



Tema: Metalurgia física e comportamento de materiais em temperaturas elevadas

PROCESSAMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE TITÂNIO SUBMETIDO À METALURGIA DO PÓ E EXTRUSÃO ANGULAR EM CANAL*

Sheyla Santana de Carvalho¹
 Juliana do Nascimento Lunz²
 Laércio Rosignoli Guzela³
 Karla Patricia Macedo Liconá⁴
 Tatiana Silva Barros⁵
 Alexandre Antunes Ribeiro⁶
 Luiz Carlos Pereira⁷
 Juan Garcia de Blas⁷
 Marize Varella de Oliveira⁸
 Cássio Barbosa⁹

Resumo

O titânio processado por metalurgia do pó tem sido cada vez mais utilizado na fabricação de implantes cirúrgicos, ortopédicos e dentários, devido às características de biocompatibilidade e propriedades mecânicas do material obtidas por esta técnica. A componente cisalhante da deformação característica do processo de extrusão angular em canal (EAC) permite a consolidação das partículas pela junção de novas superfícies e o elevado grau de deformação obtido confere considerável refino dos grãos do material. No presente trabalho o material foi processado por metalurgia do pó seguido de extrusão angular em canal, enquanto a caracterização envolveu técnicas como microscopia ótica, microscopia eletrônica de varredura (MEV) e ensaio de dureza. Os resultados obtidos neste estudo permitiram a caracterização da microestrutura, da dureza e da porosidade de compactados de titânio submetidos ao processo de extrusão angular em canal em temperatura da ordem de 375°C, com redução do tamanho de grão médio, de 30 µm para 1,32 µm no material processado por metalurgia do pó seguida por EAC e aumento da dureza, de 161 para 264 HV, respectivamente. A fração em área de poros, que atingia cerca de 4% no material apenas compactado foi reduzida para aproximadamente 0,8% no material submetido ao processo EAC.

Palavras-chave: Titânio; Implante; Metalurgia do pó; Extrusão angular em canal.

PROCESSING AND CHARACTERIZATION OF TITANIUM SUBJECTED TO POWDER METALLURGY AND EQUAL CHANNEL ANGULAR PRESSING

Abstract

Titanium processed by powder metallurgy has been increasingly used in the manufacture of orthopedic and dental implants due to characteristics such as biocompatibility and mechanical properties that can be achieved with the use of this technique. The shear component of the deformation inherent to equal channel angular pressing (ECAP) allows the consolidation of the particles by joining the new surfaces and the elevated strain degree, thus obtained, providing considerable grain refinement. In this work, the material was processed by powder metallurgy (compaction) and equal channel angular pressing, while characterization involved techniques such as optical microscopy, scanning electron microscopy (SEM) and hardness measurement test. The results allowed the characterization of the microstructure, hardness and porosity of the compacted titanium powder followed by equal channel angular pressing at around 375°C, thus reducing grain sizes from 30 µm to 1.32 µm and hardness from 161 to 264 HV. The pore area fraction, which was about 4% in the compacted powder, was reduced to around 0.8% in the as ECAP processed material.

Keywords: Titanium; Implant; Powder metallurgy; ECAP.

¹ Engenheira Mecânica, M.Sc., Bolsista, DEMP, LACPM, Instituto Nacional de Tecnologia (INT), Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

² Química, D.Sc., Bolsista, DPCM, LATEP, Instituto Nacional de Tecnologia (INT), Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

³ Analista de Sistemas, Técnico de nível superior, PEMM, COPPE, Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ), Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

⁴ Engenheira Química, M.Sc., Bolsista, DPCM, LATEP, INT, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

⁵ Engenheira de Materiais, M.Sc., Bolsista, DEMP/LACPM, INT, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

⁶ Engenheiro Químico, D.Sc., Tecnologista, DPCM, LATEP, INT, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

⁷ Engenheiro Metalúrgico, D.Sc., Professor, PEMM, COPPE, UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

⁸ Engenheira Metalúrgica, D.Sc., Tecnologista, DPCM, LATEP, INT, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

⁹ Eng. Met., D.Sc., Tecnologista, DEMP, LACPM, INT, Rio de Janeiro, RJ, Brasil, cassio.barbosa@int.gov.br.

