



UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DO SEMI-ÁRIDO
PRÓ-REITORIA DE GRADUAÇÃO
CENTRO DE ENGENHARIAS
BACHARELADO EM ENGENHARIA MECÂNICA

MARCOS PAULO SIMÕES BARBOSA

**CONTROLE DA TEMPERATURA DE TRANSFORMAÇÃO DE FASE EM UMA
LIGA NITI ATRAVÉS DO TRATAMENTO TÉRMICO DE BETATIZAÇÃO**

MOSSORÓ

2018

MARCOS PAULO SIMÕES BARBOSA

**CONTROLE DA TEMPERATURA DE TRANSFORMAÇÃO DE FASE EM UMA
LIGA NITI ATRAVÉS DO TRATAMENTO TÉRMICO DE BETATIZAÇÃO**

Monografia apresentada à Universidade Federal Rural do Semi-Árido como requisito para obtenção do título de Bacharel em Engenharia Mecânica.

Orientador: Zoroastro Torres Vilar, Prof. Dr.

MOSSORÓ

2018

© Todos os direitos estão reservados a Universidade Federal Rural do Semi-Árido. O conteúdo desta obra é de inteira responsabilidade do (a) autor (a), sendo o mesmo, passível de sanções administrativas ou penais, caso sejam infringidas as leis que regulamentam a Propriedade Intelectual, respectivamente, Patentes: Lei nº 9.279/1996 e Direitos Autorais: Lei nº 9.610/1998. O conteúdo desta obra tomar-se-á de domínio público após a data de defesa e homologação da sua respectiva ata. A mesma poderá servir de base literária para novas pesquisas, desde que a obra e seu (a) respectivo (a) autor (a) sejam devidamente citados e mencionados os seus créditos bibliográficos.

B238c Barbosa, Marcos Paulo Simoes.
 Controle da temperatura de transformação de
 fase em uma liga NiTi através do tratamento
 térmico de betatização / Marcos Paulo Simoes
 Barbosa. - 2018.
 53 f. : il.

 Orientador: Zoroastro Torres Vilar.
 Monografia (graduação) - Universidade Federal
 Rural do Semi-árido, Curso de Engenharia
 Mecânica, 2018.

 1. Liga NiTi. 2. Memória de forma. 3.
 Tratamento térmico. 4. Transformação de fase. 5.
 RET. I. Vilar, Zoroastro Torres, orient. II.
 Título.

O serviço de Geração Automática de Ficha Catalográfica para Trabalhos de Conclusão de Curso (TCC's) foi desenvolvido pelo Instituto de Ciências Matemáticas e de Computação da Universidade de São Paulo (USP) e gentilmente cedido para o Sistema de Bibliotecas da Universidade Federal Rural do Semi-Árido (SISBI-UFERSA), sendo customizado pela Superintendência de Tecnologia da Informação e Comunicação (SUTIC) sob orientação dos bibliotecários da instituição para ser adaptado às necessidades dos alunos dos Cursos de Graduação e Programas de Pós-Graduação da Universidade.

MARCOS PAULO SIMÕES BARBOSA

**CONTROLE DA TEMPERATURA DE TRANSFORMAÇÃO DE FASE EM UMA
LIGA NITI ATRAVÉS DO TRATAMENTO TÉRMICO DE BETATIZAÇÃO**

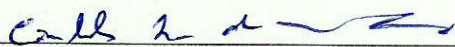
Monografia apresentada à Universidade
Federal Rural do Semi-Árido como requisito
para obtenção do título de Bacharel em
Engenharia Mecânica.

Defendida em: 18 / 04 / 2018.

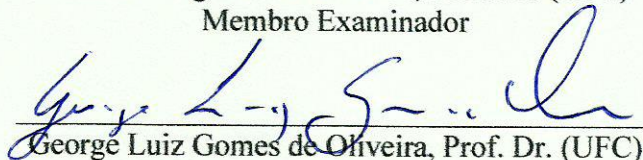
BANCA EXAMINADORA



Zoroastro Torres Vilar, Prof. Dr. (UFERSA)
Presidente



Cândido Jorge de Sousa Lobo, Prof. Dr. (UFC)
Membro Examinador



George Luiz Gomes de Oliveira, Prof. Dr. (UFC)
Membro Examinador

A Deus, primeiramente, por me dar forças para sempre buscar realizar meus sonhos e correr atrás de meus objetivos.

Aos meus pais, Geralda e Pedro, que não mediram esforços para que eu chegasse aqui, por todo zelo e carinho, pelo exemplo de vida e amor devotado. Espero poder retribuir tudo que fizeram e ainda fazem por mim.

Dedico, especialmente, à minha irmã Mylênia, que é a grande companheira de todas as jornadas, me apoia e me ajuda; e à pequenina Sofia, que está a caminho. Maninha, te amo infinitamente.

Ao meu tio Espedito, à minha madrinha, Ana, a todos os meus familiares e amigos.

A Cidinha, pela compreensão e apoio incondicional em todas as minhas decisões.

À minha grande amiga Mariana, que caminha ao meu lado desde o IF em 2008.

A Ítalo, meu irmão de coração.

Aos amigos com que a engenharia me presenteou, e que me acompanharam nesta jornada quase impossível, em especial a Larissa, Andressa, Aninha, Nelson e Francielle.

Aos amigos do intercâmbio em Lawrence/KS, especialmente Ikaro, João, Judá, Sayuri, Vitor, Michele, Stéphanie, Thaís, Rafael, Diego e Samequi, bem como ao meu *roommate* Erik, que se tornaram minha família longe de casa e, que mesmo longe, estão presentes em cada passo.

A todos que, direta ou indiretamente, me ajudaram e torceram por esse desfecho.

AGRADECIMENTOS

Agradeço à Universidade Federal Rural do Semi-Árido, pela estrutura e ensino oferecidos durante este período.

Aos professores do curso de Engenharia Mecânica e BCT por todo o conhecimento repassado e pela confiança.

Em especial, agradeço ao Prof. Zoroastro por toda orientação durante a realização deste trabalho.

À banca examinadora, pela disposição, pelas observações e pelas contribuições dadas ao trabalho.

Ao técnico dos laboratórios de engenharia, Fabrício, e meus colegas William Lopes e Rodrigo Saldanha, pela ajuda na realização dos experimentos necessários a este trabalho.

E mais uma vez, a CAPES pelo programa Ciência Sem Fronteiras, maior experiência da minha vida, e a The University of Kansas.

“It is hard to fail, but it is worse never to have tried to succeed”.

Theodore Roosevelt

RESUMO

A utilização de ligas de memória de forma, destacando-se a liga NiTi, tem sido cada vez mais frequente, abrangendo diversos campos de aplicação nas mais diversas áreas, destacando-se a ortodontia e a indústria, na utilização em inúmeros tipos de sensores. Diante disso, os estudos deste tipo de material, de forma a aprimorar suas propriedades, têm ganhado notoriedade na engenharia. No que diz respeito às ligas NiTi com efeito memória de forma, um parâmetro de extrema importância é a temperatura de transformação de fase. Cabe ressaltar que esse dado, fornecido pelo fabricante, tem apresentado incoerências com os valores reais, causando problemas na utilização do material, visto que pode sofrer grandes alterações para pequenas variações de composição e/ou presença de elementos de liga. Com base nisso, o objetivo deste trabalho é estudar e avaliar o efeito do tratamento térmico de betatização em uma liga NiTi comercial, buscando a modificação das temperaturas de transformação de fase, de forma a flexibilizar seu uso e adaptá-la à temperatura de trabalho de determinada aplicação. Para tal, foi realizado um levantamento bibliográfico sobre as aplicações das ligas de NiTi comerciais, bem como suas propriedades e características; e sobre o tratamento térmico de betatização, principalmente os parâmetros e equipamentos utilizados. A liga foi, então, tratada termicamente nas temperaturas de 350, 400 e 450°C com tempos de permanência de 30, 60 e 120 minutos para cada temperatura. Após o tratamento térmico, foi realizada a caracterização da liga NiTi comercial por meio do ensaio de resistência elétrica em função da temperatura para verificar a temperatura de transformação de fase do material, seguida da caracterização mecânica por meio de ensaios de tração, para verificar como a variação da temperatura de transformação afetou as propriedades mecânicas e elásticas da liga. Como resultado, observou-se que o tratamento térmico de betatização é eficaz para modificar a temperatura de transformação de fase de uma liga NiTi com memória de forma; e as maiores variações de temperatura de transformação foram obtidas nos tratamentos pelos tempos de 60 e 120 minutos para a temperatura de 350°C, obtendo-se uma boa combinação de propriedades mecânicas e elásticas.

Palavras-chave: Liga NiTi. Memória de Forma. Tratamento Térmico. Transformação de Fase. RET.

ABSTRACT

The use of shape memory alloys, especially the NiTi alloy, has been increasingly frequent, covering a wide range of applications in a wide range of fields, including orthodontics and industry, for use in many types of sensors. Therefore, the studies of this type of material, in order to improve its properties, have gained notoriety in engineering. Concerning NiTi alloys with shape memory effect, one parameter of extreme importance is the phase transformation temperature. It should be noted that this data, provided by the manufacturer, has presented inconsistencies with the actual values, causing problems in the use of the material, since it can change significantly as a consequence of small variations of composition and/or presence of alloying elements. Based on this, the objective of this work is to study and evaluate the effect of the heat treatment of betatization in a commercial NiTi alloy, seeking the modification of the phase transformation temperatures, in order to increase its range of use and to adapt it to the working temperature of specific applications. For this, a bibliographic research was carried out on the commercial applications of NiTi alloys, as well as their properties and characteristics; and on the thermal treatment of betatization, mainly the parameters and equipment used. The alloy was then thermally treated at temperatures of 350, 400 and 450°C with times of 30, 60 and 120 minutes for each temperature. After the heat treatment, the commercial NiTi alloy was characterized by the electrical resistance test as a function of temperature to verify the phase transformation temperature of the material, followed by the mechanical characterization by means of tensile tests, to check how the variation of the transformation temperature affects the mechanical and elastic properties of the alloy. As a result, it has been observed that the heat treatment of betatization is effective to modify the phase transformation temperature of an NiTi alloy with shape memory; and the highest temperature changes were obtained in the treatments for 60 and 120 minutes at 350 ° C, obtaining a good combination of mechanical and elastic properties.

Keywords: NiTi Alloy. Shape Memory. Heat treatment. Phase Transformation. RET.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: (a) Corpo deformado elasticamente; (b) corpo deformado plasticamente; e (c) efeito memória de forma (EMF).	14
Figura 2: Efeito de memória de forma “one way”.	15
Figura 3: Efeito de memória de forma “two way”.	16
Figura 4: Vacuum Induction Melting.	18
Figura 5: Vacuum Arc Remelting.	19
Figura 6: Estrutura atômica (a) austenita e (b) martensita.	20
Figura 7: Transformação de fase em uma liga memória de forma.	22
Figura 8: Curva tensão x deformação de uma liga NiTi a 70°C.	23
Figura 9: Diagrama de fases de uma liga NiTi	24
Figura 10: Diagrama de fases de uma liga NiTi equiatômica.	25
Figura 11: DSC de uma liga NiTi	27
Figura 12: Resistividade do material em função da temperatura.	28
Figura 13: Fio Nitinol 1 mm.	32
Figura 14: Fios NiTi após Tratamento Térmico.	34
Figura 15: Forno de mufla utilizado no tratamento.	34
Figura 16: Módulo de Aquisição de Dados 34970A.	35
Figura 17: Aparato utilizado para RET.	36
Figura 18: Máquina Universal de Ensaio DL 10000 EMIC.	36
Figura 19: Diagrama tensão-deformação típico para NiTi.	37
Figura 20: Gráfico RET da amostra sem tratamento térmico.	38
Figura 21: Gráficos RET das amostras com tratamento térmico de 350°C.	39
Figura 22: Gráficos RET das amostras com tratamento térmico 400°C.	40
Figura 23: Gráficos RET das amostras com tratamento térmico de 450°C.	41
Figura 24: Método das tangentes no RET da amostra A3T3.	42
Figura 25: Temperatura final de austenitização (A_f) em função do tempo de tratamento.	44
Figura 26: Gráfico tensão x deformação liga sem tratamento.	45
Figura 27: Gráfico tensão x deformação para os fios com tratamento térmico nas temperaturas de (a) 350°C; (b) 400°C e (c) 450°C.	46
Figura 28: Gráfico taxa de deformação x tempo de tratamento térmico	48
Figura 29: Gráfico tensão de ruptura x tempo de tratamento térmico.	48
Figura 30: Gráfico UPS x tempo de tratamento térmico.	49
Figura 31: Gráfico tensão x deformação dos fios de nitinol.	50

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Condições dos tratamentos térmicos.	33
Tabela 2: Temperaturas de transformação obtidas no RET.	43
Tabela 3: Propriedades mecânicas das amostras.	47

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	11
1.1. Objetivos do Trabalho	13
1.1.1. Objetivo Geral	13
1.1.2. Objetivos Específicos	13
2. REFERENCIAL TEÓRICO	14
2.1. Ligas de Memória de Forma	14
2.1.1. Efeito Memória de Forma.....	15
2.1.2. Ligas NiTi.....	16
2.1.3. Histórico	17
2.1.4. Processo de Fabricação	17
2.1.5. Estrutura Atômica e Transformações de Fase	20
2.1.6. Diagramas de Fases	24
2.2. Técnicas de Caracterização de Ligas com Memória de Forma	26
2.2.1. DSC.....	26
2.2.2. Resistência Elétrica.....	27
2.2.3. DMA	28
2.3. Aplicações	29
2.4. Influência do Tratamento Térmico de Betatização em Ligas NiTi	30
3. MATERIAIS E MÉTODOS	32
3.1. Material Utilizado	32
3.2. Tratamento Térmico	32
3.3. Ensaio de Resistência Elétrica	34
3.4. Ensaio de Tração	36
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES	38
4.1. Ensaio de Resistência Elétrica (RET)	38
4.2. Ensaio de Tração	45
5. CONCLUSÃO.....	51
REFERÊNCIAS.....	52

1. INTRODUÇÃO

As ligas de níquel-titânio, NiTi, são um composto intermetálico equiatômico, ou seja, apresentam proporção de átomos de níquel e titânio de 1:1, que sofrem transformações de fase no estado sólido quando submetidas a tensões e/ou variações de temperatura (WIGGERS, 2011, p. 1) Também conhecidas como Nitinol, estas ligas apresentam o efeito de memória de forma, que se refere à capacidade de recuperação de uma forma pré-fixada quando ultrapassam determinado limite de temperatura, associada a uma transformação de fase. Esse efeito pode ser encontrado em inúmeras ligas, porém são poucas as encontradas no mercado.

