

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA
E ENGENHARIA DE MATERIAIS**

**ESTUDO DO COMPORTAMENTO TERMOMECÂNICO
DE UMA LIGA Ni-Ti COM MEMÓRIA DE FORMA
USANDO ANÁLISE DINÂMICO-MECÂNICA (DMA)**

NIÉDSON JOSÉ DA SILVA

CAMPINA GRANDE
SETEMBRO/2009

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA
E ENGENHARIA DE MATERIAIS**

**ESTUDO DO COMPORTAMENTO TERMOMECÂNICO
DE UMA LIGA Ni-Ti COM MEMÓRIA DE FORMA
USANDO ANÁLISE DINÂMICO-MECÂNICA (DMA)**

NIÉDSON JOSÉ DA SILVA

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais como requisito parcial à obtenção do título de MESTRE EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS.

Orientador: Dr. Carlos José de Araújo

Agência financiadora: CNPq

CAMPINA GRANDE
SETEMBRO/2009

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA CENTRAL DA UFCG

S586e

2009 Silva, Niédson José da

Estudo do comportamento termomecânico de uma liga Ni-Ti com memória de forma usando análise dinâmico-mecânica (DMA) / Niédson José da Silva. Campina Grande, 2009.

113 f. : il.

Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Ciências e Tecnologia.

Referências.

Orientador: Prof. Dr. Carlos José de Araújo

1. Ensaio Mecânicos. 2. Ligas com Memória de Forma. 3. Propriedades Dinâmicas. 4. Caracterização dos Materiais
I. Título.

CDU – 620.179.12(043)

Dedicatória

A meus pais, que sempre me incentivaram e ensinaram os verdadeiros valores da vida. Agradeço pelas renúncias, sacrifícios, orações e tudo o que fizeram para que alcançássemos mais essa vitória.

A minha noiva (futura esposa) Andréa, pela paciência, compreensão e carinho.

A meus irmãos, Nivaldo e Joyce, que estiveram do meu lado em todos os momentos.

A toda minha família, pelas palavras de ânimo e por acreditarem sempre que esse momento seria alcançado.

A todos os amigos, que direta ou indiretamente contribuíram para a realização deste trabalho.

CURRICULUM VITAE

- Engenheiro Mecânico pela UFCG (2007)
- Ênfase em Tecnologia em Petróleo e Gás pela ANP/PRH-25 (2007)

**ESTUDO DO COMPORTAMENTO TERMOMECÂNICO DE UMA LIGA Ni-Ti
COM MEMÓRIA DE FORMA USANDO ANÁLISE DINÂMICO-MECÂNICA
(DMA)**

Niédson José da Silva

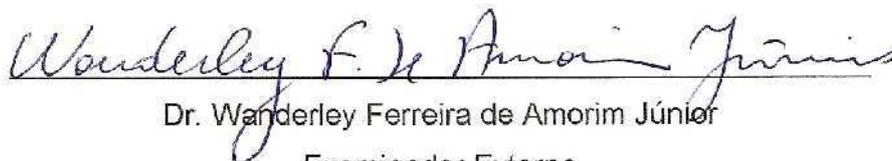
Dissertação Aprovada em 25/09/2009 pela banca examinadora constituída dos
seguintes membros:



Dr. Carlos José de Araújo
Orientador
UAEMa – UFCG



Dr.ª. Laura Hecker de Carvalho
Examinadora Interna
UAEMa – UFCG



Dr. Wanderley Ferreira de Amorim Júnior
Examinador Externo
ARMTEC/UNIFOR

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar agradeço a Deus pelo presente da vida, pois o simples pulsar cotidiano do nosso coração é prova de Sua graça. Também pela oportunidade que nos dá de batalhar em busca dos nossos objetivos, além dos obstáculos que nos disciplinam e fortalecem, culminando em conquistas que nos gratificam.

Ao professor Carlos José de Araújo, pela paciência, conselhos, orientação e incentivo.

Aos integrantes do LaMMEA, a Marcos Mesquita e ao professor Wanderley Amorim, pelo apoio e dedicação prestada no decorrer de todo o curso.

Ao PPGCEMat através de seus professores, pela oportunidade concedida de desenvolver o trabalho da melhor forma possível.

Ao CNPq pela concessão da bolsa, fundamental para a realização do trabalho.

ESTUDO DO COMPORTAMENTO TERMOMECÂNICO DE UMA LIGA Ni-Ti COM MEMÓRIA DE FORMA USANDO ANÁLISE DINÂMICO-MECÂNICA (DMA)

RESUMO

Este trabalho visa a fabricação e análise das propriedades dinâmicas de uma Liga com efeito de Memória de Forma (LMF) da família NiTi. Após a fabricação pela técnica *Plasma Skull Push Pull*, o material em forma de barra prismática de aproximadamente 25 gramas foi seccionado e submetido a processo de laminação à quente, alcançando diferentes espessuras. A caracterização física foi realizada por meio de ensaios de microdureza e resistência elétrica em função da temperatura, enquanto os ensaios dinâmicos foram efetuados em um analisador dinâmico-mecânico comercial. A LMF estudada demonstrou considerável capacidade de amortecimento, principalmente durante a transformação de fase martensítica, apresentando um expressivo pico de absorção de energia. Além disso, o módulo de armazenamento das amostras revelou uma importante elevação durante a transformação, diferenciando as duas distintas fases. Foi realizado, também, um comparativo entre a LMF e materiais estruturais clássicos, o qual permitiu constatar as superiores propriedades dinâmicas deste material ativo. Visando aplicações gerais no setor de Petróleo e Gás, realizou-se uma análise prospectiva de prováveis aplicações destes materiais.

TERMOMECHANICAL BEHAVIOR STUDY OF A Ni-Ti SHAPE MEMORY ALLOY USING DYNAMIC MECHANICAL ANALYSIS (DMA)

ABSTRACT

The aim of this work is to manufacture and study the dynamic properties of a NiTi shape memory alloy. After production through Plasma Skull Push Pull method the material was cut off and hot-rolled to achieve plate specimens with different thickness. The physical characterization was accomplished through microhardness test and electrical resistance as a function of temperature, while the dynamic tests were carried out using a commercial dynamic mechanical analyzer (DMA). The studied SMA has demonstrated a considerable damping capacity, mainly during phase transformation, when it presented a peak of energy absorption. Besides, the storage modulus of the samples revealed an important increase during transformation, differentiating the two phases. It was also performed comparative analyses between SMA and classic structural materials. The superior dynamic properties of this smart material were observed. Seeking general applications in Oil and Gas Industry, a prospective analysis of applicability of these materials was performed.

PUBLICAÇÕES

- SILVA, N. J., SILVA, M. M., GOMES, A. A. C., DE ARAÚJO, C. J., SANTOS, M. A., Análise prospectiva da aplicabilidade de atuadores de ligas com memória de forma no setor de petróleo e gás. Congresso Nacional de Engenharia Mecânica (CONEM 2008), Salvador – BA, p. 1- 10, 2008.
- SILVA, N. J., SILVA, M. M., DE ARAÚJO, C. J., Influência do tempo de tratamento térmico sobre as propriedades de uma liga Cu-Al-Ni com memória de forma. Anais do Congresso Anual da ABM, Santos-SP, p. 2737-2745, 2008.
- SILVA, M. M., SILVA, N. J., GOMES, A. A. C., DE ARAÚJO, C. J., SANTOS, M. A., Obtenção de uma liga Ti-Ni-Cu com memória de forma: comparações com a liga Ti-Ni equiatômica. Anais do Congresso Anual da ABM, Santos-SP, p. 2810-2819, 2008.
- GOMES, A. A. C., REIS, R. P. B., SILVA, N. J., DE ARAÚJO, C. J., Caracterização de ligas com memória de forma fabricadas por fusão a plasma e moldagem por injeção. Anais do Congresso Anual da ABM, Santos-SP, p. 2680-2689, 2008.
- SILVA, M. M., SILVA, N. J., DE ARAÚJO, C. J., SANTOS, M. A., SIMÕES, J. B., A comparative study of two shape memory alloys: equiatomic Ni-Ti and Ni-Ti-Cu. 18° CBECiMat, Porto de Galinhas-PE, p. 9321-9332, 2008.
- SILVA, N. J., GRASSI, E. N. D., SIMÕES, J. B., DE ARAÚJO, C. J., Dynamic mechanical analysis of a NiTi shape memory alloy: an experimental study. 20th International Congress of Mechanical Engineering (COBEM 2009), Gramado-RS, Brazil, p. 1-10, 2009. aceito

SILVA, N. J., GRASSI, E. N. D., DE ARAÚJO, C. J., Dynamic properties of NiTi shape memory alloy and classic structural materials: a comparative analysis. 1st Brazilian Symposium on Functional and Structural Materials, João Pessoa-PB, Brazil, 2009.

SILVA, N. J., SIMÕES, J. B., DE ARAÚJO, C. J., Manufacture and electro-thermomechanical characterization of a SMA copper-based cylindrical connector. 1st Brazilian Symposium on Functional and Structural Materials, João Pessoa-PB, Brazil, 2009.

SUMÁRIO

	Pág.
AGRADECIMENTOS	vi
RESUMO	vii
ABSTRACT	viii
PUBLICAÇÕES	ix
SUMÁRIO	xi
ÍNDICE DE TABELAS	xiv
ÍNDICE DE FIGURAS	xv
SÍMBOLOS E ABREVIACÕES	xviii
1. INTRODUÇÃO	1
2. REVISÃO DA LITERATURA	5
2.1. Ligas com Memória de Forma.....	5
2.1.1. Transformações Martensíticas.....	5
2.1.2. Temperaturas Críticas da Transformação Martensítica	6
2.1.2.1. Efeito do Carregamento Mecânico na Transformação	8
2.1.3. Efeito de Memória de Forma Simples (EMFS)	8
2.1.4. O Efeito Memória de Forma Reversível (EMFR)	9
2.1.5. Superelasticidade	10
2.1.6. LMF Comerciais.....	11
2.1.7. LMF do sistema Ni-Ti.....	12
2.1.8. Aplicações das LMF	14
2.1.8.1. Conexão de tubos	15
2.1.8.2. Dispositivo de pré-carga para juntas flangeadas.....	16
2.1.8.3. <i>Packer</i> termicamente energizado	17
2.1.8.4. Vedação de <i>Blowout</i>	18
2.2. Análise dinâmico-mecânica.....	20
2.2.1. Princípio de operação.....	21
2.2.2. DMA x LMF	26
3. MATERIAIS E MÉTODOS	29

3.1.	Fluxograma da Metodologia.....	29
3.2.	Seleção da liga.....	31
3.3.	Fabricação da Liga.....	31
3.4.	Preparação das amostras para análise dinâmica	34
3.5.	Ensaio realizados	36
3.5.1.	Resistência Elétrica em função da Temperatura (RET).....	36
3.5.2.	Análise Dinâmico-Mecânica (DMA)	37
3.5.2.1.	Seleção dos parâmetros a serem utilizados nos ensaios.....	38
3.5.3.	Microdureza	39
4.	RESULTADOS E DISCUSSÃO	41
4.1.	Fabricação e preparação da LMF do sistema NiTi.....	41
4.2.	Caracterização da LMF por Resistência Elétrica x Temperatura	42
4.2.1.	Amostras brutas do processamento	42
4.2.2.	Amostras tratadas a 450 °C durante 15 minutos	46
4.2.3.	Amostras recozidas a 450 °C durante 24 horas	50
4.2.4.	Amostras recristalizadas a 700 °C durante 1 hora	54
4.3.	Ensaio Dinâmico-Mecânicos (DMA).....	58
4.3.1.	Otimização dos parâmetros para os ensaios dinâmicos.....	58
4.3.2.	Amostras brutas do processamento	61
4.3.3.	Amostras Tratadas a 450 °C durante 15 minutos	64
4.3.4.	Amostras recozidas a 450 °C durante 24 horas	67
4.3.5.	Amostras recristalizadas a 700 °C durante 1 hora	69
4.3.6.	Comportamento do amortecimento com a frequência	71
4.3.7.	Comportamento do amortecimento com a amplitude de deformação.....	72
4.3.8.	Comparativo entre amostra cortada e laminada.....	74
4.3.9.	Capacidade de amortecimento nas transformações martensíticas através do DMA	77
4.3.10.	Comparativo entre LMF e materiais estruturais clássicos	80
4.4.	Ensaio de microdureza.....	83
5.	SÍNTESE DOS RESULTADOS.....	85
6.	CONCLUSÕES.....	88
7.	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	89

8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	90
------------------------------------	----

ÍNDICE DE TABELAS

	Pág.
Tabela 2.1 – Principais conceitos aplicativos de LMF para o setor de Petróleo e Gás.....	15
Tabela 3.1 – Nomenclatura das amostras da liga NiTi	36
Tabela 4.1 – Temperaturas de transformação das amostras brutas de processamento	44
Tabela 4.2 – Temperaturas de transformação das amostras tratadas ...	48
Tabela 4.3 – Temperaturas de transformação das amostras recozidas a 450°C/24h	52
Tabela 4.4 – Temperaturas de transformação das amostras recristalizadas	56
Tabela 4.5 – Valores de microdureza para as amostras de NiTi	83

ÍNDICE DE FIGURAS

	Pág.
Figura 2.1 – Esquema da mudança estrutural que ocorre nas ligas com memória de forma	6
Figura 2.2 – Esquematização da transformação martensítica termoelástica	7
Figura 2.3 – Carregamento e descarregamento mecânico abaixo da temperatura final de transformação direta	9
Figura 2.4 – Representação esquemática do Efeito Memória de Forma Reversível	10
Figura 2.5 – Ilustração do comportamento Superelástico das LMF	11
Figura 2.6 – Diagrama de fases da liga Ni-Ti	13
Figura 2.7 – Resultados típicos de ensaio de variação de resistência elétrica em função da temperatura (a) e DSC (b) de uma liga Ni-Ti	14
Figura 2.8 – Conexão de tubos	16
Figura 2.9 – Parafuso com o dispositivo do tipo arruela com memória de forma	17
Figura 2.10 – <i>Packer</i> termicamente energizado	18
Figura 2.11 – Mecanismo para vedação da coluna de produção	19
Figura 2.12 – Tipos de solicitações mais usuais em lâminas	21
Figura 2.13 – Tensão/deformação aplicadas à amostra	22
Figura 2.14 – Curva tensão-deformação ilustrando a inclinação.....	23
Figura 2.15 – Obtenção dos módulos de armazenamento E' e de perda E''	24
Figura 2.16 – Exemplificação dos módulos de armazenamento E' e de perda E''	25
Figura 2.17 – Variação do fluxo de calor e Tangente em função da temperatura	27
Figura 2.18 – Comportamento do amortecimento ($Tan \delta$) para amostras de Ni-Ti com diferentes níveis de dopagem por hidrogênio	28
Figura 3.1 – Fluxograma da metodologia adotada para a realização do plano de trabalho	30
Figura 3.2 – Máquina de fusão a plasma Discovery All	32
Figura 3.3 – Processo de fusão a plasma pelo método <i>Skull Push-Pull</i>	33
Figura 3.4 – Molde confeccionado para obtenção de barras prismáticas.	33

