados.....	50
FIGURA 2.14- Passos iniciais na construção da curva de Koch, mostrando a auto similaridade de um perfil fractal sobre diversas escalas de visualização. A, B e C representam as diferentes escalas de visualização.....	51
FIGURA 2.15- Exemplos das dimensões fractais “textural e estrutural” pelo método de Richardson para perfis de partículas projetados.....	53
FIGURA 2.16- Método de Minkowski para a obtenção da dimensão fractal. A, B, C e D representam os sucessivos incrementos no detalhamento do perfil.....	55
FIGURA 3.1- Resultado da análise térmica diferencial (DTA).....	57
FIGURA 3.2- Curvas de nível com número de ciclos constante a 1, 2, 3 e superfície de resposta com 3 ciclos.....	70
FIGURA 3.3- Curvas de nível com patamar constante de 30, 45, 60 minutos e superfície de resposta com 60 minutos.....	71
FIGURA 3.4- Curvas de nível com taxa constante de 10, 15, 20°C/min e superfície de resposta com 20°C/min.....	72
FIGURA 3. 5- Rotas dos tratamentos térmicos.....	73

FIGURA 3.6- Dimensões do corpo de prova utilizado para ensaio de impacto Charpy.....	75
FIGURA 3.7- Dimensões dos corpos de prova utilizados para o ensaio de tração.....	76
FIGURA 3.8- Esquema do seccionamento dos corpos de prova Charpy.....	77
FIGURA 3.9- Sequência do processamento de imagem nos perfis de fratura, para o cálculo da dimensão fractal.....	79
FIGURA 3.10- Simulação de Monte Carlo da interação elétron - amostra para o sistema Ti-Al-V.....	81
FIGURA 4.1- Cubo de cores do modelo RGB.....	85
FIGURA 4.2- Etapas fundamentais do processamento digital de imagens.....	86
FIGURA 4.3- Efeito da função de estiramento de contraste. Observe que o histograma (b) da imagem superior é restrito a uma faixa de intensidade de brilho. O estiramento proporciona uma ampliação dinâmica de contraste como mostra a imagem inferior (histograma (d)), estendendo a todas as faixas de intensidade.....	88
FIGURA 4.4- Separação dos canais de cores do sistema RGB, antes e após o estiramento de contraste.....	89
FIGURA 4.5- Resultado da aplicação da mediana.....	90
FIGURA 4.6- Imagem de duas regiões segmentadas da Figura 4.3, após aplicação da limiarização	90
FIGURA 4.7- Máscaras que definem o operador Kirsch. (A) gradiente para a direção de 90° ; (B) gradiente para a direção de 180°	92
FIGURA 4.8- Etapas do processamento utilizado.....	93

FIGURA 4.9- Segmentação das colônias de fase α , definidas por características de orientação e espaçamento.....	94
FIGURA 4.10- (a) Imagem original, (b) Equalização local da imagem em (a), e seu espectro da magnitude em (c).....	97
FIGURA 4.11- Espaçamento de lamelas das colônias da fase α para a Estrutura bruta de fusão.....	97
FIGURA 4.12- Espaçamento de agulhas da martensita para os três ciclos de tratamento térmico.....	98
FIGURA 4.13- Microestrutura de amostras recozidas a 800°C por 16 horas, após 1, 2 e 3 ciclos de transformação martensítica.....	99
FIGURA 4.14- Microestrutura de amostras recozidas a partir de aquecimento no campo β , seguido por resfriamento a 950°C por 4 horas e posterior resfriamento ao ar.....	101
FIGURA 5.1- Gráficos da fração volumétrica das colônias (a), espaçamento de lamelas (b).....	102
FIGURA 5.2- Espectros de difração de raios-X das amostras bruta de fusão e tratadas ciclicamente.....	104
FIGURA 5.3- Ilustração dos dados obtidos para as amostras bruta de fusão e tratadas termicamente (tratamentos cíclicos), em relação ao comportamento de dureza, tração e impacto Charpy.....	106
FIGURA 5.4- Resultado de nanodureza	107
FIGURA 5.5- Espectros de difração de raios-X das amostras recozidas a 800°C por 16 horas e resfriadas ao ar.....	109

FIGURA 5.6- Ilustração dos dados obtidos para as amostras tratadas termicamente (tratamentos cíclicos + recozimento a 800°C), em relação ao comportamento de dureza, tração e impacto Charpy.....	111
FIGURA 5.7- Gráficos de fração volumétrica das amostras recozidas a 800°C.....	113
FIGURA 5.8- Gráficos de fração volumétrica das amostras recozidas a 950°C.....	114
FIGURA 5.9- Espectros de difração de raios-X das amostras recozidas com aquecimento no campo β por 30 minutos, resfriamento a 950°C por 4 horas e resfriamento ao ar..	116
FIGURA 5.10- Resultados do comportamento mecânico obtidos para as amostras tratadas termicamente (com aquecimento no campo β por 30 minutos, resfriamento a 950°C por 4 horas e resfriamento ao ar).....	118
FIGURA 5.11- Superfícies de fratura dos corpos de prova ensaiados por impacto Charpy.....	120
FIGURA 5.12- Gráficos da dimensão fractal textural e estrutural dos perfis da estrutura bruta de fusão e tratadas ciclicamente.....	121
FIGURA 5.13- Superfícies de fratura dos corpos de prova ensaiados por impacto Charpy após recozimento a 800°C.....	123
FIGURA 5.14- Gráficos da dimensão fractal textural e estrutural dos perfis da condição recozida a 800°C.....	124
FIGURA 5.15- Superfícies de fratura dos corpos de prova ensaiados por impacto Charpy após recozimento a 950°C.....	125
FIGURA 5.16- Gráficos da dimensão fractal textural e estrutural dos perfis da condição recozida a 950°C.....	126

LISTA DE TABELAS

TABELA 2.1- Resultados da análise da composição química (% em peso).....	35
TABELA 3.1- Dados experimentais do projeto fatorial 2^4	59
TABELA 3.2- Quadro de análise de variância do projeto fatorial 2^4	60
TABELA 3.3- Quadro de análise de variância do desvio padrão do projeto fatorial 2^4	61
TABELA 3.4- Dados experimentais do projeto fatorial 2^3	62
TABELA 3.5- Quadro de análise de variância do projeto fatorial 2^3	62
TABELA 3.6- Análise da porcentagem do erro tipo II (β) para 95% confiança.....	65
TABELA 3.7- Quadro de análise de variância do modelo de regressão com os fatores significativos.....	67
TABELA 4.1- Frações volumétricas das colônias de fase α da estrutura bruta de fusão.....	95
TABELA 4.2- Fração volumétrica das amostras recozidas a 800°C por 16 horas, resfriadas ao ar, após terem sido submetidas aos tratamentos térmicos cíclicos.....	99
TABELA 4.3- Fração volumétrica das amostras recozidas a partir de aquecimento no campo β , seguido por resfriamento a 950°C por 4 horas e posterior resfriamento ao ar, após terem sido submetidas a tratamentos térmicos cíclicos.....	101

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ASTM	American Society for Testing and Materials
BS	Elétron retroespalhado
RGB	Modelo de cores (vermelho, verde e azul)
HSI	Modelo de cores (matiz, saturação e intensidade)
CMY	Modelo de cores (ciano, magenta e amarelo)

LISTA DE SÍMBOLOS

E	Módulo de elasticidade reduzido	GPa
H	Nanodureza	GPa
T	Temperatura	°C
t	tempo	s
α	Fase alfa	
β	Fase beta	
ε	deformação	
σ_e	Limite de escoamento	MPa
σ_r	Limite de resistência a tração	MPa
Δl	Alongamento	%
μm	micrometro	
θ	Ângulo	°

RIBEIRO, L. M. F. **Caracterização microestrutural e fractográfica do produto da reciclagem da liga Ti-6Al-4V por processamento digital de imagens**. 2002. 137f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá.

RESUMO

Este trabalho consiste na caracterização microestrutural e fractográfica da liga Ti-6Al-4V, por processamento digital de imagens. A liga foi obtida por dupla fusão em forno de feixes de elétrons a partir de sucatas de usinagem da liga Ti-6Al-4V. O material foi submetido a diversos tratamentos térmicos com os objetivos de quebrar a estrutura bruta de fusão por ciclos de transformação martensíticas, seguidos em alguns casos por tratamentos de recozimento. A investigação partiu da quantificação das características microestruturais e fractográficas, por processamento digital de imagens. A análise da microestrutura consistiu em medidas de espaçamento de agulhas, no caso de formações martensíticas ou de lamelas. No caso de amostras com a estrutura bruta de fusão, foram medidas as frações volumétricas das fases presentes e colônias. Para as medidas da fractografia quantitativa utilizou-se o cálculo da dimensão fractal. Outras técnicas de caracterização como microscopia eletrônica de varredura, difração de raios-X, nanoidentação foram empregadas. Os resultados mostraram que os tratamentos térmicos levaram à quebra da estrutura bruta de fusão além de causar um refinamento da microestrutura, obtendo-se valores de resistência mecânica próximos aos verificados para produtos fundidos da liga Ti-6Al-4V. O cálculo da dimensão fractal textural através de técnicas de processamento digital de imagens mostrou que este parâmetro é sensível às variações da microestrutura.

PALAVRAS-CHAVE: Ti-6Al-4V, processamento digital de imagens, fractografia quantitativa

RIBEIRO, L. M. F. **Microstructural and fractography characterization of Ti-6Al-4V alloy recycling product by image processing.** 2002. 137f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá.

ABSTRACT

This work consists in microstructural and fractographic characterisation of Ti-4Al-4V alloy, through of digital image processing, obtained by double fusion in electron beam furnace from matching scraps of Ti-6Al-4V alloy.

The material has submitted to several heat treatments with consecutive annealing. Investigation has been performed by microstructural and fractographic quantitative analysis by digital image processing. The microstructural analysis consisted in the needles spacing measurements, in case of martensitic or lamellae formation. In samples with raw fusion structure, volume fraction measurements of phases and colonies has been conducted. For quantitative fractography analysis the fractal dimension has been estimated. The results showed that the heat treatments to went ahead with break of fusion structure and a microstructure refinement was obtained.

In this away, the mechanical strength values are near to found in Ti-6Al-4V alloy literature.

The textural fractal dimension calculus through digital image processing techniques showed that this parameter is sensible to microstructure variations.

KEYWORDS: Ti-4Al-4V, digital image processing, quantitative fractography

1 INTRODUÇÃO E OBJETIVOS

1.1. LINHAS GERAIS

Com o advento das primeiras ligas comerciais de titânio a partir da década de 50 nas indústrias militares, a ascensão na utilização deste metal e suas ligas como componentes em equipamentos aeronáuticos e, em outros setores, tem sido extremamente interessante para o aperfeiçoamento das técnicas de produção e aplicação (DONACHIE, 1988).

GILBERT (1985) denota que o crescimento mundial na produção das ligas de titânio, cerca de aproximadamente 8% ao ano, se deve à excelente combinação de resistência / peso. Mas, no começo dos anos 90 até 1994, a indústria de produção de Titânio sofreu uma grande crise, devido ao excesso de produção e principalmente à redução de mercado na área militar (defesa aeroespacial). A partir de 1995, o melhoramento no mercado mundial de produção de Titânio se torna evidente devido aos avanços tecnológicos de setores industriais diversos barateando os custos da produção, além da aplicação de Titânio em outros setores da economia (SEAGLE, 1996). O emprego do titânio e suas ligas em turbinas a gás, trocadores de calor, tubulações marinhas, equipamentos estruturais, indústria química, próteses ortopédicas, entre outros, torna-se cada vez mais evidente no cotidiano da engenharia.

1.2. JUSTIFICATIVA DO TRABALHO

A utilização do Titânio e suas ligas como componentes estruturais resistentes à corrosão com propriedades mecânicas diversas, faz com que a necessidade de baratear custos de produção e processamento se torne um requisito primordial para a aplicabilidade dessas ligas em ambientes diversos.

A reciclagem de sucatas da liga Ti-6Al-4V, utilizadas em empresas aeronáuticas, por dupla fusão em forno de feixe de elétrons, proporciona um novo campo de estudos sobre o aproveitamento do material em novas

aplicações com custos extremamente reduzidos. Desta forma, a investigação das correlações entre propriedades mecânicas e características microestruturais, através de ferramentas baratas, como o processamento digital de imagens, se mostra como um grande atrativo.

1.3. OBJETIVOS DO TRABALHO

As ligas de titânio apresentam variações microestruturais extremamente complexas que afetam o seu comportamento mecânico. As ligas da classe $\alpha+\beta$ que são tratáveis termicamente, em especial a Ti-6Al-4V, responsável por mais de 70% do titânio produzido mundialmente, possuem uma excelente combinação de resistência e tenacidade e ótima resistência à corrosão (DONACHIE, 1988).

Estudando o produto da reciclagem da liga Ti-6Al-4V, obtido por dupla fusão em forno de feixe de elétrons, assim chamada Ti-4Al-4V por analogia à perda de Alumínio durante o processo de reciclagem, os objetivos deste trabalho serão:

- 1- Quebrar a estrutura bruta de fusão somente por tratamentos térmicos.
- 2- Otimizar rotas de tratamentos térmicos visando ao aprimoramento de um novo material por ciclos de aquecimento, encharque e resfriamento rápido.
- 3- Desenvolver metodologias quantitativas de análise microestrutural para as ligas de titânio, através de ferramentas de processamento digital de imagens.
- 4- Analisar a correlação entre microestrutura e propriedades mecânicas de tração, impacto e dureza.
- 5- Analisar a superfície de fratura de corpos de prova de impacto Charpy utilizando ferramentas da fractografia quantitativa e sua relação com a microestrutura e a energia para a fratura por impacto.

2 LIGAS DE TITÂNIO E FRACTOGRAFIA

2.1. LIGAS DE TITÂNIO

A estabilidade dos arranjos cristalinos tem uma importância fundamental quando se discute a física do estado sólido em metais puros e ligas. A estrutura cristalina das ligas de titânio sofre mudanças que vão de hexagonal compacta (fase alfa) para cúbica de corpo centrado (fase beta) (MCQUILLAN *apud* COLLINGS, 1984)¹. Os mesmos autores justificam, com base na termodinâmica que, durante o aquecimento, a entropia do sistema ccc tende a aumentar mais rápido que outros arranjos e, conseqüentemente, a energia livre diminui proporcionando a transformação de fase.

Com a adição de elementos de liga pertencentes ao grupo dos Metais de Transição (V, Mo, etc.) esse fenômeno se torna ainda mais rápido, dessa maneira, a transformação ocorrerá numa temperatura inferior, (ao contrário, se adicionados elementos do grupo dos Metais Simples, como, Al, etc.). Portanto, elementos do grupo MT são conhecidos como estabilizadores da fase β (betagênicos) e os do grupo MS são conhecidos como estabilizadores da fase α (COLLINGS, 1984).

Em decorrência disso, as ligas de titânio são divididas em cinco categorias, que fornecem o grau de estabilidade da fase β em temperatura ambiente, ou seja, o aumento ou a diminuição de determinados campos depende da quantidade e do tipo desses elementos presentes na matriz de Ti.

As ligas de titânio são classificadas em: ligas α , *near- α* , $\alpha + \beta$, *near- β* e β . Essa classificação é dada em função das linhas de transformação martensítica e do grau de estabilização da fase β à temperatura ambiente. Essas linhas não apresentam uma posição estável no diagrama porque

¹ MCQUILLAN, M. K., Phase Transformations in Titanium and it's Alloys, **Metallurgical Reviews**. V.8, p. 41 – 104, august. 1963, *apud* COLLINGS, E. W., The Physical Metallurgy of Titanium Alloys. Ohio: ASM, 1984, 261p.



dependem da quantidade e da posição dos elementos na tabela periódica (DOBROMYSLOV; ELKIN, 2001).

2.2. CLASSIFICAÇÃO DAS LIGAS DE TITÂNIO

Flower (1990) atribui a classificação das ligas de titânio em relação às linhas de transformação martensítica inicial (M_i) e final (M_f), as quais são praticamente coincidentes, em função da capacidade de estabilizar a fase β à temperatura ambiente, de acordo com a Figura 2.1.

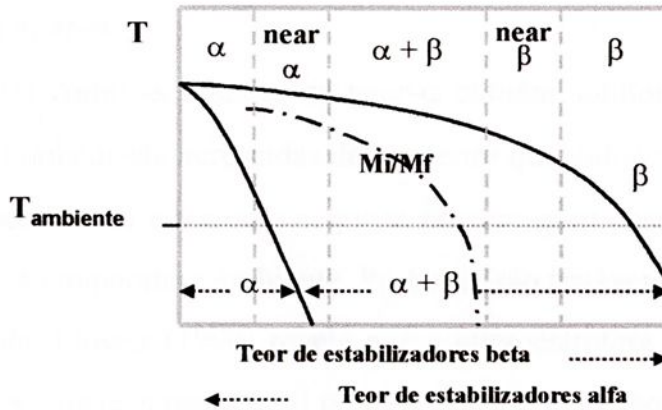


Figura 2. 1- Representação esquemática da seção vertical do diagrama para as ligas ternárias de Titânio com estabilizadores α e β . (FLOWER, 1990).

2.2.1. Ligas α

As ligas α têm sua estrutura em equilíbrio em baixas temperaturas (abaixo de 800°C). A presença de elementos do grupo dos Metais Simples em forma de solutos dissolvidos na matriz de Ti eleva as temperaturas dos campos $\alpha/\alpha+\beta$ e $\alpha+\beta/\beta$, tornando impossível a retenção de β à temperatura ambiente, conforme a Figura 2.1. Brooks (1990) atribui a incapacidade de reter β na temperatura ambiente à incapacidade da estrutura conter estabilizadores

betagênicos. Portanto, as ligas α não são tratáveis termicamente por não se Ter um ganho significativo nas propriedades mecânicas.

Quanto às propriedades mecânicas, as mesmas podem ser alteradas com a adição de elementos estabilizadores da fase α , causando endurecimento por solução sólida, assim como por processos mecânicos de deformação a frio. Essas ligas possuem boa resistência mecânica, resistência à fluência e ótima soldabilidade. A liga Ti-5Al-2,5Sn pertence a esta classe e é utilizada para aplicações criogênicas e em indústria química.

2.2.2. Ligas *near- α*

Assim como as ligas α , as *near- α* contêm solutos que estabilizam a fase α , mas também são acrescidas de pequenas quantidades de estabilizadores da fase β , permitindo reter uma pequena porcentagem desta fase na condição metaestável, à temperatura ambiente. Portanto, são tratáveis termicamente.

Ainda, Flower (1990) revela que a microestrutura presente neste tipo de liga consiste de α , a partir de β transformada, e uma pequena quantidade de β retida e distribuída ao longo dos contornos de grão. Dessa forma, também possuem alta resistência à fluência e são indicadas para aplicações em altas temperaturas (acima de 600°C). Um exemplo desta classe é a liga Ti-6Al-5Zr-0,5Mo-0,25Si.

2.2.3. Ligas $\alpha + \beta$

As ligas $\alpha + \beta$ são consideradas as mais versáteis dentre todas as outras, por possuir estabilizadores das fases α e β em teores apropriados, permitindo que o campo $\alpha + \beta$ esteja presente à temperatura ambiente.

Como são tratáveis termicamente, o tratamento térmico, então, se torna uma poderosa ferramenta para se obter diversas morfologias microestruturais das fases presentes, no caso, uma combinação de α e β , que



evidenciam e controlam propriedades mecânicas específicas, tais como, tenacidade a fratura e resistência à fadiga (BOYER; LÜTJERING, 1997).

A liga Ti-6Al-4V pertence a esta classe e é a mais utilizada dentre as ligas de Titânio por apresentar ótima combinação resistência/peso, excelente resistência mecânica e resistência à corrosão, boa soldabilidade e conformabilidade, além de ser utilizada como biomaterial, apesar de recentemente estar sendo substituída por outras que não contém o elemento Vanádio (NIINOMI, 1998)*.

Assim, as aplicações na engenharia para as ligas desta classe vão de estruturas aeronáuticas a próteses ortopédicas.

2.2.4. Ligas *near-β*

Segundo Savrun e Polonis (1989), as ligas *near-β* apresentam estabilizadores betagênicos (metais de transição) em quantidades suficientes para promover a transformação martensítica abaixo da temperatura ambiente. Dessa maneira, com a diminuição da temperatura na β -transus, trazendo-a até a temperatura ambiente, e assumindo que a liga contém altos teores de estabilizadores beta, a fase β pode se encontrar retida à temperatura ambiente na forma metaestável.

O aumento das propriedades mecânicas é provocado por tratamentos térmicos (dos quais, se destaca o envelhecimento dentro do campo $\alpha + \beta$) e conformação a frio. É nesta classe que se observam os maiores valores de resistência mecânica das ligas de Titânio. São aplicáveis para equipamentos estruturais por possuírem ótima conformabilidade, com destaque para a liga Ti-10V-2Fe-3Al.

* Maiores detalhes sobre a liga Ti-6Al-4V serão apresentados no item 2.4



2.2.5. Ligas β

Assim como as ligas *near- β* , as ligas desta classe também possuem estabilizadores betagênicos, mas com teores extremamente elevados. Os estabilizadores encontrados nesta classe de liga são conhecidos como isomorfos e eutetóides, como mostra a Figura 2.2. Dependendo da quantidade presente, é possível conter a transformação martensítica favorecendo a retenção de β na forma metaestável, ou até mesmo em equilíbrio (ANKEM & GREENE, 1999).

As propriedades mecânicas desejáveis são requeridas através de processos termomecânicos e tratamentos de envelhecimento, que promovem a precipitação das fases, α , ω e/ou compostos intermetálicos, para aumentar o limite de escoamento e a tenacidade à fratura. Portanto, altas resistências são atribuídas às diversas morfologias destes precipitados distribuídos na matriz.

2.2.6. Diagramas de fases de sistemas binários de Titânio:

Os diagramas de equilíbrio de fases devem ser entendidos como os estados iniciais das ligas após o resfriamento a temperatura ambiente. Em trabalhos realizados por Molchanova ² (*apud* COLLINGS, 1984) os diagramas de sistemas binários de Titânio, apresentam-se divididos em duas classes principais, conforme a Figura 2.2:

- **α -estabilizados:** nesse tipo de diagrama, a fase alfa permanece totalmente estável a temperatura ambiente;
- **β -estabilizados:** apresenta β estável ou metaestável a temperatura ambiente, com uma pequena porcentagem α estável;

De acordo com o mesmo autor, estas classes principais são subdivididas em:

- peritéticos simples e β -peritetóides (**α -estabilizados**);

² MOLCHANOVA, E. K. Phase Diagrams of Titanium Alloys [Transl. of Atlas Diagram Sostoyaniya Titanovykh Splavov], Israel Program for Scientific Translations, Jerusalem, 1965, *apud* COLLINGS, E. W. The Physical Metallurgy of Titanium Alloys. ASM, Metals Park, 1984, 261 p.



- β -isomorfos e β -eutetóides (β -estabilizados);

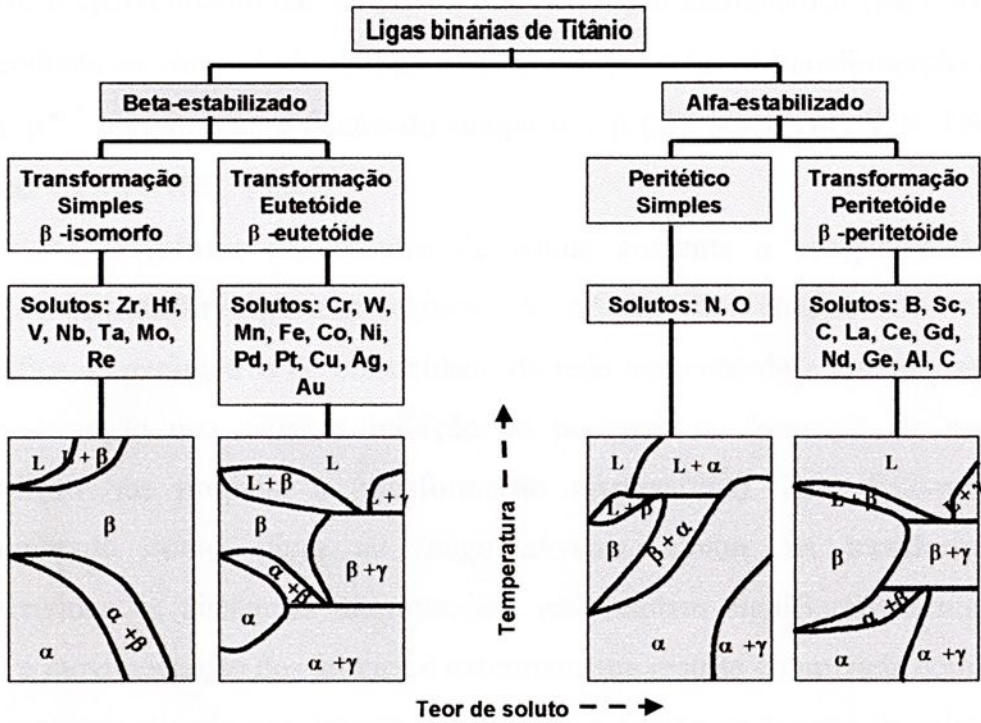


Figura 2.2 - Classificação dos diagramas de fase de ligas binárias de Titânio (COLLINGS, 1984).

Esta notação faz-se necessária ao entendimento do leitor, na medida que os termos serão utilizados nas seções posteriores.

2.3. TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA NAS LIGAS DE TITÂNIO

No Titânio puro a presença de elementos de liga altera o equilíbrio da transformação alotrópica de β para α , onde a predominância do mecanismo de transformação de fase conhecido por difusão atômica, no qual a cinética se dá por etapas de nucleação e crescimento, passa a dar lugar ao mecanismo de cisalhamento, ou seja, transformação atérmica quando se atribui altas taxas de resfriamento. No caso de ligas, essa competição entre mecanismos de transformação de fase possui um caráter extremamente complexo (COLLINGS, 1984).

Com o aparecimento do campo $\alpha+\beta$, devido a combinações de estabilizadores α e β em teores apropriados, a faixa de temperatura onde ocorre o aparecimento das linhas de transformação martensítica (M_i e M_f)* é dependente da composição da liga. Nas β -estabilizadas, a transformação de β para α^m * sempre ocorre dentro do campo $\alpha + \beta$ (JEPSON; BRUWN; GRAY³ apud. COLLINGS, 1984).

A influência dos átomos de soluto aumenta a complexidade da cinética de transformação martensítica. A adição de átomos de soluto modifica os parâmetros de elasticidade da rede aumentando a energia interna do sistema, o que causa a inibição do processo de formação de maclas (condição que propicia a transformação martensítica). Esse fenômeno é denominado como *efeito de longo alcance*. Como, na transformação martensítica as distâncias interatômicas não mudam significativamente, ou seja, a movimentação dos átomos é extremamente restrita comparada com a de um processo ativado por difusão, então, com a adição de átomos de soluto na rede, a movimentação dos planos atômicos é dificultada. Dessa maneira, a velocidade de transformação é reduzida (fenômeno conhecido como *efeito de curto alcance*), o que favorece a competição do processo de nucleação e crescimento por difusão com o de cisalhamento atérmico (HAASEN, 1996).

A morfologia das fases martensíticas varia com o teor de soluto e taxa de resfriamento. Em relação as ligas Ti-MT, o fator determinante da morfologia da martensita é o teor de soluto. Já, nas ligas ternárias como a Ti-6Al-4V, os fatores determinantes são a interação destes dois parâmetros. Com baixos teores de soluto se observa uma morfologia com uma certa

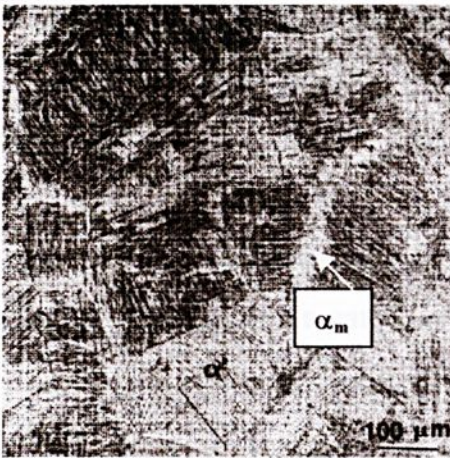
* M_i e M_f , se referem ao início e ao final da transformação martensítica

* O símbolo α^m é usado como notação do produto da transformação martensítica.

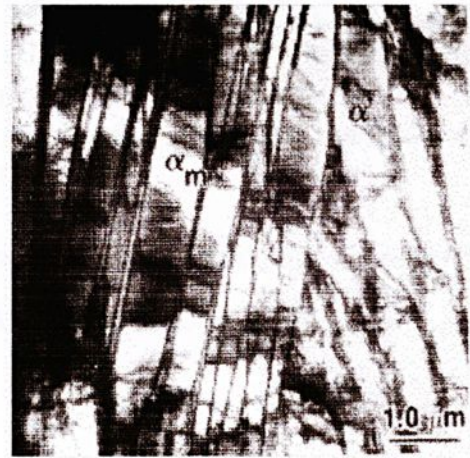
³ JEPSON, K. S; BROWN, A. R. G; GRAY, J. A. The effect of cooling rate on the beta transformation in Titanium-Niobium and Titanium-Aluminum alloys. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON TITANIUM, 1., 1970, London. **Proceedings...**, London: 1970. p. 677-690 apud COLLINGS, E. W. *The Physical Metallurgy of Titanium Alloys*. Ohio: Metals Park, 1984. 261p.



coerência estrutural, denominada *martensita maciça* (α_m), que de acordo com Ahmed e Rack (1998) consiste de uma estrutura com finas plaquetas paralelas com uma quantidade excessiva de discordâncias e defeitos no empilhamento, sem a presença da fase β retida no seu interior, o que indica que a acomodação da estrutura após a deformação se deve à formação e migração de discordâncias. Exemplos de α_m estão dispostos na Figura 2.3 (a) e (b).

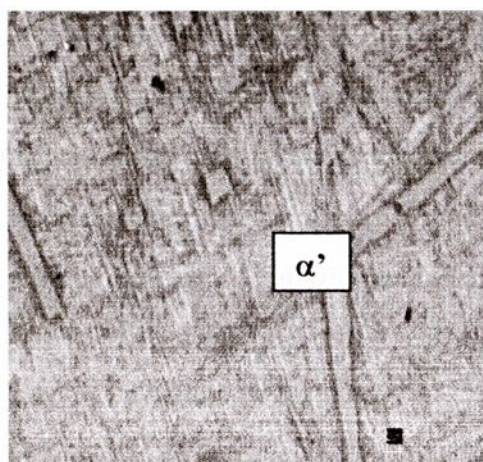


a) Largas colônias de α_m localizadas próximo ao contorno de grão vistas por microscópio óptico. Taxa de resfriamento de 175°C/s

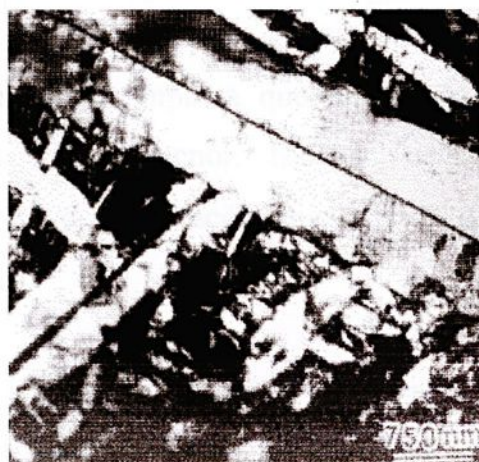


b) Plaquetas paralelas de α_m no interior das colônias vistas por microscópio eletrônico de transmissão. Taxa de resfriamento de 175°C/s

Figura 2. 3- Formação de martensita maciça (α_m) em uma liga Ti-6Al-4V resfriada rapidamente a partir de 900°C (AHMED; RACK, 1998).



a) Formação de α' observada por microscópio eletrônico de varredura.



b) Formação de α' observada por microscópio eletrônico de transmissão. Taxa de resfriamento de 525°C/s

Figura 2.4- Formação de martensita acicular (α') em uma liga Ti-6Al-4V resfriada rapidamente a partir de 900°C (AHMED; RACK, 1998).

Os mesmos autores acrescentam que com o aumento da quantidade de soluto, a coerência entre as plaquetas vai diminuindo e consequentemente a característica morfológica se altera, nesse caso, ocorre a formação da *martensita acicular* (α'), na qual a microestrutura se apresenta como longas plaquetas orientadas ortogonalmente com morfologia acicular, permanecendo com a estrutura cristalina hexagonal compacta. As estruturas α' e α_m são formadas principalmente pela presença de discordâncias e defeitos de empilhamento (HO; JU; CHERN LIN, 1999). Os exemplos de α' são mostrados na Figura 2.4 (a) e (b).