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.



1 INTRODUÇÃO

Em todo o mundo manifesta-se há várias décadas uma tendência marcante: o aumento do número e da frequência de cirurgias com uso de implantes cirúrgicos, basicamente devido ao envelhecimento da população e ao aumento do risco de trauma associado a acidentes de tráfego, principalmente automotivo [1]. Implantes cirúrgicos devem apresentar características tais como: biocompatibilidade, resistência mecânica (estática e dinâmica), resistência à degradação (corrosão e desgaste) e bioadesão (ao osso) [2,3]. Os requisitos inerentes a estas propriedades, como especificações de composição química, microestrutura e propriedades mecânicas de implantes cirúrgicos metálicos estão estabelecidos em normas editadas por instituições de regulamentação internacional como a ISO (International Organization for Standardization) e a ASTM (American Society for Testing and Materials) [4-9].

Para este tipo de aplicação, geralmente são fabricados implantes metálicos de aço inoxidável, titânio e suas ligas, além de ligas à base de cobalto-cromo. Entre estes, provavelmente o material que apresenta a melhor combinação de propriedades é o titânio e suas ligas.

O titânio apresenta, entre suas características físicas, temperatura de fusão de 1820°C, baixa densidade (4,5 g/cm³), boa resistência mecânica, que pode ser ainda incrementada pela adição de elementos de liga e pela aplicação de tratamentos térmicos ou termomecânicos, e excelente resistência à corrosão, conferida pela formação de uma camada de óxido de titânio (TiO₂), aderente e protetora. A principal desvantagem é o seu elevado custo de extração e fabricação. Outras aplicações do titânio e suas ligas na indústria estão concentradas em componentes para a indústria aeronáutica, em tubos do tipo catenárias (“risers”) e outros componentes e estruturas usados na indústria do petróleo. A elevada ductilidade se deve à facilidade de formar maclas em vários planos cristalográficos, mas, ao contrário de outros metais com estrutura cristalina hexagonal compacta (fase alfa: α), o titânio também apresenta deslizamento de discordâncias em outros planos, diferentes do plano basal, devido à baixa razão *c/a*. Átomos solutos intersticiais como os de nitrogênio e de oxigênio, restringem a formação de maclas e o deslizamento de discordâncias de modo ainda não esclarecido, diminuindo assim a sua ductilidade e aumentando sua resistência mecânica, sendo que os de oxigênio são os principais responsáveis pelo aumento de resistência mecânica do Ti [10,11].

O titânio comercialmente puro apresenta uma desvantagem, no que se refere à sua baixa resistência ao desgaste, gerando fragmentos que provocam reações adversas no organismo humano, a exemplo da metalose [12,13]. Esta desvantagem é superada no caso das ligas de titânio, que apresentam propriedades mecânicas superiores em relação ao titânio comercialmente puro, mas são materiais que envolvem tecnologias de fabricação mais complexas e podem conter elementos não desejáveis para aplicação em implantes. Nesse sentido, o procedimento ideal é melhorar a resistência mecânica do titânio comercialmente puro, o que pode ser obtido mediante a realização de processo de conformação mecânica após o processamento do pó metálico por meio de deformação plástica severa [14,15].

O objetivo deste trabalho foi processar e caracterizar o pó de titânio comercialmente puro (Ti c.p.) resultante do processamento em duas etapas, compactação (metalurgia do pó) e extrusão angular em canal – EAC (conformação mecânica).

* *Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.*



Com este propósito foram utilizadas técnicas como microscopia ótica, microscopia eletrônica de varredura (MEV), análise automática de imagens e ensaios de densidade e de dureza, permitindo a avaliação qualitativa e quantitativa da porosidade, da dureza e do tamanho de grão do titânio assim processado. Os resultados obtidos indicam considerável redução de porosidade e de tamanho de grão e aumento da dureza com este tipo de processamento.

2 MATERIAL E METODOLOGIA EXPERIMENTAL

A Tabela 1 mostra a composição química do pó de titânio comercialmente puro grau 2 com granulometria inferior a $149\ \mu\text{m}$ e as especificações de limites conforme ASTM F67-89. Verifica-se que os teores de nitrogênio e de hidrogênio encontrados na amostra excedem os limites máximos especificados pela norma.