Figura 3.5 – Cortadeira de precisão BUEHLER	34
Figura 3.6 – Forno elétrico <i>Titan Platiniun Quartz</i>	34
Figura 3.7 – Laminador elétrico G3	35
Figura 3.8 – Plataforma de teste para medição da variação de resistência elétrica em função da temperatura	37
Figura 3.9 – Analisador dinâmico-mecânico (DMA) Q800	39
Figura 3.10 – Suporte para amostras do tipo <i>Cantilever</i>	39
Figura 3.11 – Microdurômetro	40
Figura 4.1 – Barra prismática obtida do processo de fusão a plasma ...	41
Figura 4.2 – Lâminas retiradas para a laminação	41
Figura 4.3 – Lâmina bruta de fabricação à quente	42
Figura 4.4 – Lâmina obtida do processo de preparação da amostra	42
Figura 4.5 – Variação da Resistência Elétrica em função da Temperatura para as amostras brutas de processamento	43
Figura 4.6 – Evolução da curva de variação da Resistência Elétrica em função da Temperatura para as amostras brutas	45
Figura 4.7 – Variação da Resistência Elétrica em função da Temperatura para as amostras tratadas	47
Figura 4.8 – Evolução da curva de variação da Resistência Elétrica em função da Temperatura para as amostras	49
Figura 4.9 – Variação da Resistência Elétrica em função da Temperatura para as amostras recozidas	51
Figura 4.10 – Evolução da curva de variação da Resistência Elétrica em função da Temperatura para as amostras	53
Figura 4.11 – Variação da Resistência Elétrica em função da Temperatura para as amostras recristalizadas	55
Figura 4.12 – Evolução da curva de variação da Resistência Elétrica em função da Temperatura para as amostras recristalizadas	57
Figura 4.13 – Comportamento da capacidade de amortecimento com a modificação da frequência de excitação na amostra cortada	58
Figura 4.14 – Comportamento da capacidade de amortecimento com a variação da taxa de aquecimento na amostra cortada	60
Figura 4.15 – Comportamento da capacidade de amortecimento com a variação da amplitude de oscilação na amostra cortada	61
Figura 4.16 – Capacidade de amortecimento em função da temperatura para as amostras brutas de processamento	62

Figura 4.17 – Variação do módulo em função da temperatura para as amostras brutas	63
Figura 4.18 – Capacidade de amortecimento em função da temperatura para as amostras tratadas	65
Figura 4.19 – Variação do módulo de armazenamento em função da temperatura para as amostras tratadas	67
Figura 4.20 – Capacidade de amortecimento em função da temperatura para as amostras recozidas	68
Figura 4.21 – Variação do módulo de armazenamento em função da temperatura para as amostras recozidas	69
Figura 4.22 – Capacidade de amortecimento em função da temperatura para as amostras recristalizadas	70
Figura 4.23 – Variação do módulo de armazenamento em função da temperatura para as amostras recristalizadas	71
Figura 4.24 – Comportamento da capacidade de amortecimento com a variação da frequência.....	72
Figura 4.25 – Comportamento de $Tan \delta$ com o aumento da amplitude de deformação para as amostras A2, B2 e C2	73
Figura 4.26 – Comportamento de $Tan \delta$ com o aumento da amplitude de deformação e variação da frequência para a amostra A2	74
Figura 4.27 – Comparativo da capacidade de amortecimento em função da temperatura entre as amostras cortada e laminada	76
Figura 4.28 – Comparativo da variação do módulo de armazenamento em função da temperatura para as amostras cortada e lamina.da	77
Figura 4.29 – Capacidade de amortecimento em função da temperatura para as amostras cortada e laminada.....	79
Figura 4.30 – Variação do módulo de armazenamento em função da temperatura para as amostras cortada e laminada.....	80
Figura 4.31 – Capacidade de amortecimento em função da temperatura para a LMF NiTi, alumínio, aço inoxidável e latão.....	81
Figura 4.32 – Variação do módulo de armazenamento em função da temperatura para as amostras de NiTi, alumínio, aço inoxidável e latão.....	82

SÍMBOLOS E ABREVIACÕES

LMF – Liga com efeito de Memória de Forma

SMA – *Shape Memory Alloys*

EMF – Efeito de memória de forma

SME – *Shape Memory Effect*

DMA – *Dynamic Mechanical Analysis*

UAEM – Unidade Acadêmica de Engenharia Mecânica

LaMMEA – Laboratório Multidisciplinar de Materiais e Estruturas Ativas

EMFS – Efeito de Memória de Forma Simples

EMFR – Efeito de Memória de Forma Reversível

PSPP – *Plasma Skull Push-Pull*

M_s – Temperatura de início de transformação direta austenita – martensita

M_f – Temperatura final da transformação direta austenita – martensita

A_s – Temperatura de início da transformação reversa martensita – austenita

A_f – Temperatura final da transformação reversa martensita – austenita

H_t – Histerese da transformação

1. INTRODUÇÃO

O avanço tecnológico das últimas décadas fez surgir Materiais Ativos, que apresentam características funcionais importantes, mostrando-se como uma alternativa interessante aos materiais estruturais e sistemas passivos clássicos da Engenharia. Estes materiais caracterizam-se por reagirem a impulsos do ambiente externo, tais como temperatura, luz, tensão e/ou corrente elétrica, campo magnético, carga mecânica, entre outros (Culshaw, 1996). Dentre esses materiais estão as Ligas com efeito de Memória de Forma (LMF), internacionalmente conhecidos como Shape Memory Alloys (SMA). Estes materiais metálicos especiais possuem a surpreendente capacidade de recuperar uma deformação “aparentemente plástica”, introduzida a uma baixa temperatura, por intermédio de um aquecimento subsequente acima de uma temperatura crítica. Este fenômeno, designado por Efeito de Memória de Forma (EMF), está intimamente associado a uma transformação de fase do tipo martensítica, cristalograficamente reversível (Otsuka & Wayman, 1998). Em baixas temperaturas tem-se a fase martensita, na qual se introduz a deformação, enquanto que, aquecendo-se o material, a fase austenita aparece gradualmente, resultando na recuperação da forma previamente estabelecida. A faixa de temperatura para o fenômeno é bastante ampla, podendo variar de -100 °C a 300 °C, dependendo principalmente da composição química da LMF. A repetição do ciclo termomecânico de EMF conduz a um efeito memória de forma de duplo sentido ou reversível (*two-way shape memory effect*), no qual não se faz necessária a aplicação de carga para a deformação do material.

As LMF são consideradas atuadores elétricos quando o EMF é ativado através da aplicação de pulsos de corrente elétrica (efeito Joule). Em contrapartida, se o EMF é ativado diretamente por meio da variação controlada da temperatura, consideram-se como sendo atuadores térmicos. Portanto, uma LMF pode ser considerada intrinsecamente como um atuador eletrotermomecânico que converte energia térmica em deslocamento acompanhado ou não da produção de um trabalho mecânico. Esta resposta em deslocamento quando do seu simples aquecimento, acima de uma temperatura perfeitamente

programável, torna essas ligas metálicas bastante interessantes para o desenvolvimento de aplicações em diversas áreas industriais, a exemplo do setor de Petróleo e Gás (P&G), como foi reconhecido e demonstrado por pesquisadores da indústria petrolífera ligados a empresa norueguesa SINTEF Petroleum (Andersen et al, 1997; Andersen et al, 1999). Uma pesquisa de patentes envolvendo as LMF no setor de P&G foi realizada recentemente (Silva et al, 2008), revelando aplicações que vão de válvulas de segurança até equipamentos para poço, como os “*packers*” (Payton Jr., 1984; Shutzler, 1985; Adnyana & Rogen, 1986; Adnyana & Rogen, 1989). Esse estudo prospectivo de aplicações potenciais demonstrou também que o desenvolvimento de arruelas de ligas NiTi para geração de esforço mecânico em parafusos, patenteado por Shutzler (1985) e evidenciado pela empresa SINTEF Petroleum, é um conceito de forte potencial aplicativo que vem sendo estudado atualmente (Ghorashi et al, 2004; Hesse et al, 2004; Peairs et al, 2004; Antonios et al, 2006).

Por outro lado, as propriedades dinâmicas de LMF são de grande interesse tecnológico, principalmente aquelas das ligas de base Ni-Ti, as quais demonstram propriedades de amortecimento superiores às das ligas de base cobre (Cai et al, 2005). A capacidade que o material possui de absorver vibrações é particularmente importante no que diz respeito à integridade de sistemas mecânicos. A alta capacidade de amortecimento apresentada pelas LMF está relacionada ao movimento de interfaces martensíticas e contornos de maclas. O amortecimento também depende diretamente de variáveis externas como a taxa de aquecimento e resfriamento, além da frequência e amplitude de oscilação imposta. Algumas variáveis internas também influenciam na capacidade de amortecimento do material, a exemplo do tamanho de grão, densidade de variantes martensíticas e defeitos estruturais (Van Humbeeck, 2003). Nas LMF se espera uma alta capacidade de amortecimento e baixo módulo de elasticidade no estado martensítico. Durante a transformação de fase se verifica a presença de um pico da capacidade de amortecimento e um aumento do módulo de elasticidade ou rigidez (Cai et al, 2005). A técnica utilizada para coletar dados das propriedades dinâmicas é a Análise Dinâmico-Mecânica (DMA – *Dynamic Mechanical Analysis*), a qual estuda o comportamento dos materiais sob cargas dinâmicas. Como resposta a uma

carga senoidal aplicada, tem-se por medida uma curva de deslocamento (deformação) também senoidal, pela qual se obtém a capacidade de amortecimento representada pela tangente do ângulo de fase ($\tan \delta$) entre os dois sinais. O módulo de armazenamento, representado pela componente elástica e relacionado à rigidez do material, também pode ser medido.

Visando tirar proveito das propriedades dinâmicas e de memória de forma das ligas Ni-Ti, existe uma grande tendência internacional de se desenvolver juntas aparafusadas inteligentes, constituídas de atuadores de LMF, capazes de recuperar um nível de pré-carga eventualmente reduzido devido a um relaxamento da união aparafusada. Esse relaxamento se dá, em maior parte, devido às vibrações as quais os sistemas são submetidos. A união deve ser formada por um atuador de LMF do tipo arruela pré-deformada em compressão, um sistema de aquecimento e um sistema de monitoramento. Assim, o sistema de monitoramento seria capaz de detectar um nível crítico, pré-determinado, da força de acoplamento e acionar o sistema de aquecimento de modo a ativar a expansão do atuador por efeito de memória e, conseqüentemente, recuperar a força de acoplamento (pré-carga) da junta aparafusada (Andersen et al, 1997; Andersen et al, 1999; Ghorashi et al, 2004; Hesse et al, 2004; Peairs et al, 2004; Antonios et al, 2006), além de atenuar os eventuais efeitos vibracionais na junta. A aplicação de juntas aparafusadas inteligentes em uniões críticas e de difícil acesso pode ser uma alternativa considerada viável, capaz de melhorar os níveis de segurança de estruturas no setor de petróleo e gás. Como exemplos dessas estruturas, podem-se citar juntas flangeadas de tubulações e uniões aparafusadas em geral de plataformas *onshore* e *offshore*. Para esse tipo de aplicação, se faz necessária primeiramente a realização da caracterização termomecânica e de absorção de vibrações da LMF selecionada.

Portanto, os objetivos desta dissertação são projetar uma LMF do sistema Ni-Ti com temperaturas de transformação reversa (martensita – austenita) superiores aquela do ambiente, otimizar o processo de fabricação pela técnica de fusão a plasma seguida de moldagem por injeção, preparar amostras na forma de lâminas delgadas, realizar a caracterização termomecânica por meio de ensaios de microdureza e resistência elétrica em função da temperatura, além da caracterização dinâmica usando um equipamento comercial de análise

dinâmico-mecânica DMA (*Dynamic Mechanical Analyzer*). Por fim, o estudo tem por objetivo também efetuar um comparativo entre as propriedades dinâmicas entre as amostras de LMF e materiais clássicos da Engenharia.

2. REVISÃO DA LITERATURA

2.1. Ligas com Memória de Forma

2.1.1. Transformações Martensíticas

O termo martensita foi originalmente utilizado para designar o constituinte resultante do resfriamento rápido aplicado aos aços (têmpera). Este constituinte resulta de uma transformação em estado sólido e sem difusão. Nesta transformação, a fase de alta temperatura, denominada de austenita (CFC), transforma-se em domínios de estrutura CCC ou TCC, os quais se apresentam sob a forma lenticular ou de plaquetas alongadas. Por extensão, as estruturas criadas com estas características de transformações são chamadas de “martensitas” e as transformações cristalográficas sem difusão que lhes dão origem são chamadas de “transformações martensíticas” (Chiaverini, 1996).

A transformação de fase austenita para martensita, ou da fase matriz para a fase produto, em princípio é quem caracteriza o efeito memória de forma (EMF), que consiste na habilidade do material em rememorar sua forma depois de deformado plasticamente e posteriormente aquecido. No caso das LMF, a transformação martensítica é reversível e termoelástica (Otsuka & Wayman, 1998), o que leva a recuperação de forma imposta pela deformação plástica. A Figura 2.1 ilustra a transformação martensítica termoelástica que ocorre no interior do material durante um ciclo termomecânico de EMF (resfriamento deformação aquecimento).

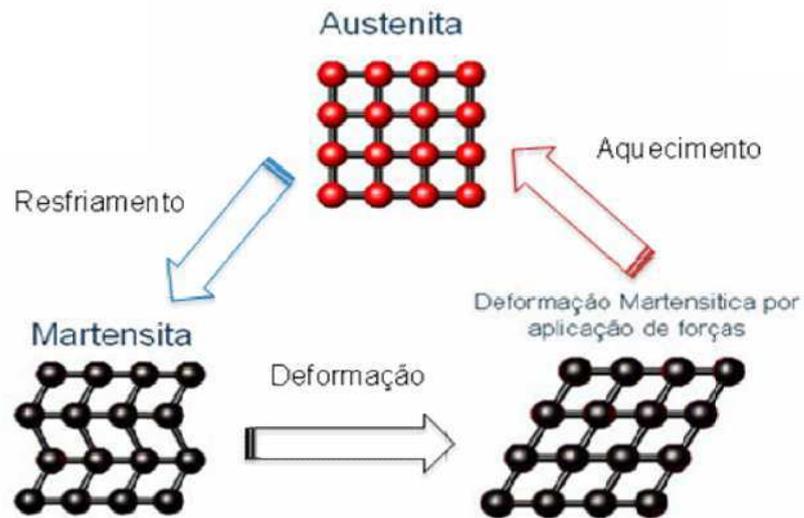


Figura 2.1– Esquema da mudança estrutural que ocorre nas ligas com memória de forma.

2.1.2. Temperaturas Críticas da Transformação Martensítica

A caracterização física da transformação martensítica termoelástica consiste basicamente em determinar os parâmetros que tem relação direta com o fenômeno, como o deslocamento ou deformação correspondente ao efeito memória de forma, alterações na resistência elétrica do material, a absorção ou liberação de energia, dentre outras. A partir destas características é possível determinar as temperaturas de transformação de fase e histerese em temperatura de uma LMF. A Figura 2.2 mostra uma curva típica de variação dimensional (comprimento, por exemplo) em função da temperatura para um material com memória de forma. A maior parte da transformação direta (austenita – martensita, no resfriamento) e reversa (martensita – austenita, no aquecimento) acontece em uma faixa de temperatura relativamente estreita, embora o começo e o fim da transformação durante aquecimento ou resfriamento, de fato estenda-se a uma faixa de temperatura muito maior (M_f – A_f). Esse comportamento também exibe uma histerese em temperatura, que é medida a 50% da transformação, conforme ilustra a Figura 2.2. As temperaturas de transformação definidas na Figura 2.2 variam de um sistema de LMF para outro. Em geral, a histerese das transformações martensíticas termoelásticas variam entre 278K (5°C) e 323K (50°C) dependendo do tipo de

LMF e do seu processamento termomecânico. As temperaturas críticas da transformação são:

- M_s : Temperatura de início de transformação martensítica direta;
- M_f : Temperatura de final da transformação martensítica direta;
- A_s : Temperatura de início da transformação martensítica reversa;
- A_f : Temperatura de final da transformação martensítica reversa;
- H_t : Histerese da transformação.