A maioria das ligas com efeito de memória de forma apresentam apenas uma recuperação parcial de sua forma quando aquecidas. Além disso, apresentam em sua composição metais preciosos, como ouro, ou metais de transição, sendo, geralmente, um à esquerda e outro à direita do cromo na tabela periódica (REIS, 2001, p. 24). A utilização de metais preciosos encarece a fabricação destas ligas.

Diante disso, a disponibilização de ligas de memória de forma no mercado está condicionada ao seu desempenho na recuperação de deformações e restituição da forma. Aquelas que possuem a capacidade de recuperar grande quantidade de deformação e/ou gerar uma força significativa de restituição durante a mudança de forma despertam maior interesse comercial (DUCOS, 2006, p. 14). As ligas NiTi se destacam nesse meio devido às suas propriedades de resistência à corrosão, resistência à fadiga, ductilidade, alta capacidade de recuperação e biocompatibilidade, sendo as mais utilizadas (WIGGERS, 2011, p. 1).

As aplicações das ligas NiTi são amplas e abrangem inúmeras áreas, como a médica, destacando-se as subáreas de próteses e ortodontia, industrial, aeroespacial e automotiva, por exemplo (DUCOS, 2006; VECHIETTE, 2012). Pode-se citar ainda sua utilização como material à prova de bala ou na construção civil para amortecimento de construções sujeitas a abalos sísmicos, devido à sua alta capacidade de amortecimento gerada pelo atrito interno da liga (WIGGERS, 2011, p. 34).

As fases presentes nas ligas de memória de forma são a austenita e a martensita. Em temperaturas mais baixas, geralmente a liga se encontra na fase martensítica e, quando aquecida, passa pela transformação para a fase austenítica e recupera as deformações residuais que, por ventura, tenham ocorrido (WIGGERS, 2011, p. 28). Destaca-se que a capacidade de

amortecimento de uma liga NiTi está diretamente relacionada ao volume de martensita existente no material, de forma que uma liga com 100% de martensita apresenta grande estabilidade (WIGGERS, 2011, p. 34).

O efeito memória de forma, presente nessas ligas NiTi, desde a sua descoberta intriga metalurgistas, que buscam métodos para controle da transformação de fases e, conseqüentemente, das propriedades mecânicas, seja através da adição de elementos de liga ou pelo melhoramento das técnicas de fabricação e processamento térmico do material. (PELTON; DICELLO; MIYAZAKI, 2000, p. 107 apud WIGGERS, 2011, p. 1). Além disso, é notável a importância científica dos tratamentos térmicos para modificar estrutura e propriedades desta liga (PESSANHA, 2012, p. 5) de forma a ampliar ainda mais o seu campo de utilização.

Diante do exposto, e considerando a importância da temperatura de transformação de fase austenítica e martensítica para o efeito memória de forma e para a aplicação das ligas NiTi, este trabalho justifica-se pela necessidade de um estudo detalhado desta propriedade de forma a encontrar um método que possa modificar a temperatura de transformação da liga metálica. Com isso, será possível impedir problemas durante sua utilização, sejam eles operacionais ou financeiros – compra da liga com a temperatura de transformação de fase diferente da especificada – bem como flexibilizar o uso da liga, permitindo que seja adaptada de acordo com sua aplicação.

Desta forma, leva-se em consideração, além da importância científica de tal material, a importância econômica e tecnológica, pautadas, respectivamente, na extensa aplicação da liga fator (que demanda sua otimização e adaptação de propriedades) e na sua utilização em atuadores e outros diversos equipamentos, o que exige aumento da vida útil da liga (PESSANHA, 2012, p. 5).

1.1. Objetivos do Trabalho

1.1.1. Objetivo Geral

Estudar e avaliar o efeito do tratamento térmico de betatização em uma liga NiTi comercial, buscando a modificação das temperaturas de transformação de fase austenítica e martensítica, responsáveis pelo efeito de memória de forma nestas ligas, de forma a flexibilizar seu uso, tornando possível sua adaptação a qualquer aplicação.

1.1.2. Objetivos Específicos

- Aplicar tratamento térmico de betatização em um fio de liga NiTi com efeito de memória de forma variando tempo e temperatura do processo;
- Caracterizar as temperaturas de transformação de fase das amostras de NiTi submetidas ao tratamento térmico, bem como uma amostra sem tratamento, usando a técnica de Resistência elétrica em função da temperatura;
- Caracterizar as propriedades mecânicas das amostras de NiTi submetidas ao tratamento de térmico, bem como uma amostra sem tratamento, usando ensaios de tração.

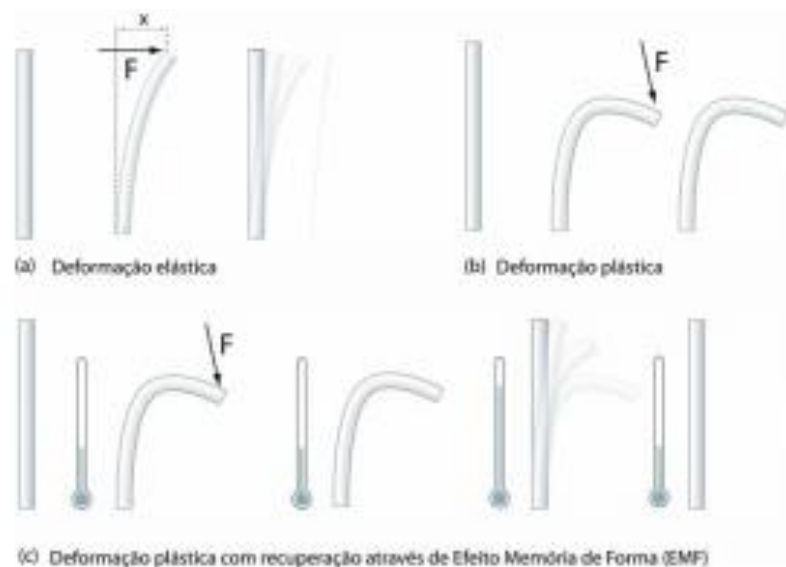
2. REFERENCIAL TEÓRICO

2.1. Ligas de Memória de Forma

Ligas de memória de forma são ligas metálicas que apresentam comportamento característico de recuperação de deformações plásticas quando aquecidas acima de determinada temperatura. Este efeito é causado por transformações de fase do tipo autênica-martensítica que ocorrem no material.

A Figura 1 mostra o comportamento de um material com o efeito memória de forma. Em (a), observa-se que um material, ao sofrer uma deformação elástica, retorna rapidamente à sua forma após a retirada da força; em (b), a deformação ultrapassa o limite elástico do material e se mantém, ou seja, é permanente; em (c), a barra deformada dentro do limite plástico, abaixo de certa temperatura, recupera sua forma original após seu aquecimento, comportamento típico de um material com efeito de memória de forma (REIS, 2001, p. 23).

Figura 1: (a) Corpo deformado elasticamente; (b) corpo deformado plasticamente; e (c) efeito memória de forma (EMF).



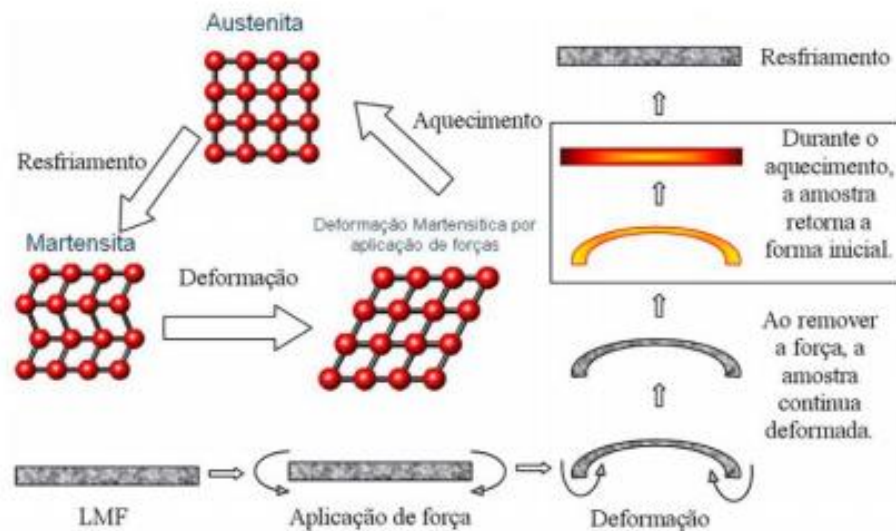
Fonte: Reis (2001).

2.1.1. Efeito Memória de Forma

O efeito de memória de forma (EMF) presente nas ligas ocorre devido à propriedade de superelasticidade presente nestes materiais. Superelasticidade é a capacidade de o material retornar à sua forma inicial, recuperando grandes deformações, após o descarregamento de tensões aplicadas (CIVJAN; HUGET; DeSIMON, 1975, p. 89 apud WIGGERS, 2011, p. 26).

Quando um material sofre deformações severas na fase martensítica, dentro da zona plástica, a baixas temperaturas, essas deformações permanecerão até que estes materiais sejam aquecidos acima da temperatura de transformação austenítica, o que possibilitará seu retorno à forma original (WAYMAN; DUEBIG, 1990, p. 3 apud WIGGERS, 2011, p. 28).

Figura 2: Efeito de memória de forma “one way”.

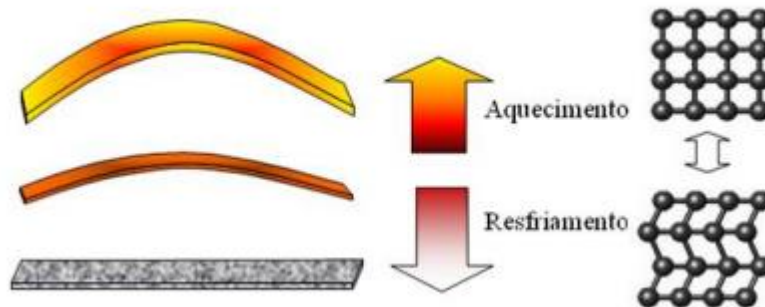


Fonte: Reis (2006) apud Villar (2013).

O EMF pode ser classificado em unidirecional (one way) ou bidirecional (two way) baseando-se no comportamento mecânico do material frente a um ciclo térmico. A memória de forma unidirecional, mais comum entre os materiais, caracteriza-se pela recuperação do material uma única vez quando submetido a alta temperatura, de tal forma que, quando resfriados novamente, estes não voltam ao estado deformado. Em outras palavras, o processo é

irreversível e só inicia um novo ciclo quando o material é deformado novamente no estado martensítico, e passa por novo aquecimento acima da linha de transformação austenítica final (A_f). O efeito bidirecional, por sua vez, é reversível, permitindo, então, a transformação austenita $\rightarrow$ martensita durante o resfriamento e a transformação inversa durante o aquecimento do material (SASHIHARA, 2007, p. 7). As Figuras 2 e 3 permitem a visualização do EMF unidirecional e bidirecional, respectivamente.

Figura 3: Efeito de memória de forma “two way”.



Fonte: Reis (2006) apud Villar (2013).

2.1.2. Ligas NiTi

As ligas NiTi, também conhecidas com Nitinol, são compostas por átomos de níquel e titânio numa proporção de 1:1. Quanto ao efeito memória de forma, estas ligas apresentam o melhor desempenho, com percentual de recuperação de aproximadamente 8% e temperaturas de transformação que variam entre -50°C e 110°C . Destaca-se que em havendo ligas equiatômicas NiTi enriquecidas com titânio, sob temperatura ambiente, elas se apresentam na fase martensítica e possuem o EMF. As ligas enriquecidas com níquel, por sua vez, são austeníticas e possuem o efeito pseudo-elástico (STOECKEL, 1989 and OUTSUKA; REN, 2005 apud SASHIHARA, 2007, p. 11).

Considerando as aplicações das ligas NiTi, elas podem apresentar três diferentes formas: NiTi martensítico, que apresenta alta ductilidade, NiTi superelástico, que possui martensita

induzida por tensão, e como a própria denominação já adianta, possui alta elasticidade, similar à borracha; e o NiTi austenítico, que é rígido (VILLARINHO et al, 2010, p. 3).

2.1.3. Histórico

Os estudos sobre as composições equiatômicas das ligas níquel-titânio datam de meados do século XX. Em 1959, o metalurgista William J. Buehler nomeou este tipo de material de Nitinol (KAUFFMAN; MAYO, 1996, p. 4 apud WIGGERS, 2011, p. 6).

Na década de 60, durante uma reunião, um grupo de cientistas passou uma tira de Nitinol entre os participantes, que, por sua vez, flexionaram o material, aplicando severas deformações. A descoberta do EMF deu-se, então, quando um dos diretores técnicos aplicou calor na tira com o uso de um isqueiro e ela voltou à sua forma inicial (KAUFFMAN; MAYO, 1996, p. 4 apud WIGGERS, 2011, p. 6).

Contudo, o uso comercial deste material ainda demorou devido a problemas relacionados às técnicas de processamento, bem como aos custos associados. Com isso, o primeiro produto utilizando uma liga NiTi com efeito de memória de forma só foi produzido em 1969. Esse produto, um acoplador de tubulações, foi utilizado para acoplar linhas de fluido hidráulico de um caça F-14. Mesmo assim, só a partir do final dos anos 70 e início dos anos 80 que a utilização comercial destas ligas deslanchou, destacando-se a aplicação na área médica e roupas íntimas (KAUFFMAN; MAYO, 1996, p. 4 apud WIGGERS, 2011, p. 6).

2.1.4. Processo de Fabricação

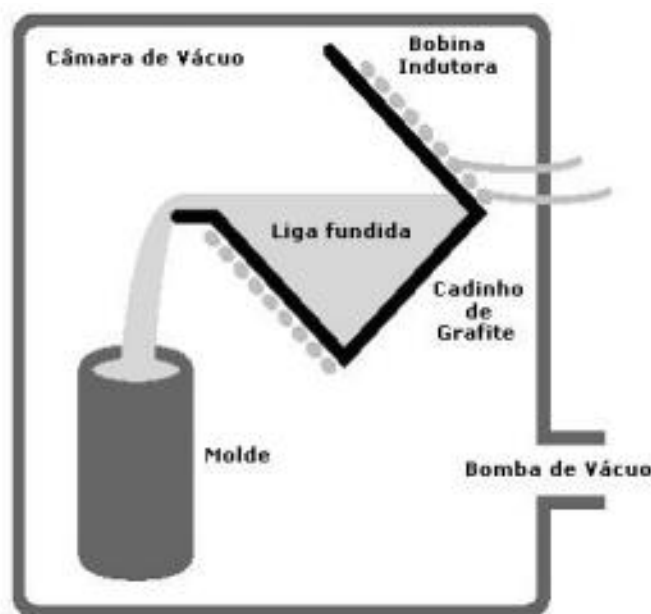
Quando se fala das ligas Nitinol, a composição do material é uma das considerações mais importantes e com grande influência da temperatura de transformação de fase. A presença de contaminantes, então, terá grande impacto na quantidade de fases presentes e pode até inviabilizar o uso do material. Diante do exposto, a fusão do material para produção da liga

deve ser realizada no vácuo e com atmosfera inerte, a fim de evitar a contaminação do titânio, material conhecido por ser extremamente reativo (WIGGERS, 2011, p. 39).