Tabela 1. Composição química: pó de titânio c.p. e especificações da norma.

Elemento	Fe	O	C	N	H	Mn	Ti
Pó de Ti	0,189	0,097	0,018	0,517	0,195	0,07	Balanço
ASTM F67-89	0,30	0,25	0,10	0,03	0,015	---	Balanço

Os pós de titânio foram submetidos à operação convencional de metalurgia do pó: compactação uniaxial à temperatura ambiente, com pressão de 730 MPa. Foi determinada experimentalmente a curva de compactabilidade do material em trabalho anterior [16] e selecionado o valor de densidade relativa de 79%. A densidade dos compactados foi determinada pelo método geométrico, com a razão entre a densidade teórica e a densidade geométrica (razão entre a massa e o volume das amostras compactadas) [17].

Após a compactação, o material na forma de pastilhas com diâmetro 6,3mm foi colocado em invólucro de aço 1020 com seção quadrada, como ilustrado na Figura 1. Para a aplicação da EAC foi utilizada uma matriz com canais com seção quadrada de $12,7 \times 12,7\ \text{mm}$ interceptando-se num ângulo Φ de 90° e com transição na aresta externa compreendida num ângulo Ψ de 20° . Nestas condições, a deformação verdadeira por passe é de 1,05 [18]. Os ensaios foram realizados a 375°C sob uma taxa de deformação de aproximadamente $0,5\ \text{s}^{-1}$. Nos ensaios envolvendo um segundo passe, este foi conduzido segundo a rota C, na qual é aplicada uma rotação de 180° ao corpo de prova a cada passe [19].

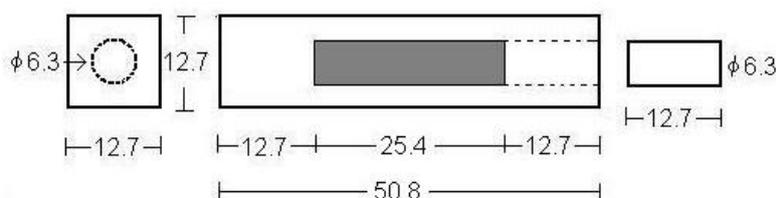


Figura 1. Representação esquemática do corpo de prova para EAC (dimensões em mm).

As amostras foram cortadas na seção contendo as direções normal e de extrusão. Uma das partes foi extraída e destinada à caracterização de microestrutura e

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.



dureza, sendo, embutida e polida conforme procedimento padronizado [20,21] e da parte restante foram retiradas as amostras para determinação da densidade relativa. Os ensaios de dureza Vickers foram realizados com carga de 49 N (5 kgf) segundo a Norma ISO 6507-1 [22].

Posteriormente, as amostras foram observadas com e sem ataque metalográfico, em um microscópio eletrônico de varredura (MEV), marca FEI, modelo Quanta FEG 450 com canhão de emissão por campo elétrico (“field emission gun”: FEG) operando a 20 kV, equipado com um detector de EDS (dispositivo de espectroscopia de energia dispersiva de raios X) e outro de EBSD (“electron back scattering diffraction: difração de elétrons retroespalhados) [23,24].

3 RESULTADOS

As microestruturas reveladas por ataque de Kroll, nas amostras submetidas à EAC em 1 ou 2 passes, são mostradas nas Figuras 2-a e 2-b, respectivamente.