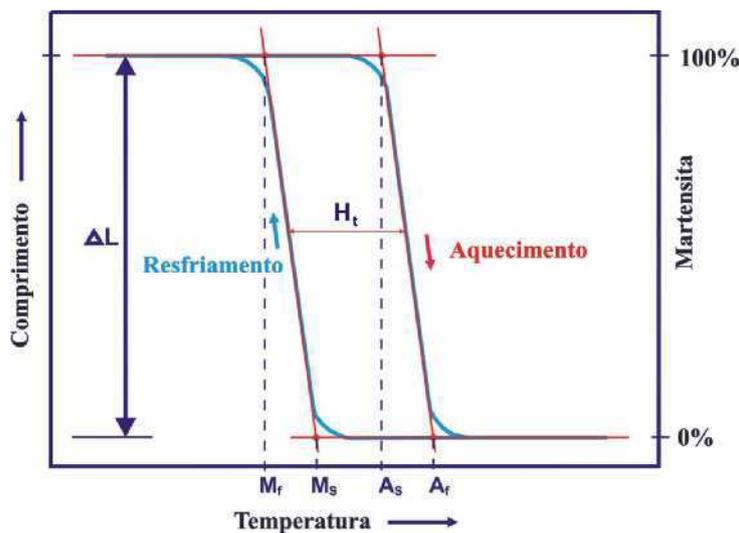


Figura 2.2 – Esquemática da transformação martensítica termoelástica ilustrando a determinação das temperaturas críticas (M_s , M_f , A_s e A_f) e da histerese da transformação (H_t) durante um ciclo térmico de resfriamento e aquecimento.

As regiões de transformação de fase típicas para as LMF se situam numa faixa de temperaturas que se estende entre 73K (-200°C) e 573K (300°C) (Fernandes, 2006). As transformações martensíticas em LMF podem ser detectadas a partir de variações de algumas propriedades físicas como resistividade elétrica, dimensões e calor específico. Comumente são usadas técnicas de análise térmica, como calorimetria diferencial de varredura (DSC), dilatometria, análise térmica diferencial (DTA) e análise termomecânica (TMA). As técnicas de análise térmica DSC e DTA detectam tanto a transformação martensítica direta, que é exotérmica (acompanhada por liberação de calor), quanto à transformação reversa, que é endotérmica (acompanhada por absorção de calor).

2.1.2.1. Efeito do Carregamento Mecânico na Transformação

Conforme indica a Figura 2.2, a martensita é formada durante o resfriamento a partir de M_s . Porém, se a LMF for submetida a um carregamento mecânico ao mesmo tempo em que a temperatura é reduzida, a martensita forma-se a temperaturas acima do valor M_s medido na ausência de carga mecânica, a qual se denominará de martensita induzida por temperatura sob carregamento mecânico (M_s^σ). Na realidade, todas as temperaturas de transformação ilustradas na Figura 2.2 aumentam com a aplicação de carga mecânica durante a ciclagem térmica (Otsuka & Wayman, 1998). Esse efeito é análogo àquele correspondente ao aumento da temperatura de ebulição de determinado líquido (água, por exemplo) pela elevação da pressão.

2.1.3. Efeito de Memória de Forma Simples (EMFS)

A Figura 2.3 ilustra o efeito memória de forma simples (EMFS), em que um elemento de LMF é submetido a um carregamento em temperatura inferior ao final de transformação martensítica (Figura 2.3B), gerando uma deformação na estrutura completamente martensítica. Ao se retirar o carregamento, resta uma deformação plástica residual, a qual é recuperada elevando-se a temperatura acima da temperatura final de transformação reversa martensita - austenita (A_f). Um peso W é colocado sobre o material (Figura 2.3D-E) para demonstrar a capacidade de realização de trabalho mecânico por parte do elemento de LMF. Na realidade, a definição rigorosa para EMFS considera $W = 0$, implicando em um deslocamento de D para E ligeiramente menor. Esta surpreendente capacidade de recuperar uma deformação plástica e realização de trabalho por intermédio de um simples aquecimento subsequente acima de uma temperatura crítica está intimamente associada à transformação de fase do tipo martensítica, cristalograficamente reversível (Otsuka & Wayman, 1998) definida na Figura 2.2.

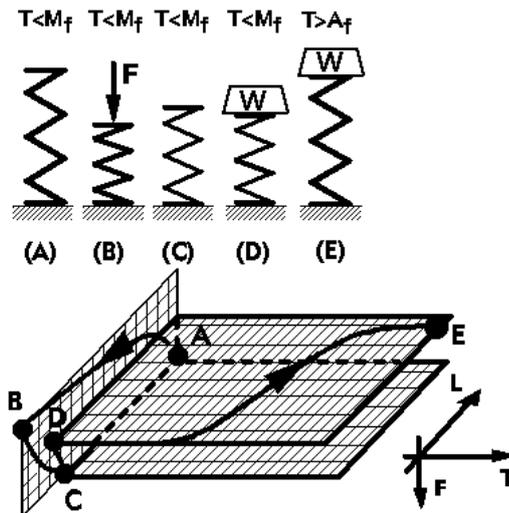


Figura 2.3 – Carregamento e descarregamento mecânico abaixo da temperatura final de transformação direta (austenita – martensita) M_f (A, B, C e D), e recuperação da forma por aquecimento acima da temperatura final de transformação reversa (martensita – austenita), A_f (E).

2.1.4. O Efeito Memória de Forma Reversível (EMFR)

Uma vez detectada a presença da transformação termoelástica na LMF, a repetição sucessiva dos ciclos termomecânicos de EMFS, semelhantes aquele ilustrado na Figura 2.3, pode gerar um Efeito Memória de Forma Reversível (EMFR), que corresponde a uma mudança espontânea de forma do material, sem aplicação de carga externa, durante aquecimento e resfriamento. Este fenômeno está associado a um campo de tensões internas associado a alterações induzidas na estrutura do material (introdução de defeitos, principalmente discordâncias) durante a ciclagem termomecânica, denominada nesse caso de “treinamento” ou “educação” do material (Eucken & Duerig, 1989). Conforme mencionado anteriormente, quando esse efeito é observado tem-se a mudança da forma do elemento sem que seja necessária a imposição de carregamento externo com conseqüente deformação do material.

A Figura 2.4 ilustra o EMFR, também conhecido como efeito memória de duplo sentido (*two way memory effect*), o qual ocorre sem aplicação de força, bastando a ação da temperatura. Observa-se que o elemento de LMF ao ser submetido a um resfriamento, abaixo da temperatura de transformação direta M_f , apresenta mudança em sua forma original sem que haja nenhum tipo de

imposição de carga mecânica (Figura 2.4B), bem como ao se elevar essa temperatura (Figura 2.4C), acima da temperatura de transformação reversa A_s , percebe-se o seu retorno à forma inicial.

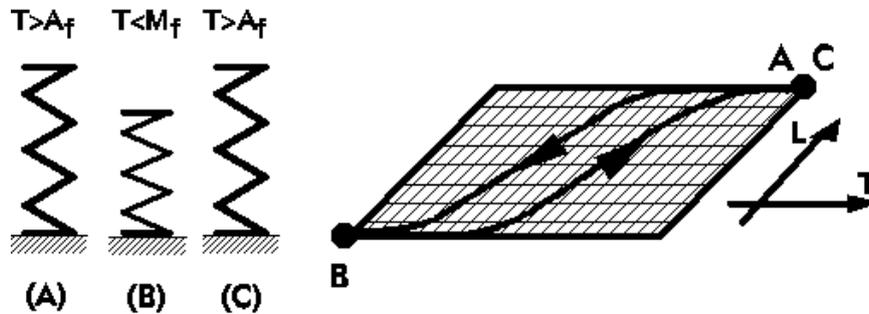


Figura 2.4 – Representação esquemática do Efeito Memória de Forma Reversível e sua relação com as temperaturas de transformação.

2.1.5. Superelasticidade

A Superelasticidade (ou pseudoelasticidade) corresponde à habilidade das LMF em recuperar a sua forma original após carregamento e descarregamento a uma temperatura acima de A_f (austenita), originando uma deformação elástica significativa, superior a 5 %. O fenômeno está baseado na formação de martensita induzida por tensão mecânica. A aplicação de uma tensão mecânica externa, com o material mantido a $T > A_f$, introduz energia mecânica suficiente para originar a formação de martensita a partir da estrutura austenítica. A deformação macroscópica é produzida como resultado da formação de variantes de martensita induzidas pelo carregamento mecânico. Quando a tensão é relaxada, a martensita deixa de ser a fase mais estável e se retransforma em austenita (Yoon & Yeo, 2008). A superelasticidade das LMF pode ser usada várias vezes, de forma cíclica, sem que o material sofra deformações plásticas permanentes. Esse comportamento pode ser observado na ilustração da Figura 2.5.

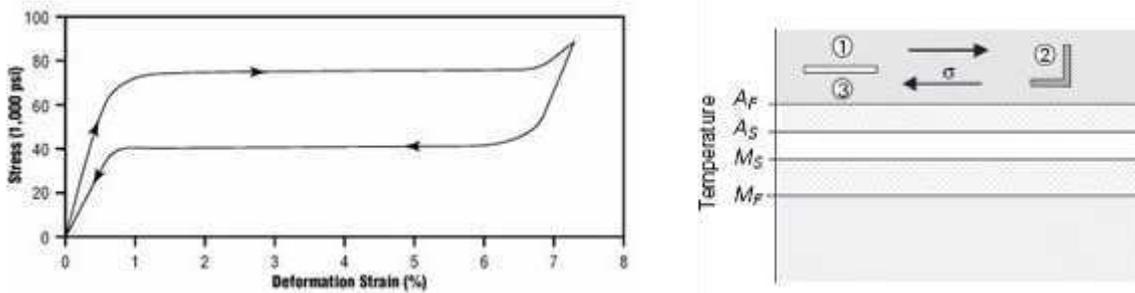


Figura 2.5 – Ilustração do comportamento Superelástico das LMF.

2.1.6. LMF Comerciais

Algumas ligas que apresentam o EMF estão disponíveis comercialmente, a exemplo dos sistemas Ni-Ti e Cu-Al. Uma das empresas fabricantes de LMF fornece ligas Ni-Ti, Cu-Al-Ni, Cu-Al-Zn e Cu-Al-Be policristalinas, além de Cu-Al-Be monocristalinas, as quais demonstram deformações recuperáveis da ordem de 20% (Nimesis, 2008). Independentemente de sua disponibilidade comercial, o potencial das LMF vem sendo intensivamente estudado nos dias atuais. Ligas como Cu-Al-Ni têm grande potencial devido a suas altas temperaturas de transformação reversa (A_S), situadas entre 373K (100 °C) e 573K (300 °C). As pesquisas são dirigidas com o intuito de adequar as propriedades mecânicas das LMF às aplicabilidades propostas.

As propriedades termomecânicas das ligas Ni-Ti são, em geral, melhores que aquelas das LMF de base cobre. Estas ligas podem apresentar recuperação de forma após deformações significativas, são termicamente estáveis, apresentam uma excelente resistência à corrosão, biocompatibilidade, um bom desempenho superelástico, além de uma alta resistência elétrica que permite o aquecimento por efeito Joule. No entanto, essas ligas apresentam dificuldade no processo de obtenção, sua fusão precisa ser realizada em vácuo ou em atmosfera inerte, as temperaturas de transformação são limitadas a faixa de 73K (-200°C) a 373K (100°C), além do custo mais elevado dos elementos Ni e Ti.

As LMF Cu-Al-Ni apresentam boa condutividade térmica, recuperação de forma após deformações da ordem de 3%, têm resistência à corrosão limitada, facilidade de obtenção, possuem alta condutividade elétrica (tendo boa

possibilidade de aplicação em conectores elétricos), têm temperaturas de transformação mais altas, oferecendo maiores possibilidades de aplicação, além de serem, relativamente, de baixo custo. Todavia, apresentam também fragilidade, baixa ductilidade, propriedades de memória de forma inferiores, se comparado ao Ni-Ti, e alta condutividade elétrica.

2.1.7. LMF do sistema Ni-Ti

A base das ligas Ni-Ti com memória de forma é o composto intermetálico equiatômico NiTi. Este composto apresenta uma solubilidade moderada do Ni e do Ti, assim como de outros elementos metálicos, além de apresentar uma ductilidade comparável à de outras ligas metálicas. É comum estas ligas conterem um excesso de Ni, que pode atingir cerca de 1%. Os elementos Fe, Cr, Nb e Al também são frequentemente adicionados (para baixar as temperaturas de transformação), assim como o Cu para reduzir a histerese da transformação e diminuir a tensão de orientação da martensita. A presença de contaminantes como o oxigênio e o carbono pode também alterar as temperaturas de transformação e degradar as propriedades mecânicas, o que faz com que seja desejável minimizar presença destes elementos.

O sistema binário Ni-Ti apresenta temperaturas de transformação entre 73K (-200°C) a 373K (100°C), uma deformação recuperável de até 8 % em tração uniaxial e histereses em temperatura situadas entre 15 e 50 °C. Os tratamentos termomecânicos adequados podem também viabilizar a manifestação do efeito de memória de forma reversível. Um dos maiores desafios neste sistema de liga consiste em desenvolver os procedimentos de tratamentos termomecânicos mais apropriados para a obtenção das características de memória de forma almejadas.

Devido à elevada reatividade do Ti, a fusão destas ligas precisa ser feita sob vácuo ou em atmosfera inerte, sendo, para isso, utilizadas em escala industrial e laboratorial, técnicas como a fusão por arco de plasma, por feixe de elétrons ou por indução sob vácuo.

A usinagem de ligas de Ni-Ti é geralmente difícil, exigindo ferramentas e procedimentos especiais. A soldagem e a brasagem destas ligas são também de difícil execução.

A Figura 2.6 ilustra o diagrama de fases do sistema binário Ni-Ti. A fase-mãe austenítica nas ligas Ni-Ti com memória de forma apresenta uma estrutura cúbica (CCC) ordenada do tipo B2 (Fernandes, 2006).

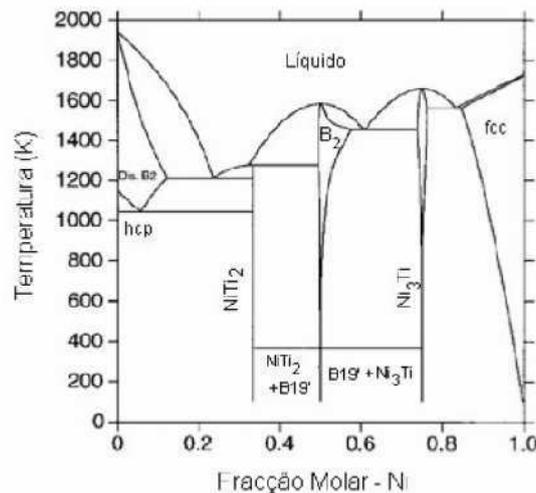


Figura 2.6 – Diagrama de fases da liga Ni-Ti. Fonte: (Fernandes, 2006)

Portanto, o diagrama nos permite constatar a presença de um domínio de estabilidade da fase austenítica (B2) que se caracteriza, para ligas mais ricas em Ni relativamente à composição equiatômica, por uma forte variação do limite máximo de solubilidade do Ni com a temperatura. O tratamento térmico que conduz à obtenção do desejado efeito de memória de forma é normalmente efetuado a temperaturas compreendidas entre 773 K (500°C) e 1173 K (800°C) (Fernandes, 2006). Na realização de ensaios para caracterização da transformação termoelástica, percebe-se uma particularidade desse tipo de liga, que diz respeito à transformação direta durante o resfriamento ocorrer em duas etapas. Observam-se na Figura 2.7 os resultados típicos de ensaios de DSC e variação da resistência elétrica em função da temperatura. É possível constatar que inicialmente a estrutura austenítica (B2) se transforma em uma fase intermediária, denominada de fase R, a qual tem estrutura romboédrica e é responsável pelo aparecimento de um pico de resistência elétrica (Figura 2.7a), para depois se transformar na estrutura martensítica monoclinica (B19'). Mesmo não sendo claramente perceptíveis na

curva de resistência elétrica, as temperaturas de transformação reversa durante o aquecimento podem ser observadas claramente pela técnica de DSC (Figura 2.7b).