Dois processos são mais comuns na fabricação de Ligas NiTi: Vacuum Induction Melting (VIM) e Vacuum Arc Remelting (VAR) (RUSSEL, 2001, p. 3 apud WIGGERS, 2011, p. 40).

No Vacuum Induction Melting (Figura 4), os elementos constituintes da liga são adicionados a um cadinho condutor de eletricidade, geralmente de grafite, que, por sua vez, é colocado em uma câmara de vácuo com aquecimento por indução elétrica. A indução é utilizada por garantir a homogeneidade do material. Neste processo, a fusão pode ser utilizada para fabricar desde lingotes com massas em gramas até toneladas. A desvantagem deste método é a contaminação do material fundido com carbono presente na composição do cadinho. Porém, essa contaminação é aceitável até certos níveis (RUSSEL, 2001, p. 6 apud WIGGERS, 2011, p. 40).

Figura 4: Vacuum Induction Melting.

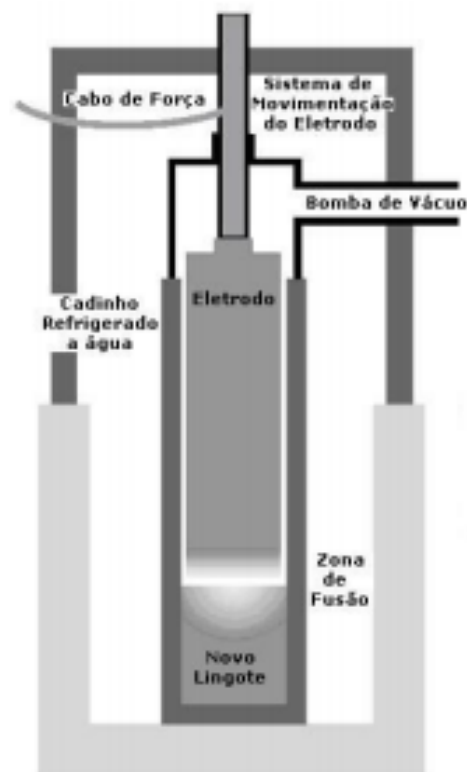


Fonte: Russel (2001) apud Wiggers (2011).

No processo de Vacuum Arc Remelting (Figura 5), a matéria prima das ligas é, primeiramente, compactada em um molde, com uma pré-forma e será utilizada como um

eletrodo consumível. A fusão do eletrodo é, então, alcançada pela abertura de um arco elétrico. Neste processo, o cadinho é de cobre, o que torna a contaminação do material fundido mais difícil. O problema, neste caso, é a homogeneidade da liga, uma vez que não há mistura completa do material. Para amenizar este efeito, a fundição pode ser repetida várias vezes, o que aumentará o grau de mistura, além do tempo e custo do processo (RUSSEL, 2001, p. 6 apud WIGGERS, 2011, p. 40).

Figura 5: Vacuum Arc Remelting.



Fonte: Russel (2001) apud Wiggers (2011).

Passado o processo de fundição e obtido o lingote, a microestrutura da liga passa por processos de conformação mecânica a quente para refinar a microestrutura e obter as propriedades desejadas para o material (RUSSEL, 2001, p. 6 apud WIGGERS, 2011, p. 44).

Essa conformação é necessária porque após a fundição a liga não apresenta as propriedades de memória de forma, superelasticidade e resistência à fadiga, necessárias à sua aplicação. Para tal, podem ser utilizadas técnicas de forjamento por pressão, forjamento rotacional, extrusão, laminação e estampagem. É muito comum que a maioria dos produtos

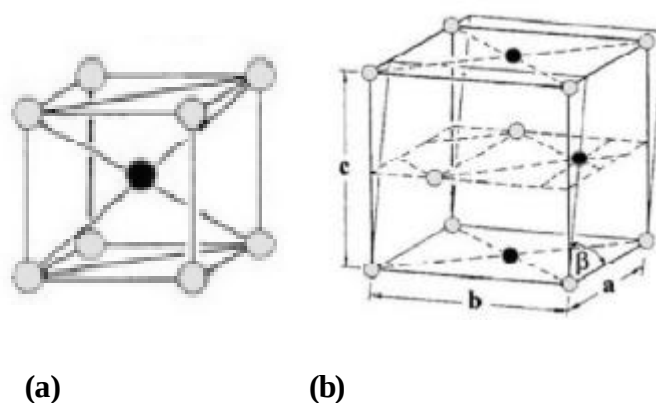
passa por mais de uma etapa de conformação a quente intercaladas por etapas de conformação a frio e tratamentos de recozimento para garantir a obtenção das propriedades desejadas. Destaca-se que o recozimento, neste caso, é realizado de forma a não causar grande redução da tensão de escoamento alcançada pelo material durante a conformação a frio, mantendo sua resistência (RUSSEL, 2001, p. 6 apud WIGGERS, 2011, p. 44).

As contaminações da liga por carbono, como pode ocorrer no VIM, e/ou oxigênio são as mais prejudiciais e são consideradas os piores problemas na produção das ligas NiTi. O oxigênio e o carbono atuam tornando o material mais frágil e reduzem suas temperaturas de transformação martensítica (VECHIETTI, 2012, p. 13).

2.1.5. Estrutura Atômica e Transformações de Fase

As ligas de memória de forma de nitinol, como visto anteriormente, passam por processos de transformação de fases no estado sólido. De acordo com a temperatura, a liga alterna entre as fases austenita com estrutura cúbica simples (B2), também chamada de fase Beta (β), e martensita, com estrutura monoclinica (B19'), apresentadas na Figura 6. Em temperaturas mais altas, a fase predominante é a austenita, sendo a martensita a fase presente nas temperaturas baixas (WIGGERS, 2011, p. 9).

Figura 6: Estrutura atômica (a) austenita e (b) martensita.



Fonte: Tang et al. (1999) apud Wiggers (2011).

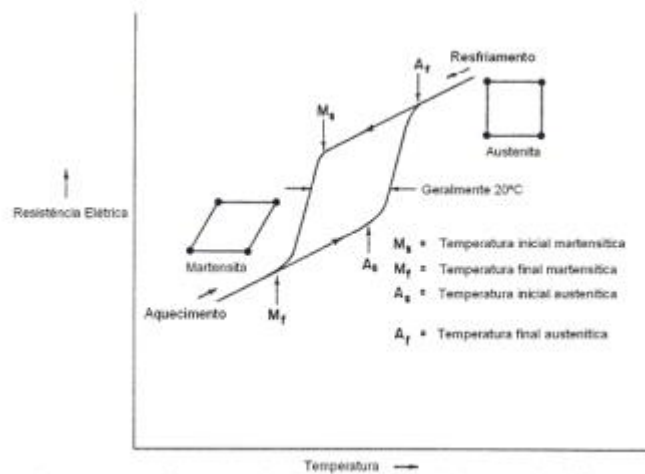
As transformações de fase no estado sólido, como acontecem nas ligas de memória de forma, ocorrem de duas formas: difusional e adifusional. A transformação difusional é caracterizada pelo movimento atômico aleatório a longas distâncias devido ao fato de a nova fase possuir a composição diferente da matriz. Em outras palavras, ocorre uma migração de átomos em função do tempo e temperatura. Quanto ao segundo tipo de transformação, adifusional, não há migração de átomos e muito menos dependência do processo quanto ao tempo, de forma que os átomos se rearranjam cooperativamente de modo a formar uma estrutura cristalina mais estável (WAYMAN; DUERIG, 1990, p. 3 apud PESSANHA, 2012, p. 6). A transformação martensítica é difusional, causada por um mecanismo de cisalhamento dentro da célula cristalina (WIGGERS, 2011, p. 9).

Em se tratando das ligas Nitinol, as transformações de fases podem ocorrer em duas ou três etapas. Em duas etapas, ocorre a transformação direta da estrutura B2, cúbica, para B19', monoclinica. No processo de três etapas, há uma estrutura intermediária, trigonal (R), de forma que a transformação é: B2 $\rightarrow$ R $\rightarrow$ B19'. O modo como esta transformação ocorre é ditado pela estrutura da fase austenítica, pelo teor de níquel, pelos tratamentos de envelhecimento ou termomecânicos e pela adição de elementos de liga, de forma que regiões diferentes podem apresentar transformações diferentes em etapas distintas. Sabe-se que, geralmente, ligas totalmente recozidas passam pela transformação direta, e essas mesmas ligas sendo cicladas termicamente ou tratadas termomecanicamente apresentarão três etapas de transformação (SASHIHARA, 2007, p. 15).

As propriedades da martensita e austenita são bastante diferentes, e durante a transformação elas vão mudando gradualmente. Na Figura 7, é possível observar o ciclo de transformação de uma liga de memória de forma. Ao analisar a figura, são indicadas quatro diferentes temperaturas, Ms, Mf, As e Af, indicando o início e término das transformações martensíticas e austeníticas, respectivamente. Se a tensão for considerada nula e iniciar-se um aumento da temperatura, a martensita, metaestável, começa a se transformar em austenita quando atinge $T = As$. No intervalo As – Af, as fases coexistem, e acima de Af só a austenita está presente. No resfriamento, o material segue o caminho inverso; ao atingir Ms, começa a se transformar em martensita, atingindo a compleição em Mf. Destaca-se que há uma histerese associada a este processo em ambos os sentidos (HOLTZ; SADANANDA; IMAN, 1999, p. 137 apud WIGGERS, 2011, p. 16).

Quando a transformação ocorre devido à aplicação de tensão, a deformação da liga se dá em quatro etapas, como mostrado na Figura 8, sendo a primeira etapa a deformação elástica inicial, seguida do patamar de tensão decorrente do rearranjo da orientação da martensita, o que gera uma deformação heterogênea. A terceira etapa é a deformação homogênea que ocorre pela tensão induzida na austenita residual e pela demacção da martensita para obter ao final uma fase martensítica orientada. Por fim, ocorre a deformação plástica homogênea não linear (SASHIHARA, 2007, p. 18).

Figura 7: Transformação de fase em uma liga memória de forma.



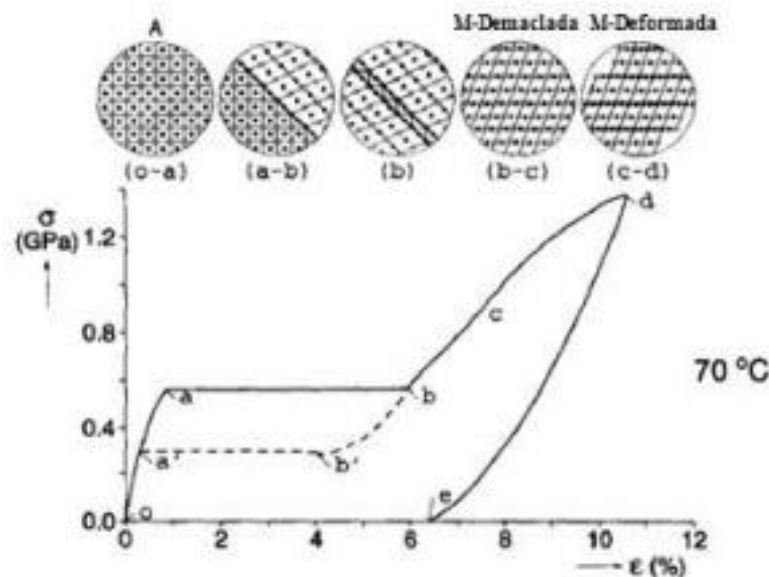
Fonte: Wayman; Duerig (1990) apud Wiggers (2011).

Na Figura 8, tanto na parte gráfica quanto na representação das microestruturas, observa-se que entre os pontos o-a existe uma tensão aplicada ao material provocando distorções de natureza elástica na rede cristalina até atingir determinado valor, a partir do qual, a fase se torna instável e inicia-se o processo de nucleação da martensita induzida por tensão. Entre os pontos a-b, sob tensão constante, em condições controladas de deslocamento, há uma expansão da martensita sobre todo o material. Nesta parte da transformação, as duas fases coexistem e as deformações são heterogêneas, de maneira que a deformação representada no gráfico é apenas um valor médio (SHAW; KYRIAKIDES, 1995, p. 1246 apud WIGGERS, 2011, p. 11).

Acima do ponto b, até o ponto d, na Figura 8, o aumento da deformação requer aumento da tensão. A deformação, neste caso, é causada inicialmente pela distorção elástica no

reticulado da estrutura cristalina da martensita, acompanhado pela transformação da austenita remanescente. No ponto c, onde a deformação atinge valores aproximados de 7,5%, a estrutura martensítica inicia o processo de escorregamento e, conseqüentemente, provoca a deformação permanente do material. Ao atingir o ponto d, ocorre o descarregamento da tensão até o ponto e. Observou-se retorno da fase martensítica para a austenítica, restando, contudo, uma deformação residual um pouco maior que 6% (SHAW; KYRIAKIDES, 1995, p.1246 apud WIGGERS, 2011, p. 12).

Figura 8: Curva tensão x deformação de uma liga NiTi a 70°C.



Fonte: Shaw; Kyriakides (1995) apud Wiggers (2011).

Se ao chegar ao ponto b, houver o descarregamento da tensão, ocorre a liberação de energia elástica acumulada na martensita. Neste caso, se a tensão reduz até o nível de b', ocorre instabilidade da martensita e o material inicia um processo de redução reversa. No intervalo b'-a', sendo o carregamento controlado, as fases coexistem e observa-se novo patamar de tensão. Em a', o material retorna à fase inicial, seguindo o mesmo caminho do carregamento anterior (SHAW; KYRIAKIDES, 1995, p. 1246 apud WIGGERS, 2011, p. 12).