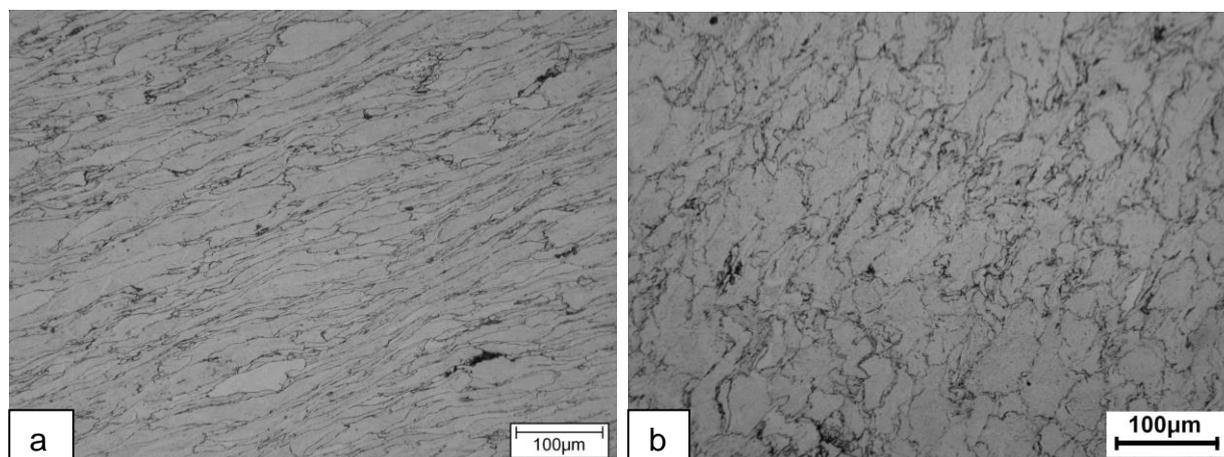


Figura 2. Amostras compactadas a frio e submetidas à EAC: a:1 passe, b: 2 passes. Microscopia ótica: ataque com reagente de Kroll.

A Figura 3 mostra o mapa de distribuição de fases presentes na amostra submetida a 1 passe de EAC à temperatura de 375°C, obtido por difração de elétrons retroespalhados (em inglês: “electron back scattering diffraction”: EBSD). Evidencia-se a predominância do titânio (somente fase α : cor vermelha) com a presença de partículas de hidretos de titânio em algumas interfaces das partículas iniciais de titânio (cor amarela), devido ao maior teor de H (0,195%) do pós de titânio com relação à norma (0,015%), que provavelmente favoreceu a reação do Ti e H para a formação do TiH_2 . A Figura 4 mostra o mapa de orientações cristalográficas, predominando no titânio as direções cristalográficas das famílias [1120] e [1010].

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.



Figura 3. Mapa de distribuição de fases: amostra submetida a 1 passe EAC à temperatura de 375°C: predominância do titânio (cor vermelha) com partículas de hidretos de titânio nas interfaces geradas pelas partículas de titânio que foram compactadas e posteriormente extrudadas (cor amarela).