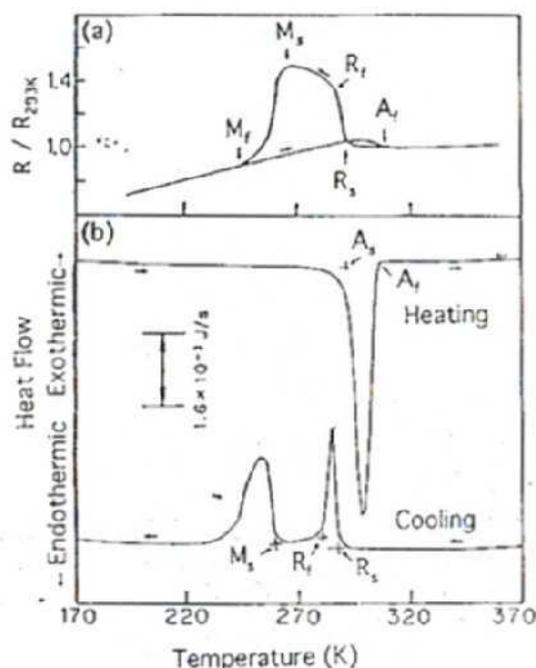


Figura 2.7 – Resultados típicos de ensaio de variação de resistência elétrica em função da temperatura (a) e DSC (b) de uma liga Ni-Ti. Fonte: (Otsuka & Wayman, 1998).

2.1.8. Aplicações das LMF

O uso mais comum das LMF Ni-Ti encontra-se na área médico-odontológica, para as quais uma combinação de resistência, flexibilidade e biocompatibilidade são desejáveis. Nessa área estes materiais são comumente empregados em fios ortodônticos, em próteses de órgãos e na desobstrução de coágulos sanguíneos.

A maior parte dos dispositivos criados inicialmente funcionava como conectores termomecânicos para tubulações hidráulicas, e, com o passar dos anos, inúmeros outros dispositivos mais complexos foram sendo desenvolvidos nas mais diversas áreas como a biomédica, aeroespacial, mecatrônica, eletroeletrônica e petróleo e gás (P&G). Um estudo prospectivo recente realizado por Silva et al. (2008) constatou o forte potencial aplicativo das LMF no setor de P&G, o qual indica que pesquisadores da indústria petrolífera

ligados a empresa norueguesa SINTEF *Petroleum* (Andersen et al, 1997; Andersen et al, 1999) sugeriram mais de 25 novos conceitos envolvendo as LMF aplicáveis ao referido setor. Alguns desses conceitos e respectivas ligas recomendadas para sua fabricação estão apresentados na Tabela (2.1).

Tabela 2.1 – Principais conceitos aplicativos de LMF para o setor de Petróleo e Gás.

Conceito	Liga com memória de forma
Conexão de tubos	Ni-Ti-Nb
Conexão de tubos compósitos	Ni-Ti-Nb
Conexão por cabos	Cu-Al-Ni/Cu-Zn-Al
Conexão aparafusada	Ni-Ti-Nb/Ni-Ti
Válvula de segurança	Ni-Ti-Cu
<i>Packer</i>	Ni-Ti-Hf
Mecanismo para extinção de incêndio	Ni-Ti-Hf/Ni-Ti
Vedação de <i>Blowout</i>	Ni-Ti/Ni-Ti-Hf
Atuadores	Ni-Ti-Hf
Ferramentas para pesca em <i>Wireline</i>	Ni-Ti-Hf
Centralizador de revestimento	Ni-Ti/Ni-Ti-Hf
Amortecedor acústico	Cu-Zn-Al/Ni-Ti

Nos itens que seguem são detalhados alguns desses conceitos, tornando perceptível a importância de materiais que apresentam os fenômenos de memória de forma, tanto no que diz respeito à segurança e confiabilidade das operações de produção e transporte do petróleo quanto à provável economia com manutenções corretivas.

2.1.8.1. Conexão de tubos

A operação de conexão de tubos pode ser feita através de um dispositivo do tipo “luva” de LMF para acoplamento, a qual é ativada quando aquecida após ser deformada à baixa temperatura. O aperto gerado pela luva de LMF durante o aquecimento permanece comprimindo os tubos em temperatura ambiente, vedando a conexão de forma eficiente. Essa luva de Ni-Ti para acoplamento, comercializada pela empresa norte-americana Aerofit Inc., com a marca CryoFit[®], pode ser visualizada na Figura 2.8 e foi pela primeira vez

empregada na conexão de tubos do sistema hidráulico do jato de guerra americano F-14 (Aerofit, 2008).

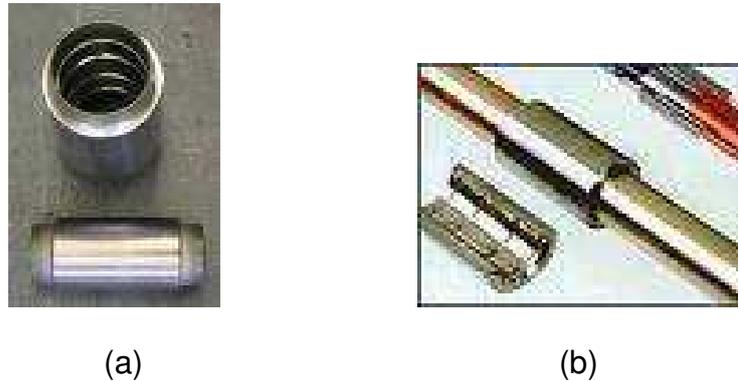


Figura 2.8 – Conexão de tubos. (a) Luva de NiTi CryoFit® e (b) demonstração da aplicação (Aerofit, 2008).

2.1.8.2. Dispositivo de pré-carga para juntas flangeadas

Esse dispositivo consiste de uma arruela de LMF, inicialmente pré-deformada em compressão a baixa temperatura que, quando aquecida, tende a recuperar sua forma original gerando uma força axial de restauração que provoca uma carga nos parafusos da junta (Park et al., 2003). Desse modo, o aperto em um flange pode ser feito minimizando a introdução de tensões de cisalhamento resultantes do torque de aperto em juntas tradicionais. Essa pré-carga é obtida aquecendo-se a arruela de LMF através de um jato de ar quente após a sua instalação na junta. Com isso, a arruela se expande por EMF, tendendo a recuperar sua forma original e tracionando o parafuso de fixação. Isso promove a pré-carga do parafuso de fixação sem submetê-lo a tensões cisalhantes (La Cava et al., 2000). Um esboço e protótipo desse tipo de aplicação podem ser visualizados na Figura 2.9.

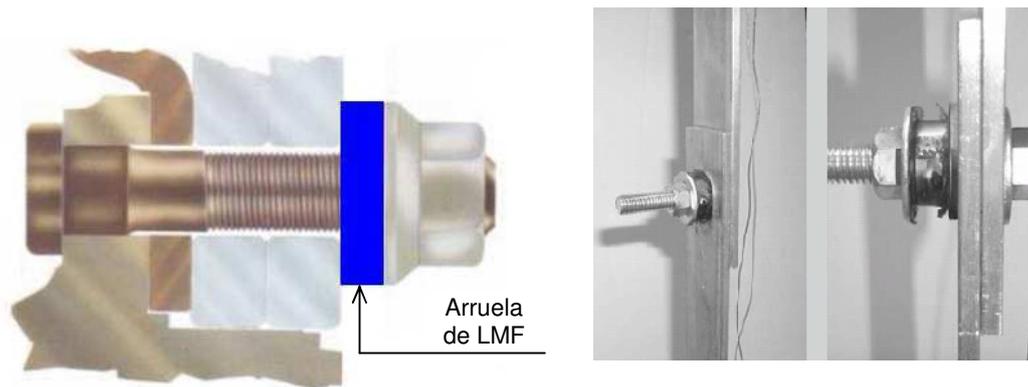


Figura 2.9 – Parafuso com o dispositivo do tipo arruela com memória de forma. Fonte: Park et al., 2003.

2.1.8.3. *Packer* termicamente energizado

O *packer* é um equipamento que possui a função de separar zonas produtivas de um poço, obstruindo a passagem do fluido quando necessário. Instalado na coluna do poço, o equipamento funciona como um *plug* de expansão, geralmente feito de borracha. O conceito proposto por Payton (1984) inclui o copo do *packer*, de material elastomérico em forma de funil, e elementos de reforço fabricado com LMF. O copo do *packer* é inserido no revestimento do poço com os elementos de reforço pré-deformados, de modo que impeça o contato com a parede durante a instalação. Quando o *packer* é aquecido a níveis de temperatura próximos da transformação da LMF, os elementos de reforço retornam à sua forma original e o fixam contra o revestimento do poço, efetuando a vedação da coluna. O mecanismo pode ser visualizado na Figura 2.10.

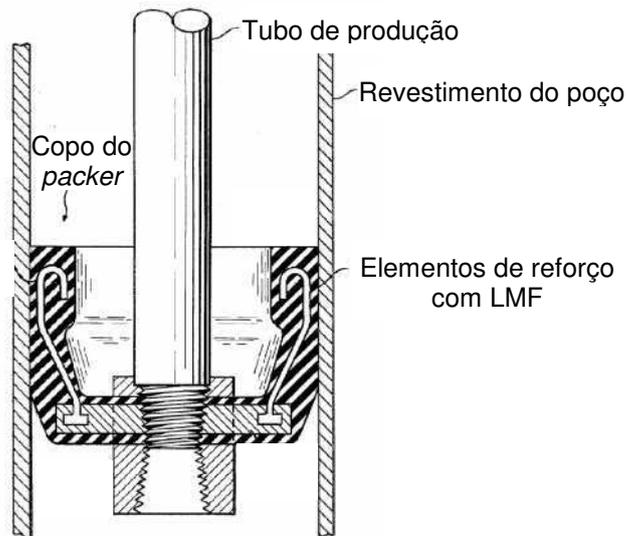


Figura 2.10 – *Packer* termicamente energizado pressionando o revestimento do poço. Fonte: Payton, 1984.

2.1.8.4. Vedação de *Blowout*

O *blowout* é definido como sendo o fluxo não controlado de fluidos advindos do poço de petróleo, o qual pode ter proporções desastrosas. Um mecanismo para a vedação deste fenômeno na coluna de produção de um poço, constituído basicamente por molas fabricadas com LMF, uma câmara com um cilindro deslizante e um elemento vedante que interrompe a passagem de fluido na coluna foi proposto por Adnyana & Rogen (1989). A Figura 2.11 mostra esse sistema, que é próprio para operações de perfuração e produção de poços de petróleo, sendo montado logo acima da cabeça de produção, através de flanges. O aquecimento das molas é realizado por meio do fornecimento de corrente elétrica por um transformador ligado a uma embarcação na superfície através cabos elétricos.

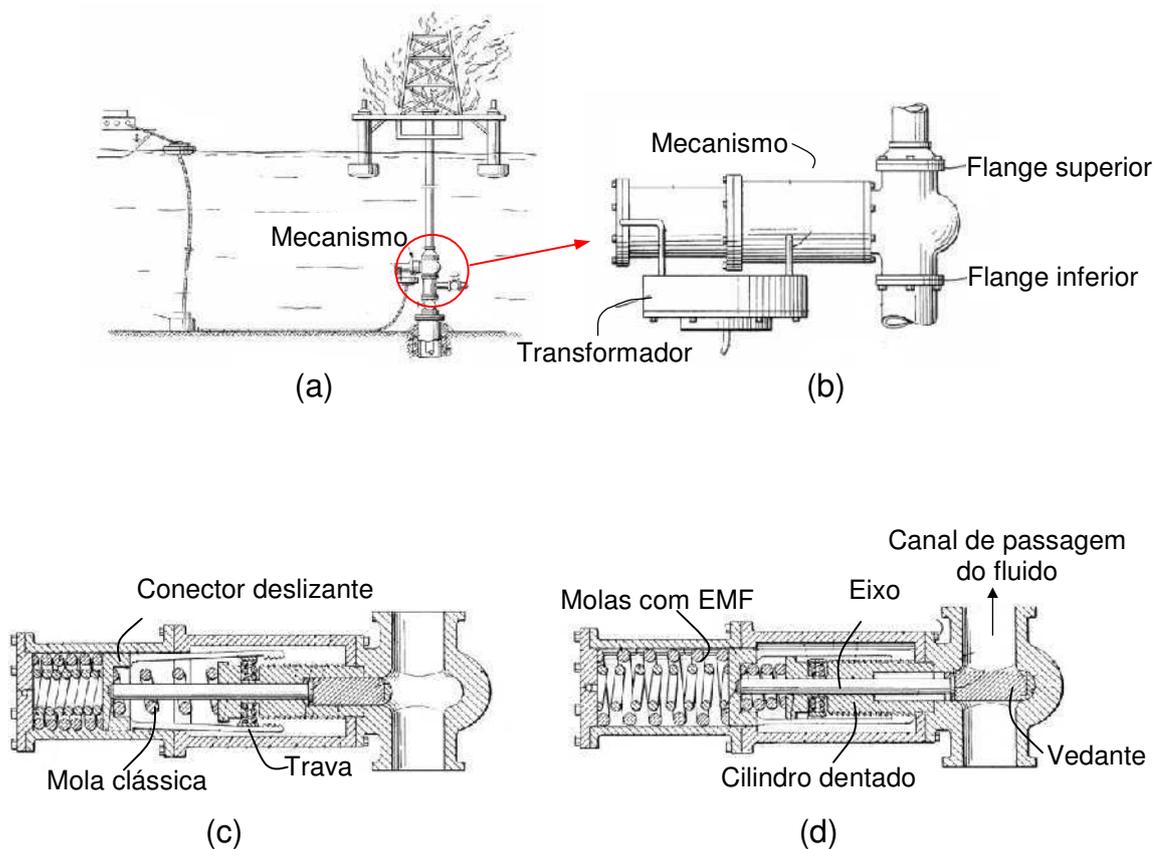


Figura 2.11 – Mecanismo para vedação da coluna de produção. (a) Montagem na cabeça de produção, (b) Mecanismo completo montado e visualização interna do dispositivo (c) aberto e (d) fechado. Fonte: Adnyana & Rogen, 1989.

As Figuras 2.11c e 2.11d mostram um corte longitudinal do mecanismo, nas posições aberta e fechada, com todos os seus componentes, dentre eles um conector deslizante, um eixo rosqueado neste conector e fixado no vedante, bem como molas coaxiais. As duas molas em espiral, fabricadas com LMF, são posicionadas de forma concêntrica, melhorando a força de fechamento do elemento vedante, sendo a força total exercida igual ao somatório de cada uma das molas. Quando aquecidas, através da passagem de corrente elétrica, as molas com EMF se expandem, carregando e impulsionando o conector deslizante e a mola em espiral clássica para a sua posição fechada. Assim, o elemento de vedação entra no canal de passagem do fluido, obstruindo-o. Para a abertura do mecanismo, interrompe-se a passagem de corrente elétrica, fazendo com que a mola em espiral clássica restitua os componentes à posição de origem. Além disso, existem molas com EMF no sentido radial, em torno do eixo, que permanecem contraídas para a

fixação da trava no cilindro dentado, não permitindo o retorno do eixo. Para a posição aberta do mecanismo, cessa-se a corrente fornecida às molas coaxiais e se fornece o aquecimento às molas radiais, fazendo com que sejam expandidas e soltando a trava, permitindo o retorno do elemento de vedação.