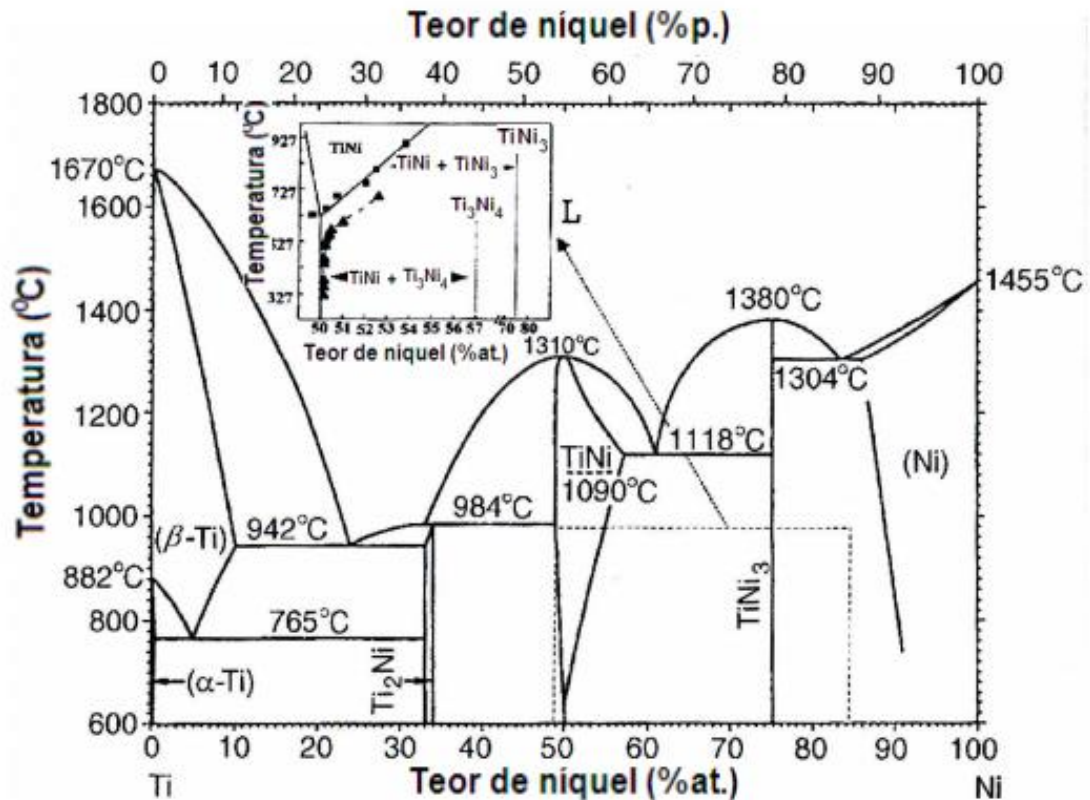
Numa variante do fenômeno apresentado na Figura 6, a martensita pode ser formada a partir do resfriamento do material, apresentando reticulados cristalinos com baixo grau de simetria, como na estrutura monoclínica. Isso acontece porque a martensita resultante é

composta por diversas variantes da mesma fase em uma mistura aleatória (SHAW; KYRIAKIDES, 1995, p. 1248 apud WIGGERS, 2011, p. 13).

O fenômeno responsável por essas diversas variantes presentes na martensita derivada da variação de temperatura é a maclação, a qual, com o objetivo de preservar as dimensões do material durante a transformação de fase, proporciona um caminho para acomodar as alterações que ocorrem no reticulado cristalino. Os contornos de macla são caracterizados por apresentar baixa energia e boa mobilidade quando sob tensão, de forma que a movimentação desses contornos como consequência da aplicação de tensão é chamada de demaclação e gera mudanças de orientação das variantes (SHAW; KYRIAKIDES, 1995, p. 1248 apud WIGGERS, 2011, p. 13).

2.1.6. Diagramas de Fases

Figura 9: Diagrama de fases de uma liga NiTi



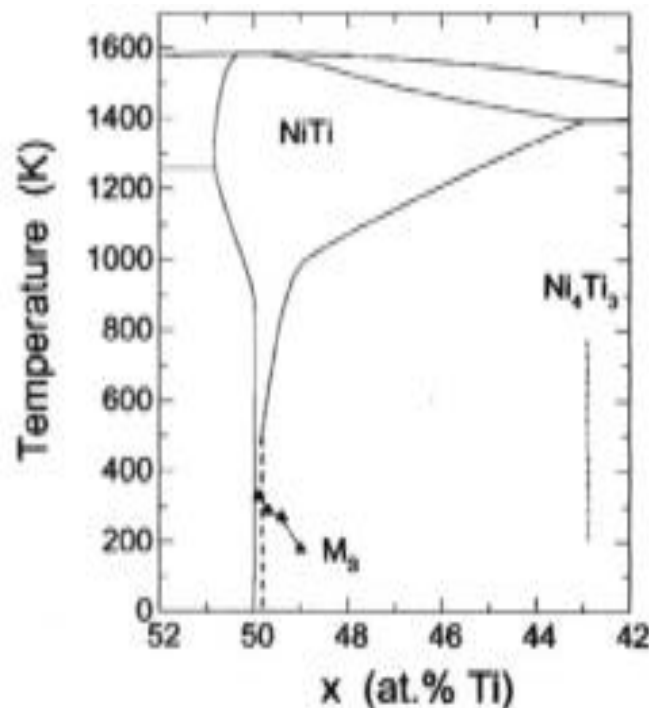
Fonte: Otsouka; Kakeshita (2002) apud Sashihara (2007).

Na Figura 9, é apresentado o diagrama de fases de uma liga NiTi, mostrando as fases presentes na liga para temperaturas acima de 630° C, uma vez que somente a partir desta temperatura o composto apresenta estabilidade. E quando se trata de ligas equiatômicas, abaixo de 650° a faixa é estreita (WIGGERS, 2011, p. 49). Diante disso, em muitas aplicações tecnológicas atuais, a liga é utilizada em fase metaestável, fora da faixa de equilíbrio (PESSANHA, 2012, p. 12).

Essa região triangular onde a liga se apresenta equiatômica possui estrutura CCC para temperaturas superiores a 1090°C e cúbica ordenada em temperaturas inferiores. Observa-se, porém, que essa transformação ficará reduzida ao intervalo que varia de 50 (%at) a 50,5 (%at) de níquel (SASHIHARA, 2007, p. 13).

Para maior compreensão do comportamento da liga NiTi, Godoi (2015) apresenta um diagrama de fase (Figura 10) para temperaturas abaixo de 630°C com ênfase nas ligas equiatômicas.

Figura 10: Diagrama de fases de uma liga NiTi equiatômica.



Fonte: Campista (2005) apud Godoi (2015).

2.2. Técnicas de Caracterização de Ligas com Memória de Forma

2.2.1. DSC

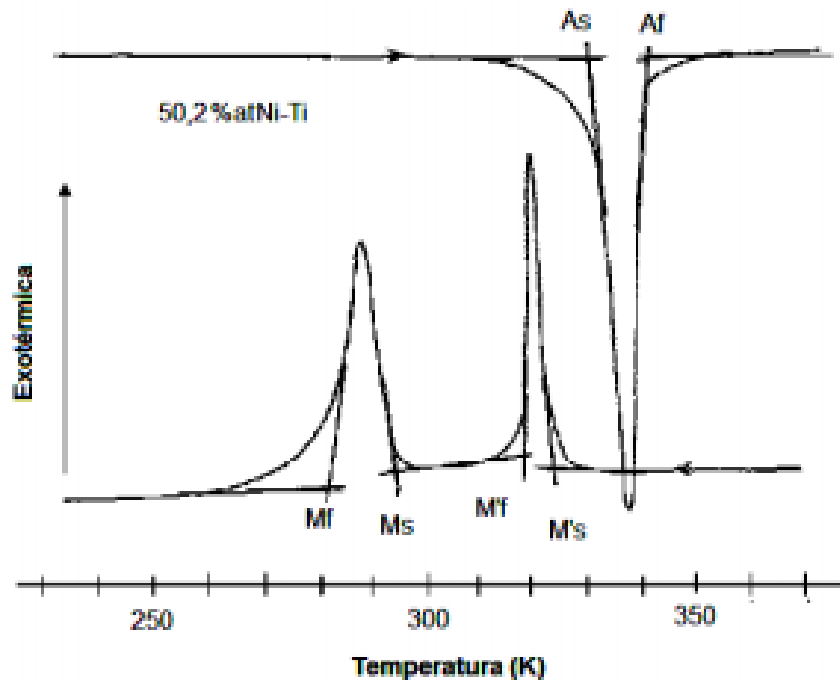
O conhecimento das temperaturas críticas de transformação das ligas de memória de forma é essencial para permitir sua utilização. Com isso, uma técnica que pode ser utilizada para determinar estas temperaturas em ligas NiTi é a Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC). Neste tipo de análise, é medida a quantidade de calor que o material emite ou absorve durante a mudança de fase comparado com uma amostra de comportamento conhecido. Durante o resfriamento, a martensita se forma emitindo calor, ou seja, apresenta uma variação negativa de entalpia gerada por uma reação exotérmica. Este comportamento é observado no diagrama mediante a presença de um pico cujo sentido depende do convencionalizado. Durante o aquecimento, ocorre a reação endotérmica e a variação de entalpia é positiva (MIYAZAKI, 2009 apud PESSANHA, 2012, p. 28). Para este ensaio, as amostras devem ser pequenas e cuidados especiais são exigidos (BRADLEY; BRANTLEY, 1996 apud VECHIETTE, 2012, p. 25).

Na Figura 11, é possível observar um exemplo de curva DSC. A linha presente na parte superior representa a variação de calor durante o aquecimento, enquanto a inferior representa a variação durante o resfriamento. (SUZUKI, 1998 apud PESSANHA, 2012, p. 28)

Nesta curva apresentada na figura 11, as temperaturas *on-set* e *off-set* representam, respectivamente, as temperaturas de transformação inicial e final, e são obtidas pela interseção dos prolongamentos de uma linha de base e a linha com maior inclinação. No resfriamento, as temperaturas inicial e final de transformação martensítica são representados pelos pontos Ms e Mf (exotérmico), ao passo que no aquecimento a transformação austenítica é representada por As e Af (endotérmico). M's e M'f indicam a transformação da fase R (SUZUKI, 1998 apud PESSANHA, 2012, p. 28).

As normas ASTM F2004-00 definem alguns parâmetros para a utilização do DSC em ligas de memória de forma, tais como: massa da amostra entre 5 mg e 20 mg; realização do ensaio em cadinho de alumínio; taxas de aquecimento e resfriamento de 10°C/min; e atmosfera de nitrogênio (REIS, 2001 apud GODOI, 2015, p. 36).

Figura 11: DSC de uma liga NiTi.



Fonte: Suzuki (1998) apud Pessanha (2012).

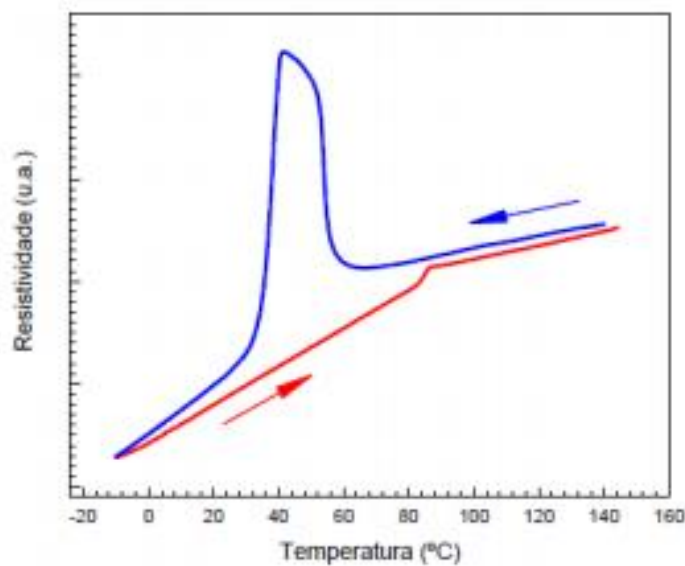
O DSC apresenta algumas vantagens em relação à técnica de caracterização por resistividade elétrica, destacando-se o fato de os resultados apresentarem maior precisão, menor dificuldade na preparação das amostras, resultados com maior resolução e a possibilidade de cálculo da variação de entalpia (VILLARINHO et al., 2010).

2.2.2. Resistência Elétrica

Este tipo de técnica de caracterização é utilizado desde os primórdios das análises de ligas de memória de forma e é caracterizada por determinar a temperatura de transformação em função da resistividade elétrica da liga. O aumento ou a redução da temperatura gera picos na curva de análise, representando a mudança de fase do material. Na Figura 12, é apresentado um exemplo de curva obtida em um ensaio por resistência elétrica (VILLARINHO et al., 2010 apud GODOI, 2015, p. 37).

As ligas de memória de forma são caracterizadas por apresentar variações de até 20% na resistividade quando ultrapassam as temperaturas de transformação. De maneira geral, ocorre aumento da resistividade na transformação de B2 $\rightarrow$ R e diminuição nas transformações de R $\rightarrow$ B19' ou de B2 $\rightarrow$ B19' (MAGELA, 2010).

Figura 12: Resistividade do material em função da temperatura.



Fonte: Godoi (2015).

2.2.3. DMA

O DMA (Análise Mecânica Dinâmica) consiste em um método direto de caracterização mecânica do material, no qual uma amostra é submetida a uma tensão constante e depois passa por um ciclo térmico na região das temperaturas de transformação, com o objetivo de registrar a variação de deformação. Os valores das temperaturas M_s e A_f obtidos pelo ensaio DMA, se comparados aos obtidos no DSC, são desviados no sentido das temperaturas mais altas. Este comportamento é explicado pelo fato de as tensões causarem aumento da temperatura de transformação. Destaca-se que no ensaio DMA obtém-se indicações diretas do comportamento esperado para dispositivos que se baseiam em ligas com efeito de memória de forma (DUCOS, 2006, p. 33).

Os dados obtidos através de uma curva de DMA indicam, além do comportamento mecânico, a estrutura do material, sua morfologia e comportamento viscoelástico. Para realização da análise de DMA, uma força oscilante é aplicada à amostra, com uma determinada frequência, ao passo que mudanças nos valores da rigidez e do amortecimento do material são registradas. As forças variam de 0,2 a 20 N. Além disso, cada tipo de ensaio, que pode ser de tração, compressão, cisalhamento, torção ou flexão, analisa o material de forma diferente e requer arranjos de equipamentos e parâmetros diferentes (LORANDI, 2016; VILLAR, 2013).

2.3. Aplicações

Wiggers (2011) afirma que as aplicações das ligas de memória de forma podem ser divididas em três categorias: dispositivos superelásticos, atuadores com memória de forma e dispositivos martensíticos. A primeira categoria diz respeito a aplicações que demandam uma flexibilidade muito alta a fim de possibilitar a absorção de grandes quantidades de energia durante a deformação do material e sua liberação na remoção da tensão. A utilização como atuadores está atrelada à recuperação de uma forma pré-determinada com o aquecimento a uma temperatura superior à temperatura de transformação da liga. Por fim, os dispositivos martensíticos são aplicados quando se necessita de materiais com capacidade de dissipar vibrações mecânicas e alta resistência à fadiga (LEPPÄNIEMI, 2000, p. 4 apud WIGGERS, 2011, p. 52).