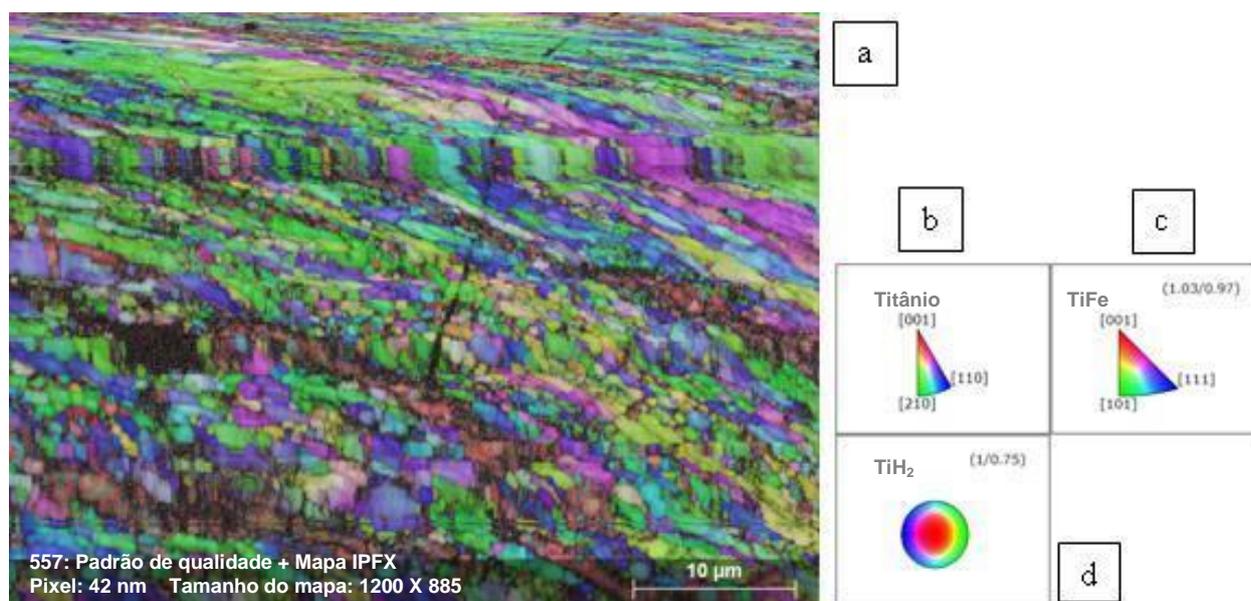


Figura 4. Mapa de orientações cristalográficas da amostra submetida a um passe de EAC a 375°C: geral (a), titânio (b), TiFe (c), TiH₂ (d) .

A Figura 5 mostra medições de tamanho de grão do titânio realizadas com o uso do detector EBSD, apresentando tamanho de grão médio da ordem de 1,32 µm, com vários grãos submicrométricos. Grãos com dimensões inferiores a 10 píxeis não são contados, influenciando na contagem da quantidade de grãos dos hidretos que são muito pequenos. A resolução do detector Bruker Crystalign 400 HR com programa Esprit 5.0 não é adequada para inferências quantitativas neste caso. Parâmetros: WD: 18,3 a 19,5 mm, spot size: 5,5 a 6,0, step size: 25 a 75 nm, sem limpeza de dados.

* Contribuição técnica ao 69^o Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14^o ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

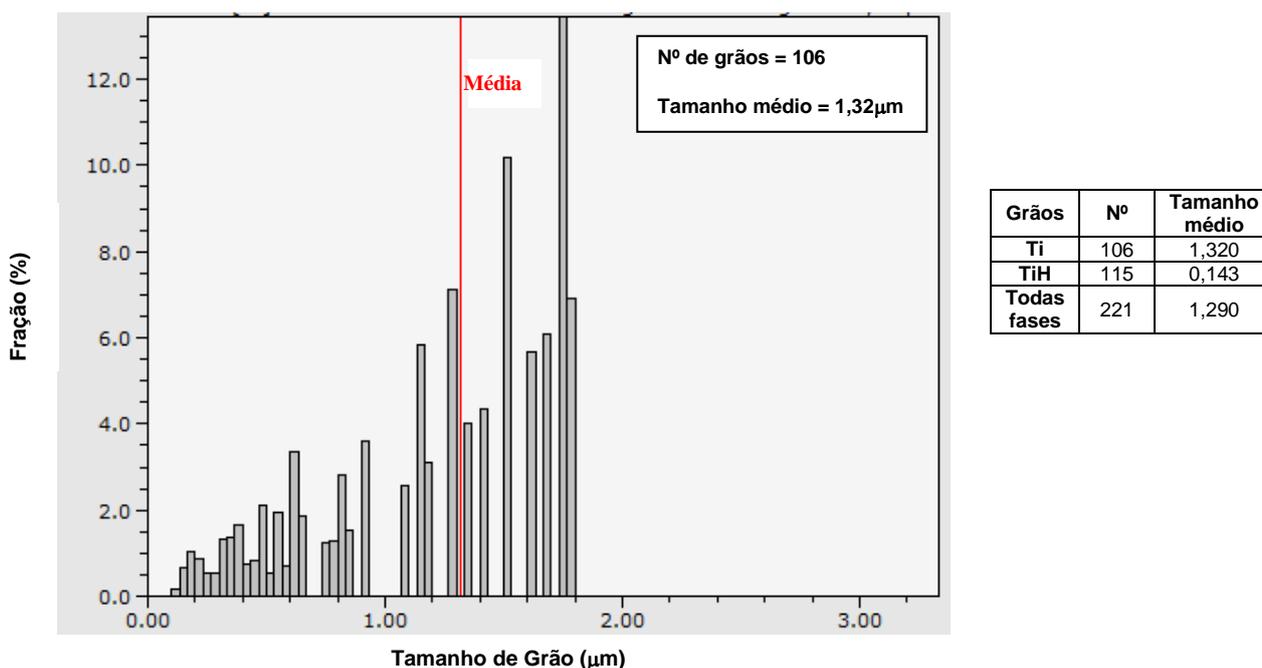


Figura 5. Tamanho de grão do titânio processado por EAC (1 passe a 375°C).