2.2. Análise dinâmico-mecânica

A análise dinâmico-mecânica (*Dynamical Mechanical Analysis* - DMA) é uma ferramenta muito importante na caracterização dos materiais que apresentam forte dependência da temperatura e frequência de aplicação de carregamento mecânico, como é o caso dos polímeros e das LMF.

As primeiras tentativas na condução de experimentos oscilatórios para medir a elasticidade de um material foram realizadas por Poyntang em 1909. Desde então, alguns métodos foram utilizados para aplicar deformações oscilatórias para estudo dos metais. O Reogoniômetro Weissenberg, que dominou as medições por mais de vinte anos, foi a primeira versão comercial do instrumento para medição de forças normais (Perkin Elmer , 2007). A técnica não era muito desenvolvida até os anos sessenta, quando instrumentos comerciais se tornaram mais conhecidos. Inicialmente, os instrumentos eram de difícil uso, sendo lentos e limitados em sua habilidade de processar dados. Ferry (1980), então, escreveu o livro *Propriedades Viscoelásticas dos Polímeros*, em que as medições dinâmicas foram parte integral na ciência dos polímeros e que permanece ainda como referência na área.

Os equipamentos de DMA comerciais trabalham aplicando carregamento mecânico oscilatório em vários tipos de sollicitação, como tração, flexão e compressão. No caso particular de amostras do tipo lâminas, os modos de sollicitação mais utilizados em DMA são flexão em modo de viga engastada (cantilever), flexão três pontos e tração uniaxial, conforme indica a sequência da Figura 2.12. Para se conhecer as características termo-dinâmico-mecânicas de uma amostra, faz-se uma varredura em determinada faixa de temperatura na qual se espera encontrar um evento térmico associado com as regiões cristalinas da amostra.

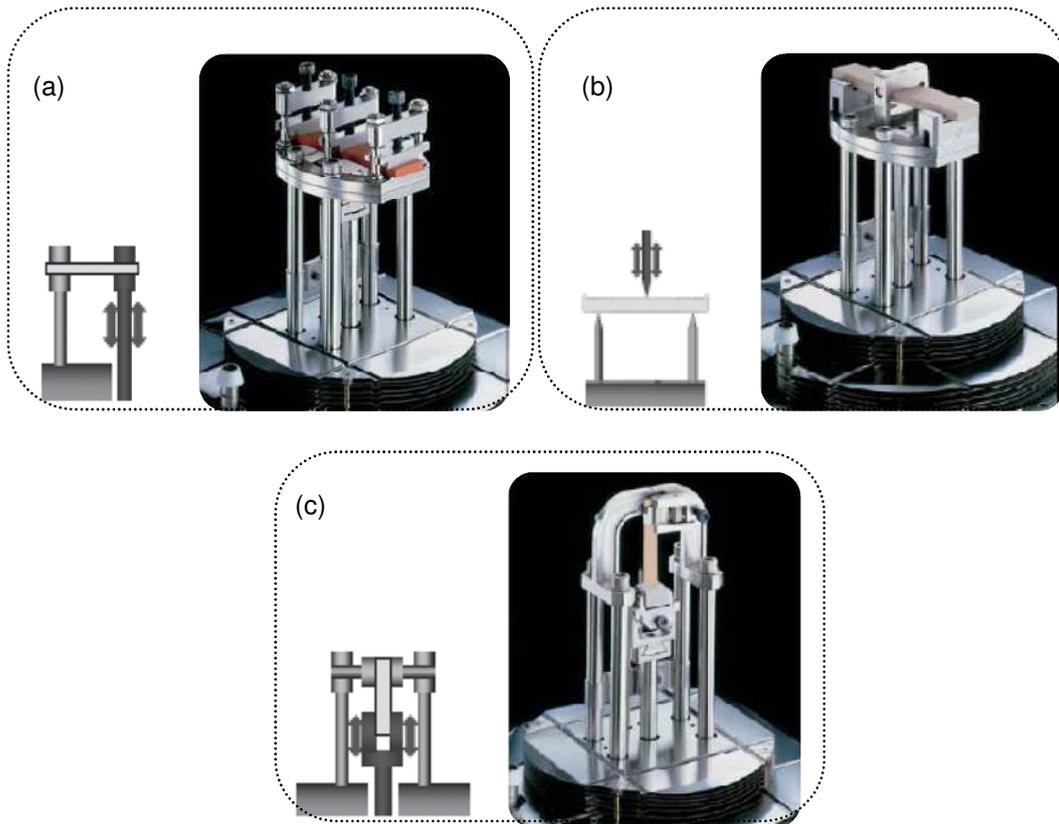


Figura 2.12 – Tipos de solicitações mais usuais em lâminas. (a) Cantilever, (b) Flexão em três pontos e (c) Tração uniaxial.

2.2.1. Princípio de operação

O teste mais comum é o teste dinâmico oscilatório, em que uma tensão (ou deformação) senoidal é aplicada ao material e uma deformação (ou tensão) senoidal resultante é medida (Figura 2.13). Também é medida a diferença de fase, δ , entre as duas senóides. A fase retardará zero grau (0°) para materiais puramente elásticos e 90° para materiais puramente viscosos (TA Instruments, 2008). Materiais viscoelásticos apresentarão uma diferença de fase intermediária.

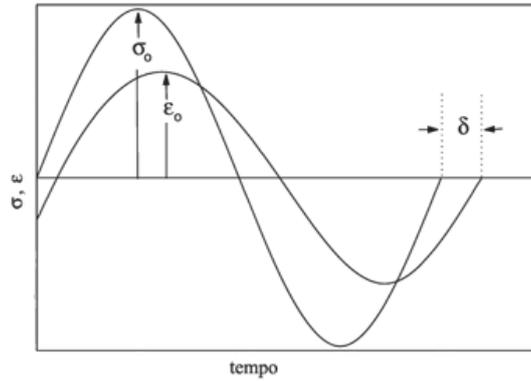


Figura 2.13 – Tensão/deformação aplicadas à amostra.

Para qualquer ponto da curva a tensão aplicada é descrita pela Equação 1.

$$\sigma = \sigma_0 \sin \omega t \quad (1)$$

onde σ é a tensão no tempo t , σ_0 é a tensão máxima e ω a frequência de oscilação.

A forma da onda de deformação resultante é dependente de quão viscoso e elástico seja o comportamento da amostra. Pela medição da amplitude de ambos os picos da vibração senoidal e o atraso entre a tensão e a deformação, dados quantitativos como o módulo, a viscosidade e a vibração podem ser calculadas.

Na caracterização mecânica de materiais, frequentemente se utilizam ensaios de tensão-deformação, conforme ilustrado na Figura 2.14. Tradicionalmente, esses ensaios mecânicos são realizados a uma temperatura fixa. A inclinação da linha dá a relação entre a tensão e a deformação e é a medida da resistência do material à deformação, o módulo de elasticidade. O módulo é dependente da temperatura e tensão aplicada e indica como o material irá funcionar em uma aplicação real.

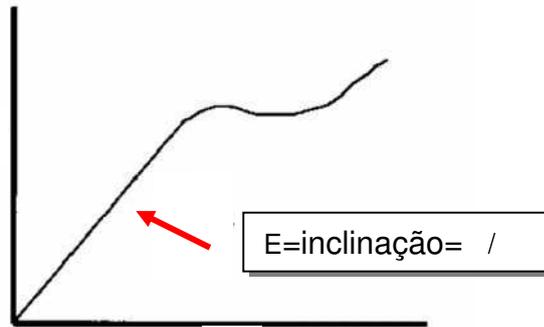


Figura 2.14 – Curva tensão-deformação ilustrando a inclinação, onde a razão da tensão pela deformação mede a resistência do material.

Em ensaios dinâmico-mecânicos (DMA), uma carga é imposta repetidamente ao sistema, de forma que o módulo pode ser obtido cada vez que a tensão é aplicada. A varredura através de uma temperatura ou faixa de frequência permite determinar o valor do módulo de elasticidade a cada segundo em função dos parâmetros de ensaio (Menard, 1999).

Portanto, a deformação que se obtém como resposta à aplicação da tensão senoidal pode ser escrita como segue na Equação 2.

$$\varepsilon(t) = E\sigma_0 \sin(\omega t) \quad (2)$$

onde $\varepsilon(t)$ é a deformação em função do tempo, E é o módulo de elasticidade, σ_0 é a tensão máxima no pico da senóide e ω é a frequência.

Já na região linear, ε e σ são linearmente relacionados por E , sendo a relação representada pela Equação 3.

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 \sin(\omega t) \quad (3)$$

onde ε_0 a deformação na tensão máxima.

Além disso, a taxa de tensão pode ser determinada pelo cálculo da derivada da Equação 1 em termos do tempo.

$$\frac{d\sigma}{dt} = \omega\sigma_0 \cos(\omega t) \quad (4)$$

O limite viscoso é expresso como a tensão sendo proporcional à taxa de deformação, portanto, a primeira derivada da deformação. Isto é melhor

modelado por um amortecedor de êmbolo e para esse elemento a resposta viscosa em termos de deformação é descrita como nas equações que seguem.

$$\varepsilon(t) = \eta \frac{d\sigma_0}{dt} = \eta\omega\sigma_0 \cos(\omega t) \quad (5)$$

ou

$$\varepsilon(t) = \eta\omega\sigma_0 \sin(\omega t + \pi/2) \quad (6)$$

é a viscosidade. Substituindo os termos se forma a Equação 7.

$$\varepsilon(t) = \omega\sigma_0 \cos(\omega t) = \omega\sigma_0 \sin(\omega t + \pi/2) \quad (7)$$

A diferença entre a tensão aplicada e a deformação resultante é um ângulo δ , que deve ser adicionado às equações. Assim, a resposta elástica agora pode ser escrita como:

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 \sin(\omega t + \delta) \quad (8)$$

Usando trigonometria a Equação 8 pode ser reescrita como:

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 [\sin(\omega t) \cos \delta + \cos(\omega t) \sin \delta] \quad (9)$$

Dessa forma, pode-se separar a deformação em fase e fora de fase correspondente a senoíde resposta da tensão aplicada. Como o módulo de elasticidade é tensão/deformação, o módulo complexo E^* pode ser calculado. A partir de E^* e da diferença da medição de diferença de fase δ , o módulo de armazenamento E' e o módulo de perda E'' podem ser calculados como mostrado na Figura 2.15.

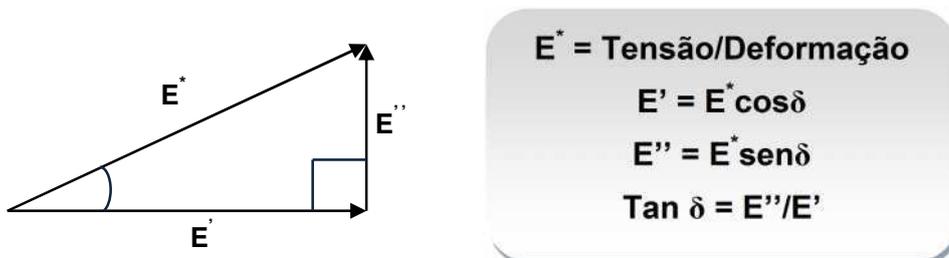


Figura 2.15 – Obtenção dos módulos de armazenamento E' e de perda E'' .

O módulo de armazenamento é a componente elástica e está relacionada à rigidez da amostra. Já o módulo de perda é a componente viscosa e está relacionada com a habilidade da amostra de dissipar energia mecânica através do movimento molecular. A tangente da diferença de fase, $Tan \delta$, é outro parâmetro comum que fornece informação sobre a relação entre as componentes elásticas e inelásticas. Todos esses parâmetros podem ser calculados em função do tempo, temperatura, frequência ou amplitude (tensão ou deformação) dependendo da aplicação.

Para exemplificar os módulos supracitados, toma-se como exemplo uma bola sendo largada e que, após tocar na superfície não retorna exatamente para o mesmo local devido às perdas de movimento e fricção interna. A altura do retorno da bola pode ser relacionada com o módulo de armazenamento E' , o que nos fornece a resposta elástica do material sob as condições de temperatura, carga e frequência impostas. Logo, a perda de altura é relacionada com o módulo de perda E'' , como ilustrado na Figura 2.16.

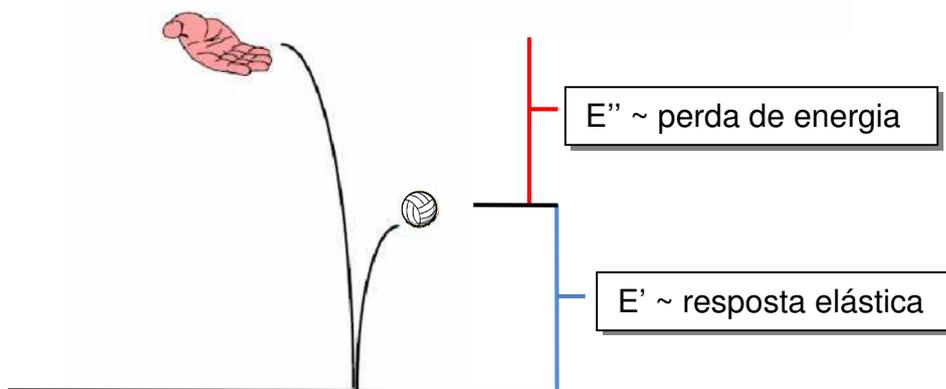


Figura 2.16 – Exemplificação dos módulos de armazenamento E' e de perda E'' .

A relação entre os módulos de perda e armazenamento, tangente do ângulo fase δ , também é chamada de amortecimento (*damping*). Conseqüentemente, o amortecimento é dado por $Tan \delta = E''/E'$. O amortecimento é uma propriedade adimensional e traduz quanta energia o material consegue dissipar. Portanto, com o amortecimento, pode-se comparar se o material absorve ou libera energia.

2.2.2. DMA x LMF

O comportamento das LMF ante a excitação mecânica é bastante peculiar visto que apresenta um alto grau de amortecimento, o que pode levar a um melhor controle de vibração e aumentar consideravelmente o tempo de vida útil dos produtos fabricados a partir desses materiais ativos. A liga NiTi está classificada entre os materiais metálicos com alta capacidade de amortecimento, os quais são denominados na literatura de *hidamets* - *High Damping Metals* (Vandeuzen et al., 1981). Essa elevada capacidade de amortecimento é atribuída à mobilidade da interface martensita/austenita e contornos de maclas apresentados por essas ligas. As ligas de base NiTi possuem alta capacidade de amortecimento durante a transformação de fase e na fase martensítica, ao passo que sua fase austenítica manifesta uma dissipação de energia bem mais baixa (Lu et al., 2003). Ligas convencionais como aços, ligas de base cobre e alumínio têm uma capacidade específica de amortecimento de 0,5 a 1,5%, já o ferro fundido cinzento compreende valores de amortecimento na faixa de 10 a 12%. Ligas com memória de forma normalmente podem alcançar valores de capacidade de amortecimento específico de 40% (Shahinpoor & Schneider, 2008). Essa excelente capacidade de amortecimento demonstrada durante a transformação de fase é decorrente de três principais fatores, sendo observada a contribuição transiente (Q^{-1}_{Tr}), relativa à cinética da mudança de fase e fortemente dependente de variáveis externas como taxa de temperatura, frequência e amplitude de oscilação; a contribuição referente aos mecanismos de transformação de fase (Q^{-1}_{PT}), movimento entre austenita-martensita e martensita-interface martensítica, e da contribuição de atrito interno de cada fase (Q^{-1}_{int}), que é fortemente dependente de propriedades microestruturais, como lacunas, discordâncias e densidade de interfaces (Otsuka & Wayman, 1998; Chen et al., 2009).