Em estudos realizados por Davis; Flower e West (1979) a estrutura cristalina da martensita (α^m) muda de hexagonal compacta para ortorrômbica com o aumento de elementos betagênicos. No entanto, eles observaram em ligas Ti-Mo, através de difração de raios-X, que para teores de até 4% de soluto a estrutura se mantinha como hexagonal compacta, também denominada (α' e α_m). Além disso, os padrões de difração indicavam uma

estrutura ortorrômbica, conhecida como (α''), que seria uma transição entre as estruturas, cúbica de corpo centrado e hexagonal compacta, que em termos de propriedades mecânicas apresenta uma dureza menor. Isso se deve a predominância de maclas na α'' , que envolve deformações menores do que exige a estrutura formada por discordâncias.

2.4. Ti-4Al-4V COMO PRODUTO DA RECICLAGEM DA LIGA Ti-6Al-4V

A liga Ti-6Al-4V é a mais comum das ligas da classe $\alpha + \beta$ por associar alta resistência mecânica, baixa densidade, elevada resistência a corrosão e ótimas propriedades para aplicações em altas temperaturas. Uma característica extremamente importante dessas ligas é a sua versatilidade devido às variações microestruturais, no caso, morfologias e frações volumétricas das fases α e β , obtidas por tratamentos térmicos.

As linhas que dividem os campos $\beta/\alpha + \beta$ e $\alpha + \beta/\alpha$ se encontram aproximadamente a 1010 e 970°C, respectivamente. As várias morfologias microestruturais encontradas na liga Ti-6Al-4V são função do diagrama da Figura 2.5 e serão descritas no item 2.5 deste capítulo.



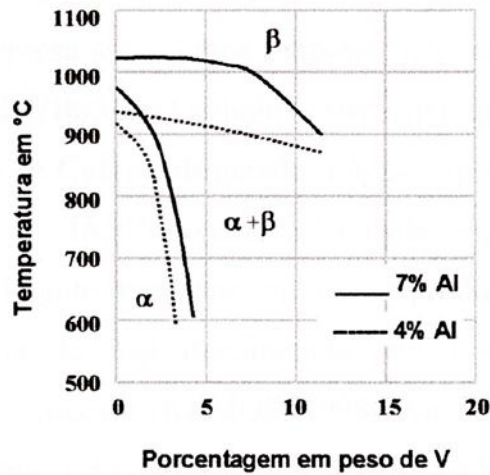


Figura 2.5- Seção vertical do diagrama ternário Ti-Al-V versus temperatura de equilíbrio da fase sólida (COLLINGS, 1984).

Sendo considerada a liga de Ti padrão para aplicações aeroespaciais, vasos de pressão, aletas de turbinas de foguete, novos investimentos estão surgindo com relação a liga Ti-6Al-4V na condição fundida, pela redução de custos de processos e por bons resultados já obtidos de resistência e tenacidade combinados com resistência a corrosão (LEI; DAVIS; LEE, 2000). Para isso, durante o processo, algumas medidas têm de ser tomadas para otimizar o regime de fundição e para evitar um número excessivo de vazios e inclusões presentes no lingote. Embora Anshkin e Demchenkov (1998) tenham discutido a respeito de processos de solidificação rápida, que proporcionam um produto final de ótima qualidade e custos extremamente baixos, os processos convencionais de refinamento, tais como, dupla fusão, tripla fusão a arco, feixe de elétrons entre outros, também produzem produtos de alta qualidade mas com um custo pouco superior. Considerando que o material submetido a esses processos é sucata de usinagem, a relação custo/benefício é o maior atrativo no últimos.

Em relação ao custo/benefício, pesquisadores do Departamento de Engenharia de Materiais (DEMAR) da Faculdade de Engenharia Química de

Lorena (FAENQUIL), realizaram a dupla fusão para sucatas da liga Ti-6Al-4V doadas pela empresa aeronáutica Embraer S.A., em um forno de feixe de elétrons modelo ES-2/18/300 (Leybold – Heraeus), que atua sob alto vácuo e possui um cadinho de Cobre refrigerado a água. Após o processo de fusão a uma temperatura de 1650°C com velocidade específica de 15,7 kg/h, constataram que o lingote resultante, ou seja, o produto da reciclagem da liga Ti-6Al-4V consistia da liga denominada por Ti-4Al-4V pela perda de Alumínio durante o processo (RAMOS, 1998). Na Tabela 2.1 estão os valores do resultado da composição química da liga Ti-4Al-4V.

Tabela 2.1- Resultados da análise da composição química (% em peso) (RAMOS, 1998).

Ti	Al	V	Fe
92,85	3,45 ± 0,25	3,5 ± 0,2	0,2 ± 0,0

Powell *et al.* (1997) analisaram o processo de refusão do sistema Ti-Al-V via forno de feixe de elétrons e também constataram que há ocorrência de perda de Alumínio devido à sua elevada pressão de vapor, evaporando de forma preferencial a cada fusão. Nota-se, de acordo com o gráfico mostrado na Figura 2.6, que a pressão de vapor do Alumínio é extremamente superior a do Titânio e a do Vanádio.

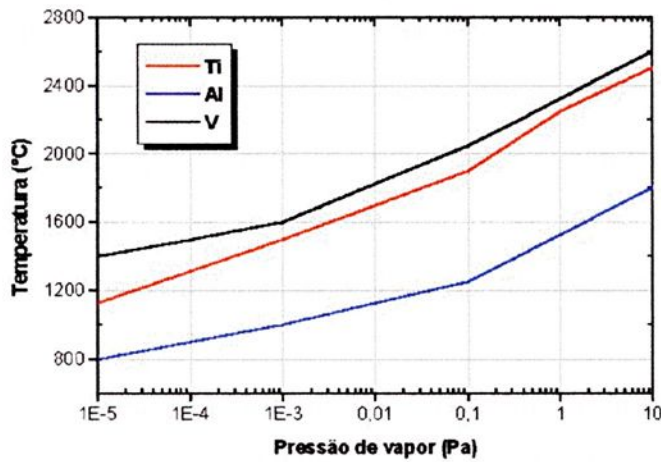


Figura 2. 6- Pressão de vapor para o sistema Ti-Al-V para a faixa de 1600 a 2200°C. (POWELL *et al.*, 1997).

2.5. MORFOLOGIAS DA FASE α PRECIPITADA E PROPRIEDADES MECÂNICAS OBTIDAS POR TRATAMENTOS TÉRMICOS:

De acordo com os objetivos desta dissertação, só serão consideradas as morfologias da fase alfa e propriedades mecânicas da liga Ti-4-4, obtidas após tratamentos térmicos com resfriamentos rápidos e de tratamentos derivados com resfriamento ao ar, além da estrutura bruta de fusão. Sendo assim, as formas de precipitação a serem consideradas às ligas $\alpha + \beta$ são as seguintes (WILLIAMS *apud* COLLINGS, 1984)⁴:

- *Precipitação da fase α diretamente de β , dentro do campo $\alpha + \beta$.*
- *Precipitação da fase α partir de núcleos β e da martensita revenida*

⁴ WILLIAM, J. C. Precipitation in Titanium-base Alloys, In: Russel, K. C. and Aaronson, H. I. (Ed.) **Precipitation processes in solids**. New York: AIME, 1978. p. 191 – 224 *apud* COLLINGS, E. W., *The Physical Metallurgy of Titanium Alloys*. Ohio: Metals Park, 1984, 261p.

A fase α que se forma a partir de tratamentos térmicos realizados no campo $\alpha + \beta$, bem próximo à β -transus, tais como, recozimento e solubilização, ou através de resfriamentos do campo β , é denominada fase α -primária. A medida que se reduz a taxa de resfriamento, a quantidade e o tamanho de α -primária presente aumentam significativamente. Consequentemente, pode-se notar uma alteração do comportamento mecânico (HEIN, 1993).

Através de estudos sobre tratamentos térmicos rápidos realizados por Markovsky (1995) em ligas de Titânio da classe $\alpha + \beta$ fundida, o refinamento da estrutura presente no interior dos grãos tem proporcionado um melhoramento significativo das propriedades mecânicas. Ao contrário dos tratamentos convencionais em que a morfologia final da fase α permanece lamelar, equiaxial ou como uma morfologia consistindo da presença das duas últimas, os tratamentos térmicos rápidos permitem uma mudança dessa morfologia para finas agulhas entrelaçadas obtidas pela transformação de fase fora do equilíbrio, elevando o limite de escoamento e a resistência à fadiga.

Os mecanismos de quebra da estrutura inicial consistem em controlar a taxa de aquecimento e/ou taxa de resfriamento. Ainda, Markovsky (1991) atribui ao controle da taxa de aquecimento como sendo o mecanismo principal de refinamento. Dessa forma, com altas taxas de aquecimento a eficiência do processo se torna maior. Isso se deve, segundo o autor, à transição de mecanismos de transformação durante o aquecimento. Em primeiro lugar, com taxas de aquecimento variando entre 1°C/s e 10°C/s , a transformação de α para β é comandada por difusão. No entanto, com taxas variando de 50°C/s a 400°C/s o processo se dá por transformação atômica (cisalhamento).

Nesse mesmo contexto, Ivasishin e Teliovich (1999) colocam que ciclos de tratamentos térmicos com resfriamento rápidos reduzem o tamanho de grão. Os mesmos autores acrescentam que após ciclos de transformações $\beta - \alpha - \beta - \alpha$, o processo de refinamento considerando a estrutura presente no



interior dos grãos é dado pela geração de novos núcleos resultantes da movimentação das interfaces α/β , assim, atuando como novos “canais de irrigação” para que a fase β cresça a partir de uma interface pré-existente.

Finalmente, Yang et al. (2000) concluem que os ciclos de tratamentos térmicos com altas taxas de resfriamentos proporcionam uma alta densidade de defeitos na microestrutura (discordâncias, falhas no empilhamento, maclas, etc) que beneficiam a nucleação de α sob diferentes orientações. Se adicionado um tratamento posterior, tal como um recozimento em temperaturas intermediárias (dentro do campo $\alpha + \beta$) que proporcionará a decomposição da martensita ou um envelhecimento que propiciarão uma fina distribuição de α na matriz, pode levar a níveis de alta resistência mecânica mantendo a ductilidade.

2.5.1 Morfologia lamelar

Proveniente de mecanismos de nucleação e crescimento comandados por difusão, a morfologia da fase α lamelar, principalmente encontrada em microestruturas de titânio após processos de fundição a tratamentos térmicos de recozimento em altas temperaturas, é identificada por colônias de plaquetas paralelas da fase α precipitada em meio a matriz, ou seja, uma estrutura de transição (ZHANG; FRANCESCONI; EVANGELISTA, 1996). No caso das ligas $\alpha + \beta$ e β , as características principais da microestrutura consistem da formação de colônias de finas lamelas paralelas da fase α com a fase β retida nas interfaces α/α , e/ou lamelas espessas distribuídas individualmente em meio a matriz β , bem como nos contornos de grão β (Figura 2.7).



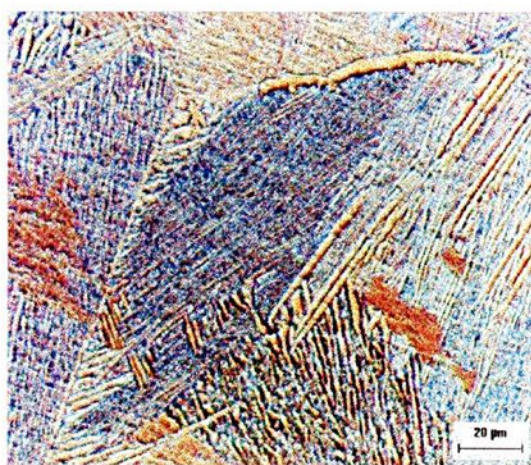


Figura 2.7- Estrutura bruta de fusão da liga Ti-4Al-4V com morfologia lamelar.

Zhang e Yang (1996a, 2000) afirmam que dependendo da fração volumétrica e da distribuição da morfologia lamelar, a microestrutura exibe uma excelente combinação de ductilidade, tenacidade a fratura e resistência a fluência. Já, Brun; Anoshkin e Shakhanova (1998) atribuem uma perda de resistência associada a materiais com grãos que excedem $200\mu\text{m}$, que é o caso de estruturas na condição “bruta de fusão”.

2.5.2 Estrutura de Widmanstätten

A formação da estrutura de Widmanstätten depende da composição da liga, mais precisamente da quantidade de estabilizadores betagênicos (KUBIAK; SIENIAWSKI, 1998). A precipitação dessa variante da fase α ocorre devido à presença de uma determinada quantidade de soluto betagênico, como no caso das ligas *near- α* e $\alpha + \beta$, onde, durante o resfriamento rápido, o mecanismo de cisalhamento atérmico passa a dar lugar ao processo ativado por difusão com a nucleação e o crescimento da fase α primária (MOUSTAHFID *et al.*, 1997). A morfologia consiste de agulhas ou plaquetas da fase α entrelaçadas, com os eixos alinhados aos planos $\{110\}$ da matriz β retida (COLLINGS, 1984). A Figura 2.8 mostra um exemplo da estrutura de Widmanstätten.

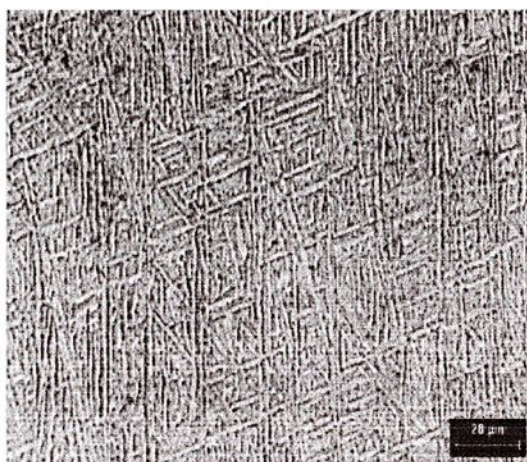


Figura 2. 8- Estrutura de Widmanstätten da liga Ti-4Al-4V.

2.5.3. Propriedades mecânicas obtidas por tratamentos térmicos

As propriedades mecânicas das ligas $\alpha+\beta$ são modificadas principalmente através de tratamentos térmicos e termomecânicos. Os tratamentos térmicos proporcionam redistribuições das fases α e β , assim como suas morfologias, influenciando diretamente no comportamento mecânico das ligas.

Se após o tratamento térmico uma certa quantidade de β se encontrar retida à temperatura ambiente, então há uma combinação de alta resistência e boa ductilidade. Ao contrário, se a transformação for completada, ou seja, precipitação total de α , originando morfologias do tipo Widmanstätten, uma alta resistência é observada, mas com perda em ductilidade. Em concordância com esta afirmação, a precipitação de α primária se torna o mecanismo primário de aumento de resistência.

Assim, de acordo com o exemplo da Figura 2.9, dado por Hertzberg (1996), propriedades mecânicas, como a tenacidade à fratura, são extremamente dependentes do tamanho, da morfologia e da distribuição dessas fases.

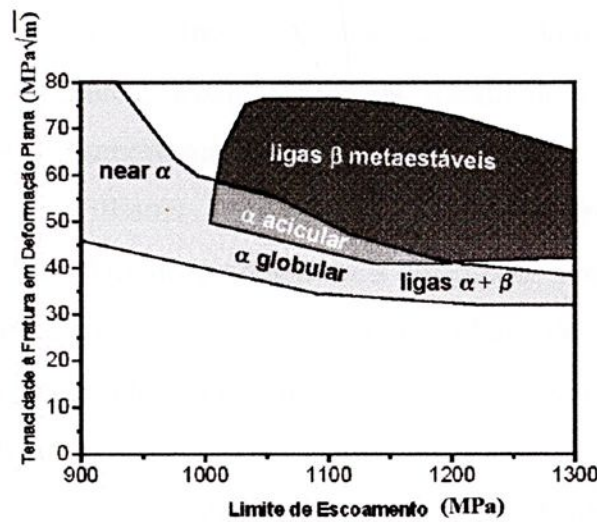


Figura 2.9- Diagrama esquemático mostrando o efeito dos microconstituintes na resistência mecânica e na tenacidade à fratura das ligas de Titânio. (HERTZBERG, 1996).

Com relação às propriedades de fadiga, a microestrutura formada após o resfriamento rápido a partir campo β , dependendo da taxa alcançada, consiste de uma morfologia martensítica com ou sem β retida, e/ou de Widmanstätten. Sendo assim, a presença das fases α , α - martensítica e β exercem uma grande influência na vida em fadiga de componentes (BAZAIKINA *et al.*, 1990).

Microestruturas martensíticas retardam o processo de nucleação de trincas pelo aumento de dureza. Segundo Manero (2000), microestruturas martensíticas são constituídas por uma alta densidade de discordâncias. Com isso, reduz-se a energia de ativação para a formação de maclas que atuam como sítios preferenciais à nucleação de trincas. Já a presença da fase β causa o arredondamento da ponta da trinca, restringindo a sua propagação, aumentando a resistência à fadiga.

A presença de uma grande quantidade de interfaces, seja α/β e/ou α/α , leva à melhor uniformidade na distribuição de tensões, o que também favorece mecanismos de resistência mecânica no estágio da propagação de trincas (EVANS, 1998). Por outro lado, nas regiões de interfaces α/β e α/α , a

morfologia, a composição química das mesmas, além da natureza do processo de deformação mecânica, assim como os tratamentos térmicos, também podem prejudicar o comportamento mecânico da liga.

Rhodes e Williams (1975), pesquisaram sobre a natureza das interfaces em liga de Titânio e chegaram a conclusão que as mesmas não se constituem somente de regiões com alta densidade de discordâncias, mas também por fases coerentes, semi-coerentes ou totalmente incoerentes com a matriz. Esses diversos tipos de constituintes presentes nas interfaces são obtidos principalmente por tratamentos térmicos ou termomecânicos.

Em estudos realizados por Rhodes e Panton (1982), fases cfc foram encontradas nas interfaces α/β da liga Ti-6Al-4V. Morfologias monolíticas e estriadas são formadas a partir de resfriamentos lentos e rápidos, respectivamente. A natureza dessas formações foi investigada e os autores constataram que as camadas monolíticas se formam devido à transformação incompleta de β para α , admitindo que a estrutura cfc seja uma transição de ccc para hcp. Entretanto, as formações estriadas são produzidas pela expansão volumétrica resultante da transformação de β para α , onde a precipitação de α ocorre sob um estado de compressão hidrostática nas interfaces.

A natureza dessas interfaces afeta diretamente as propriedades mecânicas das ligas. Os autores citados no parágrafo anterior concluem que os tratamentos térmicos realizados para a obtenção de camadas monolíticas elevam a ductilidade da liga com uma diminuição do limite de escoamento. Ao contrário para as fases constituídas por estrias, os mesmos observaram que a elevação do limite de escoamento ocorre com redução de ductilidade.

Grewal & Anken (1990) exploraram o mesmo caminho e observaram que com baixas taxas de resfriamento o tamanho e a fração volumétrica das interfaces α/β e α/α tendem a aumentar, porque a energia livre se reduz.

Assim, se os precipitados ou microconstituintes formados forem incoerentes ou semicoerentes com a matriz, uma diferença considerável de energia interna pode ser admitida entre os grãos ou até mesmo entre as fases



(HAASEN, 1996). Isto favorece a nucleação e a coalescência de microcavidades por processos de cisalhamento, levando em alguns casos a uma propagação instável da trinca durante carregamentos monotônicos ou de fadiga (LIAO; DUFFY, 1998). Nestes casos, uma restrição no comprimento e na espessura das interfaces através de resfriamentos rápidos ajuda a elevar a resistência mecânica. Entretanto, se a coerência também for mantida, estas interfaces atuam como numerosos obstáculos à movimentação de discordâncias, elevando, portanto, o limite de escoamento e a resistência mecânica (FURUHARA *et al.*, 1990).

2.6. CONCEITOS DE FRACTOGRAFIA QUANTO A INTERPRETAÇÃO E MEDIÇÃO DA TOPOGRAFIA DA SUPERFÍCIE DE FRATURA

2.6.1. Interpretação das superfícies de fratura

Partindo do ponto de vista macroscópico, Brooks e Choudhury (1993) descrevem os aspectos de ruptura dúctil e frágil. Segundo os autores, o termo “dúctil” pode ser atribuído às superfícies de fratura que apresentam as seguintes características:

- Uma grande área deformada plasticamente antecedendo à fratura;
- Lábios provenientes de deformação plástica nas regiões finais do processo de fratura;
- Aparência fibrosa ou com um aspecto textural de um emaranhado;
- A seção transversal da fratura apresenta estricção.

Com relação ao termo “frágil” os mesmos autores atribuem à superfície de fratura que apresenta as demais características:

- Pouca ou nenhuma deformação plástica visível precedendo a fratura;
- A fratura exibe um aspecto liso e se forma perpendicularmente à superfície do componente;
- A fratura se mostra granular ou cristalina, com alta reflexão à luz.
- Facetas podem ser observadas.



Em relação ao processo de fratura, Hertzberg (1996) faz uma analogia aos termos discutidos anteriormente, em função da quantidade de energia absorvida pelo material. Esta energia medida é extraída da área sob a curva tensão-deformação e é expressada pela equação (2.1) como sendo um valor de tenacidade.

$$\frac{\text{energia}}{\text{volume}} = \int_0^{\epsilon_f} \sigma d\epsilon \quad (2.1)$$

Numa abordagem macroscópica, o autor considera um material frágil, quando este absorve pouca quantidade de energia no campo plástico para fraturar, como mostra a curvas A da Figura 2.10. Contudo, se o material absorve uma grande quantidade de energia durante o processo de fratura é dito ser tenaz, conforme a curva C, da Figura 2.10.

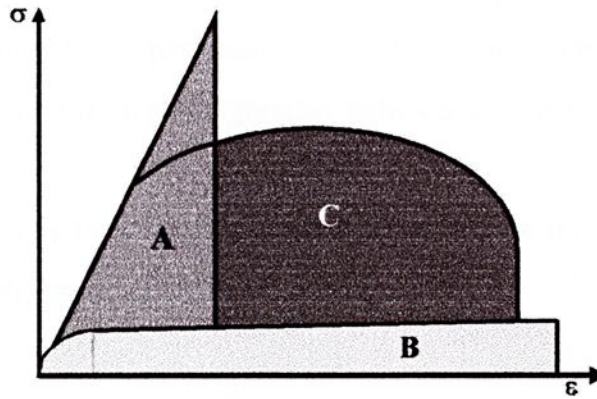


Figura 2.10- Curvas de tensão-deformação: (A) materiais com alta resistência e baixa ductilidade, (B) baixa resistência e alta ductilidade e (C) exemplo de melhor combinação entre resistência e ductilidade

De acordo com os valores de tenacidade, certas características são encontradas com relação ao aspecto da superfície de fratura, tanto em termos macroscópicos quanto microscópicos.

Ainda em relação ao processo de fratura, mas agora sob o ponto de vista microscópico, dar-se-á uma ênfase em modelos baseados no dano acumulado, ou seja, a descrição dos micromecanismos atuantes na separação total das partes.

2.6.1.1. Fratura por clivagem

Fratura por clivagem, segundo Anderson (1995), consiste da propagação rápida de uma trinca ao longo de determinados planos cristalográficos. Os planos preferenciais são aqueles que possuem baixa densidade com espaçamentos maiores entre os átomos. Assim, uma quantidade menor de ligações atômicas serão rompidas, o que demanda uma quantidade menor de energia para a fratura.

Desta forma, os mecanismos que habilitam um cristal a clivar por determinados planos cristalográficos podem ser explicados pela baixa energia superficial em resistência, desses planos, que depende da resistência e da natureza das ligações atômicas. Em adição a este conceito, as características da superfície resultante são determinadas pela presença e geração de discordâncias durante o processo de deformação, interagindo com a movimentação e tipos de trincas geradas pelo campo de tensões à frente das mesmas.

Portanto, a tensão de fratura (σ_f) é dada por uma aproximação da equação de Griffith, equação (2.2), tal que:

$$\sigma_f = \left(\frac{2Ew_f}{\pi a} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (2.2)$$

onde w_f é a energia de fratura, incluindo efeitos plásticos, viscoelásticos ou viscoplásticos, dependendo do material, a é o raio da trinca e E é a energia total.

Devido à baixa energia entre os planos cristalográficos preferenciais para o processo de clivagem, geralmente a fratura possui uma característica transgranular, levando a superfície a uma aparência plana com múltiplas facetas devido ao deslizamento desses planos.

Essa aparência foi denominada por diversos pesquisadores como “marcas de rio”. Em diversos estudos fractográficos, com destaque para os de Hull (1999), as “marcas de rio” consistem do progresso das facetas de clivagem durante o processo de fratura. Segundo o autor, essas marcas informam principalmente a direção de propagação das trincas, com analogia ao sentido das águas nos rios ou seja, em forma de “U”, e contrário ao fluxo das água nos deltas, como mostra a Figura 2.11. A geometria das “marcas de rio” é tão complexa quanto os modos de carregamento.

Em materiais policristalinos frágeis o processo de fratura envolve sucessivos sistemas de nucleação e propagação de trincas por clivagem através dos grãos. Ainda, Hull (1999) acrescenta que dependendo da mudança de orientação entre grãos adjacentes, a trinca se propaga através dos mesmos ou através de seus contornos. Se contornos de baixo ângulo atuarem como os obstáculos à propagação da trinca, esta o atravessa. Mas, se uma diferença significativa de orientação for constatada, o crescimento de uma trinca para o grão adjacente depende da orientação relativa dos planos de clivagem neste local.

Gertsman e Tangri (1997) colocam que uma grande mudança de orientação entre grãos de mesma interface, com relação aos eixos da tensões aplicadas e/ou contornos de alto ângulo, somada à segregação de impurezas, como hidrogênio e nitrogênio, além de precipitados incoerentes nas interfaces, podem levar o material a uma falha catastrófica causada por fratura intergranular.

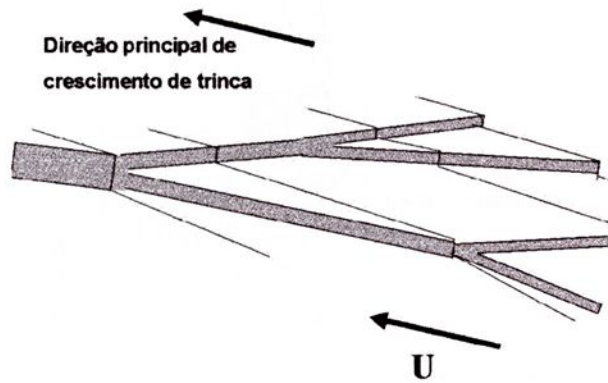


Figura 2. 11- Esquema das “marcas de rio” mostrando a direção do fluxo de propagação de trinca. (HULL, 1999).

O processo de fratura por clivagem leva a superfície a uma forma final de aspecto frágil, mas que, na maioria dos materiais, pode ser precedido por um crescimento de trinca dúctil, acompanhado por uma determinada quantidade de fluxo plástico. Normalmente acontece com variação de temperatura ou também por características microestruturais, como por exemplo, pela presença de uma fase dúctil e uma outra frágil, assim chamada de fratura ou ruptura por “quasi-clivagem”. Isso também caracteriza o modo de transição dúctil e frágil, onde ambos mecanismos estão ocorrendo durante o processo de fratura, como mostra a Figura 2.12.

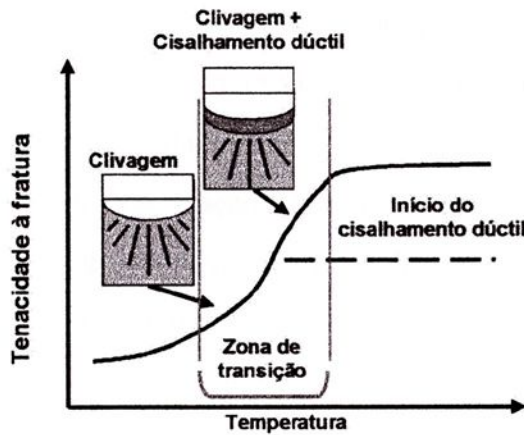


Figura 2.12- Transição dútil-frágil em aços ferríticos. O mecanismo de fratura muda de clivagem para coalescência de microcavidades à medida que a temperatura aumenta. (ANDERSON, 1995).

2.6.1.2. Ruptura dúctil ou ruptura por coalescência de microcavidades

Explorando o contexto em fractografia, de fratura dúctil, (HULL, 1999) atribui o conceito de “fratura dúctil” ao aspecto morfológico da superfície de fratura contendo microcavidades. A geração desse tipo de superfície está intimamente ligada à interação de dois processos, que são dependentes do estado de tensões:

- a) Primeiramente, a nucleação de vazios ou microcavidades. Isto determina a quantidade e distribuição dos mesmos.
- b) Interagindo com o primeiro, vêm os processos de difusão, associados com o crescimento de vazios e, por fim, a coalescência (processos ligados à deformação plástica).

Essas microcavidades são provenientes de heterogeneidades, como partículas de impurezas e inclusões, etc. Dessa maneira, as trincas se formam por decoesão das interfaces partícula – matriz e através da fratura dessas partículas. Inclusões maiores nucleiam cavidades sob baixas tensões e deformações, e o processo de ruptura progride com a absorção de menores quantidades de energia. Van Stone *et al.*, (1985) avaliam a velocidade de crescimento das microcavidades em função do estado de tensões. Os autores,

então, constatam que maiores taxas de crescimento são alcançadas em função do estado triaxial de tensões, devido à elevação do nível de tensões hidrostáticas entre as microcavidades.

Os processos de nucleação e deformação, ou crescimento são independentes da densidade de vazios, uma vez que, a nucleação é limitada e a ruptura ocorre sem núcleos adicionais.

2.6.1.3. Fratura intergranular

A falha por fratura intergranular, segundo Anderson (1995), é um caso especial. O autor atribui a propagação da trinca ao longo dos contornos de grão a uma variedade de situações, tais como:

- Precipitação de uma fase frágil no contorno de grão,
- Fragilização por hidrogênio,
- Fragilização por átomos substitucionais,
- Corrosão intergranular,
- Segregação de impurezas nos contornos de grão, etc.

Nestes casos, os contornos de grão tornam-se os lugares mais frágeis da microestrutura proporcionando a decoesão destas superfícies antes da ocorrência do mecanismo de clivagem.

Embora, em alguns casos de materiais com microestruturas bastante complexas, a superfície de fratura pode apresentar um aspecto intergranular mesmo que a trinca se propague ao longo de partículas situadas nos contornos com a presença de deformação plástica. Portanto, a classificação de fratura intergranular deve ser feita em termos de textura e propagação macroscópica além de micromecanismo de fratura (BROOKS; CHOUDHURY, 1993).

A Figura 2.13 mostra um desenho esquemático de fratura intergranular.



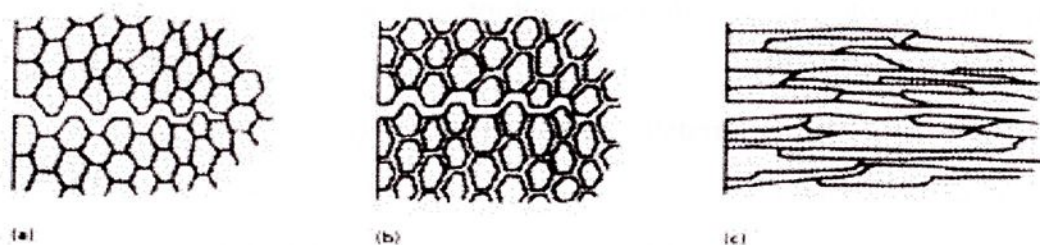


Figura 2.13- Esquema ilustrativo de fratura intergranular. (a) Decoesão ao longo de contornos de grão com grãos equiaxiais, (b) decoesão em contornos planos e (c) decoesão ao longo de contornos de grão com grãos alongados. (BROOKS; CHOUDHURY, 1993).

2.6.2. Fractografia quantitativa

A fractografia quantitativa consiste em estabelecer relações entre medidas fractográficas e mecânica da fratura, a partir de modelagem matemática. O objetivo desta área é ajudar na interpretação e prevenção de falhas em componentes.

Características inerentes da superfície de fratura levam ao desenvolvimento de uma variedade de métodos quantitativos na fractografia, em função das dificuldades de medição e da determinação de parâmetros como ampliação e precisão dessas medidas.

El-Soudani (1990), um dos pioneiros na modelagem matemática de superfícies de fratura, desenvolve seus trabalhos baseando-se na estereologia. Segundo o autor, o uso da estereologia consiste em verificar o grau em que os modelos teóricos representam o comportamento da fratura dos materiais, em concordância com os conceitos da mecânica da fratura.