A Tabela 2 mostra os valores de porosidade obtidos por análise automática de imagens, em diferentes etapas e rotas do processamento do material. Os valores de porosidade obtidos para o material laminado foram obtidos em trabalho anterior [17] e são mostrados para efeitos de comparação.

Tabela 2. Porosidade por análise automática de imagens em diferentes condições.

Condição		Porosidade (%)
Compactação a 730 MPa		4,02
Laminação a 300°C [17]		0,82
Compactação e EAC	1 passe a 375°C	0,97
	2 passes a 375°C	0,82

A Tabela 3 mostra os valores do tamanho de grãos médio (cristais) obtidos em diferentes etapas e rotas do processamento do material.

Tabela 3. Tamanhos de grãos médios obtidos em diferentes condições.

Condição	Tamanho de Grão Médio (µm)
Laminação: 300°C [17]	27,68
Compactação e EAC (1 passe 375°C)	1,32

A Tabela 4 mostra os valores de dureza do titânio em diferentes condições de processamento, evidenciando o ganho de dureza resultante do processo EAC em comparação com uma chapa comercial de titânio com composição química equivalente (titânio comercialmente puro grau 2), nas condições fundida, laminada e recozida.

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.



Tabela 4. Dureza do titânio em diferentes condições.

Condição		HV5 (média de 5 indentações)
Chapa laminada comercial		161,20
Compactação a 730 MPa		81,48
Laminação a 300°C [17]		224,25
Compactação e EAC a 375°C	1 passe	228,68
	2 passes	264,22

4 DISCUSSÃO

Nos últimos anos tem sido analisado o refino de grão do titânio, ligas de titânio e outros materiais metálicos, processados por consolidação de pós e EAC [14,15,25-27]. Nesses artigos [15,27,27] são mencionadas temperaturas de processamento do titânio comercialmente puro (monofásico: fase α) variando entre 400 e 630°C, com consolidação satisfatória e baixa porosidade dos materiais processados.

Estudos afirmam que durante este processo de deformação plástica severa, quando as partículas sofrem cisalhamento, rompe-se a camada de óxido superficial que existe sobre as partículas dos pó metálico, favorecendo o contato entre as partículas e conseqüentemente a consolidação do pó compactado. Este rompimento é fundamental para que a plena consolidação seja alcançada. Entretanto, quando as partículas metálicas são mais duras, ao invés deste rompimento, ocorre um fácil deslizamento entre as partículas, que dificulta a consolidação [27].

Os resultados qualitativos obtidos em microscopia ótica (figura 2) e microscopia eletrônica de varredura (MEV/EBSD: figuras 3, 4 e 5), quando quantificados por análise de imagens, evidenciaram sensível redução de porosidade e de tamanho de grão na amostra compactada e submetida a ECAP, características que normalmente favorecem ganhos de propriedades mecânicas no titânio comercialmente puro destinado à fabricação de implantes cirúrgicos.

As análises de EDS e EBSD, proporcionadas pelo MEV, evidenciaram a presença de pequenas partículas de hidretos de titânio (TiH_2). Estas duas fases estão associadas à presença hidrogênio (H), impureza normalmente encontrada no titânio comercialmente puro, e que em níveis elevados podem prejudicar algumas propriedades mecânicas, como tenacidade e ductilidade. Os resultados de análises de EDS não puderam ser apresentados por limitação de espaço, priorizando-se os resultados de análises de EBSD.

O teor de hidrogênio do pó é elevado, segundo a norma, mas o mesmo não ocorre com o teor de ferro, que é relativamente baixo. O ferro é oriundo do minério de titânio e o hidrogênio é um resíduo não totalmente eliminado do processo HDH, hidrogenação-dehidrogenação, utilizado para obter o pó de titânio comercialmente puro. São necessárias investigações adicionais para verificar se os níveis de hidretos e TiFe encontrados neste material podem, ou não, prejudicar o seu uso em implantes cirúrgicos, uma vez que o teor de Fe do pó de titânio está dentro do limite da norma F67-89.