Por sua vez, Sashihara (2007) divide as aplicações das ligas de memória de forma em quatro:

1 – recuperação livre ou geração de movimento – aplicações que têm como efeito desejado a deformação do material;

2 – recuperação vinculada ou geração de força – neste caso, a peça não consegue mudar sua forma devido a algum impedimento mecânico e, assim, desenvolve uma força em relação ao conjunto durante seu aquecimento;

3 – atuadores ou geração de trabalho – mudança de forma implica realização de trabalho mecânico; e

4 – deformação pseudoelástica – aplicações médicas, como a dos *stents* usados para manter artérias dilatadas (STOECHER, 1989 apud SASHIHARA, 2007, p. 10).

De maneira geral, os materiais de memória de forma, em especial as ligas Nitinol, podem ser utilizadas na área médica, em implantes, fios ortodônticos, arames guias para cateterismo e *stents*, bem como nas áreas naval, aeronáutica, nuclear, automobilística, robótica e de utilidade doméstica, dentre outras. São utilizados comumente em acoplamentos de tubos, dispositivos de abertura de painéis fotovoltaicos em satélites, rebites em geral, molas, itens para radiação e válvulas (SASHIHARA, 2007, p. 9).

2.4. Influência do Tratamento Térmico de Betatização em Ligas NiTi

Sabe-se que a temperatura de transformação da liga é influenciada por diversos fatores, dentre eles a adição de elementos de liga, tratamentos térmicos e/ou termomecânicos. Esses fatores podem atuar tanto modificando a forma como a transformação martensítica ocorre, como as fases existentes na liga (PAULA, 2006, p. 35 apud WIGGERS, 2011, p. 9).

A alteração da composição química da matriz por meio de tratamentos térmicos pode também ser utilizada para ajuste da temperatura de transformação, fator mais importante quando se considera sua aplicação prática. Ressalta-se que uma alteração de 0,1% na composição química pode levar a uma mudança na temperatura de transformação inicial de martensita (M_i) de até 10°C (SASHIHARA, 2007, p. 14).

Tratamentos térmicos entre 300 e 500°C possuem grande influência sobre as propriedades das ligas NiTi. Ligas que passaram por recozimento seguido de têmpera costumam apresentar um comportamento pseudoelástico. Quando o tratamento é de envelhecimento, há mudanças na pseudoelasticidade e formam-se precipitados devido ao enriquecimento de titânio (SANTOS, 2006).

Faviera et al. (2006) apud Corrêa Filho (2013) observaram que um tratamento de envelhecimento a 500°C com um tempo de duração de poucos minutos elevou as temperaturas das transformações da fase R em martensita e da austenita em martensita, provocando também a diminuição da tensão necessária à indução da transformação martensítica (CORRÊA FILHO, 2013, p. 23).

Ainda sobre o envelhecimento, a depender da faixa de temperatura do ensaio, é possível tanto aumentar a dureza da liga pela precipitação da fase Ni_4Ti_3 na liga quanto causar o desaparecimento da fase R, permitindo a transformação direta da austenita para martensita. (CORRÊA FILHO, 2013, p. 24).

O tratamento térmico de betatização consiste em um recozimento na região austenítica da liga de NiTi , entre 300°C e 500°C , mantido por um tempo determinado, para formação completa da fase β , seguida de resfriamento rápido, levando à retenção da fase B19, martensita, a baixas temperaturas.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. Material Utilizado

O material utilizado para o estudo foi uma liga NiTi com percentual de níquel de aproximadamente 50% (equiatômica), apresentando comportamento superelástico à temperatura ambiente (30°C). O material foi adquirido no formato de fio com diâmetro de 1,0 mm, conforme mostrado na Figura 13, porém sem informações de composição nem da temperatura final de austenitização (A_f). Segundo informações do vendedor, o fio seria equiatômico e martensítico a temperatura ambiente.

Figura 13: Fio Nitinol 1 mm.



Fonte: ALIEXPRESS (2018).

3.2. Tratamento Térmico

O tratamento térmico de betatização é um recozimento que tem por objetivo a formação da fase beta nas ligas Nitinol, modificando suas temperaturas de transformação, sem perda das suas propriedades elásticas. Para realização deste procedimento, as amostras foram submetidas a aquecimento nas temperaturas de 350°C, 400°C e 450°C, valores utilizados em Pessanha

(2012) e Corrêa Filho (2013). Os tempos de permanência em cada temperatura foram 30, 60 e 120 minutos. Os parâmetros utilizados nos tratamentos térmicos são mostrados na Tabela 1.

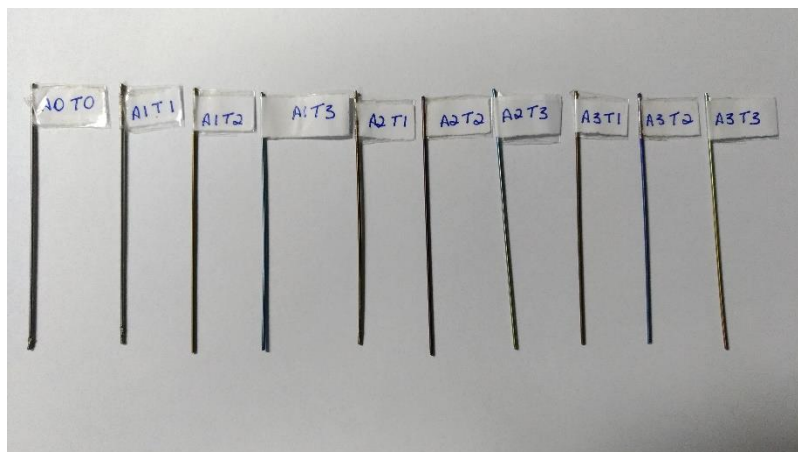
Tabela 1: Condições dos tratamentos térmicos.

Amostra	Temperatura	Permanência	Resfriamento
A0T0	Sem tratamento		
A1T1	350°C	30 minutos	Água na temperatura ambiente (30°C)
A2T1		60 minutos	
A3T1		120 minutos	
A1T2	400°C	30 minutos	
A2T2		60 minutos	
A3T2		120 minutos	
A1T3	450°C	30 minutos	
A2T3		60 minutos	
A3T3		120 minutos	

Fonte: AUTORIA PRÓPRIA (2018).

O fio foi cortado em amostras com 8 cm de comprimento. Foram preparadas 10 amostras, uma sem tratamento térmico e três para cada temperatura de tratamento, sendo, dentre estas, uma para cada tempo de permanência. As amostras foram nomeadas de acordo com o tempo e temperatura de tratamento térmico utilizado, conforme indicado na tabela 1. Na Figura 14, são mostrados os fios após o tratamento e com seus respectivos códigos. Os tratamentos foram realizados em um forno de mufla fabricado pela GP Científica, mostrado na Figura 15, localizado no Laboratório de Soldagem da UEFRSA, sem atmosfera controlada e com resfriamento em água a temperatura ambiente de 30°C.

Figura 14: Fios NiTi após Tratamento Térmico.



Fonte: AUTORIA PRÓPRIA (2018).

Figura 15: Forno de mufla utilizado no tratamento.



Fonte: AUTORIA PRÓPRIA (2018).

3.3. Ensaio de Resistência Elétrica

Para possibilitar a análise da variação da resistência elétrica do material de acordo com as transformações de fase, os fios foram inicialmente unidos aos eletrodos por meio de soldagem por resistência utilizando-se uma microsoldadora KERNIT, modelo SMP 3000 GOLD.

A caracterização térmica do material foi realizada em equipamento do Laboratório de Projetos da UFERSA, mostrado na Figura 17, desenvolvido por alunos de iniciação científica, que mede a variação da resistência elétrica do material em função da temperatura. Os dados são

obtidos por meio do Módulo de Aquisição de Dados 34970A, fabricado pela Keysight Technologies, mostrado na Figura 16, utilizando *software* Agilent Benchlink.

Figura 16: Módulo de Aquisição de Dados 34970A.



Fonte: KEYSIGHT TECHNOLOGIES (2018).

Os fios com 75,0 mm de comprimento, soldados nos eletrodos, foram submersos em um meio líquido. Nesse caso, foi utilizado um aditivo para radiadores submetidos à passagem de corrente elétrica com o objetivo de medir a queda de tensão que ocorre no material devido à variação da temperatura.

Inicialmente, o material é aquecido até a temperatura inicial de 100°C, valor máximo obtido devido às limitações do equipamento, para iniciar as medições. Atingida esta temperatura, a amostra é então resfriada até a temperatura de -10°C e novamente aquecida até 100°C. A corrente do processo é mantida constante, no valor de 0,3A. Para cálculo da resistência elétrica, as tensões obtidas pelo ensaio são divididas pela corrente elétrica em conformidade com a 1ª Lei de Ohm.

A análise dos dados obtidos pelo RET foi realizada através do método das tangentes, conforme indicado na Norma ASTM F2086-06 utilizada por Vilar, Araújo e Santos (2015). Neste método, são traçadas retas tangentes às curvas de aquecimento e resfriamento quando ocorrem inflexões, de forma que o ponto de encontro das retas representa a temperatura de transformação de fase. Em outras palavras, por meio dessa técnica foram obtidas as temperaturas de transformação da austenita em martensita e vice-versa, bem como se verificou a presença da fase romboédrica (R).

Os resultados obtidos serão plotados utilizando-se o *software* Excel.

Figura 17: Aparato utilizado para RET.



Fonte: AUTORIA PRÓPRIA (2018).

3.4. Ensaio de Tração

A caracterização mecânica das amostras se deu por meio de ensaios de tração uniaxiais realizados em uma máquina universal de ensaios DL 10000 da EMIC com capacidade de 100 kN (Figura 18) e *software* TESC para obtenção de dados. Os ensaios foram realizados a temperatura ambiente (25°C), utilizando a célula de carga de 100 kN, sem controle da atmosfera, no laboratório de Ensaios Mecânicos da UFERSA. As amostras utilizadas após o ensaio de resistência elétrica possuíam cerca de 75,0 mm de comprimento.

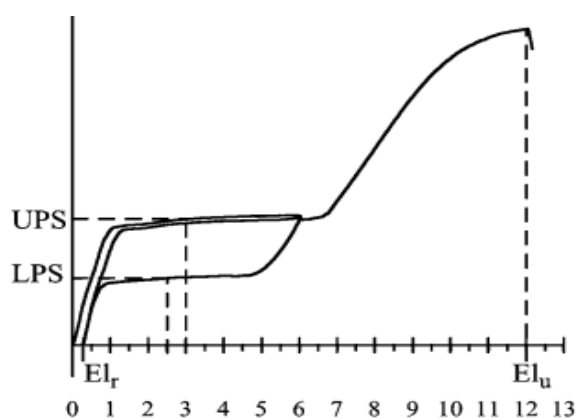
Figura 18: Máquina Universal de Ensaio DL 10000 EMIC.



Fonte: EMIC (2018).

Os ensaios foram realizados tomando-se como referência Magela (2010), utilizando uma taxa de deformação de 0,5 mm/min e comprimento útil de 40mm. Na Figura 19, é possível observar quais pontos do gráfico tensão-deformação serão utilizados para a obtenção dos resultados. UPS representa o platô de transformação da austenita para martensita e é identificado no carregamento da amostra, na tensão correspondente a 3% de deformação (CORRÊA FILHO, 2013, p.32). Devido a limitações do equipamento, não é possível realizar o descarregamento controlado para obtenção do platô de transformação da martensita para austenita (LPS). El_u representa o percentual de deformação no momento de ruptura. Além disso, também serão determinados os valores do Módulo de Elasticidade (E).

Figura 19: Diagrama tensão-deformação típico para NiTi.



Fonte: Corrêa Filho (2013).

Os resultados obtidos no ensaio de tração serão plotados utilizando-se a ferramenta Excel.

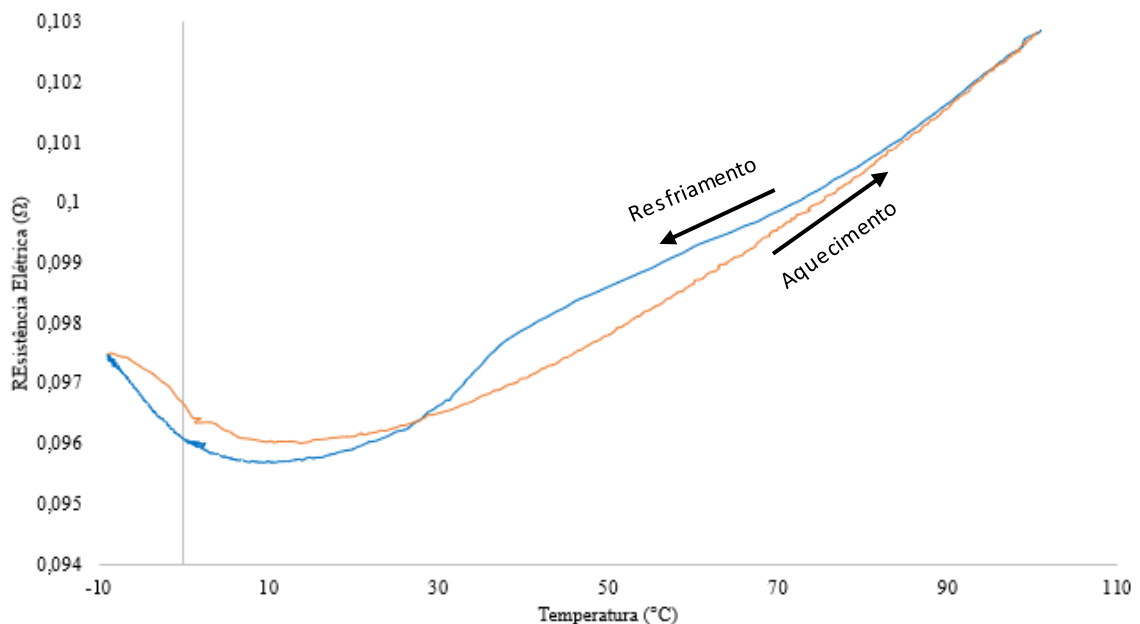
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1. Ensaio de Resistência Elétrica (RET)

Nos gráficos obtidos a partir dos ensaios RET, mostrados nas Figuras 20, 21, 22 e 23, é possível observar as transformações da austenita em martensita durante o aquecimento e da martensita em austenita durante o resfriamento. Essa transformação ocorre nas inflexões das curvas obtidas através do ensaio RET, indicando a variação das propriedades do material de acordo com a alteração da sua microestrutura. As temperaturas de transformação de uma microestrutura na outra podem ser estimadas utilizando-se o método das tangentes, conforme figura 24 para a amostra A3T3, tratada à temperatura de 450°C por 2h.