2.6.2.1 Dimensão fractal como parâmetro de análise de relevos

2.6.2.1.1 Geometria fractal

Um dos pioneiros da área de fractais foi Benoit Mandelbrot. Ele introduziu o conceito de fractal, com o intuito de explicar matematicamente fenômenos da natureza. Fenômenos pelos quais resultam em formas físicas

irregulares e fragmentadas, onde a complexidade destas aumenta à medida em que a escala diminui.

Mandelbrot (1983), por sua vez, determina que o grau de irregularidade é o mesmo para todas as escalas de observação. Esse conceito condiz, com a manutenção de um determinado padrão de topografia sob diferentes escalas, pelo qual Russ (1994) atribui à característica de auto-similaridade, proposta inicialmente por Mandelbrot na década de 70.

A medida que representa o comportamento fractal de superfícies, como por exemplo, as de fratura, é definida como a dimensão fractal (D). Neste ponto, uma distinção é feita entre objetos enquadrados no espaço Euclidiano e na teoria fractal (RUSS, 1994). Desta forma, na teoria fractal, segundo Costa e César Junior (2001), (D) pode assumir valores não inteiros, caracterizando uma dimensão que se encontra, por exemplo, entre uma linha reta e um plano ($1 < D < 2$), os quais são determinados no espaço Euclidiano por estes valores inteiros. A Figura 2.14. mostra um exemplo de perfil fractal.

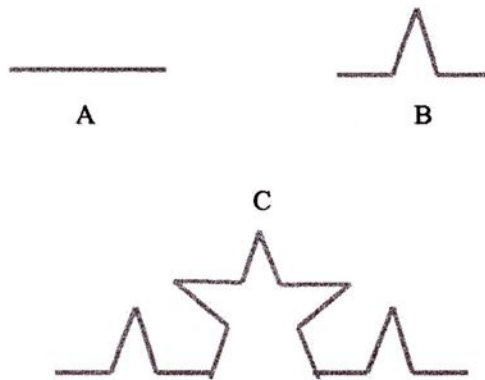


Figura 2.14- Passos iniciais na construção da curva de Koch, mostrando a auto similaridade de um perfil fractal sobre diversas escalas de visualização. A, B e C representam as diferentes escalas de visualização. (COSTA; CÉSAR JUNIOR., 2001).

Assim, a dimensão fractal é definida de acordo com a equação (2.4):

$$P(\lambda) = P_0 \lambda^{D_t - D} \quad (2.4)$$

Onde $P(\lambda)$ é o perímetro P_0 de uma curva ($Dt = 1$) ou de uma superfície ($Dt = 2$) em função da unidade de medida λ , P_0 é uma constante de comprimento. Então, a implementação da estimativa da dimensão fractal é dada pela inclinação na forma linear da equação (2.4), como mostra a equação (2.5).

$$\log P(\lambda) = \log P_0 + (Dt - D) \log \lambda \quad (2.5)$$

No entanto, alguns autores como, Xie; West e Charkaluk (1999, 1999, 1998), em análises de superfícies de fratura têm contestado o conceito de auto-similaridade proposto por MANDELBROT (1983). Os autores acreditam que formas reais, sob o ponto de vista matemático, são auto-afins e não auto-similares. A diferença é que fractais auto-similares apresentam a mesma escala em todas as direções, ou seja, estatisticamente, são equivalentes. Já, os auto-afins apresentam padrões diferentes em diferentes direções, levando ao conceito de fractais mistos.

O conceito de fractais auto-afins também converge para as técnicas de medição. Embora as superfícies de fratura, neste caso, produza diferentes padrões em diferentes direções, a auto afinidade também é uma característica do método utilizado para estimar a dimensão fractal, além de suas próprias limitações, somando aos fatores limitantes na formação da imagem.

2.6.2.1.2. Fractais mistos

Fractais mistos ou multi-fractais são derivados do conceito de auto-afinidade, segundo Russ (1994). Os fatores limitantes pelos quais é atribuído o nome de “fractais auto afins”, numa escala superior, são as dimensões do objeto, enquanto que, numa escala inferior é uma combinação de fatores de microscopia e fatores naturais do objeto.



Ao medir perímetros naturais em mapas, precisamente de limites geográficos, Kaye (1989)⁵ (*apud*. RUSS, 1994) utilizou o método de Richardson. Com várias amostras o autor notou que sob diferentes ampliações, as mesmas não apresentavam uma linha reta ao construir o gráfico do logaritmo do incremento das escalas ou unidade de área da imagem, em função do logaritmo dos perímetros acrescidos com o incremento como era esperado para o método de Richardson. Porém, verificou que dois segmentos de reta com diferentes inclinações estavam dispostos, conforme a Figura 2.15.

Portanto, fractais mistos descrevem dois comportamentos, definidos como “textural” e “estrutural”. O primeiro descreve as características naturais do objeto, escalas mais finas, assim representado pela região de menor inclinação.

Já, o segundo é atribuído a um processo físico que controla a rugosidade da superfície, representado pelas escalas maiores, ou seja, a região do gráfico com inclinação maior.

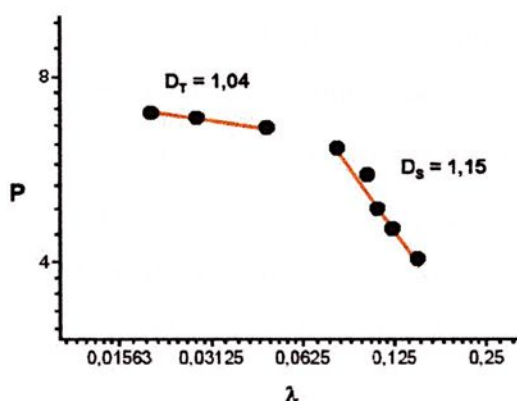


Figura 2.15- Exemplos das dimensões fractais “textural e estrutural” pelo método de Richardson para perfis de partículas projetados. (RUSS, 1994).

⁵ KAYE, B. H. **A random walk through fractal dimension**. Weinheim: VCH Verlagsgesellschaft, 1989 *apud* RUSS, J. C., *Fractal Surfaces*. New York: Plenum Press, 1994, 309p.

No entanto, este conceito é contestado por alguns pesquisadores. Rigaut (1998) por exemplo, acredita que não há possibilidades de se interpretar um modelo que calcula a dimensão fractal baseado em dois segmentos de reta. Segundo o autor, concavidades podem aparecer sob diferentes resoluções, o que contradiz com as dimensões textural e estrutural, enfatizadas pelo mesmo, como sendo características derivadas de um processamento feito em baixas resoluções.

Por sua vez, uma relação entre rugosidade e dimensão fractal não pode ser estimada sem definição das condições de uma amostragem adequada, resolução do equipamento, assim como, os métodos de medida (XIE; WANG, 1999).

2.6.2.2 Método para a obtenção de perfis e a técnica de Minkowski

2.6.2.2.1 Método do seccionamento vertical

Uma das várias técnicas de obtenção de perfis descritas por El-Soudani (1990) é a do seccionamento vertical. A técnica envolve cortes de precisão, perpendiculares ao plano médio da fratura, além de polimentos sucessivos visando a revelação do perfil imediatamente atrás. A preservação da integridade da borda ou perfil é de uma importância fundamental para a eliminação das fontes de erro, tais como, deformações e riscos.

A partir daí, a análise decorre do processamento digital de imagens. A eficiência do método é tão melhor quanto melhor for a etapa de preparação e de observação.

2.6.2.2.2 Técnica de Minkowski para estimar a dimensão fractal

O método de Minkowski para o cálculo da dimensão fractal é um dos mais antigos e também bastante eficiente. O método consiste em adicionar círculos de mesmo raio ao longo de uma linha até a cobertura total da mesma. A sobreposição destes círculos determinam a “Minkowski sausage”, como pode ser observado na Figura 2.16. Os valores da soma das áreas do perfil,



estimados em um gráfico log-log, em função dos diâmetros dos círculos ($2r$) e da inclinação, geram a dimensão fractal (RUSS, 1994).

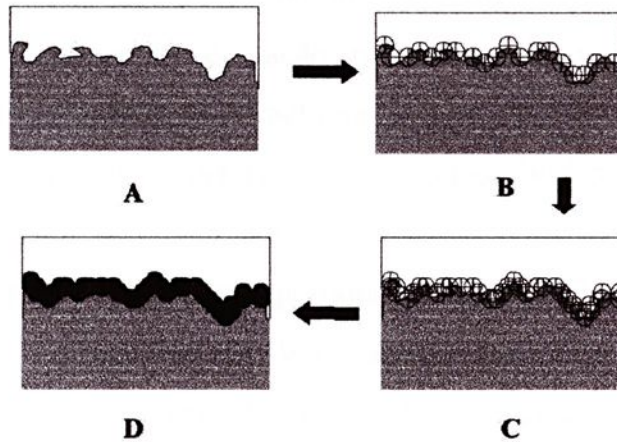


Figura 2.16- Método de Minkowski para a obtenção da dimensão fractal. A, B, C e D representam os sucessivos incrementos no detalhamento do perfil. (RUSS, 1994).

Para a implementação desta técnica em imagens digitais, Russ (1994) utiliza uma sequência de operações morfológicas de dilatação e erosão em um perfil binário digitalizado, obtendo o incremento sucessivo das áreas. Substituindo os círculos por pixels (unidade de área de uma imagem) nos perfis digitalizados, impõe-se uma anisotropia nas medidas proporcionando algumas tendências ou erros. Estas tendências, sobretudo, podem ser minimizadas com um aumento da resolução da imagem.

Desta forma, a área total do perfil (A_T) somada aos incrementos $A(r)$ determinam a dimensão fractal a partir da equação (2.6) (WARFEL, 1998).

$$D = \lim_{r \rightarrow r_{\max}} 1 - \frac{\log(r)}{\log\left(\frac{A(r)}{r}\right)} \quad (2.6)$$

2.7. COMENTÁRIOS FINAIS

Este Capítulo teve o objetivo de servir como base às discussões sobre a influência das condições microestruturais nas propriedades mecânicas da liga Ti-4Al-4V após sequências de tratamentos térmicos e no comportamento fractográfico após ensaios de tração monotônica e impacto Charpy. A utilização de ferramentas da fractografia quantitativa entendendo seus conceitos, tem por objetivo correlacionar os dados obtidos através da técnica de Minkowski ao processo de fratura sob carregamento de impacto.

A expectativa sobre o comportamento da liga Ti-4Al-4V em função das propriedades da liga Ti-6Al-4V é bastante positiva, em virtude de se encontrar semelhanças microestruturais, que governam as propriedades mecânicas. Alguns receios quanto ao detrimento da propriedades mecânicas são esperados, devido ao processo de resfriamento do lingote após a dupla fusão em forno de feixes de elétrons.



3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 ANÁLISE TÉRMICA DIFERENCIAL

Como este trabalho é baseado no objetivo de avaliar as propriedades mecânicas em função dos tratamentos térmicos realizados dentro dos campos β e $\alpha + \beta$, é necessário detectar as temperaturas que separam esses campos. Para tal, uma análise térmica diferencial (DTA) foi realizada. O equipamento utilizado é um NETZSCH STA 409C, com atmosfera de He, pertencente ao DEMa – FEM - UNICAMP. As temperaturas de transformação foram obtidas do gráfico da Figura 3.1.

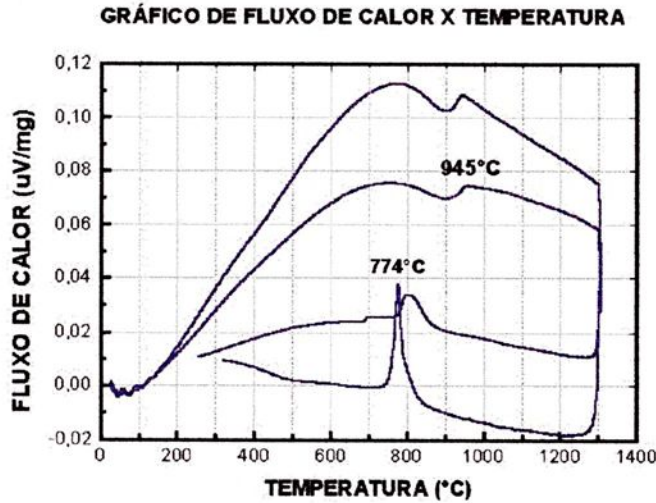


Figura 3.1- Resultado da análise térmica diferencial (DTA)

Logo, o campo $\alpha + \beta$ está delimitado entre 774°C e 945°C. Deste modo, esta delimitação será a referência para o planejamento de experimentos que será discutido no item 3.2.

3.2. ANÁLISE DA INFLUÊNCIA DE DIFERENTES FATORES NO TRATAMENTO TÉRMICO DA LIGA TI-4AL-4V.

3.2.1 Objetivo geral

Um indicativo para a obtenção da martensita encontra-se na elevação da dureza. Assim, com o objetivo de melhor conhecer a influência dos fatores: (A) temperatura, (B) taxa de aquecimento, (C) tempo de patamar e (D) número de ciclos no tratamento térmico da liga Ti-4Al-4V, planejou-se o seguinte experimento:

Em uma primeira etapa, são considerados dois níveis (valores) para cada fator (exemplo, um nível superior representado pelo código (1) e um nível inferior denotado pelo código (-1)), e por meio do experimento 2^K fatorial são determinados os fatores que mais influenciam na dureza da liga Ti-4Al-4V, que aqui chamamos de variável resposta (MONTGOMERY, 1991).

A segunda etapa visa determinar a melhor combinação dos níveis (valores) dos diferentes fatores por meio da metodologia da superfície resposta (MSR).

Em estudos realizados por diversos autores como, Chen; Choudhury; El-Baradie; Barros Neto e Oliveira (1998, 1998, 1998, 1995, 1999), a estratégia aqui proposta tem sido utilizada com sucesso em vários trabalhos experimentais, onde a relação funcional entre os diferentes fatores e a variável resposta é desconhecida.

Por meio de um experimento fatorial e utilizando somente recursos desta instituição, os tratamentos foram realizados no laboratório de tratamentos térmicos do Departamento de Materiais e Tecnologia, em fornos EDG 7000 e EDG 1800, tipo mufla, com temperatura e taxa de aquecimento nominais máximas de 1100°C e 30°C/min, respectivamente. Na prática, só foi possível trabalhar com valores de 1000 °C e 20°C/min.



3.2.2 Planejamento fatorial 2^k ($K=4$)

A Tabela 3.1 apresenta os fatores utilizados na realização dos experimentos e seus respectivos níveis. A escolha dos fatores se deu em função de conhecimentos prévios que sinalizam a influência destes, tanto na variável resposta (dureza), quanto no comportamento mecânico das ligas de Titânio (COLLINGS, 1984). Os níveis de cada fator foram estabelecidos como sendo o valor mínimo e máximo do intervalo de variação dos mesmos, determinados por restrições de ordem prática dos equipamentos do laboratório de tratamentos térmicos do Departamento de Materiais e Tecnologia da UNESP, Campus de Guaratinguetá.

Tabela 3.1- Dados experimentais do projeto fatorial 2^4

OBSERVAÇÕES			FATORES						VR
Ordenação Experimental	Temperatura (°C)		T. Aquecimento (°C/min)		Patamar (min)		Quantidade de ciclos		Dureza Vickers (HV) média
	(A)		(B)		(C)		(D)		
	Cod.	Valor	Cod.	Valor	Cod.	Valor	Cod.	Valor	
1	-1	900	-1	10	-1	30	-1	1	372
2	-1	900	-1	10	1	60	-1	1	390
3	-1	900	1	20	-1	30	-1	1	390
4	-1	900	1	20	1	60	-1	1	391
5	1	1000	-1	10	-1	30	-1	1	460
6	1	1000	-1	10	1	60	-1	1	472
7	1	1000	1	20	-1	30	-1	1	477
8	1	1000	1	20	1	60	-1	1	505
9	-1	900	-1	10	-1	30	1	3	399
10	-1	900	-1	10	1	60	1	3	410
11	-1	900	1	20	-1	30	1	3	401
12	-1	900	1	20	1	60	1	3	418
13	1	1000	-1	10	-1	30	1	3	500
14	1	1000	-1	10	1	60	1	3	508
15	1	1000	1	20	-1	30	1	3	496
16	1	1000	1	20	1	60	1	3	541
17	0	950	0	15	0	45	0	2	483
18	0	950	0	15	0	45	0	2	487

Os espaços em cinza indicam os experimentos feitos nos pontos centrais

Como um projeto fatorial 2^k possui somente dois níveis, é interessante observar que a função resposta é aparentemente linear. Entretanto, se pontos centrais forem adicionados ao projeto, então se tem uma estimativa da ocorrência de curvatura do sistema bem como uma estimativa do erro obtido pela experimentação (MONTGOMERY, 1991).

Como para cada um dos 18 corpos de prova foram medidas as durezas em 10 diferentes pontos, conforme a norma ASTM E92 – 92, a variável resposta adotada foi a média das medidas de dureza registradas para cada corpo de prova.

Adicionalmente, considerou-se uma segunda variável resposta, ou seja, o desvio-padrão das medidas de dureza extraídas de cada corpo de prova. Neste contexto, é possível avaliar a influência dos diversos fatores na homogeneidade dos corpos de prova com respeito à dureza e à eficiência do tratamento térmico.

O quadro de análise de variância dos fatores representados pela Tabela 3.2 e o quadro de análise de variância dos desvios padrões, representado pela Tabela 3.3, mostram os efeitos dos fatores e suas interações na dureza. Os fatores significativos a um nível de erro de 5% (risco α igual a P-valor) são os de destaque no quadro. Como, na Tabela 3.3 nenhum valor do desvio padrão foi significativo, então, os experimentos podem ser realizados com relação as médias de cada fator.

Tabela 3.2- Quadro de análise de variância do projeto fatorial 2^4 .

VARIÁVEL RESPOSTA: DUREZA					
FATORES	SS	DF	MS	F	P - valor
A	38425,80	1	38425,80	41,44991	0,007598
B	785,40	1	785,40	0,84721	0,425225
C	1154,30	1	1154,30	1,24514	0,345812
D	2864,93	1	2864,93	3,09039	0,177001
A e B	169,65	1	169,65	0,18300	0,697656
A e C	120,45	1	120,45	0,12993	0,742390
A e D	110,78	1	110,78	0,11949	0,752405
B e C	120,45	1	120,45	0,12993	0,742390
B e D	41,93	1	41,93	0,4523	0,845221
C e D	20,03	1	20,03	0,2160	0,892473
A*B*C	288,15	1	288,15	0,31083	0,616070
A*B*D	6,13	1	6,13	0,00661	0,940332
A*C*D	0,23	1	0,23	0,00024	0,988532
B*C*D	131,68	1	131,68	0,14204	0,731342
Erro	2781,13	3	927,04		
Total	47021,01	17			

Onde: SS = Soma dos quadrados, DF = graus de liberdade, MS = média quadrática, F = teste de significância e P-valor = risco α .

O espaço em cinza indica o fator significativo.

Do presente experimento conclui-se que para um nível de α de 5%, a temperatura é o único fator que influencia a variável resposta, sendo que a dureza aumenta com o aumento da temperatura. Desta forma, optou-se por analisar a influência dos demais fatores, fixando a temperatura a 1000°C, temperatura na qual a dureza atinge o valor máximo possibilitado pela experimentação.

Portanto, no experimento que será apresentado a seguir a temperatura será fixada em 1000°C e os demais fatores variarão entre seus níveis inferior e superior.

Tabela 3.3- Quadro de análise de variância do desvio padrão do projeto fatorial 2^4 .

VARIÁVEL RESPOSTA: DESVIO PADRÃO DA DUREZA					
FATORES	SS	DF	MS	F	P - valor
A	280,646	1	280,646	3,186185	0,172253
B	96,678	1	96,678	1,097589	0,371761
C	8,223	1	8,223	0,093351	0,779933
D	3,395	1	3,395	0,038541	0,856906
A e B	145,866	1	145,866	1,656021	0,288447
A e C	1,632	1	1,632	0,018528	0,900348
A e D	164,545	1	164,545	1,868081	0,265111
B e C	6,904	1	6,904	0,078379	0,797701
B e D	17,410	1	17,410	0,197653	0,686739
C e D	83,403	1	83,403	0,946871	0,402287
A*B*C	38,471	1	38,471	0,436762	0,555908
A*B*D	16,995	1	16,995	0,192945	0,690191
A*C*D	3,019	1	3,019	0,034274	0,864935
B*C*D	56,739	1	56,739	0,644154	0,480906
Erro	264,247	3	88,0822		
Total	1188,171	17			

Onde: SS = Soma dos quadrados, DF = graus de liberdade, MS = média quadrática, F = teste de significância e P-valor = risco α .

3.2.3 Planejamento fatorial 2^k (K=3)

Com a temperatura a 1000°C como foi dito anteriormente, os demais fatores foram analisados. Na Tabela 3.4 estão localizados os dados do novo planejamento.

Tabela 3.4. Dados experimentais do projeto fatorial 2^3 .

OBSERVAÇÕES			FATORES						RESP
Ordenação Experimental	Temperatura (°C)		T. Aquecimento (°C/min)		Patamar (min)		Quantidade de ciclos		Dureza Vickers (HV) média
	Fixa		(A)		(B)		(C)		
	Cod.	Natural	Cod.	Natural	Cod.	Natural	Cod.	Natural	
1	1	1000	-1	10	-1	30	-1	1	460
2	1	1000	-1	10	1	60	-1	1	472
3	1	1000	1	20	-1	30	-1	1	477
4	1	1000	1	20	1	60	-1	1	505
5	1	1000	-1	10	-1	30	1	3	500
6	1	1000	-1	10	1	60	1	3	508
7	1	1000	1	20	-1	30	1	3	496
8	1	1000	1	20	1	60	1	3	541
9	0	1000	0	15	0	45	0	2	494
10	0	1000	0	15	0	45	0	2	503
11	0	1000	0	15	0	45	0	2	505
12	0	1000	0	15	0	45	0	2	496

Os espaços em cinza indicam os experimentos feitos nos pontos centrais.

Esse novo planejamento foi derivado do inicial, mas com a adição de mais pontos centrais. Um novo comportamento foi observado no quadro de análise de variância da Tabela 3.5. Os fatores significativos para um nível de α de 5% estão destacados no quadro.

Tabela 3.5. Quadro de análise de variância do projeto fatorial 2^3 .

VARIÁVEL RESPOSTA: DUREZA					
Fatores	SS	DF	MS	F	P-valor
Modelo	4418	7	631,14	22,27563025	0.0137
A	840,5	1	840,5	29,66470588	0.0122
B	1012,5	1	1012,5	35,73529412	0.0094
C	2048	1	2048	72,28235294	0.0034
AB	392	1	392	13,83529412	0.0338
AC	40,5	1	40,5	1,429411765	0.3177
BC	12,5	1	12,5	0,441176471	0.5540
ABC	72	1	72	2,541176471	0.2092
Curvatura	66,6	1	66,6	2,352941176	0.2226
Erro	85	3	28,3		
Total	4569,6	11			

Onde: SS = Soma dos quadrados, DF = graus de liberdade, MS = média quadrática, F = teste de confiança e P-valor = risco α .

Os espaços em cinza indicam os fatores significativos.

3.2.3.1 Análise da curvatura do sistema

Segundo Oliveira (1999), uma condição necessária para a modelagem de um sistema no momento que ainda não se tem os coeficientes de regressão

calculados, para que se deseje saber se o modelo pode ser adequado para descrever a superfície de resposta, é proceder com a análise de curvatura. O objetivo desta análise se baseia no teste de hipóteses. Portanto, as hipóteses são:

$$H_0 : \sum \beta_{ii} = 0 \text{ (hipótese nula)}$$

$$H_1 : \sum \beta_{ii} \neq 0$$

Onde, β_{ii} são os coeficientes de segunda ordem.

Da equação (3.1), calcula-se a média dos quadrados do erro MS_E ; n_c , y_i e y_c são iguais ao número de experimentos realizados no ponto central, valores dos experimentos no ponto central e média dos valores realizados no ponto central, respectivamente. Uma outra forma de se obter o valor de MS_E é através do quadro de análise de variância da Tabela 3.5.

$$MS_E = \frac{SS_E}{n_c - 1} = \frac{\sum_{p.c} (y_i - y_c)^2}{n_c - 1} \quad (3.1)$$

$$MS_E = 28,33$$

Na equação (3.2), a média quadrática do erro puro (MS_{qp}) é calculada através dos parâmetros n_F e n_c , os quais representam o número de experimentos realizados nos pontos independentes e nos pontos centrais, e y_F e y_c indicam as médias nos pontos independentes e nos pontos centrais, respectivamente.

$$MS_{qp} = \frac{SS_{qp}}{1} = \frac{n_F n_c (y_F - y_c)^2}{n_F + n_c} \quad (3.2)$$

$$MS_{Curvatura} = 66,67$$

Para que haja evidência de curvatura de segunda ordem no sistema, dentro da região de exploração, a hipótese $H_0 : \sum \beta_{ii} = 0$, deve ser rejeitada, o que significa que pelo menos um dos coeficientes de regressão dos termos de segunda ordem (β_{ii}) não seja nulo. Portanto, para que a hipótese H_0 seja rejeitada utiliza-se o teste de significância F, para tal, $F_0 > F_{\alpha, 1, nc-1}$, de acordo com a equação (3.3) (MONTGOMERY, 1991).

F_0 é determinado através da relação entre $MS_{\text{quadrado puro}} / MS_E$. Para F ($F_{\alpha, 1, nc-1}$) tabelado (MONTGOMERY, 1991), foi assumido $\alpha = 0,05$, e os respectivos graus de liberdade da soma dos quadrados da curvatura quadrática e do erro foram: $SS_{\text{quadrado puro}} = 1$ e $SS_E = 3$.

$$F_0 = \frac{MS_{\text{Curvatura}}}{MS_E} \quad (3.3)$$

Onde os valores de $MS_{\text{Curvatura}}$ e MS_E estão apresentados na Tabela 3.5.

Como F calculado é menor que o F tabelado, conforme a Tabela 3.5, aceita-se a hipótese nula, então, conclui-se que não há evidência de curvatura no sistema.

No momento em que se aceita a hipótese nula, a probabilidade de estar aceitando uma condição que pode não ser verdadeira deve ser analisada. Deste modo, se deve proceder com a análise do erro β . Para que a hipótese nula seja de fato verdadeira, o erro β deve estar em torno de 5%. Ao contrário, se o valor de β for alto, uma amostragem maior deve ser considerada. O procedimento para a análise consiste em determinar os parâmetros ϕ , v_1 e v_2 , da equação 3.4, conforme a Tabela 3.6.

$$\phi^2 = \frac{nD^2}{2a\sigma^2} \quad (3.4)$$

Onde, n é o número de réplicas (número de experimentos realizados para cada fator nos pontos principais), a é o número de níveis de cada fator e D é a diferença mínima adotada entre os valores médios de dureza para que o

modelo seja adequado.

Tabela 3.6. Análise da porcentagem do erro tipo II (β) para 95% confiança (MONTGOMERY, 1991).

D	a	n	$v_1 = a - 1$	$v_2 = a(n - 1)$	ϕ	β
20	2	4	1	6	3,75	1%

No caso, n é igual a 4, a é igual 2 e a diferença D adotada é de 20. Deste modo, têm-se que o erro β está em torno de 1%. Portanto, a hipótese nula é verdadeira, ou seja, não há evidência de curvatura no sistema.

3.2.3.2 Modelo e análise de regressão

De acordo com a análise de curvatura do item 3.1.3.1 e com a identificação dos fatores que influenciam a variável resposta, foi proposto um modelo empírico de primeira ordem de superfície de resposta que relacione a taxa de aquecimento (x_1), tempo de patamar (x_2) e número de ciclos (x_3) com a dureza (Y) representado pela Equação 3.4.

$$Y = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_3 X_3 + \beta_4 X_1 X_2 + \varepsilon \quad (3.4)$$

Onde: x_1 = taxa de aquecimento, x_2 = patamar, x_3 = número de ciclos e, β_0 , β_1 , β_2 , β_3 e β_4 são os coeficientes de regressão, e ε corresponde a um erro aleatório não correlacionado.

A estimativa dos coeficientes de regressão foi realizada pelos programas Statistica 5.5 (STATSOFT, 2000) e pelo Design Expert 5.0.8, utilizando o *método ordinário de mínimos quadrados*. Entretanto, para se utilizar este método é necessário que se disponha de uma quantidade de observações (n) da variável resposta (y_i) superior ao número (k) de variáveis

regressoras, que neste caso é atendido. Os detalhes do método podem ser vistos na referência Montgomery (1991).

Portanto, o modelo de regressão ajustado com os coeficientes de regressão, é fornecido pela equação (3.5).

$$Y = 462,67 - 2,15x_1 - 0,65x_2 + 16,00x_3 + 0,09 x_1 x_2 \quad (3.5)$$

3.2.3.3 Análise de variância e validade do modelo

Após a obtenção do modelo se deve verificar se este é significativo e válido. O teste da significância do modelo segue um teste de hipóteses. Neste caso:

$$H_0 : \beta_1 = \beta_2 = \dots = 0$$

$$H_1 : \beta_j \neq 0 \text{ para pelo menos um } j$$

O teste visa a determinação da existência de uma relação linear entre a variável resposta e os coeficientes de regressão. Se a hipótese H_0 for rejeitada, se pode concluir que o modelo de regressão é significativo, ou seja, ele descreve a superfície de resposta. Desta forma, segundo Montgomery (1991), pelo menos uma das variáveis regressoras contribui significativamente para o modelo.

A Tabela 3.7 de análise de variância do modelo de regressão, fornece os dados para a determinação da significância e validade do modelo a um nível de α igual a 5% .

Tabela 3.7. Quadro de análise de variância do modelo de regressão com os fatores significativos.

VARIÁVEL RESPOSTA: DUREZA					
Fatores	SS	DF	MS	F	P-valor
Regressão	4293	4	1073,25	27,15451807	0.0002
A	840,5	1	840,5	21,26566265	0.0025
B	1012,5	1	1012,5	25,61746988	0.0015
C	2048	1	2048	51,81686747	0.0002
AB	392	1	392	9,918072289	0.0162
Erro	276,67	7	39,52		
Falta de ajuste	191,67	4	47,91	1,691176471	0.3473
Erro puro	85	3	28,33		
Total	4569,66	11			

Onde: SS = Soma dos quadrados, DF = graus de liberdade, MS = média quadrática, F = teste de confiança e P-valor = risco α .

O teste estatístico da equação (3.6) deve exceder a $F_{\alpha,k,n-p}$ para que o modelo seja significativo, onde k é igual a soma dos graus de liberdade das variáveis regressoras ($k = 4$), n corresponde ao número total de experimentos ($n = 12$) e p corresponde ao número de pontos independentes ($p = 8$). MS_R e MS_E estão dispostos na Tabela 3.7.

$$F_0 = \frac{MS_R}{MS_E} \quad (3.6)$$

$$F_0 = 37,88$$

Conforme o teste de significância F do anexo I, $F_{0,05,8} = 3,84$

Portanto, como o F calculado excede o F tabelado se pode concluir que o modelo é significativo.

Já a validade do modelo é obtida pelo coeficiente de determinação múltipla R^2 , $R^2_{ajustado}$, gerados pelo programa Statistica 5.5 (STATSOFT, 2000). Os dados estão presentes na Tabela 3.7 e os mesmos podem ser calculados pelas equações 3.7 e 3.8 (MONTGOMERY, 1991). O coeficiente de determinação múltipla $R^2_{ajustado}$ deve ser calculado, uma vez que ao se

adicionar termos ao sistema o R^2 tende a aumentar. Portanto, se termos desnecessários se encontram no modelo o R^2_{ajustado} tende a cair drasticamente.

$$R^2 = \frac{SS_r}{S_{yy}} \quad (3.7)$$

$$R^2_{\text{ajustado}} = \frac{\frac{1 - SS_e}{n - p}}{\frac{S_{yy}}{n - 1}} \quad (3.8)$$

Onde, SS_r é soma dos quadrados da regressão, S_{yy} é a soma dos quadrados totais, SS_e é a soma dos quadrados do erro ou resíduo.

Neste caso:

$$R^2 = 0,93$$

$$R^2_{\text{ajustado}} = 0,90$$

Desta forma, conclui-se que o modelo de regressão adotado, explica 90% da variabilidade de dureza e que termos desnecessários não foram adicionados ao projeto.

3.2.3.4 Análise da falta de ajuste do modelo de regressão

A análise da falta de ajuste do modelo decorrerá através da verificação dos dados da Tabela 3.7.

Este teste é um teste de hipótese que implica se a função de regressão é linear ou não. Se H_0 for aceita, não há falta de ajuste do modelo. Do contrário, o modelo não é adequado.

$$H_0 : MS_{FA} = \sigma^2$$

$$H_1 : MS_{FA} > \sigma^2$$

Onde σ^2 é o valor da variância.