O amortecimento nessas ligas é dependente da tensão, visto que o carregamento mecânico que causa o movimento dos contornos das variantes precisa estar acima de determinado valor crítico para cada sistema de liga. Portanto, grande parte dos estudos de LMF pela técnica de DMA diz respeito à

habilidade de absorção de energia que esses materiais apresentam. Um trabalho recente desenvolvido por Batalu et al (2006) fornece informações sobre a relação entre o fluxo de calor medido por DSC e o amortecimento (Tangent δ) em função da temperatura para uma liga NiTi, como se pode visualizar na Figura 2.17 para um dos resultados obtidos. Uma diferença entre a estabilização das propriedades térmicas e mecânicas pode ser observada, em que as temperaturas de transformação de fase coletadas pelo DSC e o pico de amortecimento não coincidem, fato que deve ser levado em consideração em aplicações práticas.

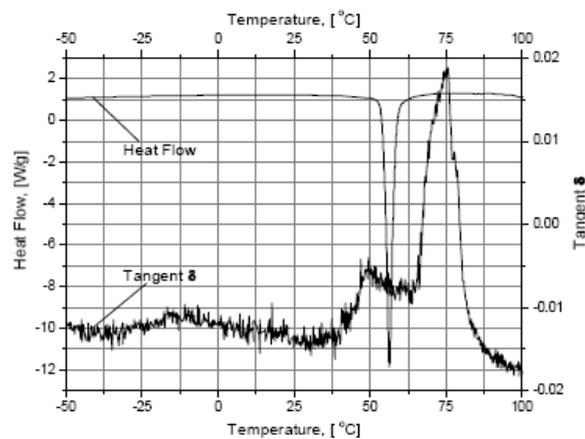


Figura 2.17 – Variação do fluxo de calor e Tangente δ em função da temperatura. Fonte: Batalu et al, 2006.

Outro trabalho encontrado na literatura trata basicamente do comportamento do amortecimento em ligas do sistema NiTi em função do tempo de tratamento térmico a 500°C (Cai et al, 2005). Nesse trabalho variou-se o tempo de recozimento de 1 a 16 horas e concluiu-se que, a partir de 2 horas, os resultados coletados dos picos de amortecimento relativos à transformação martensítica exibiram comportamento semelhante. Baiardo & Loubens (2008) examinaram a influência da dopagem por hidrogênio em ligas da família NiTi, obtendo como resultado a redução do pico de amortecimento próximo à temperatura ambiente e o surgimento de um pico adicional a temperaturas mais baixas, que por sua vez tem aumentada sua região de amortecimento com o acréscimo da concentração de hidrogênio, como mostra a Figura 2.18.

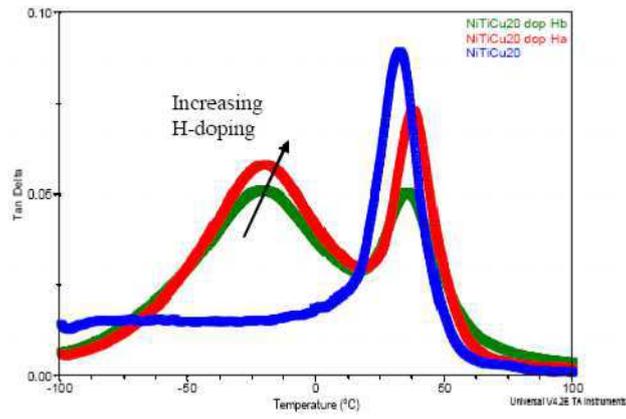


Figura 2.18 – Comportamento do amortecimento ($\tan \delta$) para amostras de Ni-Ti com diferentes níveis de dopagem por hidrogênio. Fonte: Baiardo & Loubens, 2008

3. MATERIAIS E MÉTODOS

Este trabalho tem caráter teórico-experimental, sendo interdisciplinar no âmbito da Engenharia Mecânica, e foi apoiado na infra-estrutura do Laboratório Multidisciplinar de Materiais e Estruturas Ativas (LaMMEA) da Unidade Acadêmica de Engenharia Mecânica (UAEM) do CCT/UFCG. O projeto envolveu inicialmente a aquisição e montagem do equipamento de análise dinâmico-mecânica DMA (Dynamic Mechanical Analyzer), que pode caracterizar materiais de diferentes graus de rigidez, partindo dos polímeros aos metais. O equipamento permite estudar o comportamento termomecânico dos materiais (em tração, compressão, flexão ou cisalhamento) a temperaturas variáveis sob carregamentos estáticos ou dinâmicos; as propriedades de amortecimento em temperatura, frequência e amplitude de solitação variáveis, bem como o fenômeno de dilatação térmica. Portanto, o DMA será utilizado na caracterização termomecânica e dinâmica da LMF a ser usada em possível fabricação de arruelas ativas para juntas flangeadas, importante conceito aplicativo observado anteriormente.

3.1. Fluxograma da Metodologia

A metodologia utilizada está condensada no fluxograma mostrado na Figura 3.1.

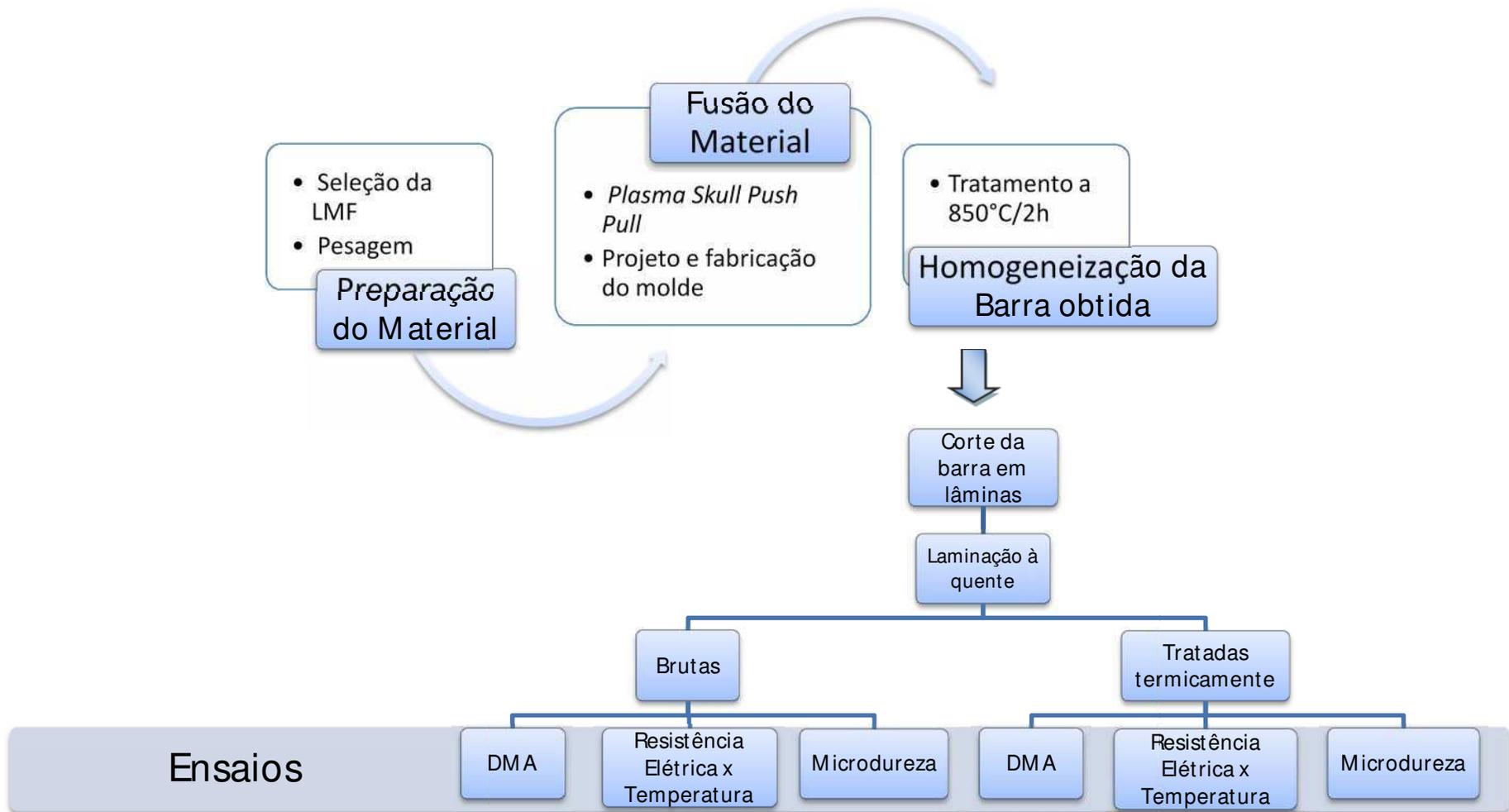


Figura 3.1 – Fluxograma da metodologia adotada para a realização do plano de trabalho.

3.2. Seleção da liga

Visando as melhores propriedades das LMF do sistema NiTi no que diz respeito ao efeito de memória de forma, decidiu-se produzir uma liga com potencialidade de aplicações do tipo atuador, ou seja, com temperaturas de transformação de fase reversa (aquecimento) superiores à temperatura ambiente. Assim, uma liga com maior teor atômico de titânio foi escolhida de forma a levar a temperaturas de transformação reversa (A_s e A_f) superiores a 30°C. Dessa forma, verificar-se-á sua resposta ao carregamento oscilatório aplicado pelo analisador dinâmico-mecânico com um aquecimento passando pela transformação de fase reversa (martensita-austenita), onde se espera o aparecimento de um pico na capacidade de amortecimento ($Tan \delta$). Assim sendo, selecionada uma composição disponível comercialmente, fornecida pela empresa francesa NIMESIS (Nimesis, 2008), que tem por proporção 49,6Ni-50,4Ti (%at). Para o cálculo da composição da liga em peso, utilizou-se a equação (10).

$$w_A = \frac{n_A M_A}{n_A M_A + n_B M_B} \times 100 \quad (10)$$

onde w é o percentual em peso, n o percentual atômico, M a massa atômica e os índices A e B representam cada elemento na liga.

Portanto, a liga selecionada para este trabalho tem por composição nominal 54,7Ni-45,3Ti (% em peso).

3.3. Fabricação da Liga

A fabricação da liga do sistema NiTi foi realizada no equipamento de fusão Discovery All da EDG Equipamentos. Essa máquina utiliza o plasma térmico como meio de transmissão de energia para fundir a maioria dos metais (exceto metais com alto teor de zinco), inclusive titânio, níquel, cromo e cobalto. Nesse equipamento, o gás utilizado é o argônio, que pertence à classe dos gases nobres, cuja característica principal é a de ser inerte, ou seja, não se combinar com nenhum outro elemento químico, sendo encontrado na natureza em pequenas proporções. Atmosferas de argônio permitem fundir metais e

suas ligas totalmente livres de oxidação. Para evitar a contaminação do metal fundido pelo material do cadinho, é utilizado o processo *Skull* de fusão, em que o material é fundido sobre uma fina camada dele mesmo (DISCOVERY, 2005). O equipamento Discovery utiliza também no processo de fundição e conformação o sistema *Push-Pull* (empurra-puxa, injeção de metal fundido no molde) onde o molde é submetido a uma pressão de 0,2 MPa (2 kg/cm²) na parte superior e vácuo na parte inferior resultando em uma fundição de alta qualidade e total segurança. A máquina de fusão a plasma pode ser visualizada na Figura 3.2.



Figura 3.2 – Máquina de fusão a plasma Discovery All.

A Figura 3.3 mostra a sequência de obtenção de LMF pela técnica *Plasma Skull Push-Pull*. Os elementos utilizados na fabricação foram níquel comercialmente puro (>99,9%) e titânio biomédico ASTM F67-00 (grau 2). Inicialmente os elementos puros são colocados em um cadinho de cobre em ordem decrescente de ponto de fusão, como mostra a Figura 3.3(a). Um eletrodo rotativo de tungstênio origina uma tocha de plasma em atmosfera de argônio, conforme mostra a Figura 3.3(b), provocando a fusão dos elementos puros e formando o botão de LMF mostrado na Figura 3.3(c). Uma vez o metal completamente fundido, realiza-se automaticamente a injeção em uma coquilha cilíndrica de alumínio (Figura 3.3e) para se obter um produto conformado sob a forma de um disco fino, conforme mostra a Figura 3.3(f). No entanto, antes da

injeção para formação da pastilha, o botão da liga foi fundido 5 vezes para efeito de homogeneização do produto final.

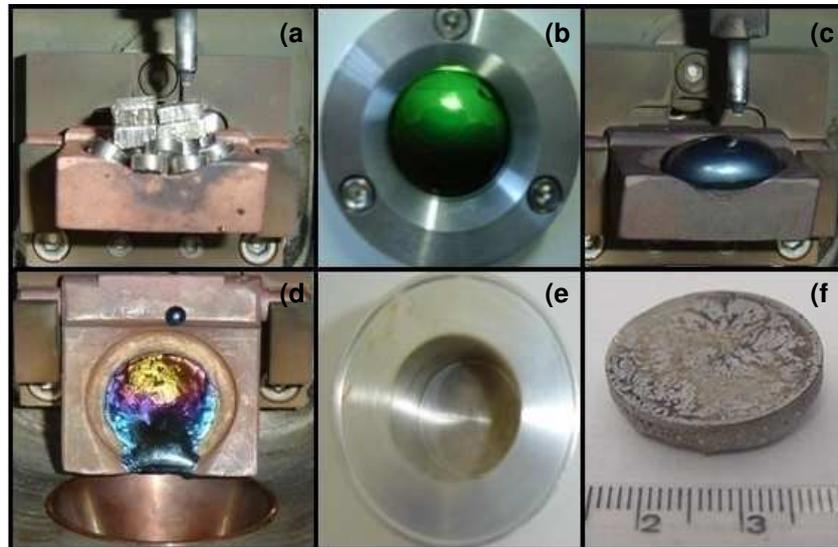


Figura 3.3 – Processo de fusão a plasma pelo método *Skull Push-Pull*. (a) Elementos no cadinho de cobre; (b) Tocha de plasma; (c) Botão de LMF após fusão; (d) Cadinho após a injeção; (e) Coquilha de alumínio; (f) Pastilha obtida pela injeção do botão fundido em molde metálico.

Para a obtenção de amostras no formato necessário para a realização de ensaios no DMA, foi necessária uma adaptação na coquilha (Figura 3.3e) da máquina e a confecção de um molde bi-partido para obter a forma de barras prismáticas. O projeto do molde juntamente com a sua montagem, após ser vertido o material fundido, podem ser visualizados na Figura 3.4.

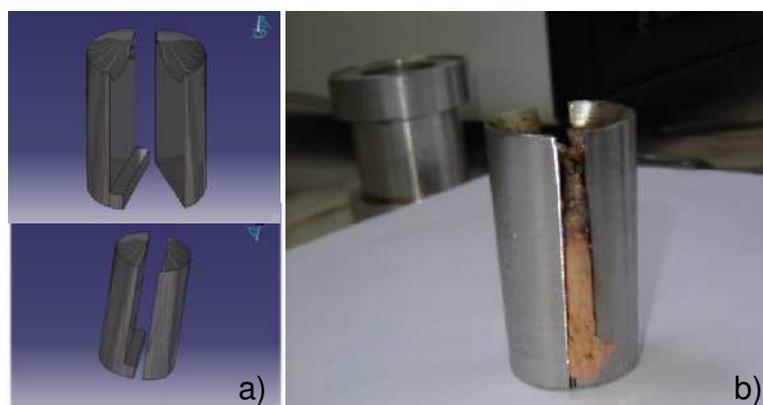


Figura 3.4 – Molde confeccionado para obtenção de barras prismáticas. (a) Projeto conceitual e (b) Montagem com material solidificado.