Os resultados quantitativos, obtidos por análise automática de imagens de microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura (MEV), indicam que o processo de EAC apresentou alta eficiência na consolidação dos pós de titânio compactados, com redução significativa dos níveis de porosidade para patamares

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.



tão baixos que podem ser considerados como porosidade residual, uma vez que a porosidade se reduziu em cerca de 75 e 80%, respectivamente, de 4,02% de média no material compactado, para valores entre 0,97% (1 passe de ECAP a 375°C) e 0,83% (2 passes de ECAP a 375°C): tabela 2.

O tamanho de grão médio do material laminado a 300°C foi da ordem de 27,68 μm e no material submetido à EAC (1 passe a 375°C) o valor médio de tamanho de grão foi de 1,32 μm (tabela 3), evidenciando significativo refino de grão de aproximadamente 95% obtido com este processo de conformação mecânica de materiais metálicos, constatando-se que o material submetido à EAC é parcialmente nanoestruturado, pois parte significativa dos grãos atingiram dimensões submicrométricas, como pode ser visualizado na figura 5, alcançando um dos objetivos do trabalho.

Além da maior densificação, como consequência do significativo refino de grão, reduzindo o tamanho dos grãos do material para a escala submicrométrica/nanométrica, o processo de EAC, quando conduzido em 2 passes a 375°C, proporcionou elevada dureza, atingindo 264 HV aproximadamente. Esse valor é mais elevado do que os valores de dureza obtidos no material apenas compactado (81HV) e no laminado a 300°C (224 HV): tabela 4.

Além desses efeitos positivos alcançados, análises *in vitro* estão em curso para avaliação da biocompatibilidade do material estudado.

5 CONCLUSÕES

Os resultados de MEV indicaram uma alta eficiência do processo de EAC na consolidação do pó de titânio compactado, com redução significativa dos níveis de porosidade, que podem ser considerados como porosidade residual. Além disso, o processo proporcionou considerável refino de grão, atingindo parcialmente a escala submicrométrica.

Ambos os resultados, redução de porosidade e refino de grão, levaram a um considerável aumento de dureza, que permite prever melhor desempenho nas condições de solicitação mecânica para a aplicação em implantes cirúrgicos, principalmente no que diz respeito à resistência ao desgaste por corrosão sob atrito, o que pode favorecer a redução da geração de fragmentos metálicos que poderiam causar reações adversas no organismo humano.

Agradecimentos

Os autores agradecem à FAPERJ e ao CNPq pelo apoio financeiro e a Rafael de Abreu Vinhosa, Mauro de Melo Rodrigues, João Carlos V. da Silva, Fabio Henrique Silva e Agemar de Paula Filho pela participação nas atividades experimentais do trabalho.

REFERÊNCIAS

- 1 Azevedo CRF, Hippert JRE. Análise de falhas de implantes cirúrgicos no Brasil: a necessidade de uma regulamentação adequada. Cadernos de Saúde Pública Rio de Janeiro, 2002 set-out; 18 (5): 1347-1358.
- 2 Cavalcanti E, Coelho S. Implantes Ortopédicos Temporários de Aços Inoxidáveis. Revista Inox. 1997; Ano V (8): 6-8.

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.