O teste é fornecido pela equação (3.9).

$$F_0 = \frac{MS_{FA}}{MS_{EP}} \quad (3.9)$$

$$F_0 = 1,6941$$

Onde, MS_{FA} e MS_{EP} são as médias quadráticas da falta de ajuste e do erro puro, respectivamente.

Assim, se $F > F_{\alpha, m-p, n-m}$ deve-se concluir que a função de regressão não é linear, e portanto, se deve abandonar o modelo.

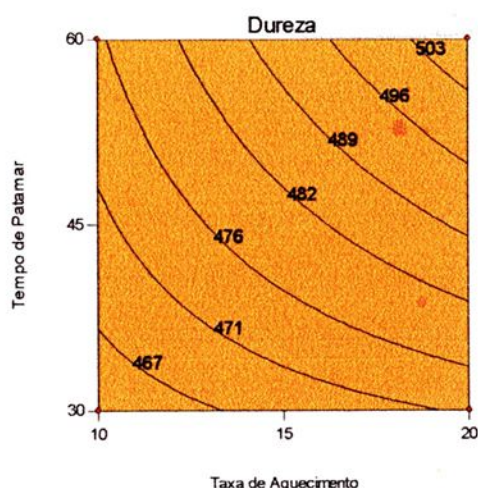
Neste caso, $F_{\alpha, m-p, n-m}$ para α a um nível de 5% é igual a 9,01 de acordo com a tabela da estatística F do Anexo 1. Onde m, n e p são iguais ao número de pontos independentes, número total de experimentos e número de coeficientes de regressão, respectivamente.

Como F calculado não excede F tabelado, se deve aceitar a hipótese nula e então concluir que não há razão para a falta de ajuste do modelo.

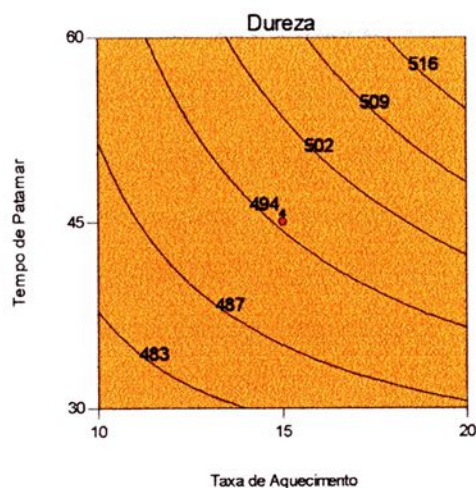
3.2.3.5 Metodologia da superfície de resposta

As técnicas de metodologia da superfície de resposta, ou MSR, foram utilizadas para encontrar um modelo matemático que estabeleça uma aproximação da influência dos fatores na variável resposta, com o objetivo de otimizar o sistema.

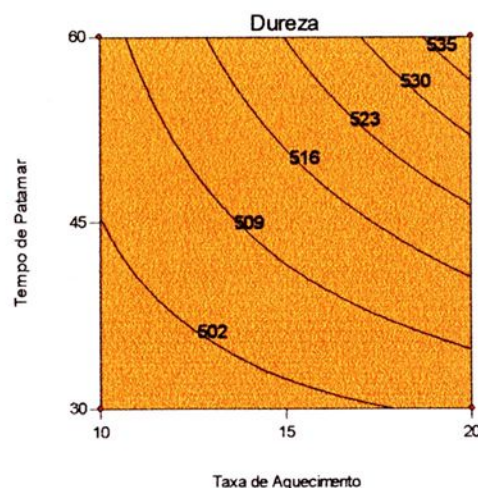
As superfícies de resposta geradas pelo programa Statistica 5.5 são baseadas na equação (3.5). Deste modo, como o modelo possui três fatores mais a variável resposta, um fator será fixado para permitir a construção espacial da superfície. A Figura 3.2 apresenta as curvas para a análise do fator ciclo.



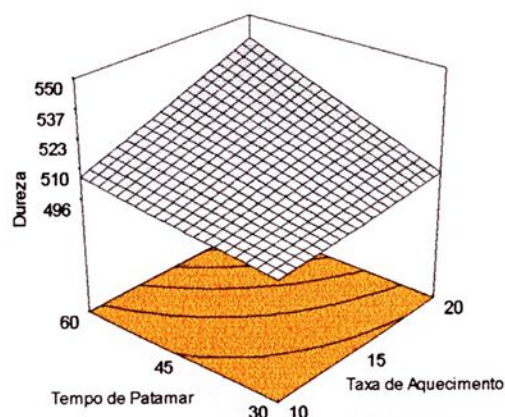
a) 1 ciclo



b) 2 ciclos



c) 3 ciclos

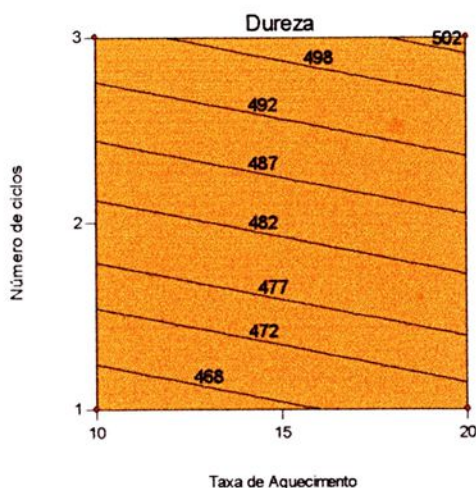


d) Superfície de resposta com três ciclos

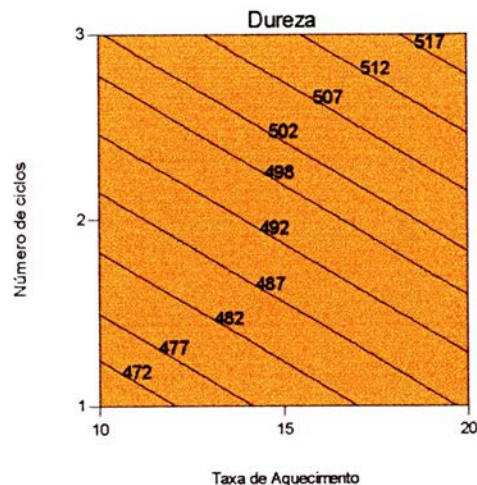
Figura 3.2- Curvas de nível com número de ciclos constante a 1, 2, 3 e superfície de resposta com 3 ciclos.

Como foi observado nos gráficos com o número de ciclos constante, a condição de maior dureza ocorreu com o maior número de ciclos, para taxa de aquecimento igual $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$ e patamar de 60 minutos.

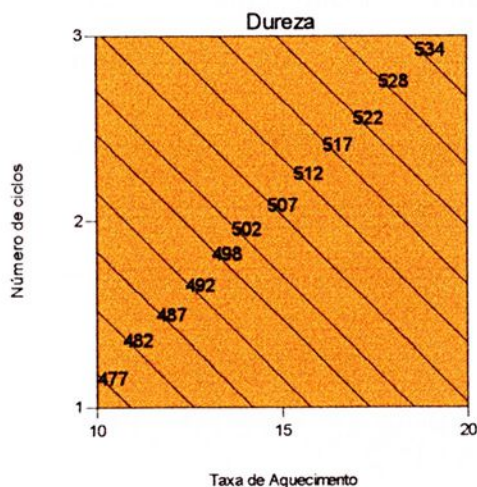
A Figura 3.3 apresenta as curvas para a análise do fator patamar.



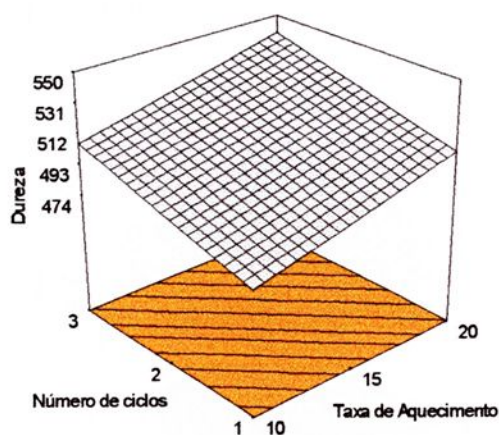
a) Patamar de 30 minutos



b) Patamar de 45 minutos



c) Patamar de 60 minutos

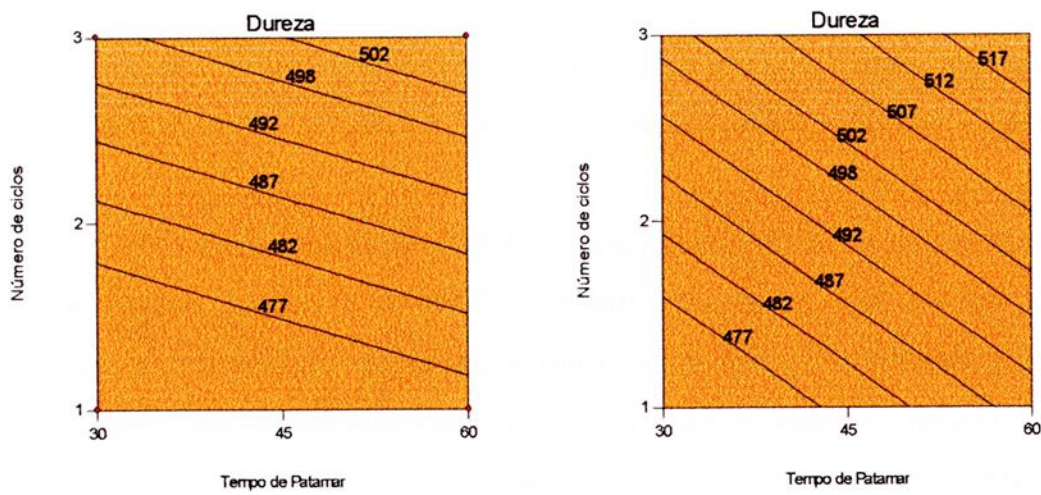


d) Superfície de resposta com patamar de 60 minutos

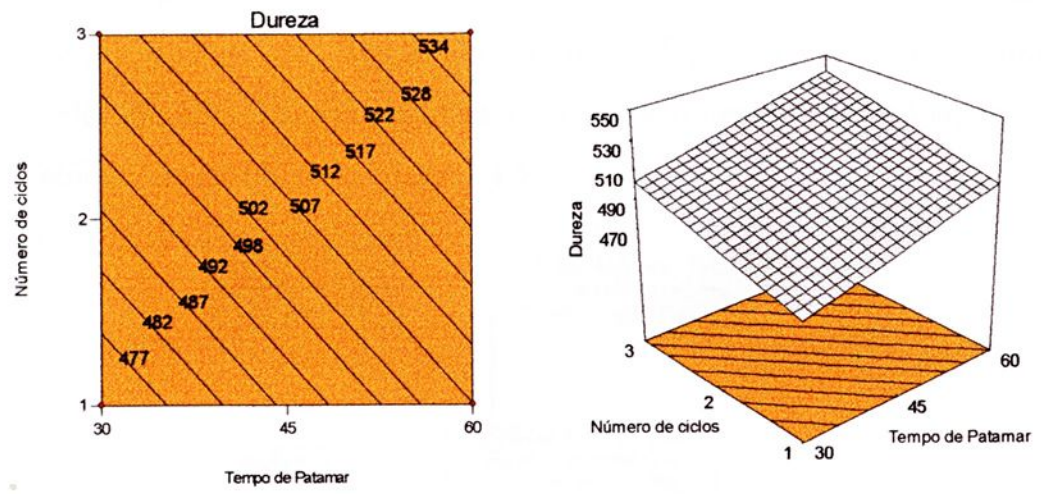
Figura 3. 3- Curvas de nível com patamar constante de 30, 45, 60 minutos e superfície de resposta com 60 minutos.

Como foi observado nos gráficos com o patamar constante, a condição de maior dureza ocorreu com o patamar de 60 minutos, número de ciclos igual a 3 e taxa de aquecimento igual 20°C/min.

A Figura 3. 4 apresenta as curvas para a análise do fator taxa de aquecimento.



a) Taxa de aquecimento igual a 10°C/min b) Taxa de aquecimento igual a 15°C/min



c) Taxa de aquecimento igual a 20°C/min d) Superfície de resposta com taxa de aquecimento de 20°C/min

Figura 3.4- Curvas de nível com taxa constante de 10, 15, 20°C/min e superfície de resposta com 20°C/min.

Da mesma forma, com a taxa de aquecimento a $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$, patamar e número de ciclos a 60 minutos e 3 ciclos, respectivamente, se obteve a maior dureza.

Com a aproximação do modelo obtido, o maior valor de dureza médio foi de aproximadamente 540HV. Portanto, conclui-se que dentro das limitações experimentais não se encontrou o ponto ótimo (estacionário), mas se sabe que o mesmo se aproxima com o aumento de todos os fatores. Isso implica que após três ciclos de tratamento térmico se obteve uma martensita mais fina, ou pelo menos uma reorientação da mesma.

3.3 ROTAS DO TRATAMENTO TÉRMICO

Como um dos objetivos desta dissertação é a quebra da estrutura bruta de fusão através de tratamentos térmicos, as seguintes rotas foram estabelecidas com base no planejamento de experimentos e na análise térmica diferencial, de acordo com a Figura 3.5.

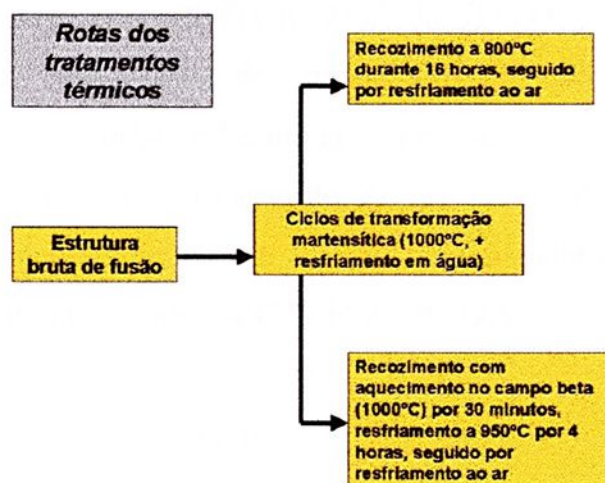


Figura 3. 5- Rotas dos tratamentos térmicos

3.4 ANÁLISE POR DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

O objetivo destas análises foi determinar as fases presentes na Estrutura Bruta de Fusão, assim como sua redistribuição com a evolução dos tratamentos térmicos.

Para que as condições das análises fossem atendidas, as amostras foram lixadas com lixas de grana 150, 220, 320, 400, 600, 1000, 1500 e 2000, para garantir uma superfície plana.

Os espectros de difração de raios-X foram obtidos através do difratômetro RICH SEIFERT & CO. JSO – DEBYFLEX 1001, instalado no DEMAR – FAENQUIL. O ângulo de varredura abrangeu a faixa de 30° a 90°, com um passo de 0,05. Os dados foram analisados e comparados com as fichas JCPDS (1988), juntamente com os dados obtidos por Silva *et al.* (1999).

3.5 ENSAIOS MECÂNICOS

3.5.1 Ensaio de dureza

Os ensaios de dureza Vickers foram realizados em um durômetro hidráulico do tipo DIA TESTOR 2RC da OTTO WOLPERT WERKE, localizado no laboratório de tratamentos térmicos, pertencente ao Departamento de Materiais e Tecnologia desta instituição. As amostras foram submetidas aos ensaios com carga de 20 kgf nas condições bruta de fusão, tratada termicamente com 1, 2, e 3 ciclos de tratamentos, além da condição recozida, respeitando a norma ASTM E92 – 92 (ASTM, 1998).

3.5.2. Ensaio de impacto Charpy

Os ensaios de impacto Charpy realizados em amostras de todas as condições de tratamento térmico, além da condição bruta de fusão, foram feitos com o objetivo de obter a quantidade de energia absorvida pelo material perante um carregamento dinâmico. Foi utilizado um equipamento WOLPERT, com capacidade de 300J. Os corpos de prova foram usinados

segundo a norma ASTM E23 – 96 (ASTM, 1998), como mostra a Figura 3. 6, com entalhes obtidos por eletroerosão.

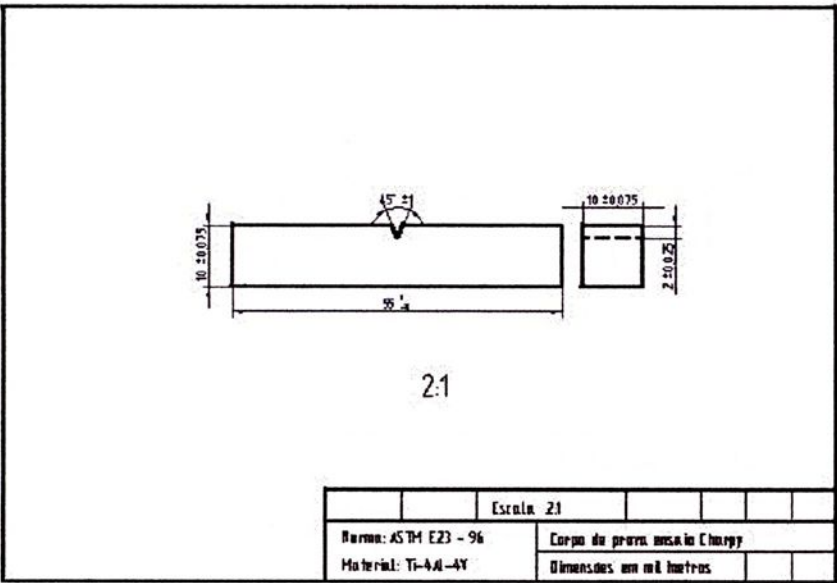


Figura 3.6- Dimensões do corpo de prova utilizado para ensaio de impacto Charpy.

3.5.3 Ensaio de tração

Os ensaios de tração foram realizados em um equipamento de controle eletromecânico, do modelo EMIC, localizado no DMT-FEG-UNESP, com taxa de carregamento de 0,5mm/min. Os corpos de prova foram usinados de acordo com a norma ASTM E8M – 98 (ASTM, 1998), conforme apresentado na Figura 3. 7.

Os dados foram registrados utilizando o programa LABVIEW, com a amostragem de 10 leituras por segundo. O sistema de aquisição utilizado foi o da National Instruments, composto por placa de aquisição de 12 bits PCI-6024E, módulo de condicionamento de sinais SCXI-1121, módulo de compensação de ponte SCXI-1321 com 4 canais em console SCXI-1000.

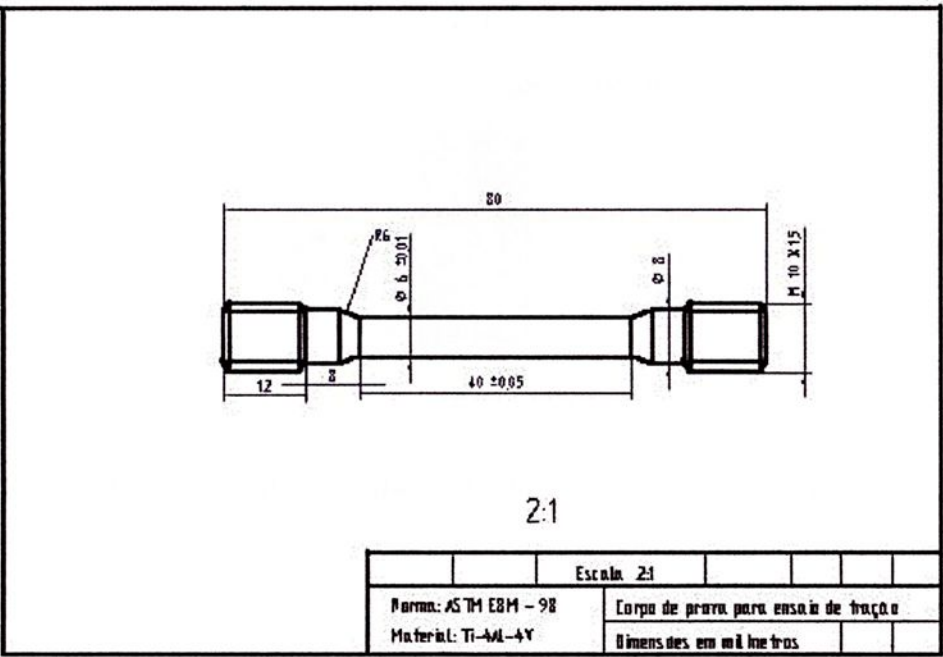


Figura 3.7- Dimensões dos corpos de prova utilizados para o ensaio de tração.

3.6 ANÁLISE MATERIALOGRÁFICA

3.6.1 Microscopia óptica

As amostras para observação em microscópio óptico passaram pelas seguintes etapas de preparação:

- a) *Corte*: as amostras utilizadas para o cálculo da dimensão fractal, ou seja, os corpos de prova de impacto fraturados, foram seccionados em uma serra metalográfica de precisão, modelo Isomet 1000 da Buehler, onde a menor carga e velocidade de corte foram impostas. Os cortes foram realizados em duas etapas, conforme a Figura 3.8. O seccionamento feito a partir do plano A é para reduzir o tamanho da amostra. Já, para o corte no plano B, as superfícies de fratura foram cobertas com uma resina epóxi do tipo Brascola Araudite 24h para a preservação da integridade dos perfis de fratura, de onde serão extraídos os dados da dimensão fractal.

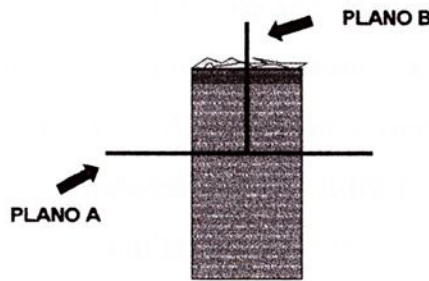


Figura 3. 8- Esquema do seccionamento dos corpos de prova Charpy.

b) *Embutimento*: as amostras foram embutidas à quente em resina Multifast Brown da Struers;

c) *Lixamento*: para o lixamento foram empregadas as lixas com grana de 100, 220, 320, 400, 600, 1000, 1500 e 2000, com lubrificação de água;

d) *Polimento*: o polimento consistiu, primeiramente, num polimento com pastas de diamante de 6 μm , 3 μm e 1 μm , em pano do tipo Struers DP-NAP, com lubrificação etanol p.a.. Após essa etapa foi realizado o polimento químico com solução Struers OPS na proporção de 1/3, em pano tipo Struers OP-NAP, com lubrificação da própria solução. Finalmente, foi realizado um polimento químico com solução de 5% de ácido oxálico, em pano do tipo Struers OP-CHEM, para tirar deformações mecânicas provenientes do próprio processo (VOORT, 1984).

- É importante salientar que entre todas as etapas de lixamento e polimento, as amostras passaram por uma limpeza em ultrassom.

e) *Ataque químico*: as amostras polidas foram atacadas por imersão em uma solução ácida adaptada do reagente Kroll, proposto por Petzow (1999), composto de 2%HF + 98%H₂O para um intervalo de tempo de 15 segundos para a estrutura bruta de fusão (EBF) e 30 segundos para as demais. Este ataque permite a visualização de diferentes fases com luz polarizada.

As amostras foram observadas em microscópio óptico Nikon Epiphot 200, com luz polarizada, utilizando filtros de cor e de aumento de contraste (filtro verde). Em alguns casos, o filtro de Normarsky (DIC), ou seja, contraste por interferência foi utilizado. As imagens foram capturadas pela câmera Pixera Professional e digitalizadas pelo software Pixera Viewfinder. As imagens foram obtidas com ampliações de 1000x

3.7 PROCESSAMENTO DIGITAL DE IMAGENS

O processamento digital de imagens foi dividido em duas frentes. A primeira descreve o procedimento utilizado para as amostras de fratura onde foi feito o cálculo da dimensão fractal. A outra descreve o procedimento utilizado para as análises da microestrutura, e será apresentada no capítulo de resultados e discussão.

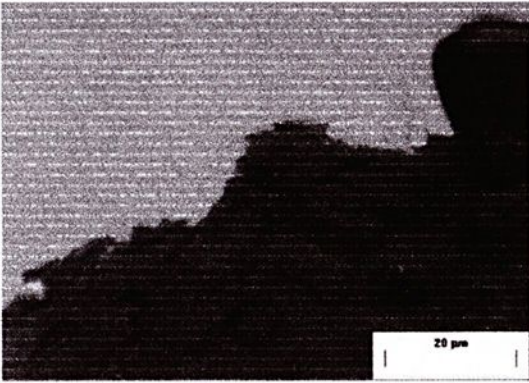
3.7.1 Rotina para o cálculo da dimensão fractal

O processamento utilizado para o cálculo da dimensão fractal consiste das etapas descritas abaixo. Para o processamento foram utilizados, ambos os programas UTHSCSA Image Tool 2.00 alpha 3, com as rotinas “The image Processing Toolkit” 4.0, e Media Cybernetics Image Pro Plus 4.0.

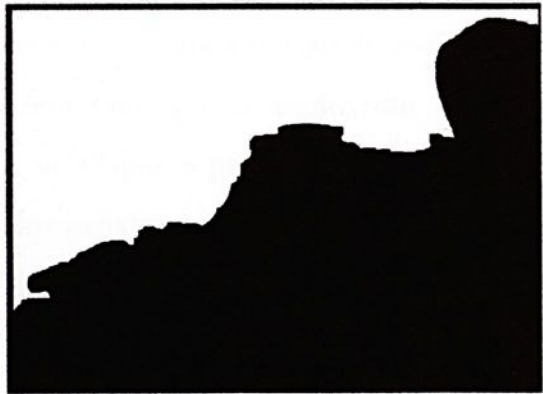
Após as etapas de preparação metalográfica descritas no item 3.5.1 deste capítulo, uma amostra de cada condição de tratamento térmico foi submetida a uma sequência de processamento, na qual, primeiramente, as imagens foram capturadas com resolução de 1260x960 pixels a uma ampliação de 1000x em campo claro, como revela a Figura 3.9(a). Depois da aquisição, a aplicação de uma *limiarização* foi feita para delimitar cada perfil, conforme a Figura 3.9(b). Em seguida, para a remoção de objetos remanescentes nas imagens o filtro “Fill Holes” foi utilizado (Figura 3.9(c)).

Para o cálculo da dimensão fractal foi utilizada uma rotina desenvolvida por pesquisadores do LAIMat (Laboratório de Análise de Imagens de Materiais), baseada na técnica de Minkowski, e utilizando o

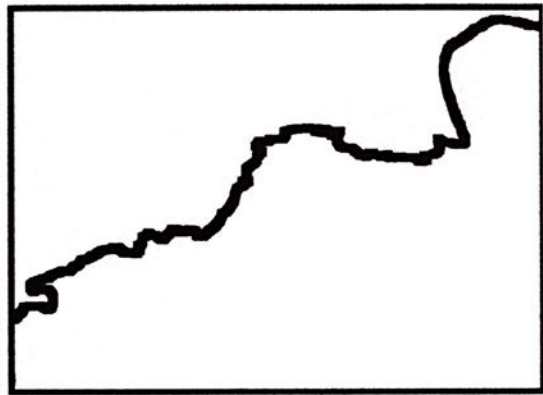
método de dilatação de pixels (HOROVISTIZ, 2000). As imagens foram submetidas logo após a aplicação do filtro “Fill Holes”, a uma sequência de operações morfológicas de dilatação e erosão, de acordo com o número de iterações impostas, como mostra as Figuras 3.9(d), (e) e (f).



a) Imagem do perfil original a 1000x. b) Após a limiarização



c) Após aplicação do filtro Fill Holes. d) Operação de dilatação.



e) Operação de erosão

f) Perfil após sucessivas operações de dilatação e erosão.

Figura 3. 9- Sequência do processamento de imagem nos perfis de fratura, para o cálculo da dimensão fractal.

3.8 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

O objetivo desta análise foi a identificação dos micromecanismos de fratura atuantes nos processos de ruptura dos corpos de prova, por impacto Charpy e tração monotônica, respectivamente. Portanto, a análise se torna mais eficiente quando detalhes da topografia são evidenciados.

Segundo Joy e Joy (1996), na microscopia eletrônica de baixa voltagem, ou seja, com tensão de aceleração menor que 5 KeV, os detalhes topográficos são realçados de acordo com a interação elétron-amostra. Os autores acrescentam que com baixa voltagem a interação elétron-amostra é muito maior próxima à superfície. Para a otimização dos parâmetros de imageamento, um software de simulação pelo método de Monte Carlo foi utilizado com o objetivo de verificar o ganho de sinal, ou seja, o ganho no coeficiente de elétrons retroespalhados conforme varia a tensão de aceleração. Também GOLDSTEIN *et al.* (1992) reforçam que o ganho em elétrons secundários se dá para baixas voltagens, visto que, a probabilidade de escape se torna maior para os elétrons localizados próximos à superfície da amostra. A Figura 3.10 mostra os resultados da simulação para várias tensões de aceleração e confirmam a melhor interação.

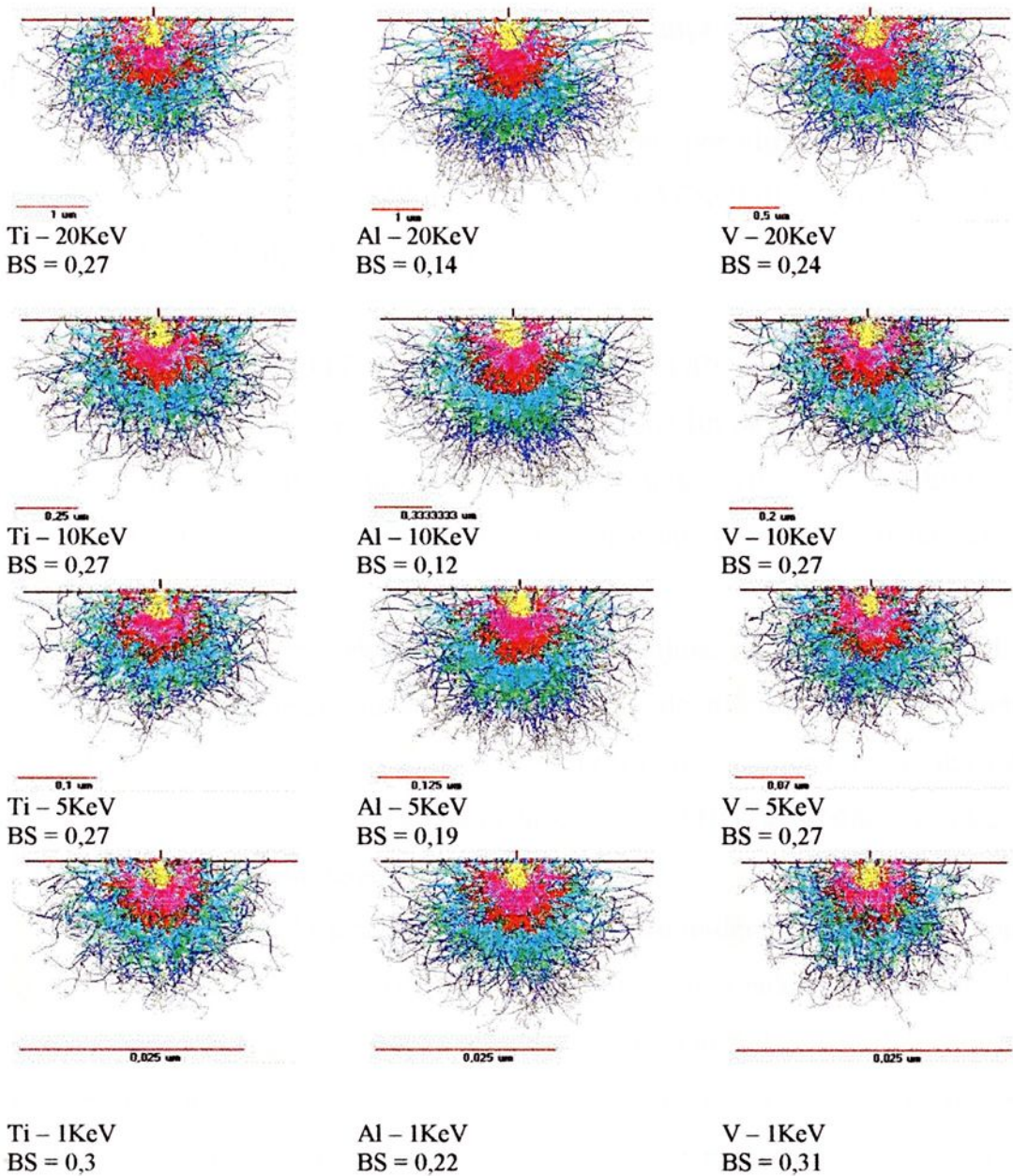


Figura 3.10- Simulação de Monte Carlo da interação elétron - amostra para o sistema Ti-Al-V. (JOY; JOY, 1996).