3.4. Preparação das amostras para análise dinâmica

O produto obtido com o novo molde foi submetido a homogeneização a 800°C por 2 horas no vácuo, com o intuito de se garantir a uniformidade de estrutura em todos os pontos da barra, seguindo-se seu corte em máquina de corte de precisão da marca BUEHLER, modelo Isomet, a qual é mostrada na Figura 3.5. Após a retirada da lâmina mais espessa (0,85 mm) direto da máquina de corte, foi realizada uma sequência de laminação à quente para redução de espessura. Para a realização de tratamentos térmicos necessários à liga obtida da fusão a plasma foi utilizado o forno elétrico *TITAN Platiniun Quartz* da EDG Equipamentos, mostrado na Figura 3.6.



Figura 3.5 – Cortadeira de precisão BUEHLER.



Figura 3.6 – Forno elétrico *Titan Platiniun Quartz*.

A laminação à quente das lâminas obtidas através do corte das barras prismáticas foi realizada para se alcançar espessuras uniformes e delgadas. Para a execução da laminação à quente foram usados o forno da Figura 3.6 e o laminador elétrico, mostrado na Figura 3.7.

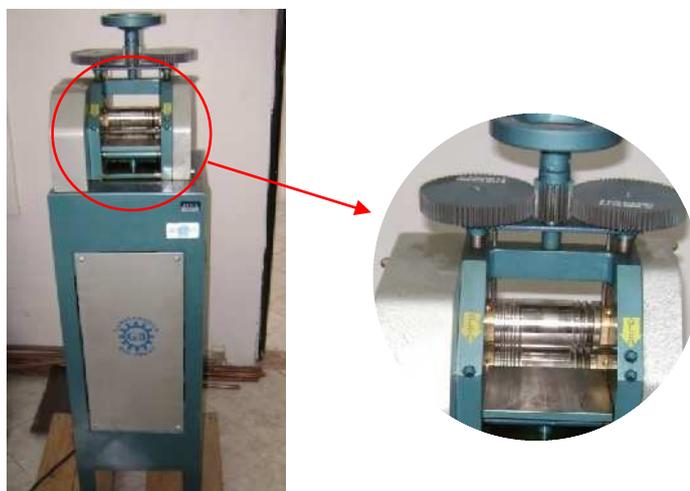


Figura 3.7 – Laminador elétrico G3 da fabricante Laminadores Rio Preto.

Após a operação de laminação, constatou-se a presença de defeitos de borda na periferia da largura nas lâminas. Assim sendo, operações de corte e retificação dessas lâminas foram executadas para que as amostras adquirissem seu formato final necessário aos experimentos. Para essa retificação foi utilizada uma retificadora manual *Dremel*.

Com o intuito de realizar a caracterização das amostras laminadas antes e após serem submetidas a tratamentos térmicos, para cada espessura se retiraram três lâminas, sendo uma utilizada em seu estado bruto de laminação e as outras após devido tratamento térmico. Os tratamentos realizados nas amostras foram um recozimento rápido no vácuo, a 450°C por 15 minutos, um recozimento mais lento à mesma temperatura por 24 horas e uma recristalização a 700°C por 1 hora, todos objetivando o alívio de tensões provocadas pelo processo de obtenção (corte, laminação e retificação), sendo seguidos de posterior têmpera em água a temperatura ambiente para obtenção da transformação martensítica, responsável pelos fenômenos de memória de forma. Para facilitar a identificação, as amostras recozidas por 15 minutos e 24 horas foram denominadas “Tratadas” e “Recozidas”, respectivamente.

A Tabela 3.1 designa as amostras de lâmina de acordo com as espessuras e condição de tratamento térmico.

Tabela 3.1 – Nomenclatura das amostras da liga NiTi.

Amostra	Espessura (mm)	Condição
A1	0,4	Bruta
A2	0,4	Tratada
A3	0,4	Recozida
A4	0,4	Recristalizada
B1	0,3	Bruta
B2	0,3	Tratada
B3	0,3	Recozida
B4	0,3	Recristalizada
C1	0,2	Bruta
C2	0,2	Tratada
C3	0,2	Recozida
C4	0,2	Recristalizada

3.5. Ensaio realizados

A partir do projeto, fabricação e preparação das amostras foi possível a realização dos ensaios tencionados, os quais estão descritos concisamente nos itens que seguem.

3.5.1. Resistência Elétrica em função da Temperatura (RET)

A caracterização térmica da liga NiTi foi realizada em uma bancada de medição da resistência elétrica em função da temperatura desenvolvida no próprio LaMMEA (Reis et al., 2006; Nascimento Neto, 2007). Essa bancada permite aquecer e resfriar, de forma controlada, uma amostra de lâmina imersa em um banho termo-regulável interligado a um sistema de aquisição de dados que capta as variações de resistência elétrica do material à medida que a temperatura varia. O ensaio mencionado foi realizado após as lâminas serem submetidas à laminação, nas amostras brutas e tratadas termicamente. O sistema para realização dos ensaios pode ser visualizado na Figura 3.8 e é composto por banho termoregulável (1), fonte de alimentação de corrente contínua (2), sistema de aquisição de dados com placa de interface GPIB (3) e computador com software de visualização dos dados coletados (4).

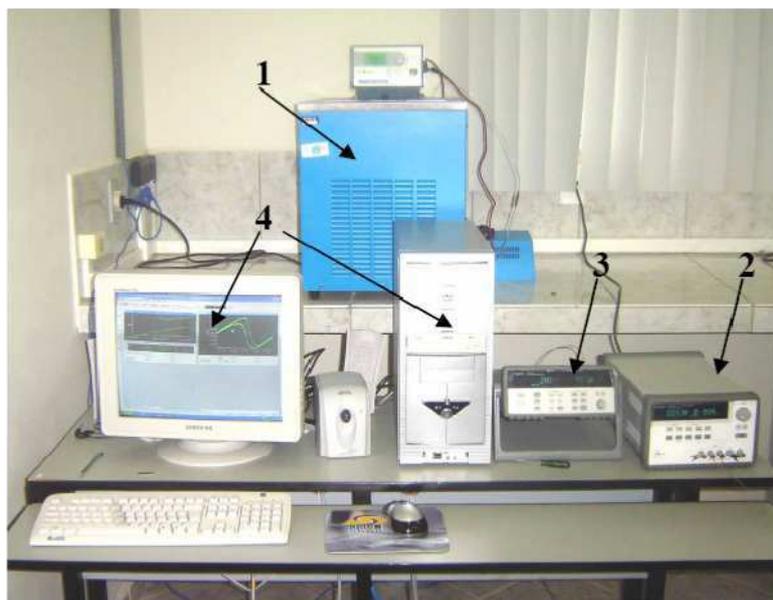


Figura 3.8 – Plataforma de teste para medição da variação de resistência elétrica em função da temperatura.

Dessa forma, o ensaio foi realizado nas lâminas logo após a sua preparação, tornando possível a determinação das temperaturas de transformação de fase através da variação da resistência quando da transição de fase no sentido direto e reverso (resfriamento e aquecimento). Essa determinação é feita por meio do uso do método do cruzamento das tangentes nas curvas de RET. Os resultados desses ensaios são apresentados em termos relativos, visto que as espessuras e comprimentos das amostras podem variar levando a diferentes níveis de valores absolutos da resistência elétrica no material. Portanto, as curvas obtidas por meio do ensaio de RET são normalizadas por meio da equação 11:

$$R(\%) = \frac{\Delta R}{R_0} = \frac{(R - R_0)}{R} \times 100 \quad (11)$$

Onde R_0 é a resistência do material a 0° C.

3.5.2. Análise Dinâmico-Mecânica (DMA)

Os principais ensaios desse estudo foram realizados no DMA Q800 da TA Instruments, instalado no LaMMEA. Para a instalação do equipamento foi preparada uma bancada anti-vibratória com o intuito de evitar qualquer

influência de perturbações externas na coleta de dados. Nessa preparação foram aplicadas uma camada de material elastomérico com 30 mm de espessura, quatro amortecedores de vibração (vibra stops) e duas placas de mármore.

Conforme mencionado anteriormente, o experimento em DMA consiste na aplicação de uma força oscilatória em uma amostra e o estudo da resposta do material a esta carga aplicada, como mencionado na seção 2.2. Os ensaios foram realizados no modo de viga simplesmente engastada (*single cantilever*). As lâminas utilizadas apresentam comprimento útil e largura de aproximadamente 17 e 5 mm, respectivamente, e espessura variável, como apresentado na Tabela 3.1. Assim como nos ensaios de RET, as temperaturas de transformação obtidas através das curvas dos testes dinâmicos foram determinadas por meio do uso do método do cruzamento das tangentes. As terminologias utilizadas nas discussões dos resultados são especificadas pela norma internacional ASTM D4092 (2001), que trata das propriedades dinâmico-mecânicas.

3.5.2.1. Seleção dos parâmetros a serem utilizados nos ensaios

Segundo a literatura, visando o mínimo de dependência dos resultados obtidos em função das condições de medição, os parâmetros padronizados para a realização dos ensaios dinâmicos em materiais metálicos são: frequência de 1 Hz, taxa de aquecimento de 5 °C/min e amplitude de oscilação de 5 µm (Humbbeck, J. V., 2003). Com o objetivo de comprovar a recomendação encontrada e verificar a influência da variação desses parâmetros, foram realizadas modificações desses valores usando a amostra de NiTi cortada (anterior ao processo de laminação). A Figura 3.9 mostra o equipamento de análise dinâmica e a Figura 3.10 o *clamp* (suporte) *cantilever* utilizado nos ensaios.

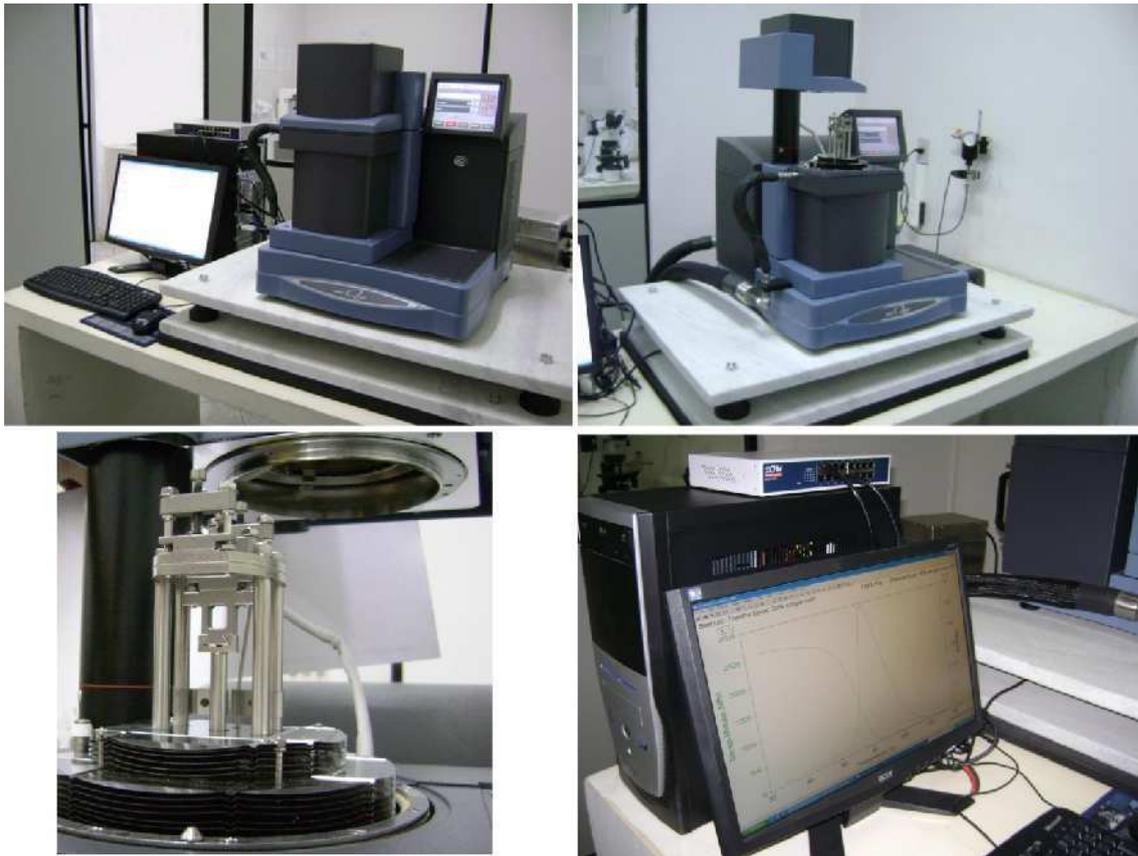


Figura 3.9 – Analisador dinâmico-mecânico (DMA) Q800 da TA Instruments.

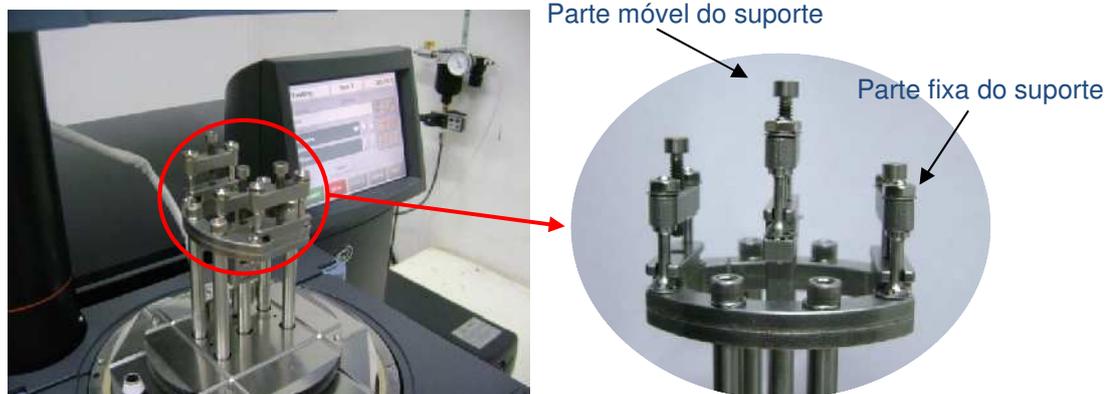


Figura 3.10 – Suporte para amostras do tipo *Cantilever*.

3.5.3. Microdureza

Os ensaios de microdureza foram realizados em um microdurômetro marca Future-Tech, modelo FM-700 (Figura 3.11). Os testes foram executados à temperatura ambiente sob as condições de carga de 3N e tempo de

penetração de 15 segundos. Cada amostra sofreu 10 indentações no sentido da largura, tendo distância de 1 mm entre elas. Esse experimento foi realizado com o intuito de verificar a influência da laminação sobre a resistência superficial do material e para detectar uma eventual anisotropia devido ao processamento.

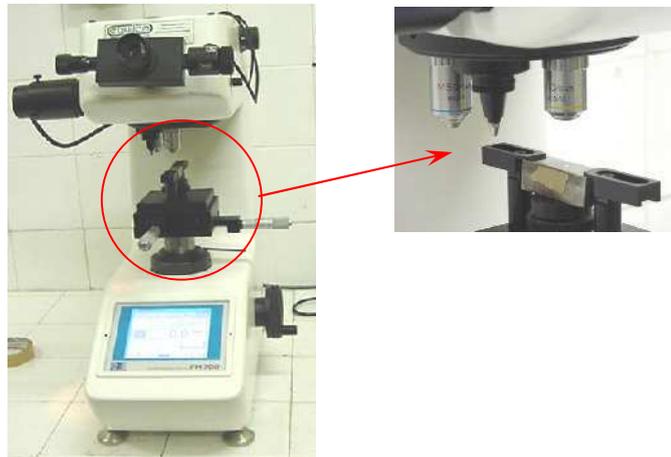


Figura 3.11 – Microdurômetro instalado no laboratório de metalografia da UAEM.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Fabricação e preparação da LMF do sistema NiTi

A LMF NiTi obtida da fusão a plasma seguida de moldagem por injeção apresenta formato de barra prismática, como pode ser visualizado na Figura 4.1. Essas barras foram cortadas em lâminas em seu sentido longitudinal. Essas lâminas foram laminadas à quente para se obter as espessuras de trabalho. A Figura 4.2 mostra lâminas retiradas da barra para o processo de laminação.