- 3 Breme J. Titanium and titanium alloys, biomaterials of preference. *Mémoires et Études Scientifiques Revue de Métallurgie*, 1989 Octobre; 625-637.
- 4 Associação Brasileira de Normas Técnicas. NBR ISO 5832 partes: Implantes para cirurgia – Materiais metálicos. Parte 2: Titânio comercialmente puro. Rio de Janeiro, 2001. 3p. Parte 3: Ligas de titânio. Rio de Janeiro, 1997. 3p.
- 5 Associação Brasileira de Normas Técnicas. NBR ISO 15374: Implantes para cirurgia – Requisitos para a produção de forjados. Rio de Janeiro, 2000. 3p.
- 6 American Society for Testing and Materials. ASTM B 348: Standard Specification for Titanium Alloy Bars and Billets. EUA, 1993. 9p.
- 7 American Society for Testing and Materials. ASTM F 67: Standard Specifications for Unalloyed Titanium for Surgical Implant Applications. EUA, 1989. 6p.
- 8 American Society for Testing and Materials. ASTM F136: Standard Specification for Wrought Titanium-6 Aluminum – 4 Vanadium ELI (Extra Low Interstitial) Alloy for Surgical Implant Applications (UNS R56401). EUA, 2002. 5p.
- 9 Brooks, C.R. Heat Treatment, Structure and Properties of Nonferrous Alloys. EUA: American Society for Metals (ASM), 1982. Chapter 9, p.329-387.
- 10 Donachie Jr. MJ. Titanium: A Technical Guide ASM International. EUA: American Society for Metals (ASM), 1988. 469 p.
- 11 Khan MA, Williams RI, Williams DF. In-vitro corrosion and wear of titanium alloys in the biological environment. *Biomaterials*, 1996; 17 (22): 2117-2126.
- 12 Evans EJ. Cell damage in vitro following direct contact with fine particles of titanium, titanium alloy and cobalt-chrome-molybdenum alloy. *Biomaterials*, 1994; 15 (9): 713-717.
- 13 Stoliarov VV, Zhu YT, Lowe TC, Islamgaliev RK, Valiev RZ. Processing nanocrystalline Ti and its nanocomposites from micrometer-sized Ti powder using high pressure torsion. *Materials Science and Engineering: A*, 2000; 282: 78-85. DOI [http://dx.doi.org/10.1016/S0921-5093\(99\)00764-9](http://dx.doi.org/10.1016/S0921-5093(99)00764-9)
- 14 Wu X, Xia K. Synthesis of bulk materials by equal channel angular consolidation of particles. *Materials Science Forum*, 2006; 503-504: 233-238.
- 15 Barbosa C, Garcia de Blas J, Pereira LC, Oliveira MV, Abud IC, Balestra RM et al. Consolidação de pós de titânio em baixa temperatura por laminação. In: 68º Congresso Anual da ABM (Associação Brasileira de Metalurgia, Materiais e Mineração); 2013; Belo Horizonte. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia, Materiais e Mineração, 2013. p.3393-3401.
- 16 American Society for Testing and Materials. ASTM B311: Test Method for Density Determination for Powder Metallurgy (PM) Materials Containing Less Than Two Percent Porosity. EUA, 2002. 5p.
- 17 Iwahashi Y, Wang J, Horita Z. et al. Principle of equal-channel angular pressing for the processing of ultra-fine grained materials. *Scripta Materialia*, 1996; 35: 143-146.
- 18 Furukawa M, Iwahashi Y, Horita Z. et al. The shearing characteristics associated with equal-channel angular pressing. *Materials Science and Engineering*, 1998; A257: 328-332.
- 19 American Society for Testing and Materials. ASTM E 3: Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens. EUA, 2001. 13p.
- 20 American Society for Testing and Materials. ASTM E 407: Standard Practice for Microetching Metals and Alloys. EUA, 1999. 23p.
- 21 International Organization for Standardization. ISO 6507-1 Standard: Metallic materials - Vickers hardness test - Part 1: Test method. Genebra, 2005. 19p.
- 22 Schwartz AJ, Kumar M, Adams BL. *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*. New York: Kluwer Academic/Plenum Publishers, 2000. 339p.
- 23 Chen Y, Hjelen J, Roven HJ. Application of EBSD technique to ultrafine grained and nanostructured materials processed by severe plastic deformation: sample preparation,

* *Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.*



parameters optimization and analysis. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2012; 22:1801-1809.

- 24 Xu W, Wu X, Sadedin D, Xia K. Equal channel angular consolidation and deformation of titanium based alloys. Materials Forum, 2008; 32: 29-34.
- 25 Yapici GG, Karaman I, Luo ZP, Rack H. Microstructure and mechanical properties of severely deformed powder processed Ti-6Al-4V using equal channel angular extrusion. Scripta Materialia, 2003; 49:1021-1027.
- 26 Xia K. Consolidation of particles by severe plastic deformation: mechanism and applications in processing bulk ultrafine and nanostructured alloys and composites. Advanced Engineering Materials, 2010; 12: 724-729.
- 27 Nagasekhar AV, Tick-Hon Y, Ramakanth KS. Mechanics of single pass equal channel angular extrusion of powder in tubes. Applied Physics A, 2006; 85: 185-194.

* *Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.*