De acordo com o resultado da simulação de Monte Carlo e com as sessões de microscopia eletrônica, foi verificado que as condições da análise, do ponto de vista de obter a maior quantidade de informações da superfície de fratura, eram em baixas voltagens. No entanto, para a análise da microestrutura altas tensões de aceleração foram utilizadas no sentido de obter

contraste entre as fases α e β , com base na distinção do elemento químico mais pesado (Ti, Al e V).

Os corpos de prova foram somente limpos por ultrassom. Utilizou-se os equipamentos LEO 1450VP, do DEMAR – FAENQUIL e, LEO 435VP e ZEISS DSM 940A do AMR – CTA.

3.9 NANOIDENTAÇÃO E MICROSCOPIA DE FORÇA ATÔMICA

As medidas de nanoindentação com o auxílio de um microscópio de força atômica permitem fazer uma análise quantitativa do módulo de elasticidade (E) e da dureza (H) do material em uma escala local (nanométrica).

Neste caso, esta técnica se mostra vantajosa no sentido de estudar propriedades de deformação elástica e plástica de diferentes lamelas, bem como fornecer dados sobre a variação de dureza entre agulhas na martensita. Isso pode levar a uma concepção da formação de interfaces durante a evolução dos ciclos de tratamento térmico.

As medições foram realizadas em um nanoindentador Hysitron, com ponta de diamante do tipo Berkovich (pirâmide de três lados com um ângulo de $65,3^\circ$ de cada lado em relação à base). Foram realizadas medidas em oito posições das amostras através de uma matriz 4x4, para cada amostra num total de 4. Essas consistem na Estrutura bruta de fusão e tratadas com 1, 2 e 3 ciclos. Os resultados estão apresentados no Capítulo 5.



4 RESULTADOS E DISCUSSÃO PARTE I: PROCESSAMENTO DIGITAL DE IMAGENS PARA ANÁLISE MICROESTRUTURAL.

4.1 ASPECTOS GERAIS

Este capítulo tem por objetivo apresentar os conceitos do processamento digital de imagens para análise na caracterização da liga Ti-4Al-4V, bem como as ferramentas utilizadas. A primeira etapa do processamento visa obter a fração volumétrica das colônias da fase α de acordo com cada orientação. A segunda tem por objetivo as medidas do espaçamento das lamelas, ou agulhas situadas no interior dos grãos. Já, a terceira visa obter as frações volumétricas das fases α - recozida, martensita revenida e fase β .

4.2 PRIMEIRA ETAPA: ANÁLISE DAS COLÔNIAS DE FASE α

A análise das colônias da fase α , está relacionada à estrutura bruta de fusão onde sua microestrutura se dispõe como tal. No caso das amostras tratadas termicamente, somente a medida do espaçamento das lamelas, ou agulhas (no caso da martensita) será efetuada. No entanto, para as condições recozidas será efetuado o cálculo das frações volumétricas das fases presentes.

4.2.1 Definições básicas sobre imagens

Numa imagem digital, a qualidade de observação dos detalhes depende diretamente do tamanho do pixel que caracteriza esta imagem, como também, do número de níveis de cinza possíveis para cada pixel. Desta maneira, quanto maior for o número de pixels que descrevem uma imagem, maior será sua *resolução espacial*. Na prática, a resolução espacial de uma imagem é medida em *pontos por polegada* (ppp).

Já, a *resolução de profundidade* ou *quantização* está relacionada com o número de níveis de cinza (n) de cada pixel que constitui a imagem.. Assim,

por convenção, os níveis de cinza estão compreendidos entre 0 e $n-1$, onde estes dois extremos são referenciados como preto e branco. Para o processamento realizado por um computador, o número de níveis de cinza (n) pode ser escrito conforme a equação (4.1).

$$n = 2^b \quad (4.1)$$

Onde **b** é o número de bits utilizados para locar os níveis de cinza

De acordo com a resolução de profundidade, as imagens digitais podem ser classificadas em duas categorias:

- Imagem monocromática;
- Imagem colorida.

A primeira, segundo Gonzalez e Woods (2000), é conhecida por imagem em tons de cinza. Simplesmente, porque o valor numérico de cada pixel representa uma grandeza escalar associada ao brilho ou nível de cinza do ponto correspondente. Quando uma imagem contém só os dois valores distintos (0 e 1) esta é dita ser binária (imagem preto e branco).

No entanto, na segunda, o valor numérico de cada pixel representa uma grandeza vetorial associada a cor do ponto correspondente, por exemplo as cores primárias, vermelho (**R**), verde (**G**) e azul (**B**), constituindo o modelo de cores no sistema **RGB**. Portanto a imagem colorida formada em diversos modelos como, **HSI** e **CMY**, por exemplo, é constituída por três componentes de coordenadas cartesianas utilizando 8 bits para cada uma delas, totalizando 24 bits (EFFORD, 2000). Sua representação esquemática é feita na forma de um cubo, no qual, os pontos ao longo da diagonal principal possuem valores em níveis de cinza, variando do preto na origem (0,0,0) até o branco na aresta oposta (1,1,1), conforme a Figura 4.1.

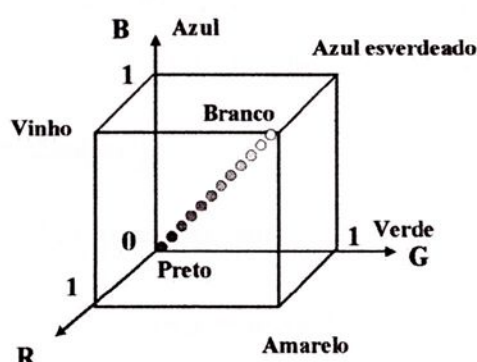


Figura 4.1- Cubo de cores do modelo RGB (EFFORD, 2000).

4.2.2 Processamento digital de imagens

O *processamento digital de imagens* basicamente se refere ao tratamento de uma imagem digital realizado em sistemas computadorizados.

Jähne (1997) afirma que o processamento é feito através de uma sequência constituída de várias operações, até a extração das características de interesse na cena. Cabe aqui salientar que não existe uma metodologia geral no tratamento de imagens. Desta forma, a escolha das operações, bem como os algoritmos utilizados dependerá da melhor combinação entre a imagem e os objetivos de interesse.

Assim, neste caso específico as ferramentas de processamento de imagens serão direcionadas ao processamento de imagens em cores, associadas a operações morfológicas. O objetivo de se adotar o processamento digital de imagens em cores é fundamentado no conceito de que a cor é um descritor poderoso que normalmente simplifica a identificação do objeto.

No caso das ligas de titânio, Chraponski e Szkliniarz, (2001) observaram que as características microestruturais apresentam baixo contraste. No entanto, os autores afirmam que o melhoramento do contraste para que se consiga efetuar uma segmentação adequada pode ser obtido com a aplicação de luz polarizada e processamento digital de imagens coloridas.

Portanto, cinco etapas fundamentais constituem o processamento na sua totalidade (WOJNAR, 1999). As etapas estão representadas na Figura 4.2.



Figura 4.2- Etapas fundamentais do processamento digital de imagens (EFFORD, 2000).

4.2.2.1 Aquisição das imagens

Segundo Gonzalez e Woods (2000) a etapa de aquisição de imagens consiste em converter a imagem real de um objeto, na sua forma discreta.

A forma adequada de discretização de uma imagem no espaço é denominada *amostragem da imagem*, onde esta determina o número de pixels, enquanto que a digitalização da amplitude é chamada de *quantização dos níveis de cinza*. Assim, uma imagem pode ser definida em termos matemáticos, como sendo uma função direta da energia luminosa (I) de cada ponto no plano bidimensional (x,y), captada por foto-sensores do equipamento de digitalização, isto é:

$$I = F(x,y) \quad (4.2)$$

Onde $F(x,y)$ é uma função discreta, e a intensidade da energia luminosa (I) assume valores numéricos discretos inteiros.

Portanto, a quantidade de níveis de cinza em uma imagem colorida pode ser calculado através da equação (4.3) para cada canal de cor do modelo utilizado:

$$G = 2^m \quad (4.3)$$

Onde m é o número de bits do conversor analógico-digital.

Como exemplo, uma imagem colorida do sistema RGB possui 8 bits ou 256 níveis de cinza, que vai do 0 a 255 para cada canal de cor, ou seja, na sua totalidade esta possui 24 bits.

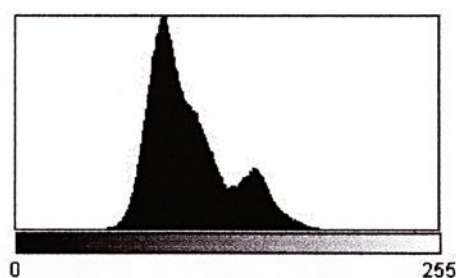
4.2.2.2 Pré-processamento

Para o melhoramento do contraste, necessário no sentido de obter uma diferenciação mais acentuada dos níveis de cinza entre as colônias de fase α , ou entre as fases α e β uma operação de *estiramento de contraste* foi utilizada.

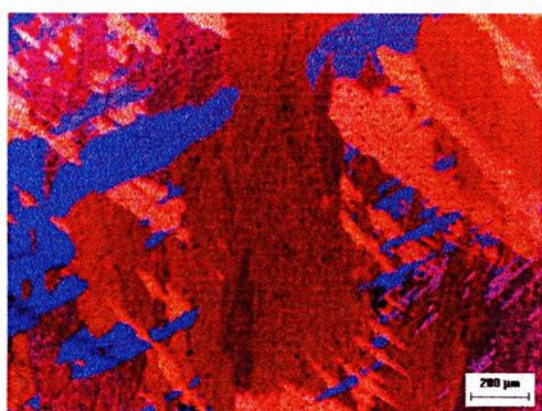
O *estiramento de contraste* é uma operação pontual, ou seja, onde a alteração de cada *pixel* da imagem depende apenas de seu valor original (JAIN, 1989). Seu objetivo, segundo Gonzalez e Woods (2000), é obter uma densidade uniforme dos níveis de cinza da imagem melhorada, proporcionando um espalhamento nos níveis de cinza da imagem, assim afetando o seu contraste. Na prática, obtém-se uma melhor distribuição dos picos do histograma da imagem melhorada em relação ao da original, como mostra a Figura 4.3.



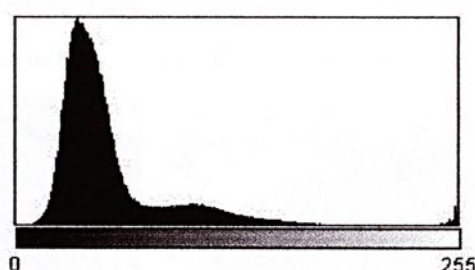
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 4.3- Efeito da função de estiramento de contraste. Observe que o histograma (b) da imagem superior é restrito a uma faixa de intensidade de brilho. O estiramento proporciona uma ampliação dinâmica de contraste como mostra a imagem inferior (histograma (d)), estendendo a todas as faixas de intensidade.

A vantagem de se trabalhar com uma operação pontual, nesse caso, está em preservar as informações sobre o contraste, uma vez que a distribuição de brilho permanece equivalente à original, mas com ampliação do contraste. O resultado da aplicação dessa função está na obtenção dos canais de cores, onde o realce da imagem original (Figura 4.3) proporciona uma maior definição das colônias da fase α no sentido de segmentação, como mostra a Figura 4.4.

Uma observação importante estende-se à escala de ampliação. No caso, as imagens da liga Ti-4Al-4V submetidas à segmentação de colônias

foram obtidas com objetivas com ampliação de 50x, desta forma, não se consegue extrair a fração volumétrica da fase β , interposta às lamelas de α e oculta a esta ampliação.

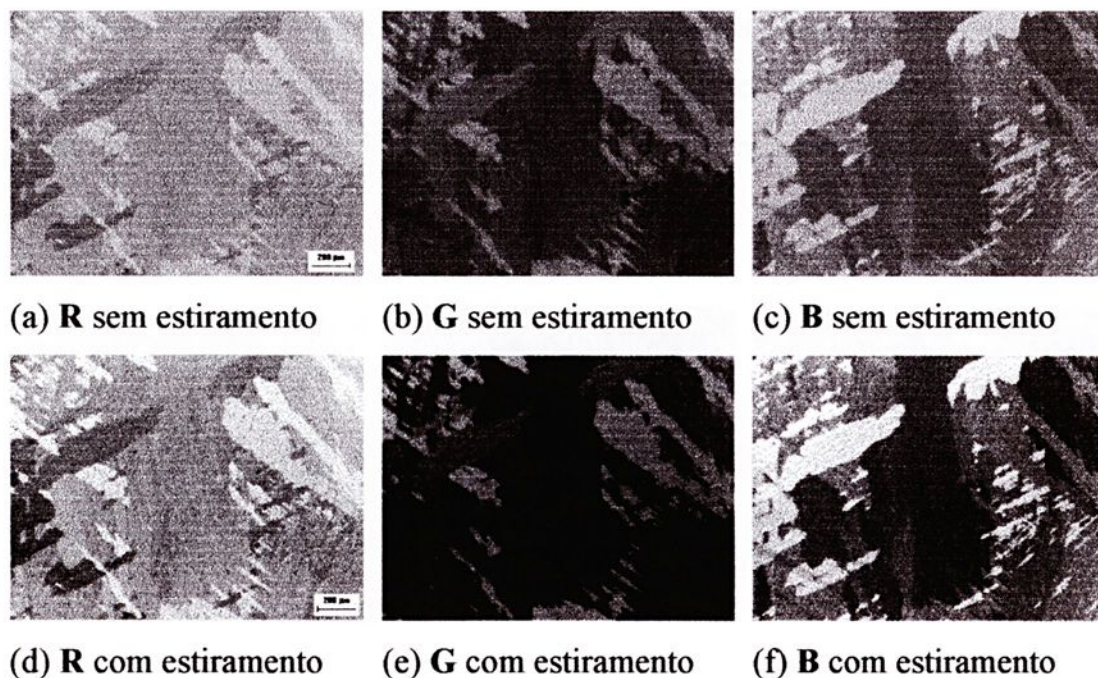


Figura 4.4- Separação dos canais de cores do sistema RGB, antes e após o estiramento de contraste

4.2.2.2.1 Filtragem espacial

Algumas regiões da Figura 4.4 não podem ser segmentadas somente com a aplicação do *threshold* ou *limiarização*. Para isto, alguns filtros espaciais somados a operações aritméticas foram utilizados.

Russ (1999) demonstra que a filtragem espacial está diretamente relacionada aos pixels que constituem a imagem. Desta forma, esta constitui de uma operação de vizinhança, na qual a função de representação é dada pela equação (4.4).

$$g(x,y) = T[f(x,y)] \quad (4.4)$$

Onde $g(x,y)$ é a imagem resultante do processamento, T é o filtro espacial aplicado na vizinhança de (x,y) e $f(x,y)$ é a imagem original.

Assim, o filtro da mediana foi utilizado para a suavização de ruídos nas imagens da Figura 4.4, ou seja, a intensidade de cada pixel foi substituída pela mediana dos níveis de cinza na vizinhança daquele pixel através de uma máscara de dimensão 5x5 pixels. A Figura 4.5 mostra o resultado da aplicação do filtro mediana 5x5.

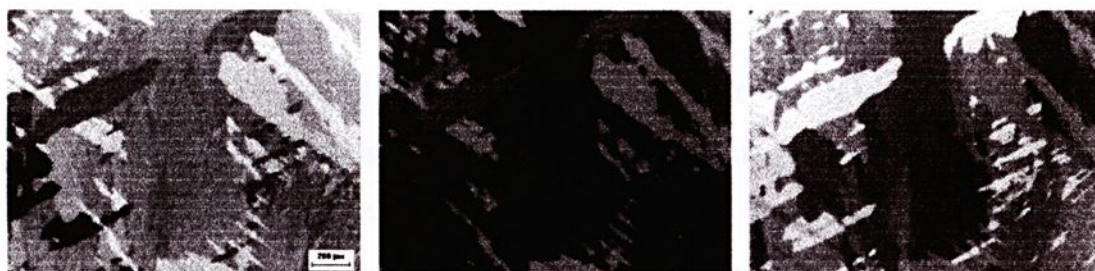
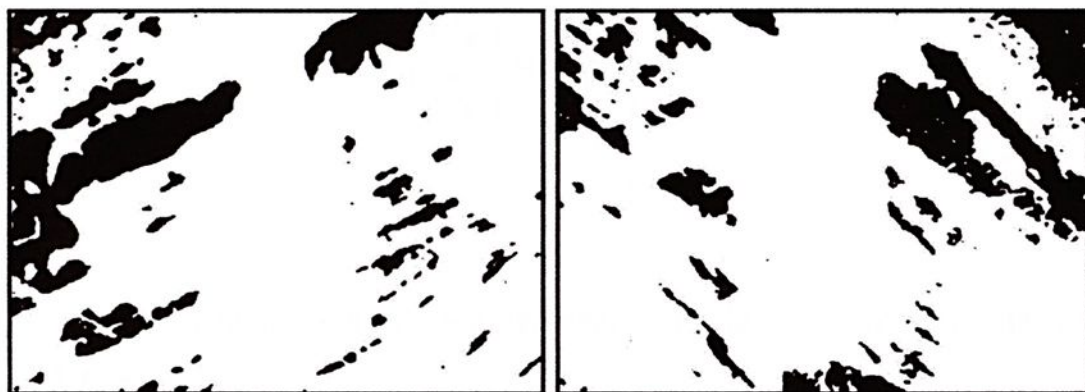


Figura 4. 5- Resultado da aplicação da mediana 5x5.

As colônias que apresentam bons contrastes foram segmentadas diretamente dos canais de cores através da aplicação do *threshold* ou *limiarização*, como mostra a Figura 4.6. Posteriormente, em cada colônia será calculado os espaçamentos das lamelas.



a) Primeira região

b) Segunda região

Figura 4.6- Imagens de duas regiões segmentadas da Figura 4.3, após aplicação da limiarização .

No entanto, algumas regiões não podem ser segmentadas automaticamente. Neste caso, operadores de diferenciação foram necessários para o melhoramento do contraste e para a definição de bordas de objetos ou regiões.

Sob este contexto, Russ e Gonzalez (1999, 2000) têm definido em suas obras que operadores de diferenciação (ou filtros derivativos) são baseados em filtros passa-alta. Partindo do princípio de que uma imagem digital é constituída por diversas regiões onde os níveis de cinza são próximos, e regiões onde ocorre uma transição de características, ou seja, fronteiras, tais que, os níveis de cinza sofrem mudanças bruscas em seus valores.

Segundo Silva (1996), operadores de diferenciação consistem em caracterizar uma imagem, sob o ponto de vista matemático, por derivadas suaves nas regiões de níveis de cinza próximos e derivadas acentuadas nas regiões de fronteiras ou bordas produzindo um gradiente de níveis de cinza na imagem.

Desta forma, o produto obtido pela primeira derivada de uma imagem é um vetor conhecido por *gradiente*. Este vetor é expresso através da equação (4.5).

$$\nabla f = \begin{bmatrix} G_x \\ G_y \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{\partial f}{\partial x} \\ \frac{\partial f}{\partial y} \end{bmatrix} \quad (4.5)$$

Já, a magnitude deste vetor, também chamada de *gradiente*, é expressa por ∇f , onde:

$$\nabla f = \text{mag}(\nabla f) = \left[G_x^2 + G_y^2 \right]^{\frac{1}{2}} \quad (4.6)$$

Para que a implementação destes valores seja mais fácil, é realizada na prática, uma aproximação da equação (4.6) para valores inteiros, de acordo com a equação (4.7).

$$\nabla f = |G_x| + |G_y| \quad (4.7)$$

Assim, para se obter um melhoramento de algumas regiões da Figura 4.4 o operador de diferenciação que melhor identificou estas regiões foi o *Kirsch*.

RUSS (1990) apresenta as máscaras espaciais do operador *Kirsch* através da Figura 4.7, e a aproximação do cálculo do gradiente pode ser feita através da convolução* destas máscaras.

-3	-3	5
-3	0	5
-3	-3	5

A

5	5	5
-3	0	5
-3	-3	-3

B

Figura 4.7- Máscaras que definem o operador Kirsch. (A) gradiente para a direção de 90°; (B) gradiente para a direção de 180° (RUSS, 1990).

4.2.2.3 Segmentação

Após a aplicação do filtro apresentado pela Figura 4.6, e operações de soma e subtração de imagens levam a uma distinção das demais regiões, de modo segmentá-la após a limiarização.

* *Convolução*: É denotada por $f(x) * g(x)$, ou seja, uma varredura de g pela função f , tal que ambas são comparadas entre si num dado intervalo em $\mathfrak{R}^n$. (GONZALEZ; WOODS, 2000).

Com isso, a sequência de processamento utilizada para a obtenção da fração volumétrica destas regiões da Figura 4.4 está representada pela Figura 4.8.

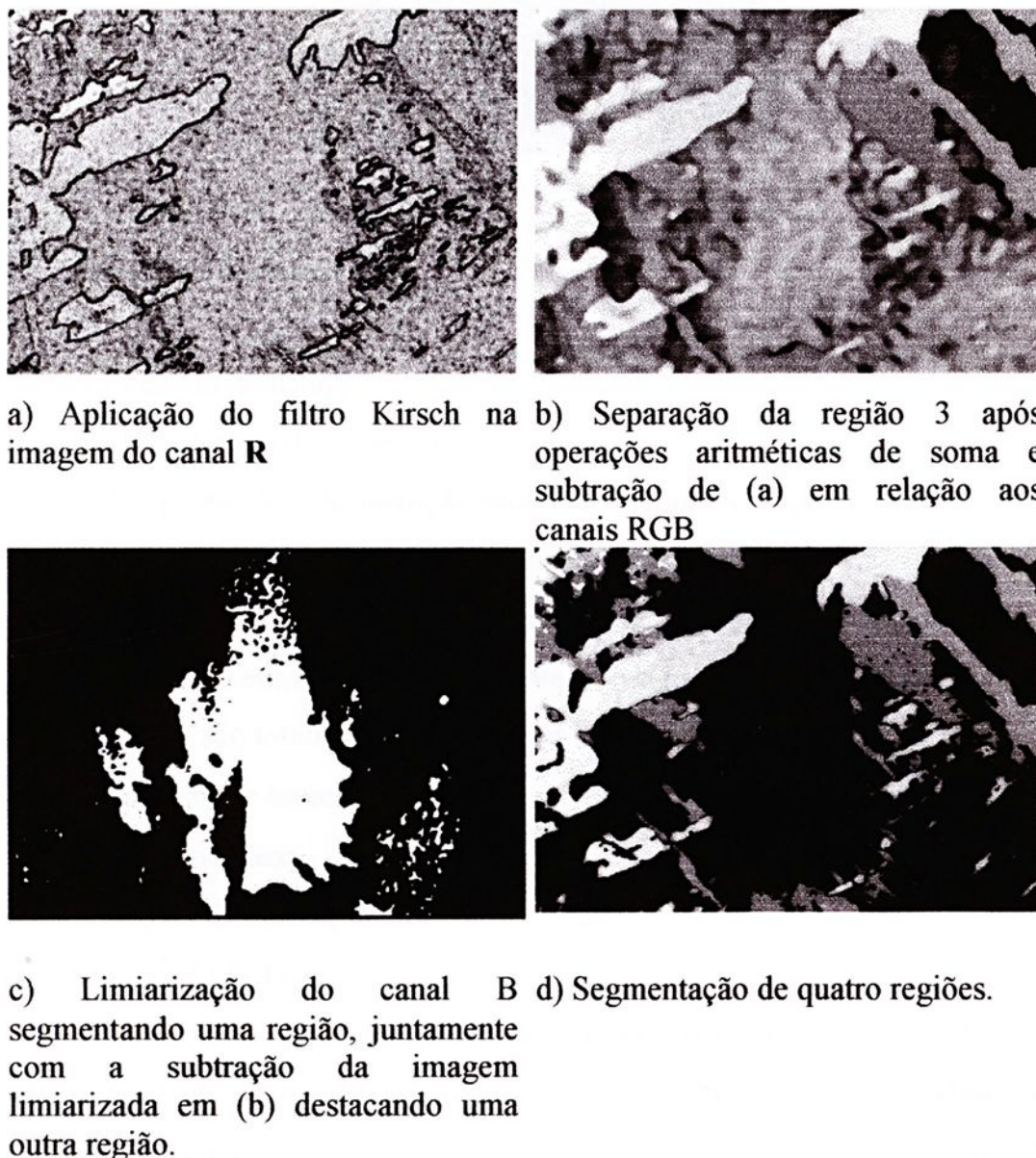


Figura 4.8- Etapas do processamento utilizado.

Desta forma, a segmentação baseou-se na diferença dos níveis de cinza entre as colônias. A Figura 4.9 mostra o processo de segmentação a partir da situação da Figura 4.8 (b).

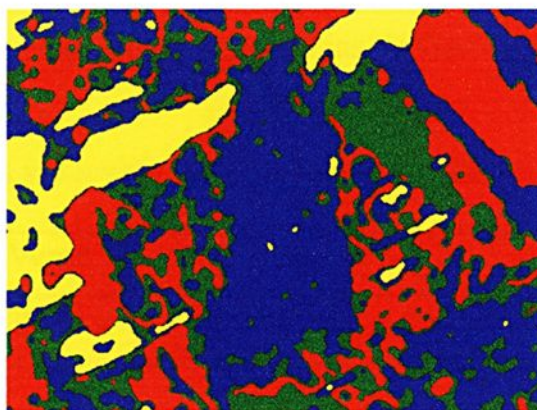


Figura 4.9- Segmentação das colônias de fase α , definidas por características de orientação e espaçamento.

4.2.2.4 Extração de dados

4.2.2.4.1 Parâmetros de medição

Os parâmetros de medição escolhidos, como a fração volumétrica das fases α e β , e o espaçamento agulhas no caso da martensita, foram baseados no contexto de que, segundo Lee e Nam (1999), a fração volumétrica destas fases e o espaçamento afetam diretamente as propriedades mecânicas das ligas de titânio, que são totalmente dependentes dos seguintes parâmetros :

- Temperatura de tratamento térmico,
- Tempo de patamar,
- Taxa de resfriamento,
- Composição da liga.

A fração volumétrica de uma determinada partícula pode ser calculada por técnicas de estereologia. Kurzydowski e Ralph (1995) demonstram em seus trabalhos que a fração volumétrica pode ser extraída através do cálculo da fração de área, como determina a equação (4.8).

$$V_V = A_A = \frac{A_i}{A_T} \quad (4.8)$$

Onde A_i é área da partícula selecionada e A_T é a área total dos campos.

As frações volumétricas das colônias da fase α estão apresentadas na Tabela 4.1.

Tabela 4.1- Frações volumétricas das colônias de fase α da estrutura bruta de fusão.

Vermelho	Verde	Azul	Amarelo
$26,42 \pm 3,6$	$39,98 \pm 11,2$	$21,82 \pm 6,8$	$11,78 \pm 4,2$

Já, o espaçamento de lamelas foi calculado através do espectro da magnitude da transformada de Fourier. A aplicação da transformada de Fourier em análise de imagens se baseia no contexto de que uma função do domínio espacial pode ser representada no domínio da frequência através de uma operação de transformação. Portanto, a transformada de Fourier de uma função $f(x,y)$, denominada $\mathfrak{F}[f(x,y)]$, é definida pela equação (4.9).

$$\mathfrak{F}[f(x,y)] = F(u,v) = \frac{1}{N} \sum_{x=0}^{N-1} \sum_{y=0}^{N-1} F(u,v) e^{j2\pi(ux+vy)/N} \quad (4.9)$$

Onde (x,y) são variáveis no espaço, (u,v) são variáveis de frequência e N é as dimensões da imagem.

A importância da utilização da transformada de Fourier em análise de imagem, de acordo com Jain e Parker (1989, 1997), está na preservação das características originais.

Como $F(u,v)$ é um número complexo, este possui uma parte real e uma parte imaginária, representada pela equação (4.10).

$$F(u,v) = R(u,v) + jI(u,v) = |F(u,v)| e^{j\phi(u,v)} \quad (4.10)$$

$$|F(u,v)| = \sqrt{R^2(u,v) + I^2(u,v)} \quad (4.11)$$

Onde $R(u,v)$ e $I(u,v)$ são as partes real e imaginária, respectivamente, de $F(u,v)$; Já, $|F(u,v)|$ é a magnitude deste número.

A partir da equação (4.10), a decomposição dos coeficientes complexos dentro de uma faixa finita de magnitudes, permite a obtenção das amplitudes da imagem de referência no espectro da magnitude da transformada de Fourier. Brigham (1988) afirma que variações repentinas de intensidade de luz na imagem estão relacionadas às altas frequências, ao contrário com variações suaves. Desta forma, variações de frequência em uma função $f(x,y)$ após a aplicação da transformada de Fourier, onde esta passa a ser representada por $F(u,v)$, estão relacionadas às distâncias espaciais.

Desta forma, a identificação dos picos mais brilhantes próximos a origem do espectro da magnitude está relacionada às variações bruscas de intensidade, o que significa as coordenadas dos picos correspondem aos espaçamentos das lamelas e agulhas aciculares. A Figura 4.10 mostra o melhoramento da imagem original, no sentido de evidenciar os detalhes relacionados às altas frequências, além do espectro obtido para uma condição de martensita.

Os valores dos espaçamentos para as condições bruta de fusão e de tratamentos térmicos cíclicos estão dispostos nos gráficos das Figuras 4.11 e 4.12. Os resultados obtidos foram extraídos de vintes campos de observação a 500x de ampliação com resolução de 800x600 pixels na condição bruta de fusão. Já no caso da martensita foram observados cinquenta campos a uma ampliação de 1000x com 800x600 pixels de resolução espacial.

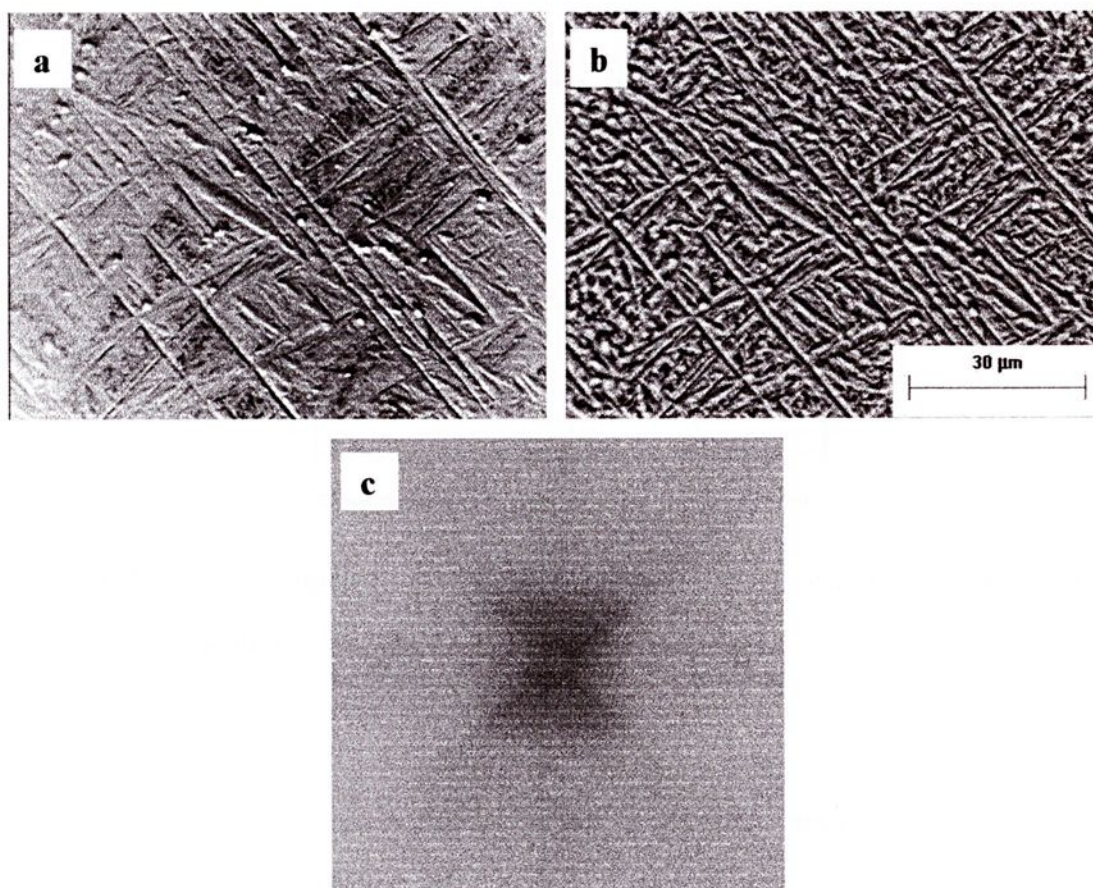


Figura 4.10- (a) Imagem original, (b) Equalização local da imagem em (a), e seu espectro da magnitude em (c).