Os resultados dos ensaios de resistência elétrica em função da temperatura são mostrados a seguir. Na Figura 20, é mostrado o RET obtido com a amostra sem tratamento térmico, conforme adquirida do fabricante.

Figura 20: Gráfico RET da amostra sem tratamento térmico.



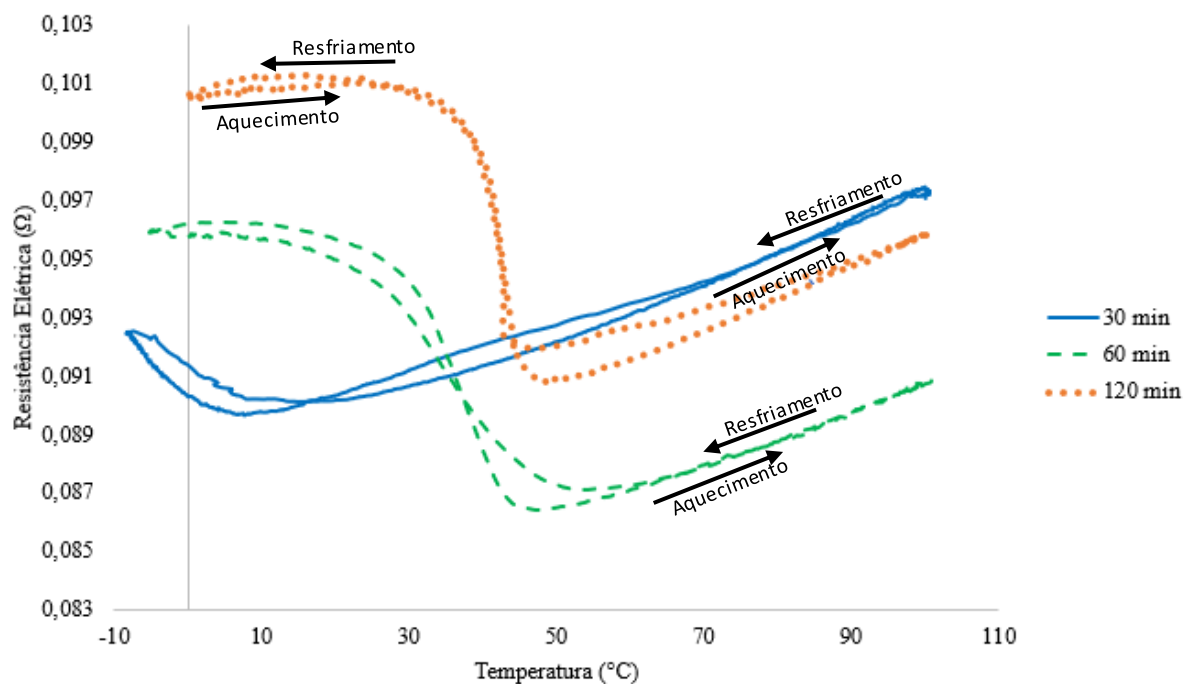
Fonte: AUTORIA PRÓPRIA (2018).

Neste gráfico, não é possível observar a completude das transformações, de forma que apenas pode-se estimar a temperatura final de austenitização e temperatura inicial martensítica.

Esse comportamento do gráfico é consequência das limitações do equipamento, que não pode avaliar um intervalo maior de temperatura. Observando o gráfico, é possível inferir que o fio como recebido tem seu efeito de memória de forma liberado à temperatura ambiente (30°C), sendo considerada pseudoelástica e tornando mais difícil sua deformação e seu uso como atuador.

Na Figura 21, são mostrados os gráficos obtidos com as amostras tratadas termicamente na temperatura de 350°C com duração de 30, 60 e 120 minutos, respectivamente. Para essas análises, será avaliada a influência do tempo de tratamento térmico sobre as temperaturas de transformação do material.

Figura 21: Gráficos RET das amostras com tratamento térmico de 350°C.



Fonte: AUTORIA PRÓPRIA (2018).

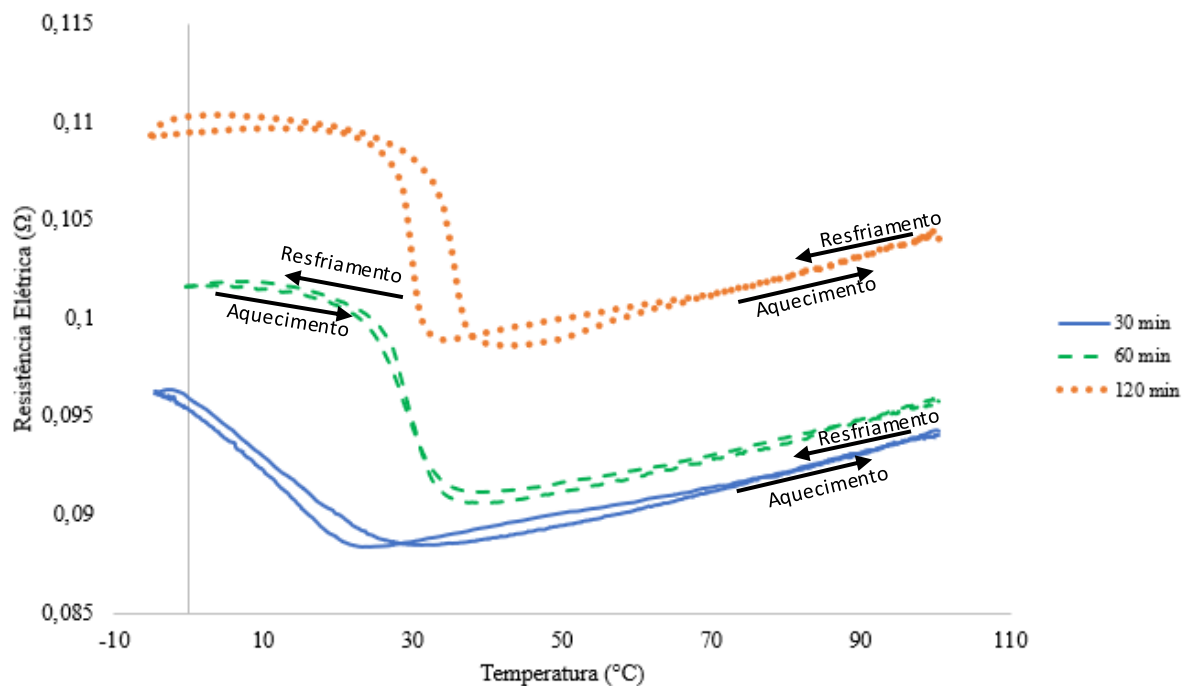
Neste gráfico, é possível notar que para o tratamento térmico de 350°C com tempo de permanência de 30 minutos as alterações na temperatura de transformação são mínimas, de forma que a liga ainda apresenta comportamento pseudoelástico. Além disso, ainda devido às limitações do equipamento não foi possível observar as transformações completas. Observa-se que as temperaturas de transformação aumentam conforme se aumenta o tempo de permanência no tratamento térmico. A partir do tempo de tratamento de 60 minutos, já se nota expressivo

aumento da temperatura final de austenitização e martensítica do material, indicando que em temperatura ambiente (30°C) a liga apresenta as duas microestruturas e pode ser deformada. Para o tempo de permanência de 120 minutos, o fio apresenta em temperatura ambiente (30°C) sua microestrutura completamente martensítica, podendo neste caso ser utilizado como atuador.

Essa atuação do fio está em acordo com o disposto em Santos (2006), que mostra que tratamentos térmicos a 350°C levam a grandes saltos nas temperaturas de transformação das fases. Além disso, Pessanha (2012) afirma que para tratamentos térmicos a 350°C predomina a martensita na microestrutura do material.

Na Figura 22, são mostrados os gráficos obtidos com as amostras tratadas termicamente na temperatura de 400°C com duração de 30, 60 e 120 minutos, respectivamente. Da mesma forma, avaliou-se a influência do tempo de permanência do tratamento térmico nas temperaturas de transformação.

Figura 22: Gráficos RET das amostras com tratamento térmico 400°C.



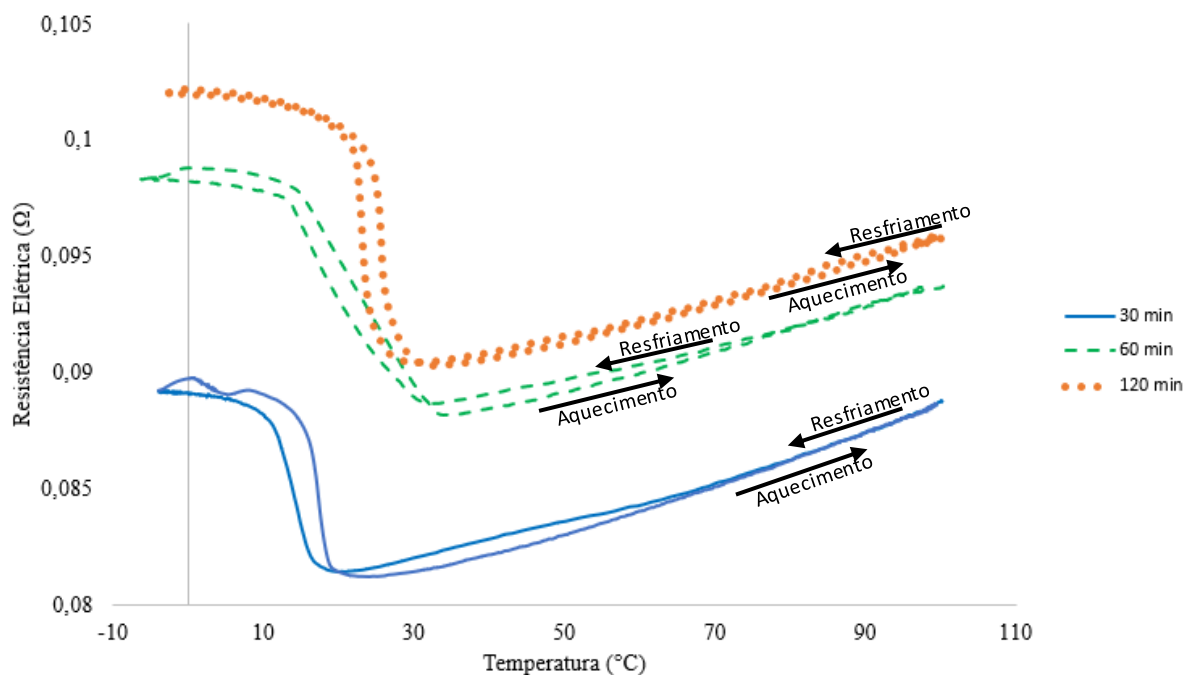
Fonte: AUTORIA PRÓPRIA (2018).

De forma semelhante ao observado para o tratamento térmico de 350°C com tempo de permanência de 30 min., no tratamento térmico a 400°C por 30 min., devido às limitações do

equipamento, não foi possível observar as transformações completas. Contudo, neste caso, há elevação da temperatura de austenitização final, embora ainda esteja abaixo da temperatura ambiente (30°C). Nota-se também que se repete o comportamento de deslocamento positivo das temperaturas conforme se aumenta o tempo de tratamento térmico. Contudo, neste caso, para os tempos de 60 e 120 minutos não foram observadas grandes alterações, de forma que em temperatura ambiente os fios já podem ser mais facilmente deformados devido à presença de ambas as microestruturas.

Na Figura 23, são mostrados os gráficos obtidos com as amostras tratadas termicamente na temperatura de 450°C com duração de 30, 60 e 120 minutos.

Figura 23: Gráficos RET das amostras com tratamento térmico de 450°C.



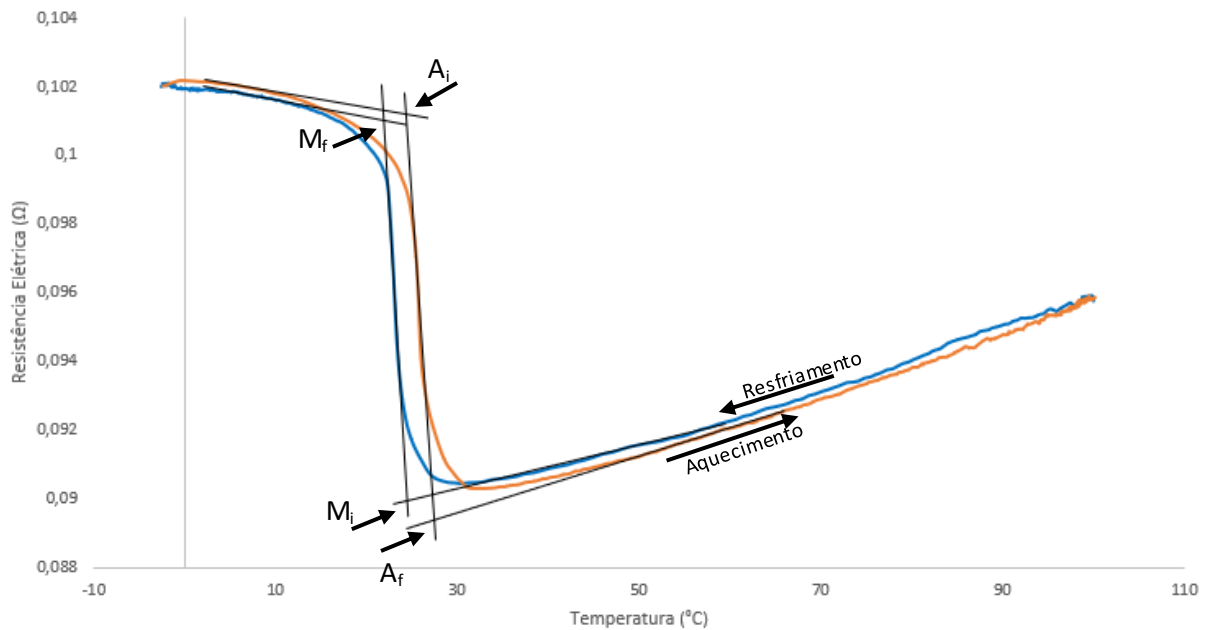
Fonte: AUTORIA PRÓPRIA (2018).

Diferentemente dos gráficos anteriores, para o tempo de tratamento de 30 min. já é possível a transformação completa do material, embora ele ainda se apresente completamente austenítico à temperatura ambiente. Observa-se que para a temperatura de 450°C as temperaturas de transformação do material são menores do que as estimadas para as temperaturas de tratamento de 350°C e 400°C, confirmando um deslocamento negativo destas temperaturas conforme se aumenta a temperatura de tratamento térmico, comportamento

similar ao observado em Santos (2006). Nota-se, ainda, redução das temperaturas de transformação quando se aumentou o tempo de tratamento de 60 para 120 minutos. Diante do exposto, para a temperatura de 450°C, apenas a amostra tratada por 60 minutos apresenta as duas microestruturas e pode ser facilmente deformada em temperatura ambiente (30°C).