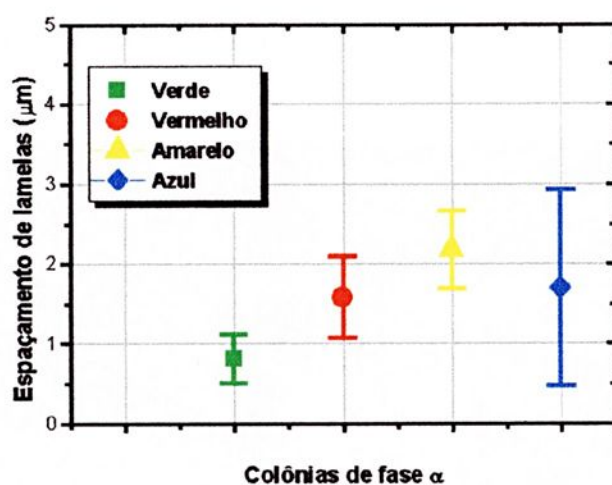


Figura 4.11- Espaçamento de lamelas das colônias da fase α para a Estrutura bruta de fusão.

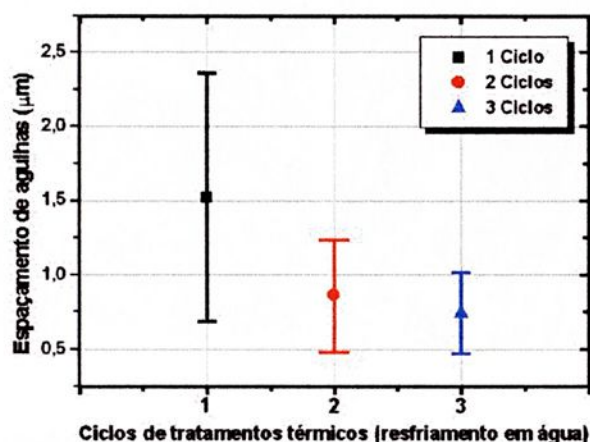
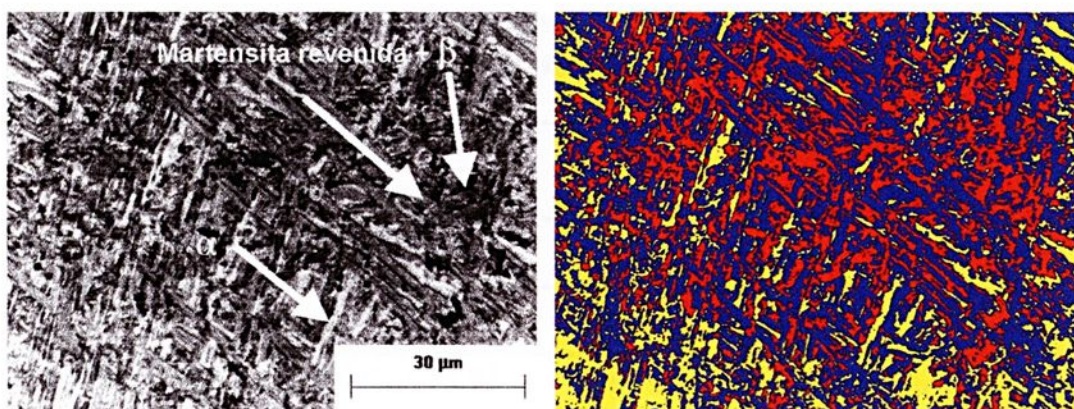


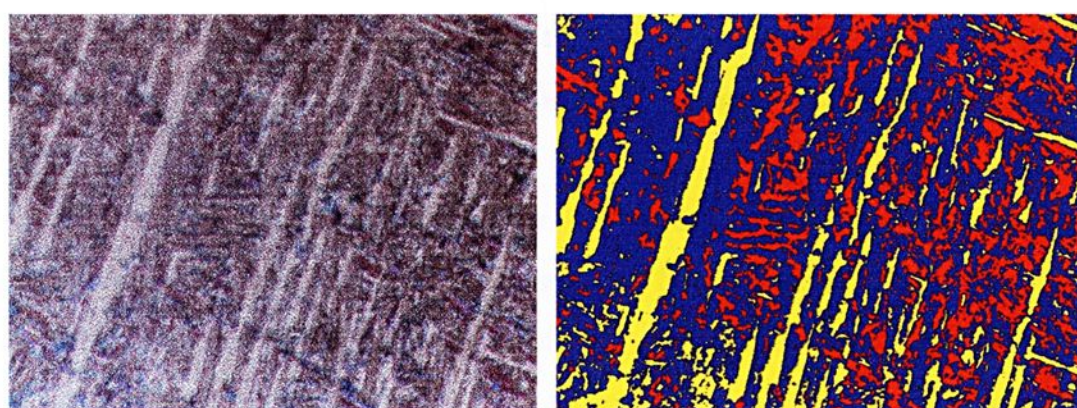
Figura 4.12- Espaçamento de agulhas da martensita para os três ciclos de tratamento térmico.

4.2.2.4.2 Obtenção das frações volumétricas das amostras recozidas a 800°C por 16 horas, seguido por resfriamento ao ar

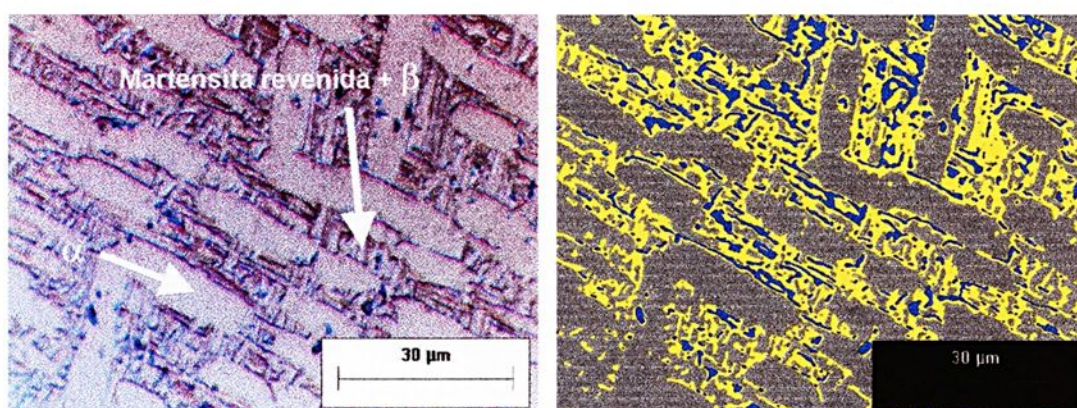
As frações volumétricas das fases das amostras recozidas a 800°C , durante 16 horas, resfriadas ao ar, foram obtidas pela separação dos níveis de cinza em 60 campos de amostragem a uma ampliação de 1000x para cada condição. A microestrutura resultante é composta de martensita revenida, fase α precipitada durante o recozimento e fase β presente nas interfaces, conforme a Figura 4.13.



a) 1 ciclo, seguido por recozimento. b) Segmentação da imagem (a)



c) 2 ciclos, seguido por recozimento. d) Segmentação da imagem (c)



e) 3 ciclos, seguido por recozimento. f) Segmentação da imagem (e)

Figura 4.13- Microestrutura de amostras recozidas a 800°C por 16 horas, após 1, 2 e 3 ciclos de transformação martensítica.

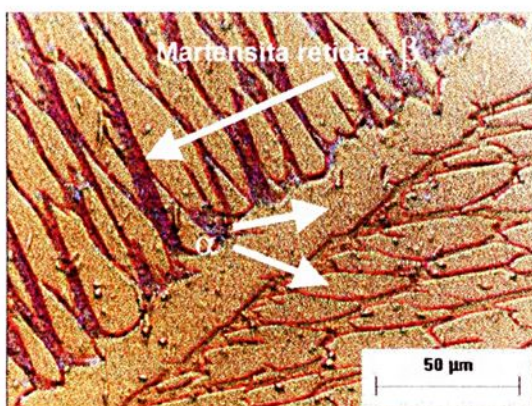
Os valores das frações volumétricas estão dispostos na Tabela 4.2.

Tabela 4.2- Fração volumétrica das amostras recozidas a 800°C por 16 horas, resfriadas ao ar, após terem sido submetidas aos tratamentos térmicos cíclicos.

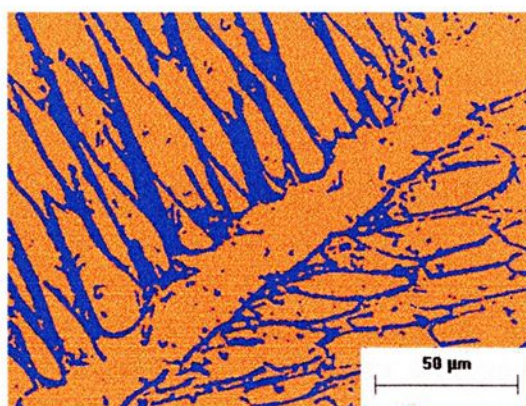
	Fase α (%)	Fase β (%)	Martensita revenida (%)
1 ciclo + rec.	$23,74 \pm 12,62$	$12,83 \pm 6,15$	$63,43 \pm 9,93$
2 ciclos + rec.	$27,05 \pm 4,88$	$4,34 \pm 1,75$	$68,62 \pm 4,16$
3 ciclos + rec.	$38,37 \pm 16,85$	$8,50 \pm 3,25$	$53,13 \pm 14,04$

4.2.2.4.3 Obtenção das frações volumétricas das amostras recozidas a partir do aquecimento no campo β , resfriamento a 950°C com permanência de 4 horas, seguido por resfriamento ao ar

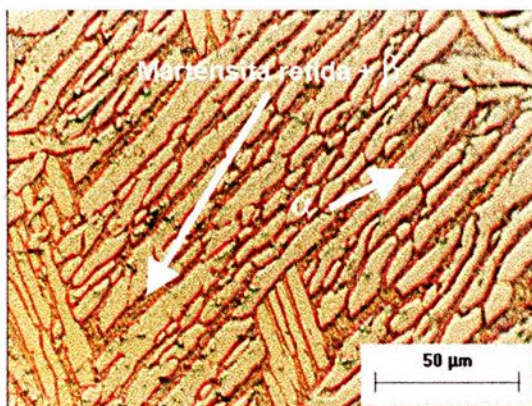
Assim como no item anterior, as amostras foram processadas pela separação dos níveis de cinza. A amostragem foi conduzida sob 30 campos a uma ampliação de $500\times$ para cada condição, conforme a Figura 4.14 (b), (d) e (f). A microestrutura investigada consiste da fase α primária, martensita retida juntamente com a fase β presente em suas interfaces, como mostra a Figura 4.14 (a), (c) e (e).



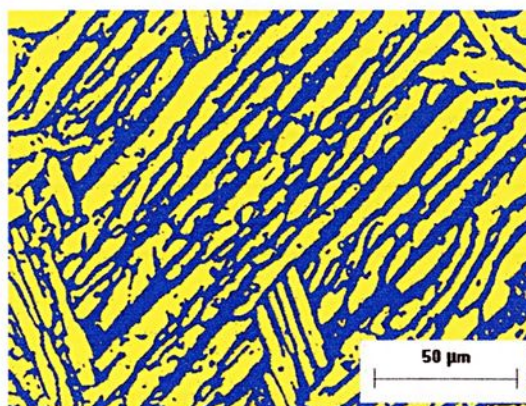
a) 1 ciclo, seguido por recozimento.



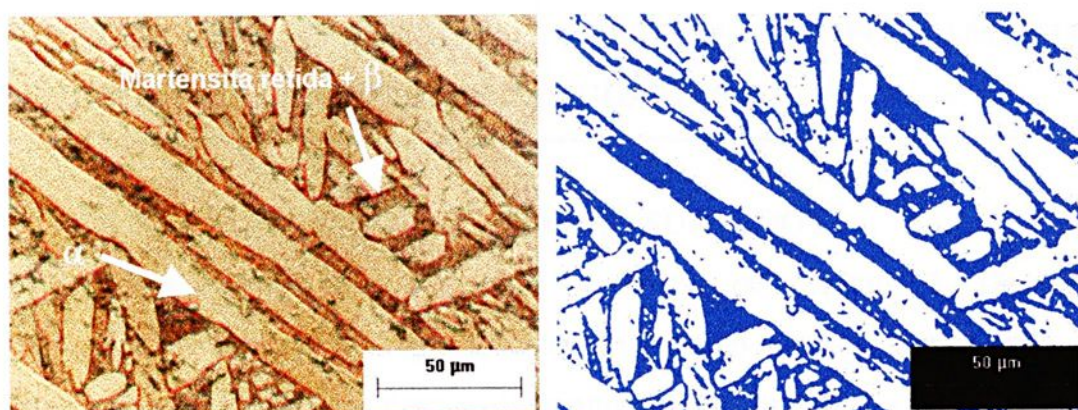
b) Segmentação da imagem (a)



c) 2 ciclos, seguido por recozimento.



d) Segmentação da imagem (c)



e) 3 ciclos, seguido por recozimento. f) Segmentação da imagem (e)

Figura 4.14- Microestrutura de amostras recozidas a partir de aquecimento no campo β , seguido por resfriamento a 950°C por 4 horas e posterior resfriamento ao ar.

Os valores das frações volumétricas estão dispostos na Tabela 4.3.

Tabela 4.3- Fração volumétrica das amostras recozidas a partir de aquecimento no campo β , seguido por resfriamento a 950°C por 4 horas e posterior resfriamento ao ar, após terem sido submetidas a tratamentos térmicos cíclicos.

	Fase α (%)	Martensita revenida + β (%)
1 ciclo + rec.	71,84 $\pm$ 3,03	28,16 $\pm$ 3,03
2 ciclos + rec.	61,38 $\pm$ 2,75	38,62 $\pm$ 2,75
3 ciclos + rec.	68,02 $\pm$ 3,68	30,98 $\pm$ 3,68

A influência da microestrutura sobre as propriedades mecânicas da liga, bem como sobre o aspecto fractográfico, sob o contexto de tipo, espaçamento e fração volumétrica, será apresentada e discutida no *Capítulo 5*.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO PARTE II: COMPORTAMENTO MECÂNICO E ASPECTOS FRACTOGRÁFICOS.

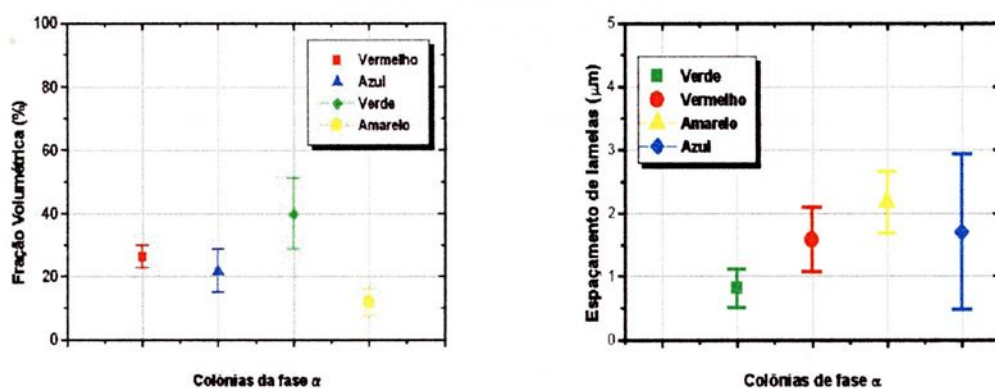
5.1 FORMA DE APRESENTAÇÃO DOS RESULTADOS

Este capítulo consiste numa sequência do capítulo 4. Dar-se-á continuidade aos resultados apresentados no capítulo anterior, comparando as características microestruturais e o comportamento mecânico das amostras bruta de fusão e tratadas termicamente.

Os quatro primeiros itens apresentam os efeitos da microestrutura no comportamento mecânico do material por condição e o item 5.5 apresenta os aspectos fractográficos observados em microscópio eletrônico de varredura e microscópio óptico.

5.2 AMOSTRAS NA CONDIÇÃO BRUTA DE FUSÃO E APÓS CICLOS DE TRANSFORMAÇÕES MARTENSÍTICAS

Os resultados das frações volumétricas das colônias da fase α (Figura 5.1a) juntamente com os valores dos espaçamentos das lamelas (Figura 5.1b), presentes no interior de cada colônia, podem ser associados ao comportamento mecânico sob carregamento de tração monotônica e impacto Charpy.



a) fração volumétrica das colônias

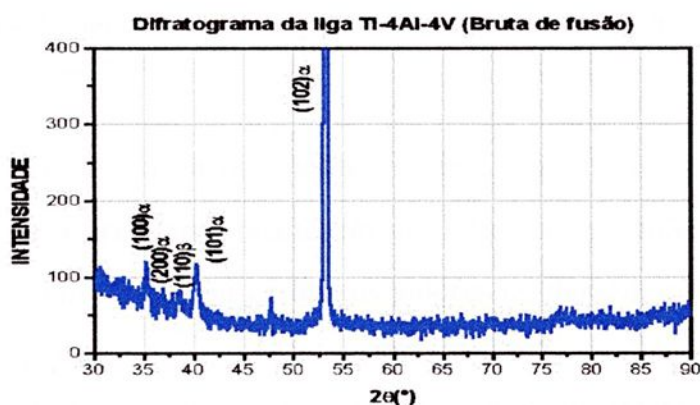
b) espaçamento interlamelar

Figura 5.1- Gráficos da fração volumétrica das colônias (a), espaçamento de lamelas (b).

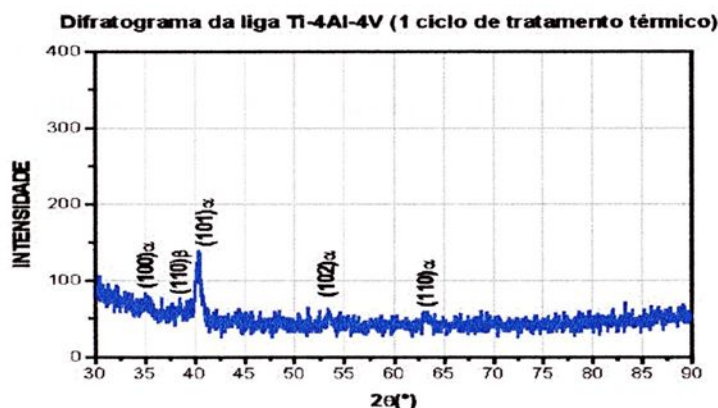
É importante destacar que o menor valor de espaçamento de lamelas de uma dada colônia (Figura 5.1b) coincide com a maior fração volumétrica encontrada (Figura 5.1a). Isso comprova que o crescimento das lamelas se dá, primeiramente, no sentido longitudinal das mesmas, como acrescentam Haasen e Jiancheng (1996, 2001).

A análise do difratograma de raios-X (Figura 5.2) fornece as orientações das fases α e β , correspondentes a cada pico, de acordo com os dados da literatura.

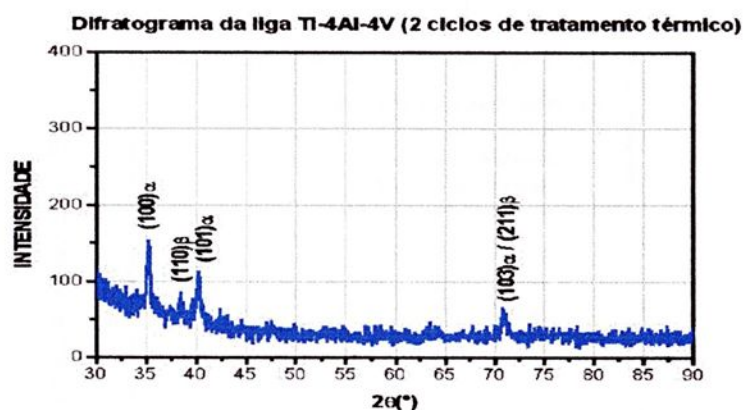
Nota-se a presença de quatro orientações preferenciais α , o que comprova a formação de quatro tipos de colônias, destacadas no capítulo anterior através do processamento de imagens. As lamelas presentes no interior de cada colônia precipitam com a mesma orientação cristalográfica como afirmam Lin et al. (1984) em seus trabalhos.



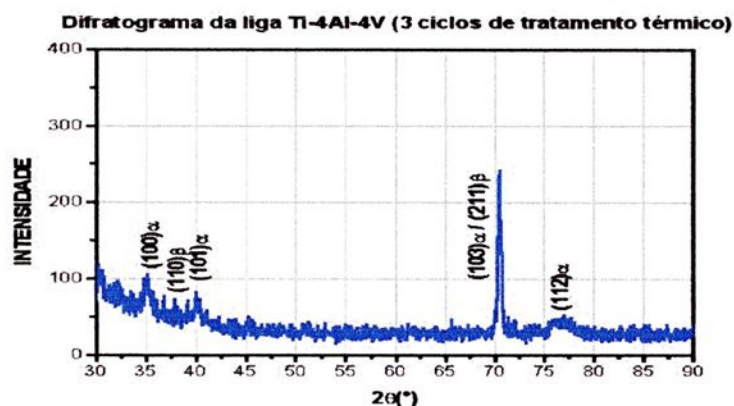
(a)



(b)



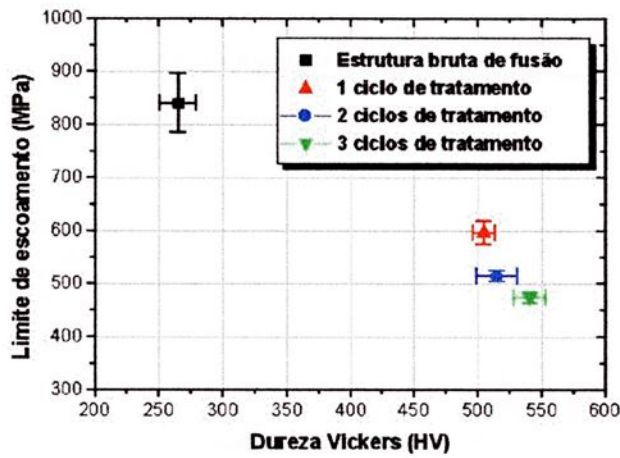
(c)



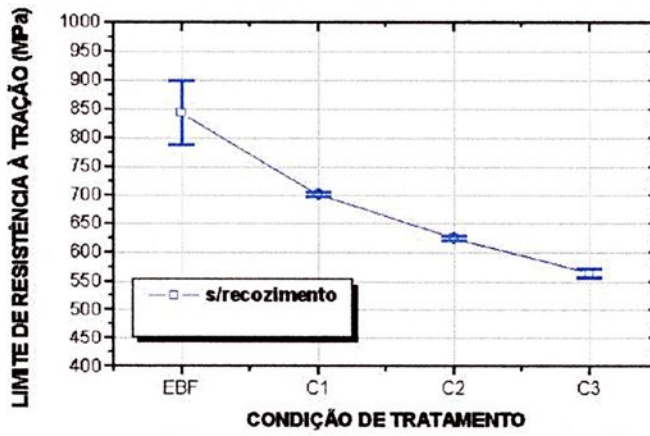
(d)

Figura 5.2- Espectros de difração de raios-X das amostras bruta de fusão e tratadas ciclicamente.

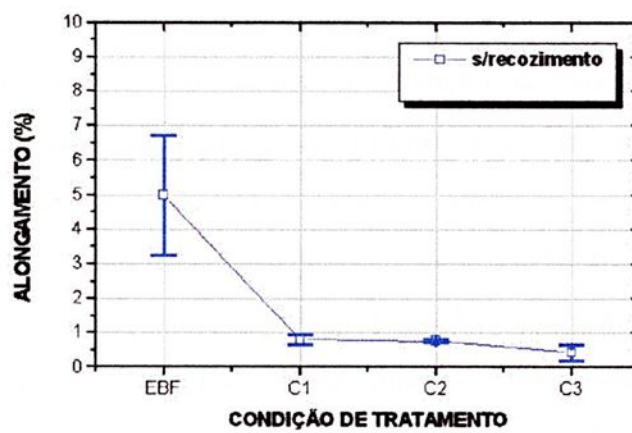
Assim, devido à disposição paralela das lamelas da fase α , tendo a fase β como o principal constituinte na interface, o ganho em ductilidade é favorecido, como mostram os baixos valores de dureza, e o sítio principal de resistência passa a ser o contorno das colônias em função da variação de orientação destas. A figura 5.3 ilustra esquematicamente a correlação do comportamento da estrutura bruta de fusão sob tração, dureza e impacto Charpy, em relação às amostras tratadas ciclicamente.



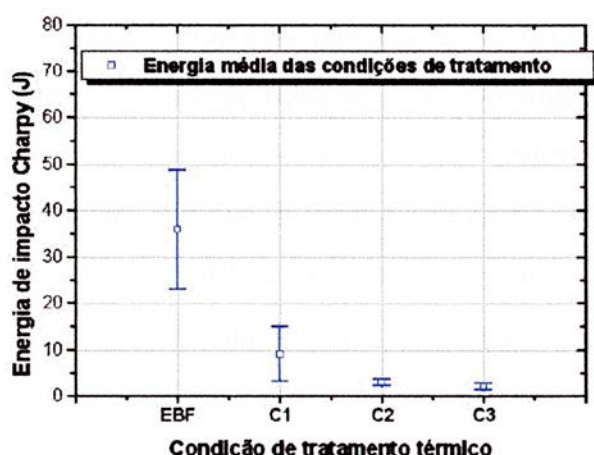
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 5.3- Ilustração dos dados obtidos para as amostras bruta de fusão e tratadas termicamente (tratamentos cíclicos), em relação ao comportamento de dureza, tração e impacto Charpy.

Já para as amostras tratadas com transformações martensíticas, verifica-se que o menor espaçamento das agulhas (Figura 4.12) favorece o ganho de dureza em detrimento da resistência mecânica e tenacidade. A transformação martensítica causa, além de um refinamento, uma reorientação da microestrutura, como é notado pelo aparecimento e intensificação das reflexões $\alpha(103)$ e $\beta(211)$ após o segundo e terceiro ciclos de tratamento (Figura 5.2).

Essa reorientação sugere a ativação de sistemas alternativos de deslizamento, uma vez que as distorções causadas na rede cristalina da martensita atuam na geração de tensões internas devido à maclação e à movimentação de discordâncias. Dessa forma, a transferência de energia para a superfície provoca a nucleação e propagação de defeitos, como microtrincas para o relaxamento das tensões acumuladas. Assim, é notado nos gráficos da Figura 5.3 um decréscimo no limite de escoamento, bem como no limite de resistência a tração e no alongamento, onde Collings (1984) atribui este comportamento ao baixo índice de deformação plástica encontrado em microestruturas martensíticas.

Os resultados de nanodureza, conforme a Figura 5.4, demonstram que numa escala local que o material não apresenta diferenças significativas de nanodureza entre as amostras tratadas. Estes resultados confirmam que os tratamentos térmicos impostos causaram um endurecimento em relação à estrutura bruta de fusão. Göken; Kempf e Nix (2001) afirmam que a diferença de dureza observada entre diferentes lamelas ou agulhas com uma espessura relativamente grande, é devida a uma anisotropia causada pelo material, ou seja, a uma variação de fases na interface ou mesmo uma variação no tipo de interfaces.

Ao contrário, se a microestrutura apresentar lamelas ou agulhas extremamente finas, onde a variação de dureza se mostra pequena e constante, o problema se deve à influência de tensões residuais na superfície. Desta forma, segundo Rodhes e Williams (1975), o endurecimento de interfaces pode levar à nucleação e propagação de trincas, ou até mesmo à fragilização do material

No entanto, estes tratamentos térmicos foram propositais para se obter a quebra da estrutura bruta de fusão e o aumento de resistência após o tratamentos térmicos posteriores.

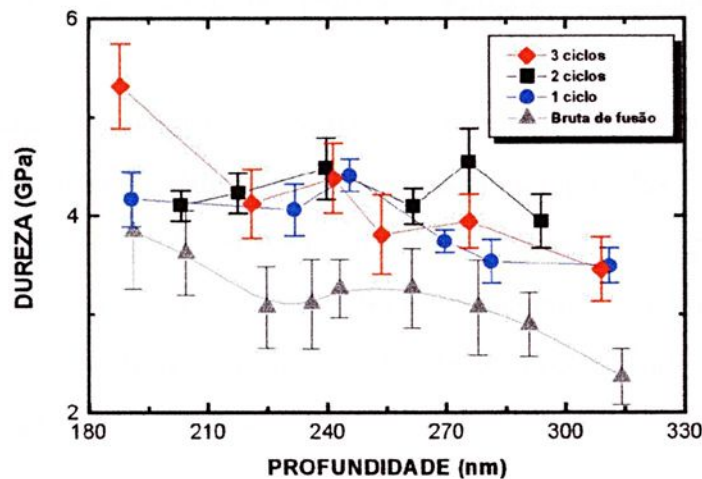


Figura 5.4- Resultado de nanodureza .

5.3. AMOSTRAS RECOZIDAS A 800°C POR 16 HORAS E RESFRIADAS AO AR

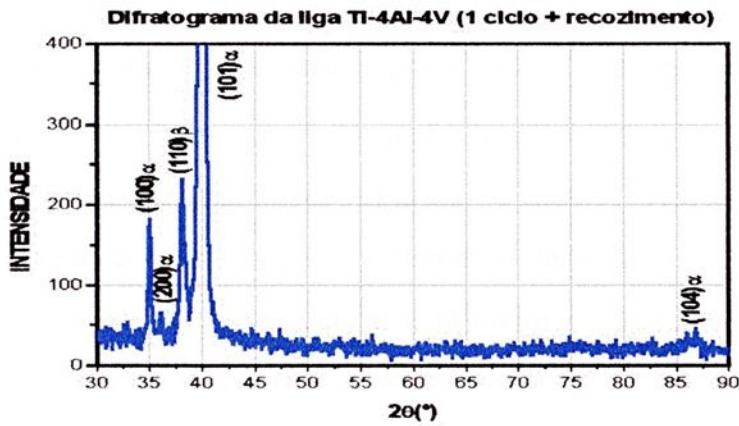
O objetivo deste tratamento térmico é o de verificar a influência dos tratamentos cíclicos no comportamento mecânico em função das modificações microestruturais.

A visualização das amostras em microscópio óptico através do auxílio de luz polarizada e filtro de cor, facilitou a identificação da microestrutura presente. O ataque químico revelou uma microestrutura contendo martensita revenida e fase α precipitada, além da fase β retida na interfaces (Figura 4.14). O que coincide com o obtido por Lee et al. (2001), onde os autores atribuem o nome de microestrutura *bimodal* a este tipo de formação.

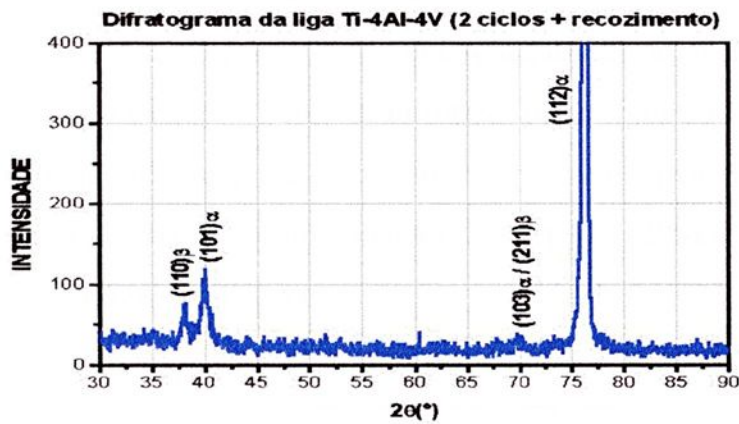
A análise dos difratogramas da Figura 5.5 confirma a presença das fases citadas acima. Nota-se no espectro de difração da condição recozida após 1 ciclo de transformação martensítica, principalmente, a intensificação dos picos relacionados às reflexões $\alpha(101)$, $\alpha(100)$ e $\beta(110)$. A intensificação dos picos para estas reflexões da fase α -recozida no difratograma da Figura 5.5 (a) sugerem que a nucleação desta fase se dá a partir de contornos de martensita revenida. O que concorda com o proposto por Gil Mur; Rodriguez e Planell (1996), onde os autores principalmente atribuem a precipitação de núcleos de α -recozida à decomposição da martensita revenida após recozimento em altas temperaturas.

A figura 5.6 apresenta as variações do comportamento mecânico em tração, impacto Charpy e dureza para as condições recozidas a 800°C. Como se pode observar nos gráficos desta Figura, o recozimento após 1 ciclo de tratamento promove uma elevação de limite de escoamento e uma redução em ductilidade (pequena diferença entre os limite de escoamento e resistência à tração) em relação a 2 e 3 ciclos.

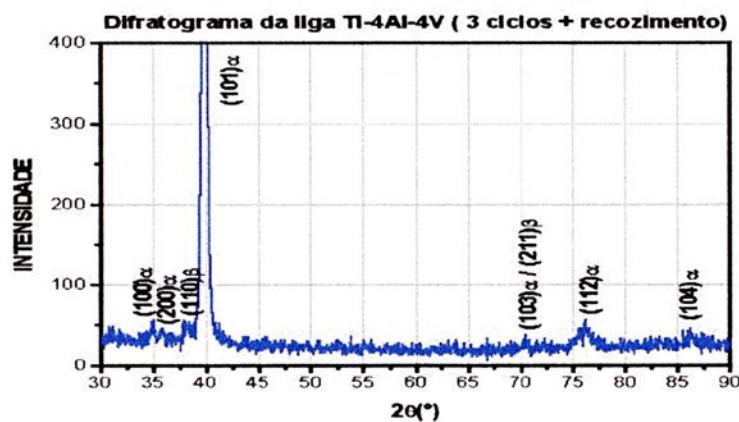
No entanto, a absorção de energia sob carregamento de impacto Charpy se torna mais significativa no primeiro caso, devido à intensificação do pico $\beta(110)$ referente ao plano preferencial de deslizamento dos arranjos ccc.



(a)



(b)



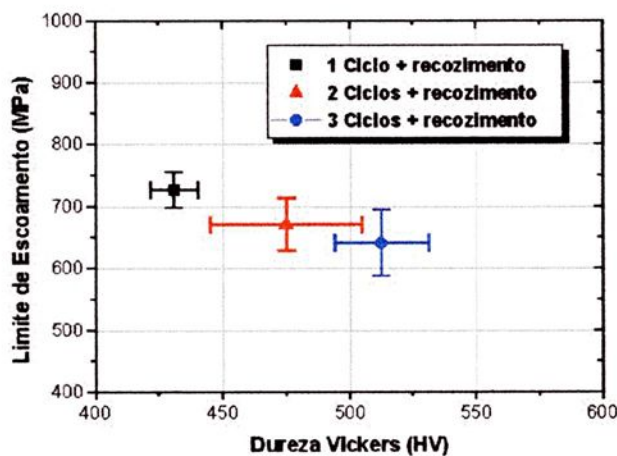
(c)

Figura 5.5- Espectros de difração de raios-X das amostras recozidas a 800°C por 16 horas e resfriadas ao ar.

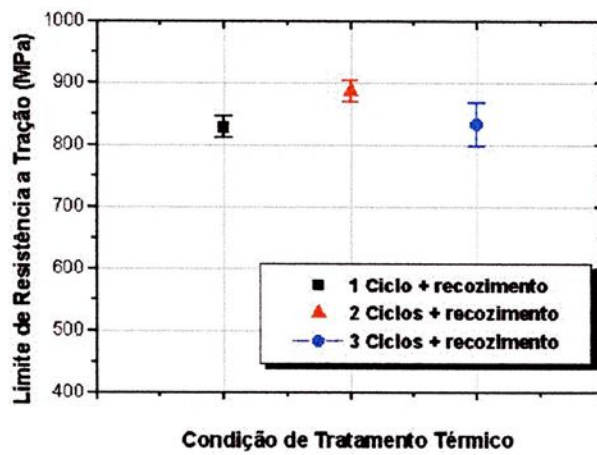
Verifica-se, porém, que o recozimento das amostras submetidas ao segundo e terceiro ciclos causou uma reorientação da microestrutura.

A formação do pico referente à reflexão $\alpha(112)$ a $73,5^\circ$ em 2θ no difratograma da figura 5.5 (b) demonstra que a precipitação de α neste tratamento também está relacionada à decomposição da martensita revenida, adicionada de núcleos formados a partir da fase β preferencialmente. Isso pode ser verificado na Figura 5.7b, na qual a fração volumétrica de α aumenta com a diminuição de β e martensita revenida.

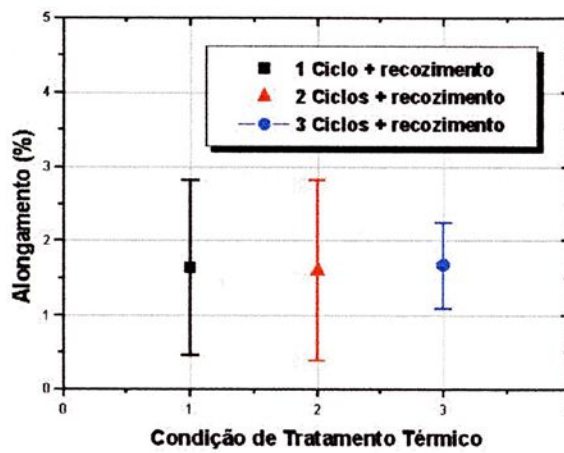
Nesta condição, após 2 ciclos de tratamento, nota-se uma redução no limite de escoamento em relação à primeira. Isso se deve provavelmente à intensificação do pico $\alpha(112)$ a 76° , e a redução de $\alpha(101)$, além do surgimento de $\alpha(103)$ e $\beta(211)$. Neste caso, acontece um acréscimo de 3% na fração volumétrica da fase α com uma redução de aproximadamente 9% de β , como mostra a Figura 5.7 (b), desta forma, o aumento no limite de resistência a tração e ductilidade, não é favorecido somente pelo aumento da fração volumétrica da fase α como denota Lee et al. (2001), mas também pela orientação preferencial desta.



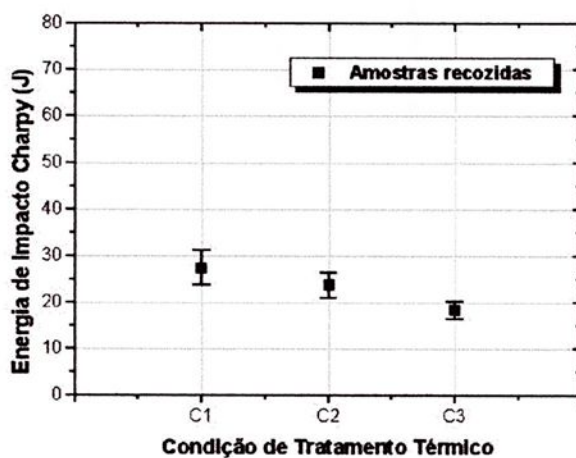
(a)



(b)



(c)

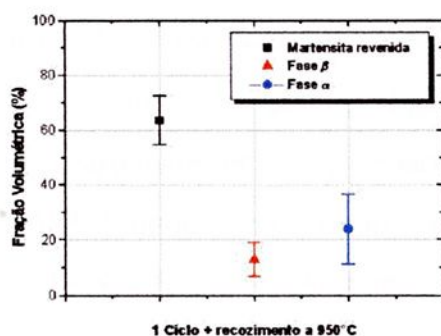


(d)

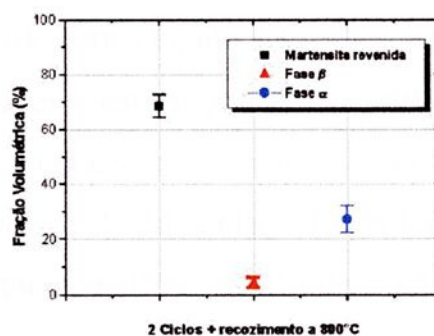
Figura 5.6- Ilustração dos dados obtidos para as amostras tratadas termicamente (tratamentos cíclicos + recozimento a 800°C), em relação ao comportamento de dureza, tração e impacto Charpy.

Nota-se, portanto, que os ciclos de transformações martensíticas afetam substancialmente a presença das fases. Na Figura 5.5 (c) verifica-se a intensificação do pico α (101) em $40,3^\circ$ e a redução dos picos α (103) e β (211) em $71,4^\circ$, além do aparecimento de α (104) em 86° . Há, neste caso, uma dispersão da fase α e suas variantes, o que sugere que uma maior diversificação de defeitos, como sistemas alternativos de deformação (transformação martensítica), que favorecem a atuação de mecanismos controlados por difusão na composição da microestrutura.

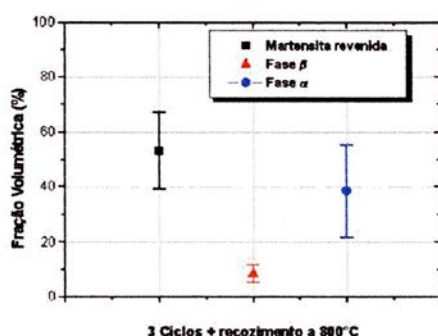
Nesta condição, recozimento após 3 ciclos, há uma semelhança no comportamento mecânico com a anterior (2 ciclos). Mas se pode verificar, de acordo com o difratograma (c) da Figura 5.5, que o maior espalhamento dos picos da fase α prejudica a absorção de energia em ensaio de impacto Charpy. Isso também pode ser explicado pelo aumento excessivo no nível de dureza do material.



a)



b)



c)

Figura 5.7- Gráficos de fração volumétrica das amostras recozidas a 800°C.

5.4. AMOSTRAS RECOZIDAS COM AQUECIMENTO NO CAMPO β POR 30 MINUTOS, RESFRIAMENTO A 950°C POR 4 HORAS E RESFRIAMENTO AO AR

O objetivo deste tratamento é elevar a resistência mecânica da liga através da precipitação da fase α primária a partir de β retida. Partindo das três condições de transformações martensíticas, verificou-se, após este tratamento de recozimento, a formação de uma microestrutura contendo a fase α primária, martensita retida em meio a fase β , de acordo com a Figura 4.14.

Pelo processamento digital de imagens não foi possível quantificar as fases martensita retida e β separadamente, o que vem ao encontro com Lin et al. (1984), onde os autores mencionam este tipo de dificuldade. Desta forma, o cálculo das frações volumétricas restringiu-se à determinação de frações da fase α e do conjunto $\alpha_m + \beta$, como mostra a Figura 5.8.

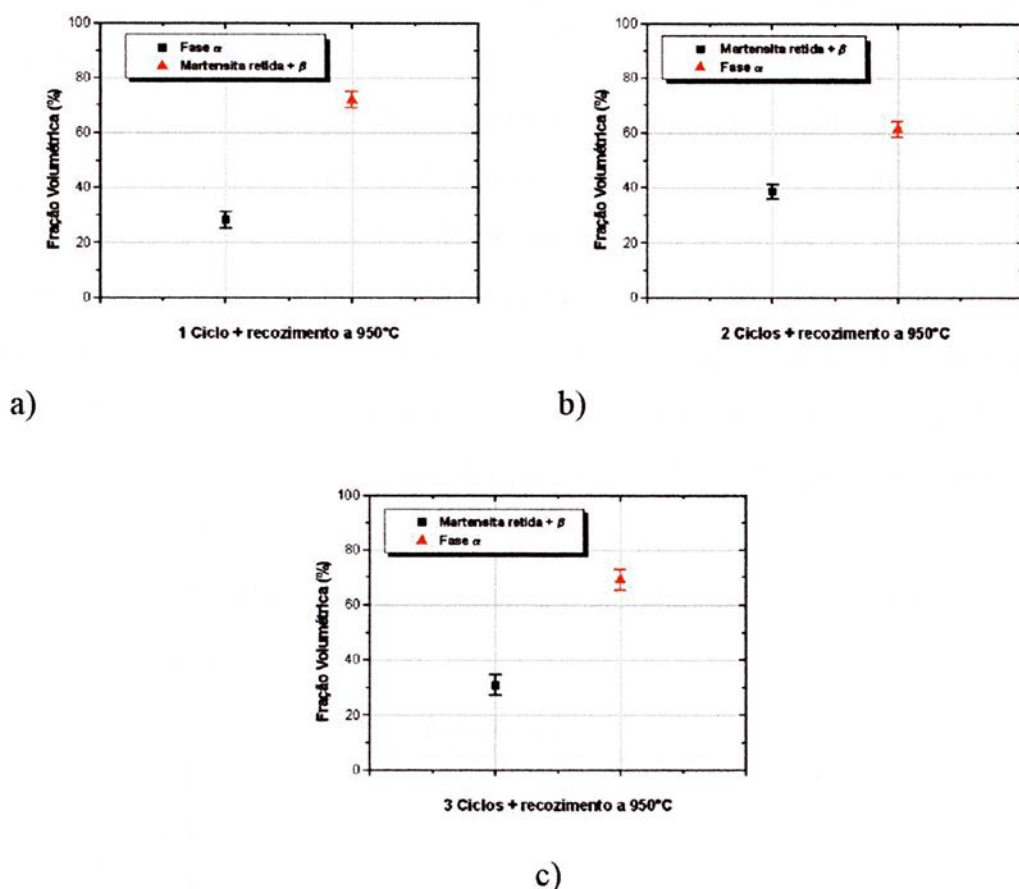


Figura 5.8- Gráficos de fração volumétrica das amostras recozidas a 950°C.

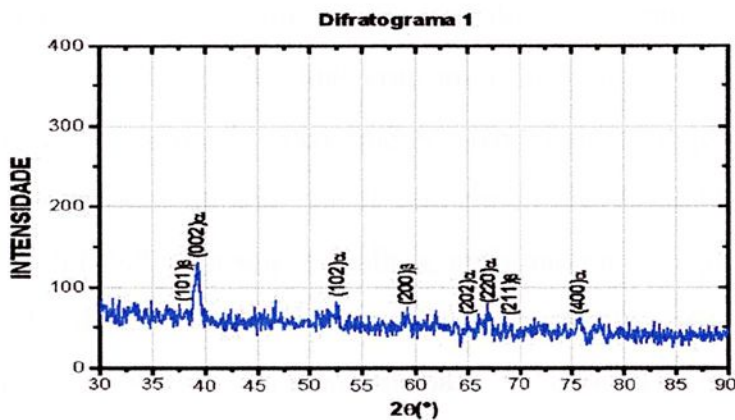
A Figura 5.9(a) apresenta o espectro de difração de raios-X para a condição após 1 ciclo de transformação martensítica. Nos picos da fase α verifica-se um espalhamento nas orientações e, principalmente o surgimento de β em três orientações. Isso pode favorecer a formação de α -primária como se destaca na Figura 5.8 (a) pelo aumento da sua fração volumétrica. Nota-se também que a variação nas orientações de β favorece a absorção de energia sob carregamento de impacto Charpy (Figura 5.10).

No entanto, para os outros dois tratamentos não se verifica este tipo de comportamento, pois a fração volumétrica de β e martensita retida se mantém praticamente a mesma, como mostram os gráficos (b) e (c) da Figura 5.8. Desta forma, sugere-se que o comportamento em ensaio Charpy para este tipo

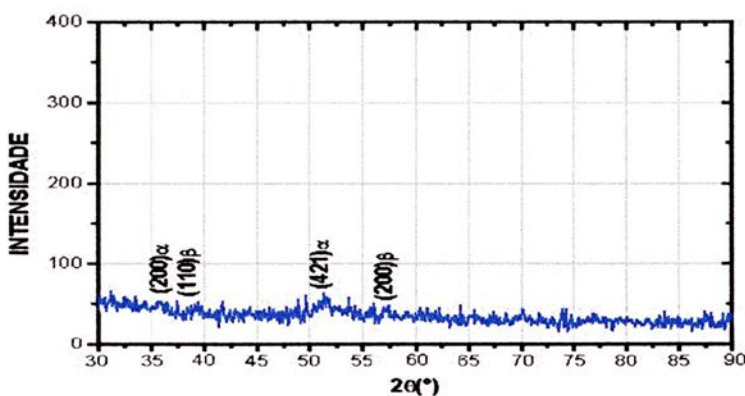
de tratamento esteja relacionado preferencialmente ao sistema de orientação da fase β .

Para a condição de recozimento após o 2º ciclo, foi determinado apenas um ponto nos valores das propriedades mecânicas sob tração. Isto está relacionado à perda de corpos de prova devido a presença de trincas internas. A presença destes defeitos está relacionada à perda de resistência mecânica do material. A existência deste tipo de defeito foi constatada a partir da estrutura bruta de fusão. Isso demonstra que o processo de lingotamento em forno de feixe de elétrons propicia a incidência deste defeito devido a interrupções no processo de solidificação da poça.

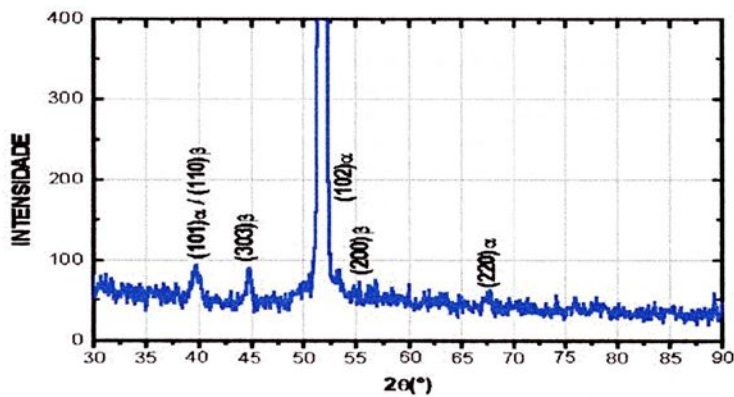
A magnitude destas trincas, pode também ter sido agravada pelos tratamentos cíclicos.



(a)



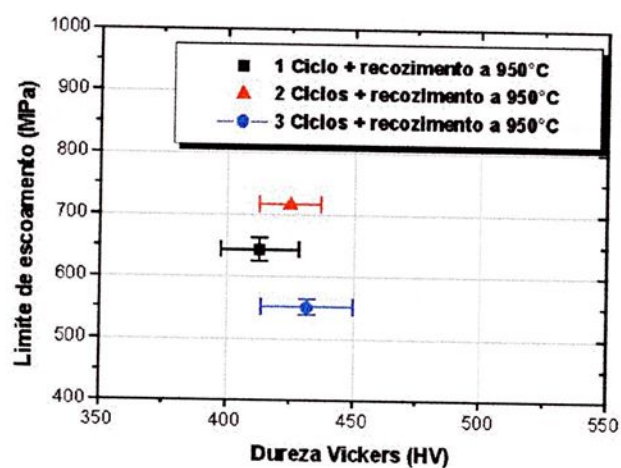
(b)



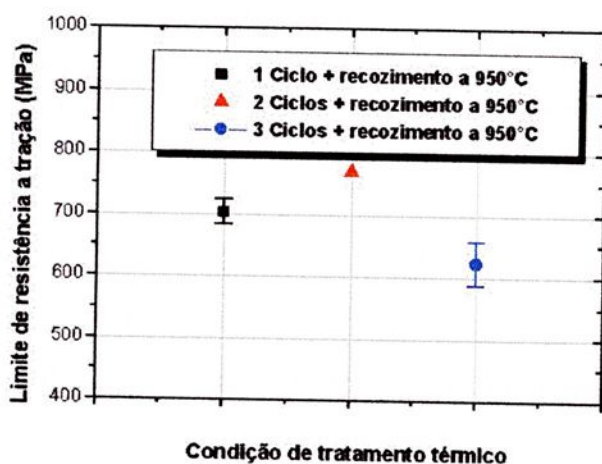
(c)

Figura 5.9- Espectro de difração de raios-X das amostras recozidas com aquecimento no campo β por 30 minutos, resfriamento a 950°C por 4 horas e resfriamento ao ar.

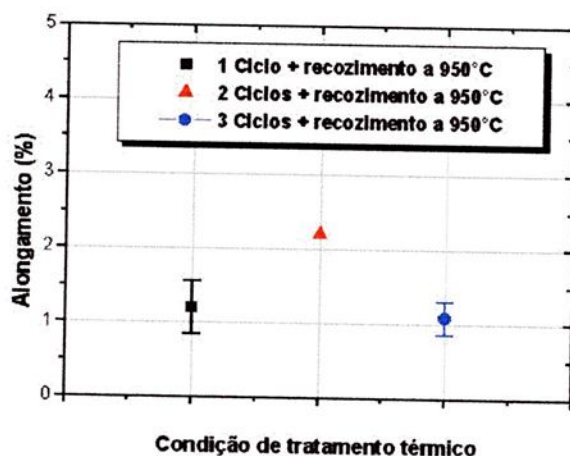
Com o aumento dos ciclos de transformação martensítica verificou-se um refinamento da estrutura no interior dos grãos, através dos espaçamentos das agulhas de martensita, mas com uma diminuição de resistência mecânica após os tratamentos de recozimento. No entanto, a precipitação de α foi favorecida após os tratamentos de recozimento assim como descreve Ivasishin e Teliovich (1999) em seus trabalhos, atribuindo a esta questão, a idéia de que a geração de defeitos favorece o surgimento de novos núcleos que irão precipitar fases que contribuirão para o melhoramento das propriedades mecânicas. Entretanto, também se deve levar em conta que 3 ciclos de tratamento térmico, com aquecimento no campo β aumenta o tamanho de grão e, de acordo com Wood e Russo (1997), é prejudicial ao aumento de resistência mecânica.



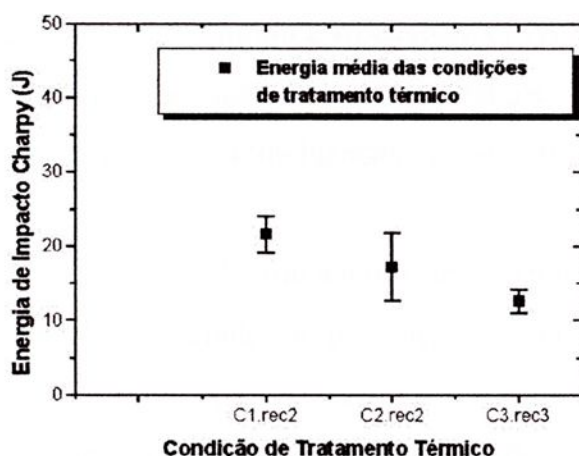
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 5.10- Resultados do comportamento mecânico obtidos para as amostras tratadas termicamente (com aquecimento no campo β por 30 minutos, resfriamento a 950°C por 4 horas e resfriamento ao ar).

5.5 ANÁLISE DOS ASPECTOS DE FRATURA E A RELAÇÃO COM A DIMENSÃO FRACTAL

As análises dos aspectos de fratura foram realizadas principalmente em corpos de prova Charpy. Além do interesse em identificar os mecanismos de fratura presentes nos diversos tipos de tratamentos térmicos aqui discutidos, tem-se o interesse de associar a presença destes mecanismos, além do processo de fratura, aos valores de dimensão fractal obtidos dos perfis de fratura.

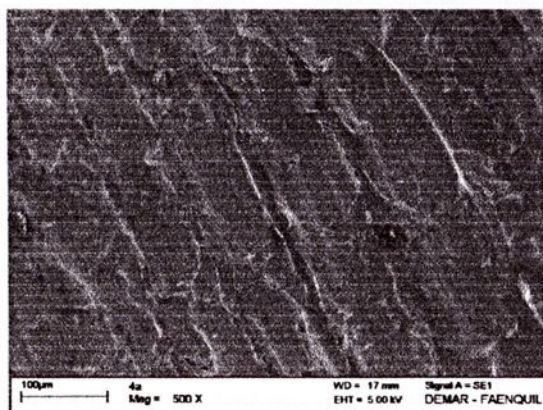
5.5.1 Amostras submetidas somente aos tratamentos cíclicos e estrutura bruta de fusão.

Ao observar as superfícies de fratura das condições relacionadas neste item, verifica-se uma variação de formas no processo de fratura. Para a estrutura bruta de fusão (Figura 5.11 (a) e (b)), tem-se um aspecto de fratura predominantemente interlamelar com coalescência de microcavidades, o que coincide com a discussão do item 5.2. Desta forma, pode-se afirmar que os principais sítios de propagação de trincas, e que influenciam na resistência do

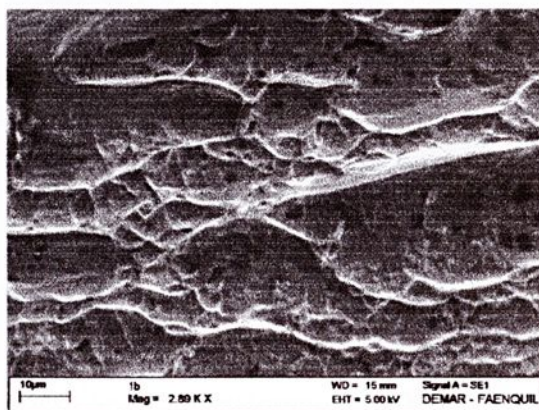
material, são os contornos das lamelas e os contornos das colônias, como também têm demonstrado Niinomi e Kobayashi (1996) em seus trabalhos.

Ao observar as superfícies de fratura das amostras tratadas ciclicamente, percebem-se semelhanças e algumas alterações em seus aspectos.

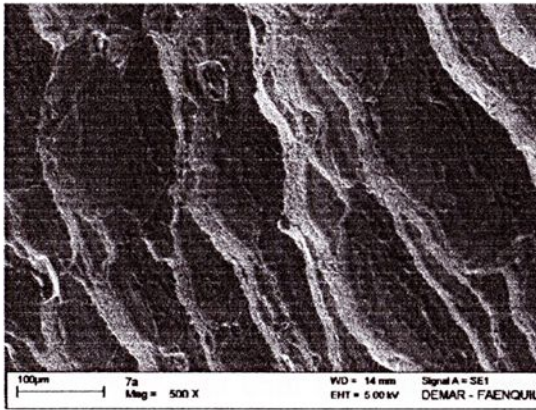
Para 1 e 3 ciclos de tratamento se observam muitas facetas, que provavelmente estão associadas à presença de trincas nas interfaces. Isso demonstra, principalmente, que com o endurecimento das interfaces a energia necessária para a fratura é reduzida, o que concorda com gráfico de energia de Charpy destas condições. O que também favorece este processo é o valor dos espaçamentos das agulhas (disposto no Capítulo 4). Desta forma, a redução no espaçamento das agulhas proporciona um aumento de área de interface, o que favorece este tipo de propagação. No entanto, pode ser notado que o micromecanismo de ruptura presente é a coalescência de microcavidades, como mostra a Figura 5.11 (e) e (f), neste caso com a formação de microcavidades rasas. Desta forma, a energia de impacto é restrita.



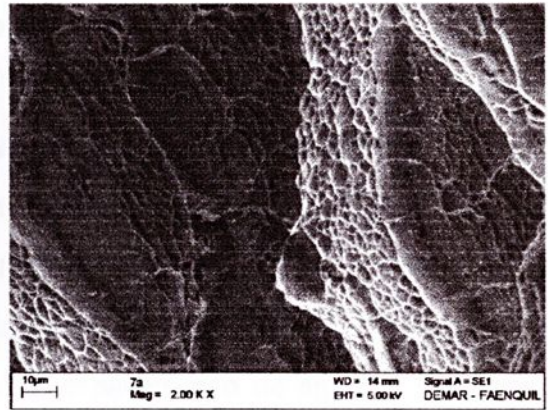
a) Estrutura bruta de fusão (500x)



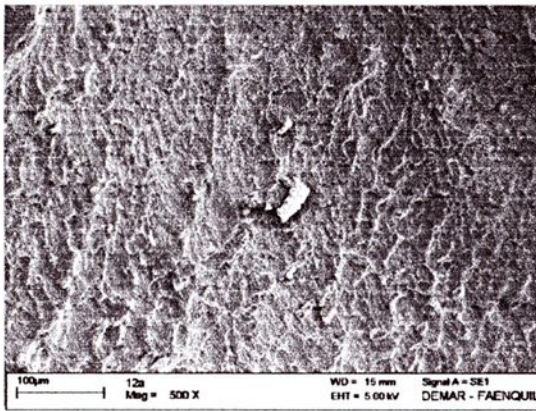
b) Estrutura bruta de fusão (2000x)



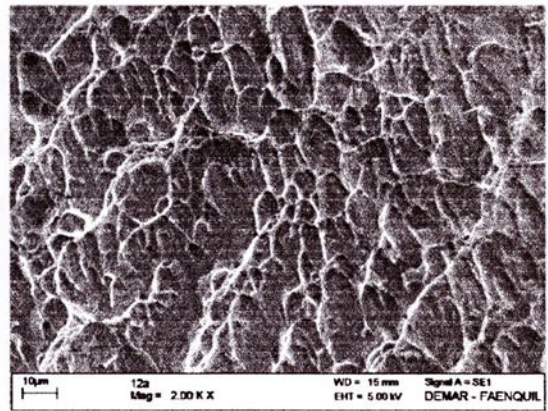
c) 1 Ciclo de tratamento (500x)



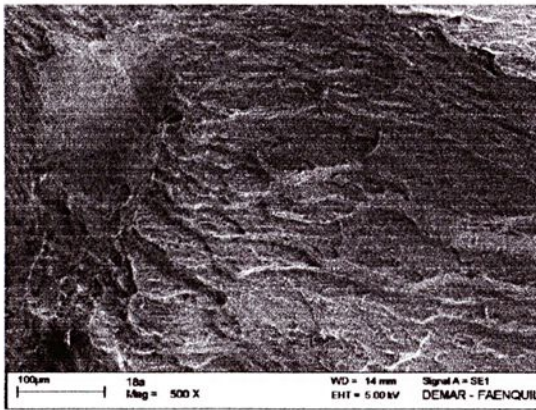
d) Ciclo de tratamento (2000x)



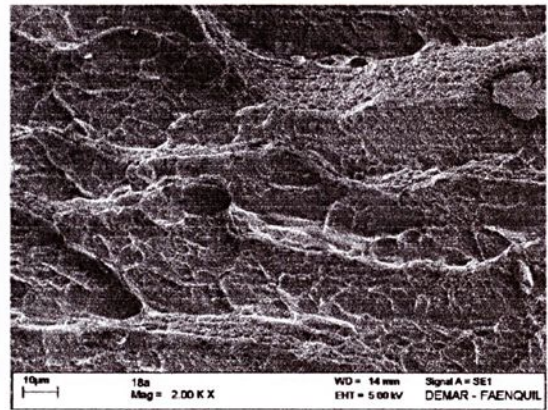
e) 2 Ciclos de tratamento (500x)



f) 2 Ciclos de tratamento (2000x)



g) 3 Ciclos de tratamento (500x)



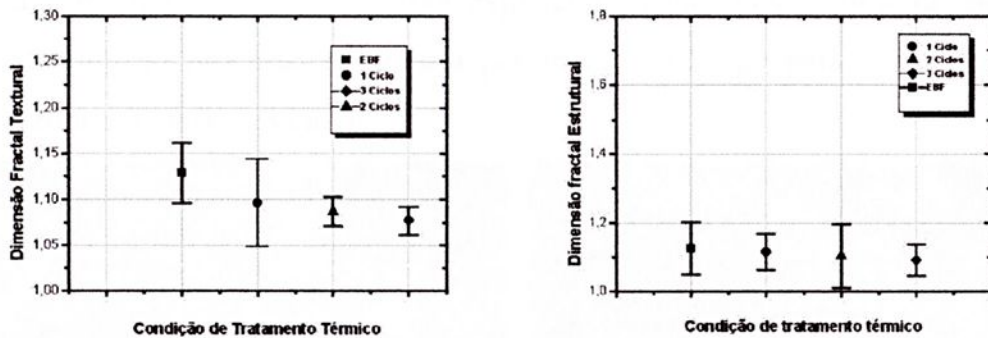
h) 3 Ciclos de tratamento (2000x)

Figura 5.11- Superfícies de fratura dos corpos de prova ensaiados por impacto Charpy.

Verifica-se na Figura 5.12 a) e b) um caráter auto-afim, ou seja, a obtenção de dois valores distintos de dimensão fractal (relacionados à microestrutura e ao processo físico). Uma superfície auto-afim será aquela que

é descrita por dois ou mais parâmetros, que variam conforme a direção de amostragem e/ou a faixa de escala de resolução, ao contrário de uma superfície fractal ideal, auto-similar, que apresenta o mesmo valor fractal em qualquer direção, para qualquer faixa de escala (RUSS, 1994).

Os valores da dimensão fractal textural (que está relacionada à influência da microestrutura, ou à faixa de escala mais fina), principalmente, estão de acordo com os dados obtidos de espaçamento de agulhas e energia Charpy, enquanto que os valores referentes à macroescala, ou relacionados ao campo de tensões desenvolvido, não se modificam sensivelmente. Nota-se uma diminuição nos valores. Isto indica que as características topográficas sofreram um *alisamento*, portanto um decréscimo nos níveis de energia Charpy. Este fato contradiz os estudos de De Arcangelis et al. (1989), onde os autores afirmam que a dimensão fractal é independente da microestrutura.



a) Dimensão fractal textural

b) Dimensão fractal estrutural

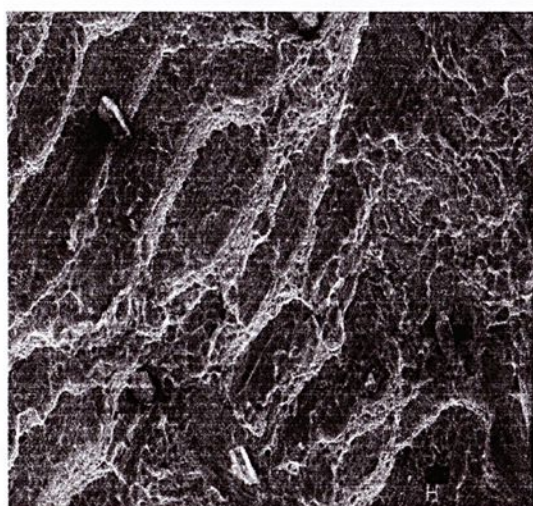
Figura 5.12- Gráficos da dimensão fractal textural e estrutural dos perfis da estrutura bruta de fusão e tratadas ciclicamente.