Na Figura 24, é mostrado o método das tangentes para estimativa das temperaturas de transformação do material e na Tabela 2, são mostrados os valores encontrados.

Figura 24: Método das tangentes no RET da amostra A3T3.



Fonte: AUTORIA PRÓPRIA (2018).

Na figura, A_i representa a temperatura inicial de formação austenita, A_f a temperatura final da transformação em austenita, M_i a temperatura inicial de formação da martensita e M_f a temperatura final da transformação em martensita.

Tabela 2: Temperaturas de transformação obtidas no RET.

Amostra	Ai	Af	Mi	Mf
A0T0		11,22	12,40	
A1T1		12,60	4,19	
A2T1	26,36	44,39	48,53	24,27
A3T1	40,25	46,10	42,78	37,26
A1T2		27,38	22,03	
A2T2	25,50	34,70	33,01	23,92
A3T2	33,09	38,13	31,99	28,15
A1T3	14,28	20,04	17,08	11,37
A2T3	13,29	32,70	27,04	12,20
A3T3	24,49	27,50	24,43	21,89

*Temperatura em (°C)

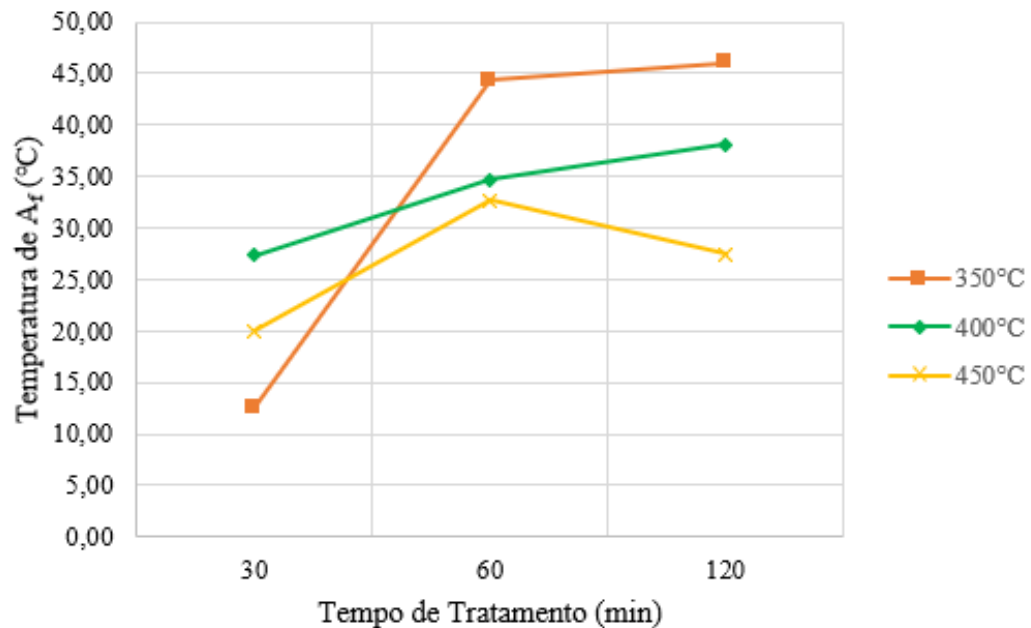
Fonte: AUTORIA PRÓPRIA (2018).

Pelo observado nos gráficos e de acordo com os valores de temperatura inferidos pelo método das tangentes, observa-se um deslocamento das curvas de transformação para a direita, indicando aumento da temperatura final de austenitização da liga e presença cada vez maior da microestrutura martensítica no material.

Constata-se que a amostra A0T0, sem tratamento térmico, apresenta baixa temperatura final de austenitização, comprovando sua microestrutura totalmente austenítica a temperatura ambiente, considerando a temperatura típica de Mossoró entre 27°C e 37°C. Essa temperatura justifica a elevada elasticidade da liga, o que dificulta a sua deformação e sua utilização em atuadores.

Observa-se, ainda, que as maiores temperaturas de austenitização final foram obtidas para o menor valor de temperatura do tratamento térmico, neste caso 350°C. Além disso, identifica-se aumento da temperatura de transformação em função do tempo de tratamento térmico. Estas informações podem ser facilmente comprovadas pela análise da Figura 25. A partir disso, pode-se inferir que tratamentos térmicos com temperaturas mais baixas e por períodos mais longos apresentam maior influência nas transformações de fase destas ligas.

Figura 25: Temperatura final de austenitização (A_f) em função do tempo de tratamento.



Fonte: AUTORIA PRÓPRIA (2018).

A variação da temperatura de austenitização final dos fios tratados termicamente está em acordo com o disposto em Santos (2006), que afirma que tratamento abaixo de 500°C e acima de 300°C tem grande influência nas propriedades das ligas NiTi com memória de forma. Esta ideia é corroborada por Vechietti (2012), que também obteve variação das temperaturas de transformação de fases com a variação da temperatura de tratamento térmico.

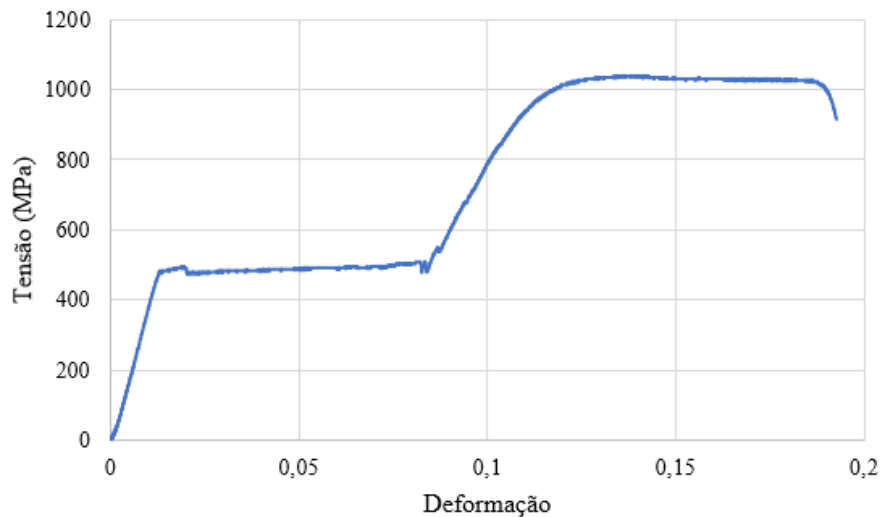
Além disso, Santos (2006) também afirma que a alteração das temperaturas de transformação dos fios com a variação da temperatura de tratamento térmico e o tempo de permanência em tratamento pode ser explicado como consequência do surgimento de compostos metaestáveis como Ni_4Ti_3 e Ni_3Ti_2 , e até estáveis como o Ni_3Ti . A precipitação destes compostos atua aumentando a resistência mecânica dos fios e dificultando a transformação da austenita em martensita. Contudo, são postas em xeque, neste caso, as propriedades elásticas do material.

Portanto, para verificar se as mudanças das temperaturas de transformação não causaram a redução das propriedades elásticas da liga, é necessária uma caracterização mecânica, a qual é mostrada a seguir.

4.2. Ensaios de Tração

Na Figura 26, é mostrado o gráfico tensão x deformação obtido para a amostra do fio de nitinol na condição como adquirido do fabricante.

Figura 26: Gráfico tensão x deformação liga sem tratamento.

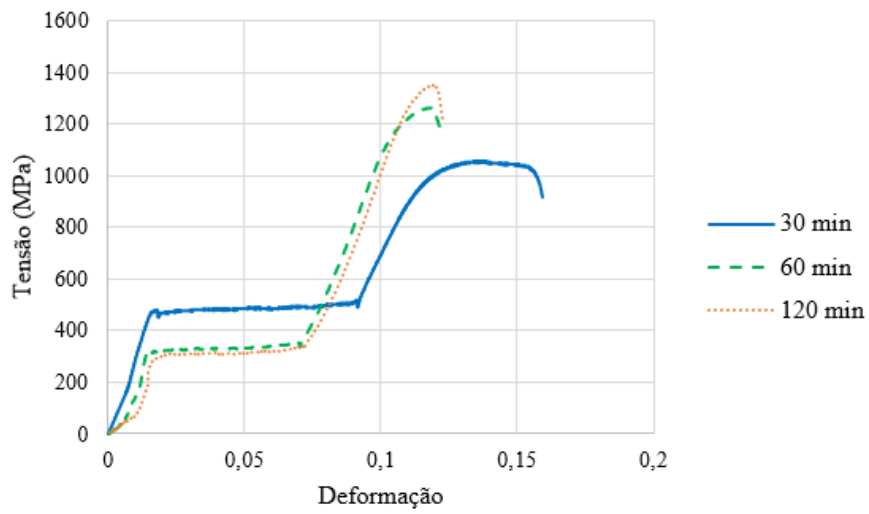


Fonte: AUTORIA PRÓPRIA (2018).

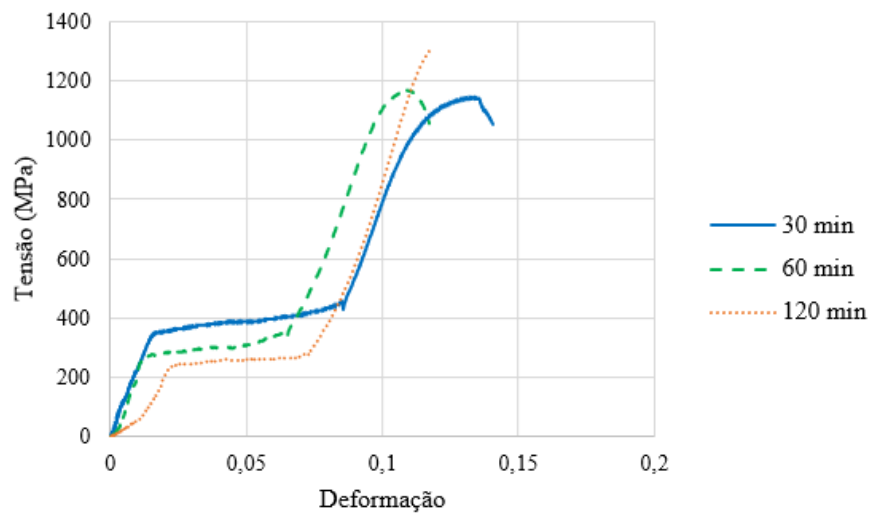
Pelo gráfico apresentado na figura anterior, confirma-se a elevada elasticidade do fio como recebido devido à taxa de deformação apresentada, que se aproxima de 20%.

Nas Figuras 27 (a), (b) e (c), é possível observar os gráficos tensão x deformação obtidos pelos ensaios de tração dos fios de nitinol com 1 mm de diâmetro nas temperaturas de 350°C, 400°C e 450°C.

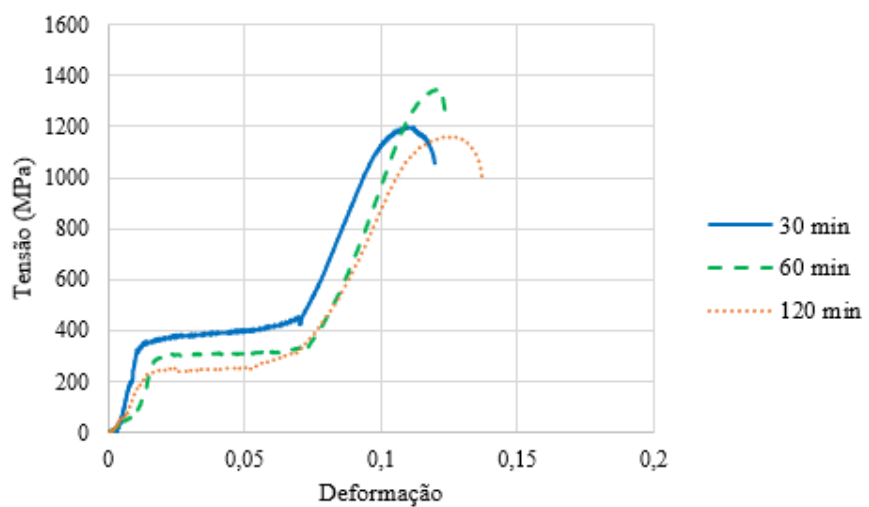
Figura 27: Gráfico tensão x deformação para os fios com tratamento térmico nas temperaturas de (a) 350°C; (b) 400°C e (c) 450°C.



(a)



(b)



(c)

Fonte: AUTORIA PRÓPRIA (2018).

A partir dos gráficos de tensão x deformação obtidos, é possível estimar as propriedades mecânicas da liga após os diferentes tratamentos térmicos. Na Tabela 3, são mostrados os valores da tensão de escoamento, do módulo de elasticidade, da tensão de ruptura, da taxa de deformação total da amostra e do platô de transformação austenita-martensita.

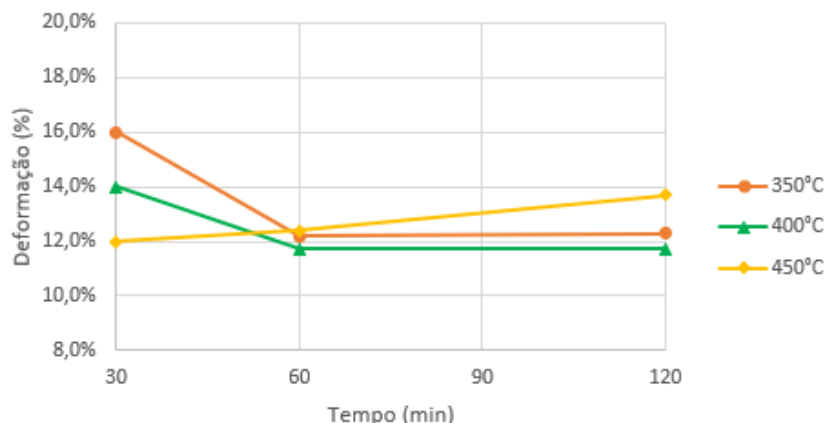
Tabela 3: Propriedades mecânicas das amostras.