5.5.2 Amostras submetidas aos tratamentos cíclicos e recozimento a 800°C.

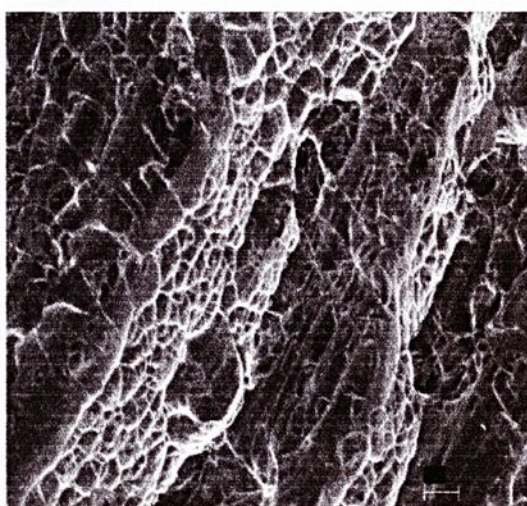
As superfícies de fratura das amostras submetidas ao tratamento de recozimento a 800°C (Figura 5.13) apresentaram semelhanças com as anteriores. Também se verifica a formação de facetas. Nota-se, porém, que as

microcavidades são mais evidentes, ou seja, mais pronunciadas. É evidente a variação no tamanho das microcavidades. Segundo Lee et al. (2001) esta é uma característica comum em ligas de Titânio com microestrutura bimodal ou mista. Os autores afirmam que interfaces entre α e martensita revenida geram grandes cavidades, ao contrário que entre β e martensita revenida. A presença de partículas finas de precipitados α , de acordo com Lin *et al.* (1984), favorece a formação de trincas secundárias, que distribuem as tensões. Isso promove uma elevação nos níveis de energia Charpy.

Contudo, como já foi constatado que ocorreu um refinamento da microestrutura após as transformações martensíticas, o recozimento promove a nucleação e crescimento de precipitados α . A etapa de coalescência destes precipitados se torna mais efetiva à medida que se aumenta o número de ciclos. Desta forma, partículas mais grosseiras são encontradas após três ciclos e recozimento. No entanto, as interfaces mostram ser os caminhos principais para a trajetória das trincas. Isso explicaria os menores valores de energia consumida no processo de fratura por impacto Charpy para a condição de recozimento após os 3 ciclos.



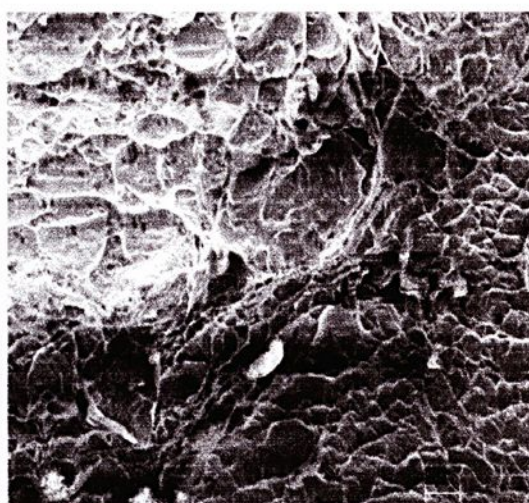
a) 1 ciclo + recozimento a 800°C (500x)



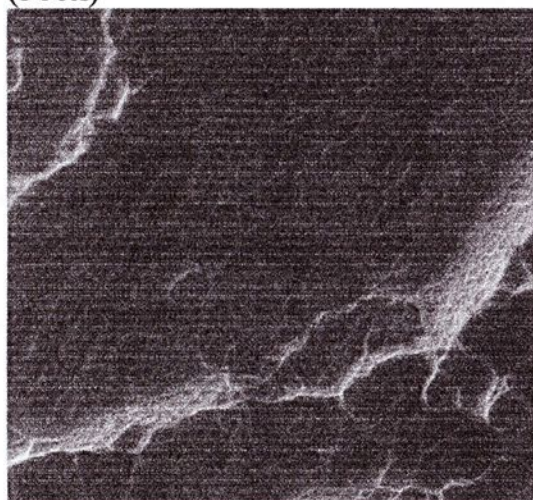
b) 1 ciclo + recozimento a 800°C (2000x)



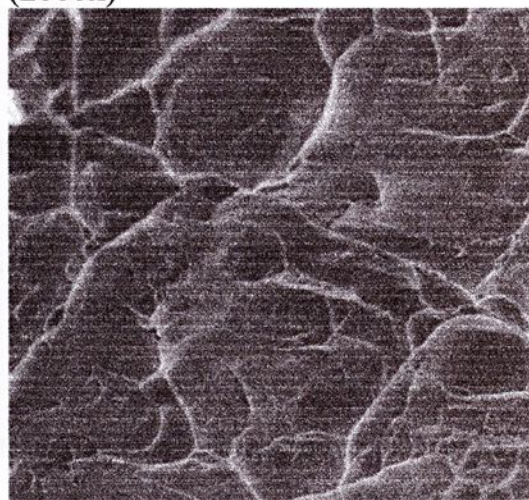
c) 2 ciclos + recozimento a 800°C (500x)



d) 2 ciclos + recozimento a 800°C (2000x)



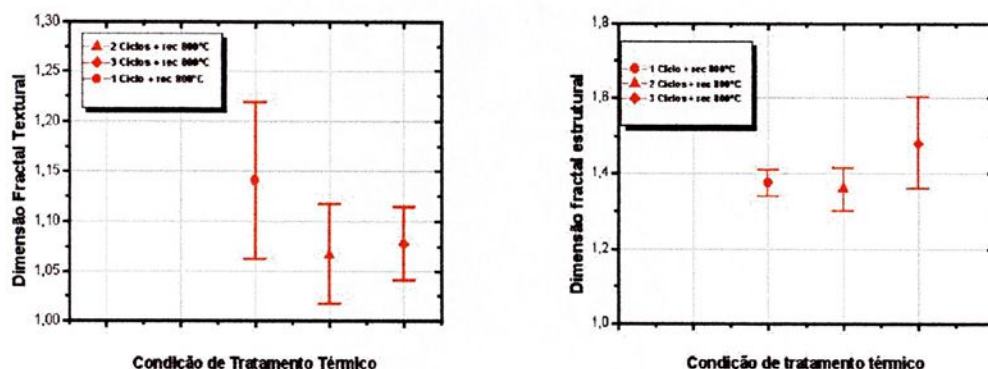
e) 3 ciclos + recozimento a 800°C (500x)



f) 3 ciclos + recozimento a 800°C (2000x)

Figura 5.13- Superfícies de fratura dos corpos de prova ensaiados por impacto Charpy após recozimento a 800°C.

Com relação à dimensão fractal destas condições (Figura 5.14), verifica-se que não há uma correlação tão evidente entre dimensão fractal e energia Charpy, mesmo para baixos níveis de energia, o que não confirma o obtido por Borodich (1997), onde o autor demonstra que somente materiais com pouca ductilidade podem apresentar uma correlação entre energia absorvida e os valores de dimensão fractal de uma superfície.



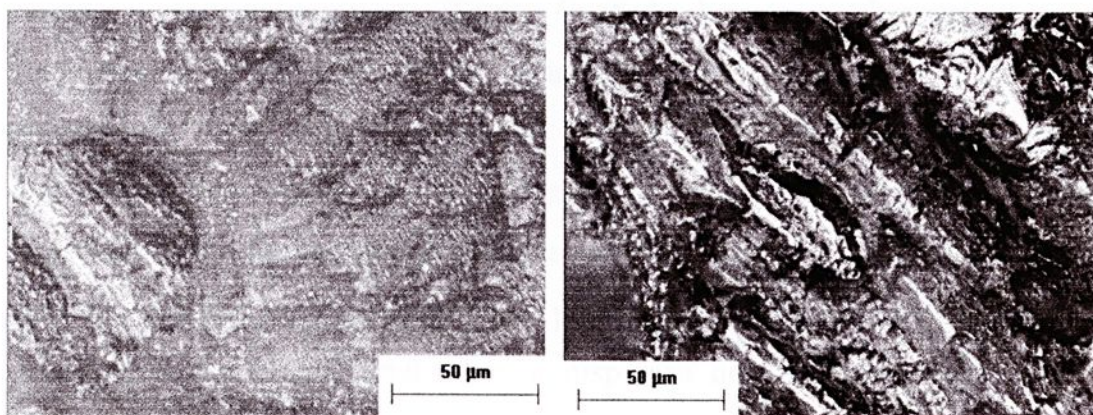
a) Dimensão fractal textural

b) Dimensão fractal estrutural

Figura 5.14- Gráficos da dimensão fractal textural e estrutural dos perfis da condição recozida a 800°C.

5.5.3 Amostras submetidas aos tratamentos cíclicos e recozimento a 950°C.

Para esta condição, a investigação dos aspectos de fratura foi baseada em imagens realizadas em microscópio óptico Nikon Epiphot 200 do LAIMat. Devido à dificuldade de utilização do MEV em outros centros próximos à região, a análise foi feita utilizando uma rotina de reconstrução de foco do programa Cybernetics Image Pro Plus. O procedimento consistiu na aquisição de centenas de imagens *in focus* das superfícies de fratura, tomadas em intervalos de 1 μm . A Figura 5.15 a), b) e c) mostra as reconstruções.



a) 1 ciclo + recozimento a 950°C

b) 2 ciclos + recozimento a 950°C



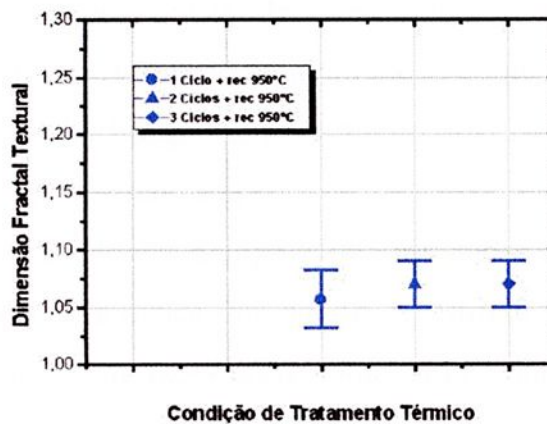
c) 3 ciclos + recozimento a 950°C

Figura 5.15- Superfícies de fratura dos corpos de prova ensaiados por impacto Charpy após recozimento a 950°C. (microscópio óptico, 500x)

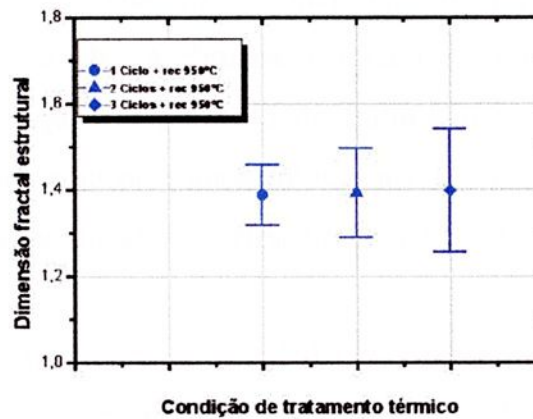
Nota-se a presença de microcavidades, desta forma se pode sugerir que o mecanismo de ruptura para estas condições é o de coalescência de microcavidades. Verifica-se também que a superfície de fratura é plana, o que é explicado pela obtenção de uma microestrutura formada por fase α -primária e martensita retida. O que também explica os baixos níveis de energia em ensaios Charpy.

Os valores de dimensão fractal, para esta condição, de acordo com a Figura 5.16, contrariam o estabelecido por Borodich (1997). Neste caso, não se obtém uma correlação entre dimensão fractal e superfície de fratura originada através de ensaios Charpy. Contudo, há uma sutil semelhança no comportamento dos valores da dimensão fractal textural, referentes à microescala, com o comportamento das frações volumétricas das fases apresentado na Figura 5.8. Novamente, os valores da dimensão fractal estrutural (macroescala) não se alteram significativamente, o que se traduz na uniformidade das superfícies obtidas, planas e formadas por microcavidades rasas. Um comentário final sobre a dispersão nos valores obtidos para a dimensão fractal estrutural é que a forma de amostragem, tomando-se perfis próximos ao entalhe, em posições intermediárias ao longo da propagação da trinca e junto ao final da fratura, propicia uma maior dispersão nos valores,

mascarando em parte os efeitos relativos ao desenvolvimento do campo de tensões. Contudo, tal distinção só seria relevante se fossem confrontados valores localizados de dimensão fractal estrutural com as frações de energia consumida no processo de fratura, obtidas a partir de diagramas Energia x tempo de ensaios de impacto instrumentados, o que não foi possível neste trabalho.



a) Dimensão fractal textural



b) Dimensão fractal estrutural

Figura 5.16- Gráficos da dimensão fractal textural e estrutural dos perfis da condição recozida a 950°C.

6 CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS

De acordo com os resultados obtidos neste trabalho, conclui-se que:

1. Os tratamentos cíclicos propostos produziram a quebra da estrutura bruta de fusão através de transformações martensíticas, proporcionando um refinamento da microestrutura, comprovado a partir das características microestruturais, bem como os valores dos espaçamentos de agulhas e difratogramas de raios-X.
2. A utilização de ferramentas de planejamentos de experimentos para otimizar as rotas de tratamentos térmicos, pela propriedade mecânica de dureza como variável resposta, permitiu orientar os procedimentos para o tratamento cíclico das amostras.
3. Os ensaios de nanodureza comprovaram um endurecimento das interfaces para as condições tratadas em relação à estrutura bruta de fusão. Isto justifica porque as interfaces agem como os principais sítios à propagação de trincas.
4. A dimensão fractal textural é sensível à variação da microestrutura. Isso confirma o comportamento do material em relação aos tratamentos térmicos. No entanto, a dimensão fractal estrutural se mostra pouco sensível em relação ao processo de fratura, uma vez que não há uma variação considerável no campo de tensões. O espalhamento das medidas está também relacionado à extração de perfis ao longo dos corpos de prova.
5. A melhor combinação de propriedades mecânicas foi obtida após 2 ciclos de transformação martensítica e recozimento a 900°C por 16 horas. Os valores de resistência à tração ($\approx 890\text{MPa}$) ficaram próximos aos valores obtidos por Lei; Davis e Lee (2000) em tratamentos térmicos similares ($\approx 930\text{MPa}$) para a liga Ti-6Al-4V, assim como os valores de limite de escoamento. Isso demonstra que os tratamentos térmicos propostos levam a um melhoramento do material, em condições de resistência comparáveis

àquelas verificadas para produtos obtidos com a fundição da liga Ti-6Al-4V. Neste caso, o ganho em propriedades mecânicas, especialmente para o alongamento, foi prejudicado em função de defeitos inerentes ao processo de refusão adotado para a reciclagem da liga Ti-6Al-4V.

Com base neste trabalho, são propostos os seguintes projetos:

1. Estudar processos alternativos para a reciclagem da liga Ti-6Al-4V, visando minimizar a ocorrência de trincas e defeitos nos lingotes obtidos, e otimizar as condições de tratamento térmico do produto reciclado, visando obter uma relação ótima entre tenacidade e dureza.
2. Estudar a correlação entre dimensão fractal e a energia obtida por ensaios Charpy instrumentado, através da curva de impacto. Neste caso, a obtenção de perfis ao longo do corpo de prova podem ser analisados separadamente, e comparados às regiões das curvas Energia X tempo dos ensaios instrumentados.
3. Estudar outras rotas de recozimento para a liga Ti-4Al-4V, após os tratamentos cíclicos, visando ampliar a tenacidade com preservação da resistência mecânica.



REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AHMED, T.; RACK, H. J. Phase transformation during cooling in $\alpha+\beta$ titanium alloys. **Materials Science and Engineering A**, Lausanne. v. 243, n. 1 – 2, p. 206 – 211, mar. 1998.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Section 3 , v. 03.01. **ASTM E 99 – 82: Standard test methods for Vickers hardness of metallic materials**. Easton, 1998.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Section 3 , v. 03.01. **ASTM E 23 - 96: Standard test methods for notched bar impact testing of metallic materials**. Easton, 1998.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Section 3 , v. 03.01. **ASTM E 8M - 98: Standard test methods for tension testing of metallic materials**. Easton, 1998.

ANDERSON, T. L. **Fracture mechanics**. New York: CRC, 1995. 688p.

ANKEM, S.; GREENE, C. A. Recent developments in microstructure / properties relationships of beta titanium alloys **Materials Science and Engineering A**, Lausanne. v. 263, n. 2, p. 127 – 131, may. 1999.

ANOSHKIN, N. F., DEMCHENKOV, G. G. Material science and technological aspects of rapidly solidified titanium alloy production. . **Materials Science and Engineering A**, Lausanne. v. 243, n. 1 – 2, p. 263 – 268, mar. 1998.

BARROS NETO, B.; SCARMINIO, I. S.; BRUNS, R. E. **Planejamento e otimização de experimentos**. Campinas: Editora da Unicamp, 1995, 299 p.

BAZAIKINA, T. V. et al. Effect of the dimensions of the alpha and beta phases on the fatigue life of titanium alloys. **Metal Science Heat Treatment**. New York, v. 32, n. 7 – 8, p. 531 – 534, jul – aug. 1990.

BORODICH, F. M. Some fractals models of fracture. **Journal of the Mechanics and Physics of Solids**, Oxford, v. 45, n. 2, p. 239 – 259, feb. 1997.

BOYER, R. R.; LÜTJERING, G. Heat treatment of Titanium alloys. Advances in the Science and Tecnology of Titanium Alloy Processing, **The Minerals, Metals & Materials Society**, p. 349 – 367, 1997.

BROOKS, C. R. **Heat treatment, structure and properties of nonferrous alloys**. Ohio: ASM, Metals park, 1990. 420p.

BROOKS, C. R.; CHOUDHURY, A. **A metallurgical failure analysis**. New York, MacGraw-Hill, 1993, 409 p.

BRUN, M.; ANOSHKIN, N.; SHAKHANOVA, G. Physical processes and regimes of thermomechanical processing controlling development of regulated structure in the ($\alpha + \beta$) titanium alloys. **Materials Science and Engineering A**, Lausanne, v. 243, n. 1 – 2, p. 77 – 81, mar. 1998.

CHARKALUK, E.; BIGERELLE, M.; IOST, A. Fractals and fracture. **Engineering Fracture Mechanics**, Oxford, v. 61, n. 1, p. 119 – 139, aug. 1998.

CHEN, H.; HEDAYAT, A. S. 2^{n-m} designs with resolution III or IV containing clear two-factor interactions. **Journal of Statistical Planning and Inference**, Amsterdam, v. 75, n. 1, p. 147 – 158, nov. 1998.

CHOUDHURY, I. A.; EL-BARADIE, M. A. Tool-life prediction model by design of experiments for turning high strength steel (290 BHN). **Journal of Materials Processing Technology**, Amsterdam, v. 77, p. 319 – 326, 1998.

CHRAPO0SKI, J.; SZKLINIARZ, W. Quantitative metallography of two-phase titanium alloys. **Materials Characterization**. New York, v.46, n. 2 – 3, p. 149 – 154, feb – mar. 2001.

COLLINGS, E. W., **The physical metallurgy of Titanium alloys**. Ohio: ASM, Metals park, 1984. 261p.

COSTA, L. F.; CESAR, R. M. **Shape analysis and classification: Theory and practice**. New York: CRC, 2001. 680p.

DAVIS, R.; FLOWER, H. M.; WEST, D. R. F. Martensitic transformation in Ti-Mo alloys. **Journal of Materials Science**, v. 14, p. 712 – 722, 1979.

- DE ARCANGELIS, L. et al. Scaling laws in fracture. **Physics Review B**, v.40, p. 877 – 880, jul. 1989.
- DOBROMYSLOV, A. V.; ELKIN, V. A. Martensitic transformation and metastable β -phase in binary titanium alloys with d-metals of 4 – 6 periods. **Scripta Materialia**, Oxford, v. 44, p. 905 – 910, 2001.
- DONACHIE, M. J. JUNIOR. **Titanium: A technical guide**. Ohio: ASM, Metals park, 1988. 469p.
- EFFORD, N. **Digital image processing: A practical introduction using Java**. London: Addison-Wesley. 2000, 340 p.
- EL-SOUDANI, S. M. Quantitative fractography and fracture mechanics characterization. **JOM - Journal of the Minerals Metals and Materials Society**, Warrendale, v. 42, n.10, p. 20 – 27, oct. 1990.
- EVANS, W. J. Optimising mechanical properties in alpha + beta titanium alloys. **Materials Science and Engineering A**, Lausanne, v.243, p. 89 – 96, 1998.
- FLOWER, H. M. Microstructural development in relation to hot working of titanium alloys. **Materials Science and Tecnology**. London, v.6, n. 11, p. 1082-1092, 1990.
- FURUHARA, T. et al. Interphase boundary structures associated with diffusional phase transformation in Ti-base alloys. **Metallurgical Transactions**, v. 21A, n. 6, p. 1627 – 1643, 1990.
- GERTSMAN, V. Y.; TANGRI, K., Modeling of intergranular damage propagation. **Acta Materialia**, Oxford, v. 45, p. 4107 – 4116, 1997.
- GIL MUR, F.X.; RODRÍGUEZ, D.; PLANELL, J. A. Influence of tempering temperature and time on the α' -Ti-6Al-4V martensite. **Journal of Alloys and Compounds**, Lausanne, v. 234, n. 2, p. 287 – 289, 1996.
- GILBERT, J. R. B. The uses of titanium. **Materials Science and Tecnology**, London, v.1, n 4, p. 257-262, 1985.

GÖKEN, M.; KEMPF, M.; NIX, D. Hardness and modulus of the lamellar microstructure in PST-TiAl studied by nanoindentation and AFM. **Acta Materialia**, Oxford, v.49, p. 903 – 911, 2001.

GOLDSTEIN, J. I. et al. **Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis: A text for biologists, materials scientists, and geologists**. New York: Plenum Press, 1992, 817 p.

GONZALEZ, R. C.; WOODS, R. E. **Processamento de imagens digitais**. São Paulo: Editora Edgard Blücher Ltda, 2000, 509 p.

GREWAL, G.; ANKEN, S. Particle coarsening behavior of α - β titanium alloys. **Metallurgical Transactions**, v. 21A, n. 6, p. 1645 – 1654, 1990.

HAASEN, P. **Physical Metallurgy**. Cambridge, Cambridge University Press, 1996, 420 p.

HEIN, L. R. de O. **Efeitos da deformação a frio sobre o comportamento mecânico da liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al**. 1993. 124 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica - Materiais e Processo de Fabricação – DEMa) – Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

HERTZBERG, R.W. **Deformation and fracture mechanics of engineering materials**. New York: John Wiley & Sons, 1996. 786p.

HO, W. F.; JU, C. P.; CHERN LIN, J. H. Structure and properties of cast binary Ti-Mo alloys. **Biomaterials**, v.20, p. 2115 – 2122, 1999.

HOROVISTIZ, A. L. **Técnicas e parâmetros para análise de perfis na fractografia quantitativa**. 2000. 150 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica - Projetos e Materiais – DMT), Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá.

HULL, D. **Fractography: Observing, measuring and interpreting fracture surface topography**. Cambridge, Cambridge University Press, 1999, 366 p.

IVASISHIN, O. M.; TELIOVICH, R. V. Potential of rapid treatment of titanium alloys and steels. **Materials Science and Engineering A**, Lausanne, v.263, p. 142 – 154, 1999.



JÄHNE, B. **Digital image processing: Concepts, algorithms, and scientific applications**. New York, Springer, 1997, 555 p.

JAIN, A. K. **Fundamentals of digital image processing**. New Jersey: Prentice-Hall, 1989, 569 p.

JCPDS – **SELECTED POWDER DIFFRACTION DATA: Metals and Alloys, Data Book**. International Center for Diffraction Data, 1988, 1486 p. 2v.

JIANCHENG, T. et al. Factors affecting the lamellar spacing in two-phase TiAl alloys with fully lamellar microstructures. **Materials Research Bulletin**, v.36, p. 1737 – 1742, 2001.

JOY, D. C.; JOY, C. S. Low Voltage Scanning Electron Microscopy. **Micron**, v. 27, n. 3 – 4, p. 247 – 263, 1996.

KUBIAK, K.; SIENIAWSKI, J., Development of the microstructure and fatigue strength of two phase titanium alloys in the processes of forging and heat treatment. **Journal of Materials Processing Technology**, Amsterdam, v.78, p. 117 – 121, 1998.

KURZYLOWSKI, K. J.; RALPH, B. **The quantitative description of the microstructure of materials**. Boca Raton: CRC Press, 1995, 418 p.

LEE, D. H.; NAM, S. W. Effect of α lamellae width on creep – fatigue behavior in near- α Ti-1100 with lamellar structure. **Scripta Materialia**, Oxford, v. 40, n. 3, p. 265 – 270, 1999.

LEE, DONG-GEON. et al. Effects of microstructural morphology on quasi-static and dynamic deformation behavior of Ti-6Al-4V alloy. **Metallurgical and Materials Transactions A**, New York, v.32, p. 315 – 324.

LEI, C. S. C.; DAVIS, A.; LEE, E. W. Effect of BSTO and mill anneal on the mechanical properties of Ti-6Al-4V castings. **Advanced Materials and Processes**, Ohio, n. 5, p. 75 – 77, 2000.

LIAO, SHIH-CHIEH.; DUFFY, J. Adiabatic shear bands in a Ti-6Al-4V titanium alloy. **Journal of Mechanical and Physics of Solids**. v. 46, n. 11, p. 2201 – 2231, 1998.

- LIN, F. S. et al. The effect of microstructure on the deformation modes and mechanical properties of Ti-6Al-2Nb-1Ta-0,8Mo: Part I. Widmanstatten structures. **Metallurgical Transactions A**, v. 15, p. 1229 – 1246, 1984.
- MANDELBROT, B. B. **The fractal geometry of nature**. New York: W. H. Freeman and Company, 1983, 468 p.
- MANERO, J. M.; GIL, F. J.; PLANELL, J. A. Deformation mechanisms of Ti-6Al-4V alloy with a martensitic microstructure subjected to oligocyclic fatigue. **Acta Materialia**, Oxford, v. 48, p. 3353 – 3359, 2000.
- MARKOVSKY, P. E. Improvement of structure and mechanical properties of cast titanium alloys using rapid heat treatment. **Materials Science and Engineering A**. Lausanne, v.190, p. L9 – L12, 1995.
- MARKOVSKY, P. E. Two-stage transformation in $(\alpha + \beta)$ – titanium alloys on non-equilibrium heating. **Scripta Metallurgica et Materialia**, Oxford, v. 25, p. 2705 – 2710, 1991.
- MONTGOMERY, D. C. **Design and analysis of experiments**. New York: John Wiley & Sons, 1991, 649 p.
- MOUSTAHFID, H. et al. Study of the $\beta - \alpha$ Phase Transformation of a Ti-6-4 Sheet Induced from a High-Temperature β State and a High-temperature $\alpha + \beta$ State. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 28, p. 51 – 61, 1997.
- NIINOMI, M. Mechanical properties of biomedical Titanium alloys. **Materials Science and Engineering A**, Lausanne, v.243, p. 231 – 236, 1998.
- NIINOMI, M.; KOBAYASHI, T. Fracture characteristics analysis related to the microstructure in titanium alloys. **Materials Science and Engineering A**, Lausanne, v.213, p. 16 – 24, 1996.
- OLIVEIRA, R. J. **Projeto e análise de experimentos de um novo processo microbiológico para a produção de polissacarídeos**. 1999, 168 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Produção – Engenharia Industrial) Faculdade de Engenharia, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro.



PARKER, J. R. **Algorithms for image processing and computer vision**. New York: John Wiley & Sons, 1997, 417 p.

PETZOW, G. **Metallographic Etching**. Ohio: ASM-International, Materials Park, 1999, 240p.

POWELL, A. et al. Analysis of multicomponent evaporation in electron beam melting and refining of titanium alloys. **Metallurgical and Materials Transactions B**, v. 28, p. 1227 – 1239, 1997.

RAMOS, E. C. T. **Influência das condições de solubilização e precipitação nas propriedades mecânicas de tração do produto da reciclagem da liga Ti-4Al-4V**. 1998, 81 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica - Projetos e Materiais) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá.

RHODES, C. G.; WILLIAMS, J. C. Observations of an interface phase in the α / β boundaries in titanium alloys. **Metallurgical Transactions A**, v. 6, n° 8, p. 1670 – 1671, 1975.

RHODES, C. G.; PANTON, N. E. The effect of heat treatment on the nature of the α / β interface layer in $\alpha + \beta$ titanium alloys. p. 1437 - 1450: In WILLIAMS, J. C.; BELOV, A. F. **Titanium and Titanium alloys: Scientific and Technological Aspects**. New York : Plenum Press, 1982, v. 2.

RINGAUT, J. P. et al. Asymptotic fractals in the context of grey-scale images. **Journal of Microscopy**, Oxford, v.189, n°. 1, p. 57 – 63.

RUSS, J. C. **Computer assisted microscopy: The measurement and analysis of images**. New York: Plenum Press, 1990, 771 p.

RUSS, J. C. **The image processing: Handbook**. Boca Raton: CRC Press, 1999, 771 p.

RUSS, J. C. **Fractal Surfaces**. New York: Plenum Press, 1994, 309 p.

SAVRUN, C. E.; POLONIS, D. H. Precipitation and reversion processes in a β -Ti alloys. **Materials Science and Engineering A**, Lausanne, v.119, p. 135 – 144, 1989.

- SEAGLE, S. R. The state of the USA titanium industry in 1995. **Materials Science and Engineering A**, Lausanne, v. 213, p. 1 – 7, 1996.
- SILVA, F. A. **Aplicação das técnicas de processamento digital de imagens na caracterização de materiais**. 1996, 284 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica - Materiais e Processo de Fabricação) – Faculdade de Engenharia Mecânica da Universidade Estadual de Campinas, Campinas.
- SILVA, S. L. R. et al. X-ray diffraction measurements of plasma-nitrided Ti-6Al-4V. **Surface and Coatings Technology**, v. 116 – 119, p. 342 – 346, 1999.
- STATSOFT BRASIL, **Statistica**, version 5.5. Statsoft Corporation, 1998. Conjunto de programas. 1 CD- ROM.
- VAN STONE, R. H. et al.. Microstructural aspects of fracture by dimpled rupture. **International Metals Reviews**, v. 30, n. 4, p. 157 – 179, 1985.
- VOORT, G. F. **Metallography: principle & practice**. McGraw-Hill, 1984, 752p.
- WARFEL, M. D. **Characterization of particles from wastewater and sludge treatment facilities by size and morphology**. 1998. 32 f. Thesis (Presented to the Faculty of the Graduate School of Cornell University in Partial Fulfillment of the Requirements for the Degree of Master of Science).
- WEST, J. K.; MECHOLSK JUNIOR, J. J.; HENCH, L. L. The application of fractal and quantum geometry to brittle fracture. **Journal of Non-Crystalline Solids**, v. 260, p. 99 – 108, 1999.
- WOJNAR, L. **Image analysis: applications in materials engineering**. Florida, CRC Press, 1999, 245 p.
- XIE, H.; WANG, J. Direct fractal measurement of fracture surfaces. **International Journal of Solids and Structures**, v. 36, p. 3073 – 3084, 1999.
- YANG, J. et al. Effect of cooling rate on the grain refinement of Ti-Al-based alloys by rapid heat treatment. **Materials Letter**, Amsterdam, v.46, p. 193 – 197, 2000.

ZHANG, W. J.; EVANGELISTA, E.; FRANCESCONI, L. Microstructural variation of a cast Ti-48Al-12W-0,5Si alloy during quenching and tempering.

Materials Science and Engineering A, Lausanne, v.220, p. 15 – 25, 1996a.

ZHANG, W. J.; FRANCESCONI, L.; EVANGELISTA, E. A novel heat treatment to develop very fine lamellar structure in cast gamma-base Ti-Al alloys. **Materials Letters**, Amsterdam, v. 27, p. 135 – 138, 1996b.