Amostra	σ_e (MPa)	E (GPa)	σ_r (MPa)	ϵ	UPS (MPa)
A0T0	475,0	37,0	918,0	19,2%	479,0
A1T1	464,0	25,3	914,5	16,0%	475,0
A2T1	332,0	21,0	1160,0	12,2%	323,0
A3T1	311,5	17,0	1209,3	12,3%	307,0
A1T2	390,5	21,6	1053,0	14,0%	368,0
A2T2	299,3	21,9	1057,0	11,7%	291,0
A3T2	258,3	10,7	1299,5	11,7%	245,0
A1T3	393,5	27,2	1057,0	12,0%	381,0
A2T3	307,5	17,0	1225,7	12,4%	307,0
A3T3	250,0	15,8	1004,0	13,7%	241,0

Fonte: AUTORIA PRÓPRIA (2018).

Pelos resultados obtidos, é possível notar que todas as amostras tratadas termicamente tiveram sua elasticidade reduzida, tendo sua taxa de deformação variando entre 11 e 16%, ao passo que na amostra de controle, sem tratamento, a taxa apresenta valor em torno de 19%. Observa-se que conforme se aumenta a temperatura de tratamento térmico há redução da deformação máxima suportada pela liga. Além disso, na medida em que se aumenta o tempo de tratamento térmico, a taxa de deformação também diminui. O comportamento da taxa de deformação máxima em função da temperatura e tempo de tratamento térmico é mostrado na Figura 28.

Figura 28: Gráfico taxa de deformação x tempo de tratamento térmico

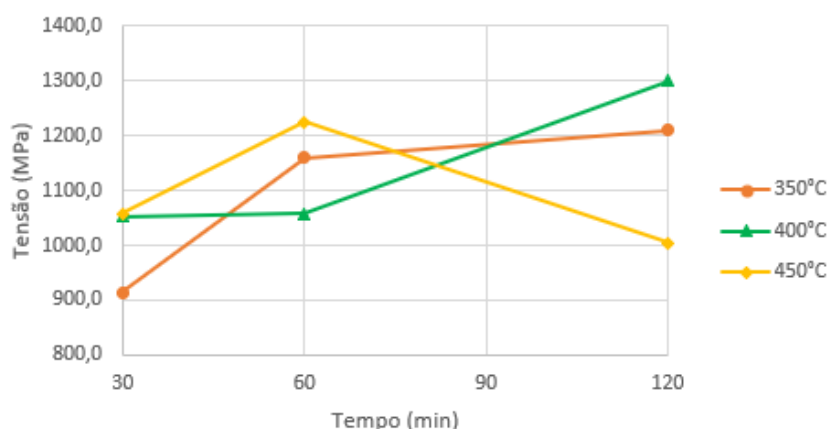


Fonte: AUTORIA PRÓPRIA (2018).

Em adição ao exposto, conforme varia a temperatura de tratamento térmico, observa-se que a rigidez do material reduz, fator comprovado pela redução do módulo de elasticidade.

No que diz respeito à tensão de ruptura do material, nota-se um comportamento inverso ao da taxa de deformação, de forma que conforme se aumenta a temperatura e o tempo de tratamento térmico, há uma tendência ao aumento desta propriedade. Esta afirmação pode ser observada no gráfico mostrado na Figura 29.

Figura 29: Gráfico tensão de ruptura x tempo de tratamento térmico.

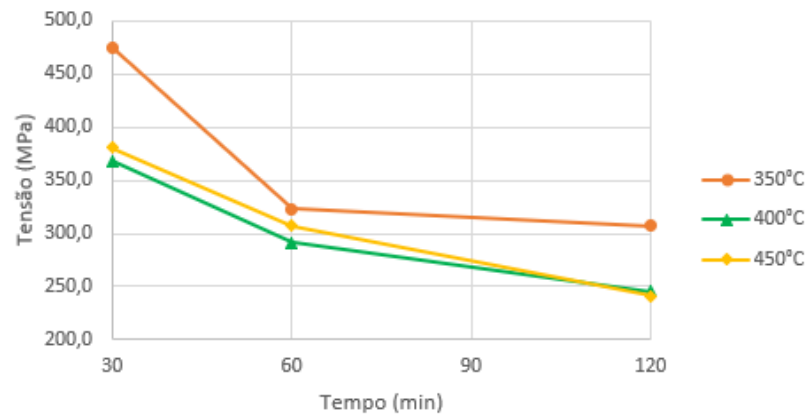


Fonte: AUTORIA PRÓPRIA (2018).

Em se tratando do platô de transformação austenita em martensita, observa-se que, além da redução do valor da tensão que causa a mudança de fase, há redução da extensão do platô e,

consequentemente, do tempo de transformação conforme se aumenta a temperatura de tratamento térmico. Esse comportamento de redução do platô se repete quando se considera para a mesma temperatura, o aumento do tempo de tratamento. Esse comportamento do platô pode ser observado no gráfico mostrado na Figura 30.

Figura 30: Gráfico UPS x tempo de tratamento térmico.



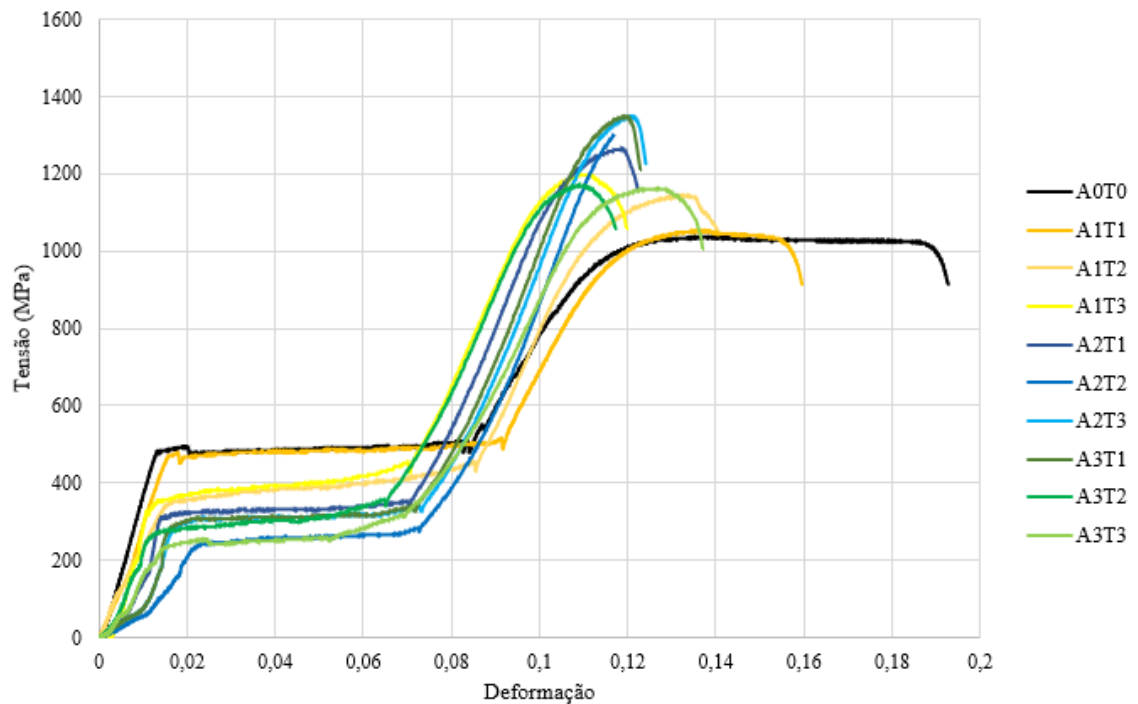
Fonte: AUTORIA PRÓRIA (2018).

Essa variação nas propriedades se graças à presença da microestrutura martensita na temperatura do ensaio, bem como de possíveis precipitações, que atuam justamente aumentando a resistência da liga e reduzindo sua elasticidade.

A partir da Tabela 3 e da análise dos gráficos apresentados, nota-se que para cada temperatura de tratamento térmico, o comportamento das ligas se repete. De maneira geral, conforme se aumenta o tempo de tratamento, há redução do limite de escoamento, do módulo de elasticidade e do platô de transformação da liga, ao passo que aumenta a tensão de ruptura.

Com isso, verifica-se que o comportamento das propriedades mecânicas segue a lógica do aumento da temperatura de austenitização final obtida nos RET, e confirma-se o disposto em Wiggers (2011), em que o aumento da temperatura de tratamento do material leva a uma diminuição da elasticidade do material. Na Figura 31, é possível confirmar esta afirmação.

Figura 31: Gráfico tensão x deformação dos fios de nitinol.



Fonte: AUTORIA PRÓPRIA (2018).

Considerando os valores alcançados de temperatura final de austenitização e das propriedades mecânicas e elásticas do material, a melhor combinação se dá para o tratamento de 350°C para tempos de permanência maiores que 1 hora. Nestas condições, o fio apresenta martensita à temperatura ambiente e pode ser utilizado como atuador, resguardando valores intermediários de elasticidade e suportando maiores tensões. Cabe ressaltar que a temperatura de tratamento de 400°C também apresenta uma combinação adequada das propriedades e microestrutura que favoreceria seu uso como atuador.

5. CONCLUSÃO

As ligas de memória de forma são materiais utilizados amplamente nas mais diversas aplicações desde a indústria, aeronáutica a componentes utilizados na medicina e outras áreas. Diante desta grande importância, cresce a necessidade de conhecimento das suas propriedades e de como modificá-las de forma a adaptá-las conforme a aplicação desejada.

Frente ao exposto, este trabalho se propôs a modificar a temperatura de um fio composto de níquel-titânio, com memória de forma, que se apresentava totalmente elástico à temperatura ambiente (30°C), não podendo ser deformado, de forma a corrigir sua temperatura de transformação de fase, possibilitando seu uso como atuador à temperatura ambiente. Para atingir este objetivo, foi utilizado tratamento térmico de betatização com três temperaturas diferentes, tendo três tempos para cada.

Considerando os resultados obtidos por meio dos experimentos realizados para caracterização das propriedades dos fios compostos de ligas NiTi, conclui-se que:

- É possível variar a temperatura de transformação de ligas de memória de forma a partir de tratamentos térmicos de betatização do material;
- Temperaturas de tratamento mais baixas associadas a maiores tempos de permanência causam maiores modificações na temperatura de austenitização final de ligas nitinol;
- Com a variação das temperaturas de transformação da liga, há variação das propriedades mecânicas e elásticas do material;
- O aumento da temperatura e do tempo de tratamento térmico causa redução nas propriedades elásticas e aumento na resistência das ligas;
- O platô de transformação austenita-martensita dos fios tratados termicamente reduz conforme se aumenta a temperatura e o tempo de tratamento térmico, de forma que a tensão necessária para a transformação de fase da liga é menor;
- A depender da aplicação a ser dada à liga, é possível encontrar parâmetros de tratamento térmico que alterem as temperaturas de transformação da liga e que ofereçam as propriedades mecânicas e elásticas desejadas.

REFERÊNCIAS

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM F2082-06**: Standard Test Method for Determination of Transformation Temperature of Nickel-Titanium Shape Memory Alloys by Bend and Free Recovery. West Conshohocken, 2016. Disponível em: <<http://www.astm.org/cgi-bin/resolver.cgi?F2082F2082M>>. Acesso em: 12 fev. 2018.

CORRÊA FILHO, Luimar Nogueira. **Efeito do Tratamento Térmico nas Propriedades Mecânicas e Térmicas de uma Liga NiTi pseudoelástica**. 2013. 64f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Mestrado em Ciências Mecânicas, Universidade de Brasília, Brasília, 2013.

DUCOS, Paulo Cesar Dahia. **Transformações de Fase em Ligas de Níquel-Titânio para Ortodontia**. 2006. 74f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Mestrado em Ciência dos Materiais, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2006.

GODOI, Renan Pereira. **Estudo e Caracterização da Liga Nitinol**. 2015. 78f. TCC (Graduação) - Curso de Engenharia de Materiais, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Londrina, 2015.

LORANDI, Natália P. et al. Análise Dinâmico-Mecânica de Materiais Compósitos Poliméricos. **Scientia Cum Industria**, Caxias do Sul, v. 4, n. 13, p.48-60. 2016.

MAGELA, Jardel Oliveira. **Influência de tratamentos térmicos e mecânicos nas temperaturas de transformação martensítica em ligas Ni-Ti com efeito memória de forma**. 2010. 126f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Mestrado em Engenharia de Materiais, REDEMAT, Belo Horizonte, 2010.

PESSANHA, Everton Maick Rangel. **Análise de Estrutura e Propriedade da Liga TiNi com o Efeito de Memória de Forma Sujeita a Tratamentos Térmicos e Deformação**. 2012. 188f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Mestrado em Engenharia de Materiais, Universidade Estadual do Norte Fluminense, Campos dos Goytacazes, 2012.

REIS, Widson Porto. **Caracterização de Ligas de Níquel – Titânio para Ortodontia**. 2001. 146f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Mestrado em Ciência dos Materiais, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2001.

SANTOS, Christian Mariani Lucas dos. **Ligas Ni-Ti ricas em Ni: Tratamento térmico, termomecânico e efeito de micromemória de forma.** 2006. 156f. Tese (Doutorado) - Curso de Doutorado em Ciência dos Materiais, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2006.

SASHIHARA, Eduardo Massao. **Produção da Liga Ni-Ti com Efeito de Memória de Forma em Forno de Fusão por Feixe Eletrônico e sua Caracterização.** 2007. 157f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Mestrado em Engenharia Aeronáutica e Mecânica, Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, 2007.

VECHIETTI, Fernanda Albrecht. **Estudo das Temperaturas de Transformação de Fases e da Caracterização da Superfície da Liga NiTi Submetida a Diferentes Tratamentos Térmicos para Aplicação em Órtese Metálica.** 2012. 109f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Mestrado em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2012.

VILAR, Zoroastro Torres. **Compósitos Poliméricos Reforçados com Fibras de Carbono (CFRP) Incorporando Fios Atuadores de NiTi com Memória de Forma: Caracterização Termomecânica Usando Análise Mecânica dinâmica (DMA).** 2013. 156f. Tese (Doutorado) - Curso de Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2013.

VILAR, Zoroastro Torres; ARAUJO, Carlos José de; SANTOS, Abdias Gomes dos. Estudo de propriedades dinâmico-mecânicas de um compósito aeronáutico de CFRP com fios de ligas com memória de forma embebidos. **Polímeros**, [s.l.], v. 26, p. 16-24, 19 jan. 2016. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/0104-1428.1926>.

VILLARINHO, Denis Jardim et al. Caracterização parcial de liga Nitinol atuador através de pontos críticos de transformação de fases utilizando calorimetria diferencial de varredura. **Estudos Tecnológicos em Engenharia**, São Leopoldo, v. 6, n. 1, p. 01-10, jan. 2010.

WIGGERS, William de Souza. **Efeito do Tempo de Tratamento Térmico de Fios de NiTi Conformados a Frio na Temperatura Final de Transformação Austenítica.** 2011. 109f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Mestrado em Ciência e Engenharia dos Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2011.