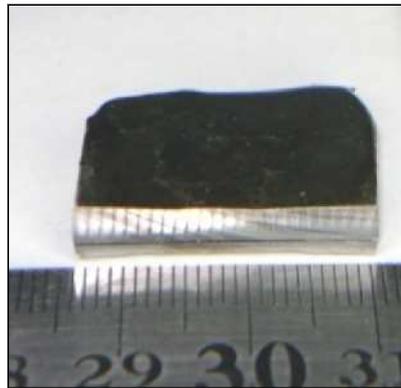


Figura 4.1 – Barra prismática obtida do processo de fusão a plasma.

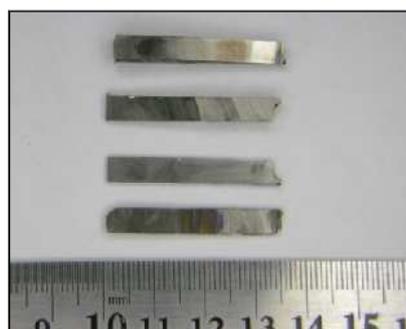


Figura 4.2 – Lâminas retiradas para a laminação.

Por meio da etapa de laminação à quente se chegou às espessuras de lâminas para a realização das caracterizações previstas. Notou-se que, após a operação de laminação, o produto apresentava defeitos de borda em suas extremidades, como pode ser observado na Figura 4.3. Para eliminar esses

defeitos foi realizada a retificação de suas extremidades e o corte para que a amostra atingisse o formato final necessário para os experimentos. A Figura 4.4 apresenta uma das amostras preparada após todo o processamento.

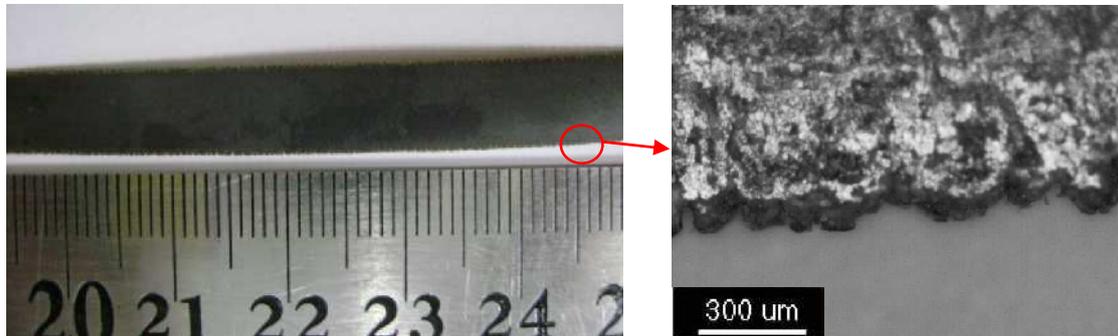


Figura 4.3 – Lâmina bruta de fabricação à quente. (a) Defeitos nas amostras pós-laminação e (b) Visualização em microscópio óptico com aumento de 50x.

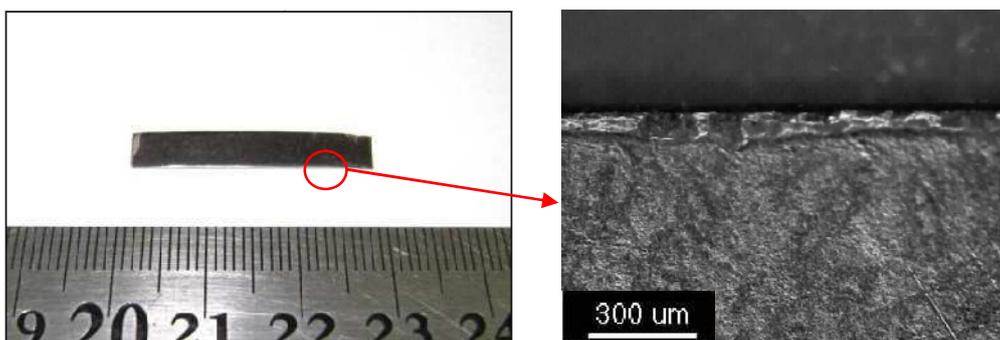


Figura 4.4 – Lâmina obtida do processo de preparação da amostra. (a) Amostra acabada após a retificação das bordas e (b) Detalhamento em microscópio com aumento de 50x.

4.2. Caracterização da LMF por Resistência Elétrica x Temperatura

4.2.1. Amostras brutas do processamento

A Figura 4.5 mostra as curvas de resistência elétrica em função da temperatura para as amostras A1, B1 e C1, a qual revela comportamento bastante característico das ligas NiTi binárias. Apesar das amostras brutas de processamento terem passado por deformações plásticas consideráveis, o tratamento de homogeneização (permanência da amostra no forno durante 2 horas a 850°C) seguido de têmpera em água à temperatura ambiente, aplicado

à barra, mostrou-se suficiente para gerar a transformação de fase martensítica termoelástica reversível.

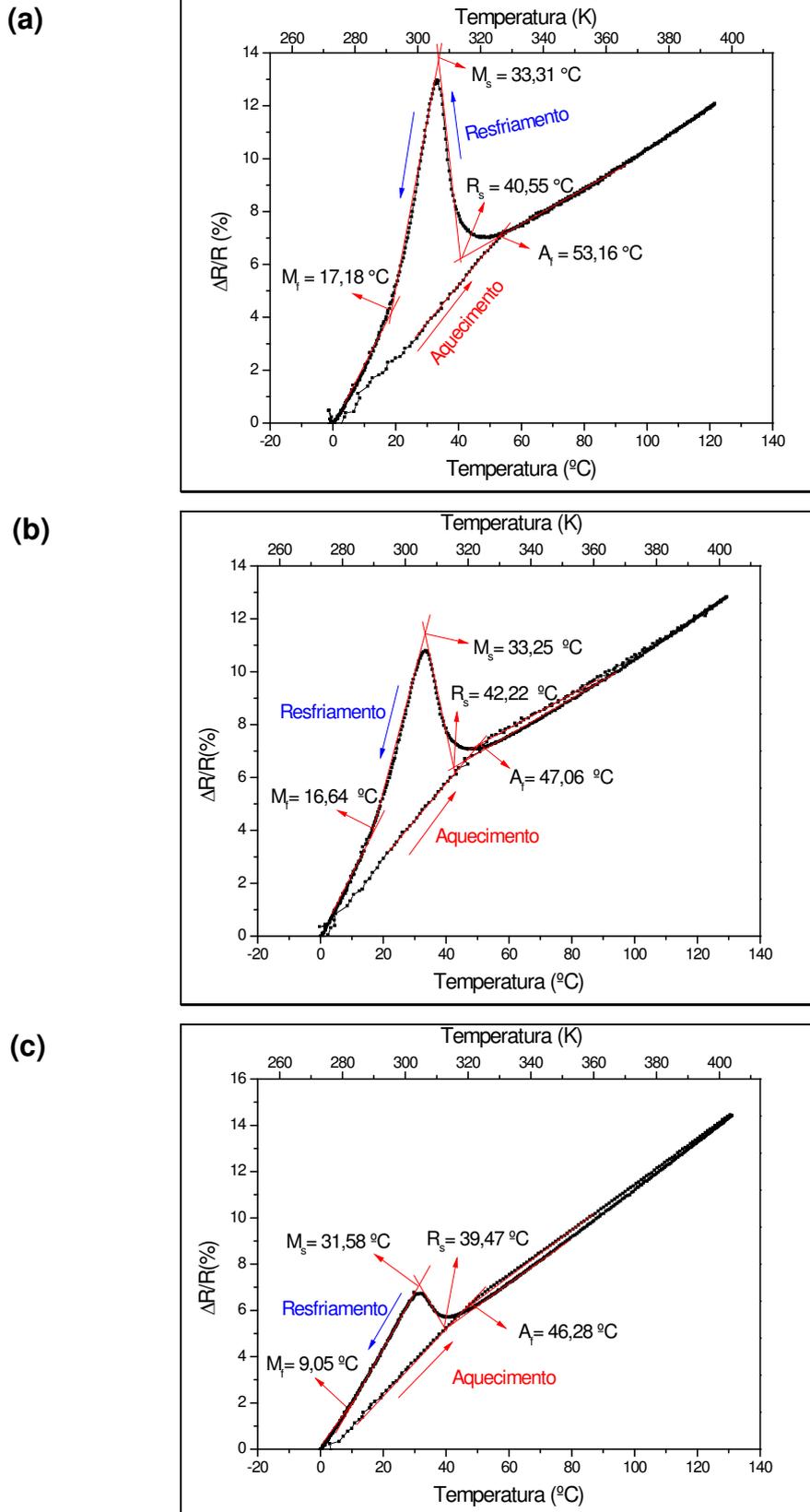


Figura 4.5 – Variação da Resistência Elétrica em função da Temperatura para as amostras brutas de processamento A1 (a), B1 (b) e C1 (c).

Como pode ser observada, a transformação de fase nessa liga ocorre em duas etapas, em conformidade com a literatura (Otsuka & Wayman, 1998). Durante o resfriamento inicia-se a transformação da austenita (B2) na fase R a temperatura R_s , responsável pelo aparecimento de um pico de resistência elétrica, e posteriormente a fase R, com estrutura romboédrica, se transforma na estrutura martensítica monoclínica (B19'). Durante o aquecimento ocorre a transformação reversa martensita – austenita que causa apenas uma inflexão na curva de aquecimento.

Portanto, as temperaturas de transformação direta (B2-R-B19') podem ser obtidas destas curvas, enquanto para a transformação reversa somente se consegue identificar claramente a temperatura final (A_f). A Tabela 4.1 resume as temperaturas de transformação obtidas da Figura 4.5 para as amostras brutas de processamento.

Tabela 4.1 – Temperaturas de transformação das amostras brutas de processamento.

Amostra	Temperaturas de transformação			
	R_s (°C)	M_s (°C)	M_f (°C)	A_f (°C)
A1	40,55	33,31	17,18	53,16
B1	42,22	33,25	16,64	47,06
C1	39,47	31,58	9,05	46,28

Percebe-se, então, que as temperaturas de transformação M_f e A_f tendem a decrescer com a diminuição da espessura da amostra, ou seja, com o aumento do trabalho sobre o material para a obtenção das lâminas. Isso se deve ao fato de se ter maior introdução de defeitos devido ao processamento, sendo necessária mais energia para finalizar a transformação de fase durante o resfriamento.

Na Figura 4.6 verifica-se a influência do número de ciclos térmicos nas curvas da variação da resistência elétrica em função da temperatura das amostras brutas do processamento A1, B1 e C1. Nota-se que, com o aumento do número de ciclos térmicos, o pico da curva de resfriamento (fase R) torna-se mais evidenciado. À medida que se eleva o número de ciclos térmicos (N) para valores bem mais acentuados, por exemplo, $N = 100$, espera-se que as temperaturas M_s e M_f diminuam, sem que ocorram alterações significativas nas

temperaturas R_s , R_f , A_s e A_f (Otsuka & Wayman, 1998). Esse fenômeno pode ser ainda visualizado na Figura 4.6a.

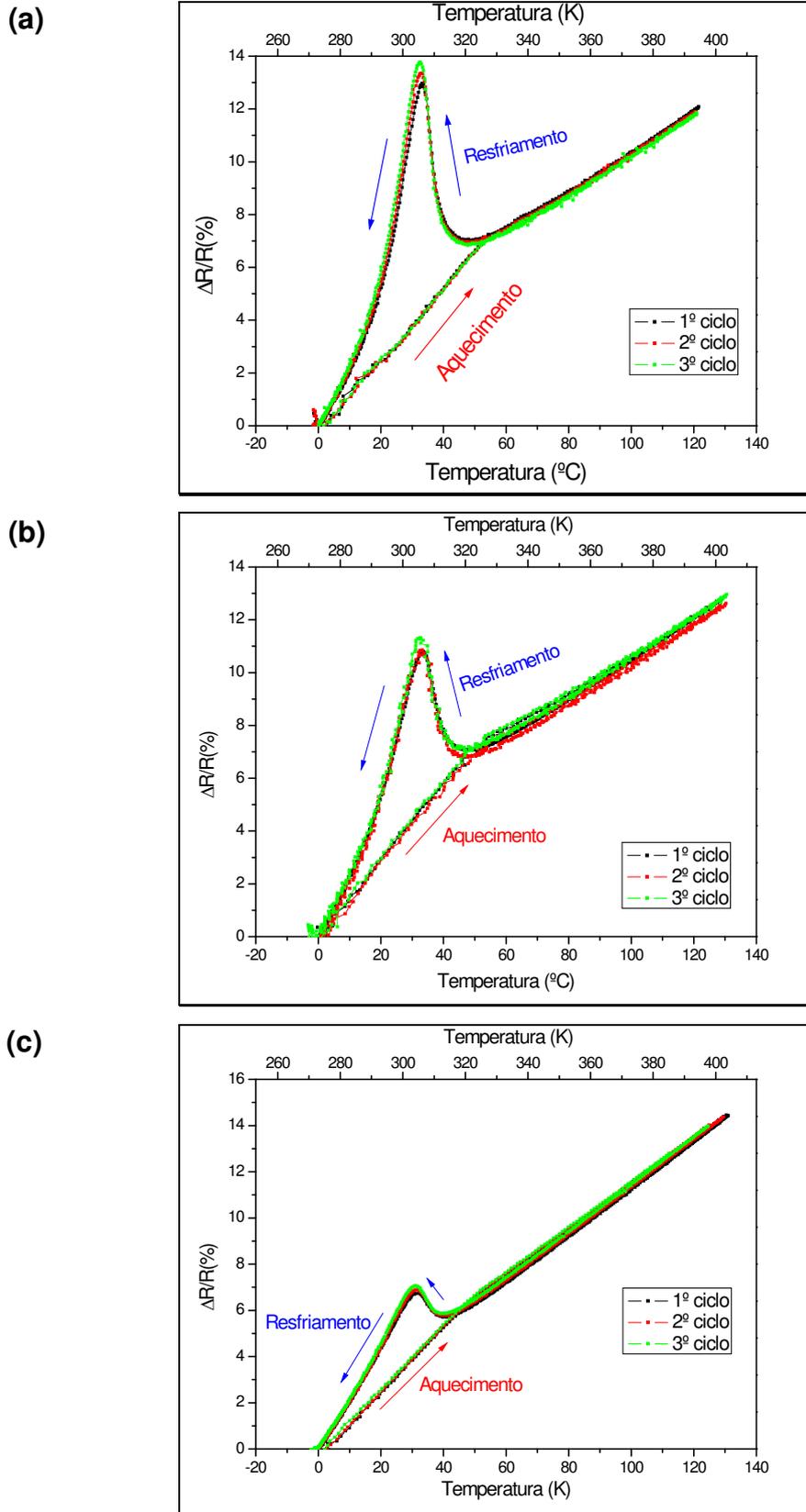


Figura 4.6 – Evolução da curva de variação da Resistência Elétrica em função da Temperatura para as amostras A1 (a), B1 (b) e C1 (c).

4.2.2. Amostras tratadas a 450 °C durante 15 minutos

A Figura 4.7 mostra a curva da resistência elétrica em função da temperatura para as amostras A2, B2 e C2, a partir da qual se percebe o estreitamento e diminuição do pico indicador da transformação de fase, se comparadas às amostras brutas de processamento. Esse fenômeno ocorre devido ao alívio de tensões e consequente diminuição do efeito da fase R provocada pelo tratamento térmico, que proporciona um ligeiro aumento das temperaturas de transformação.

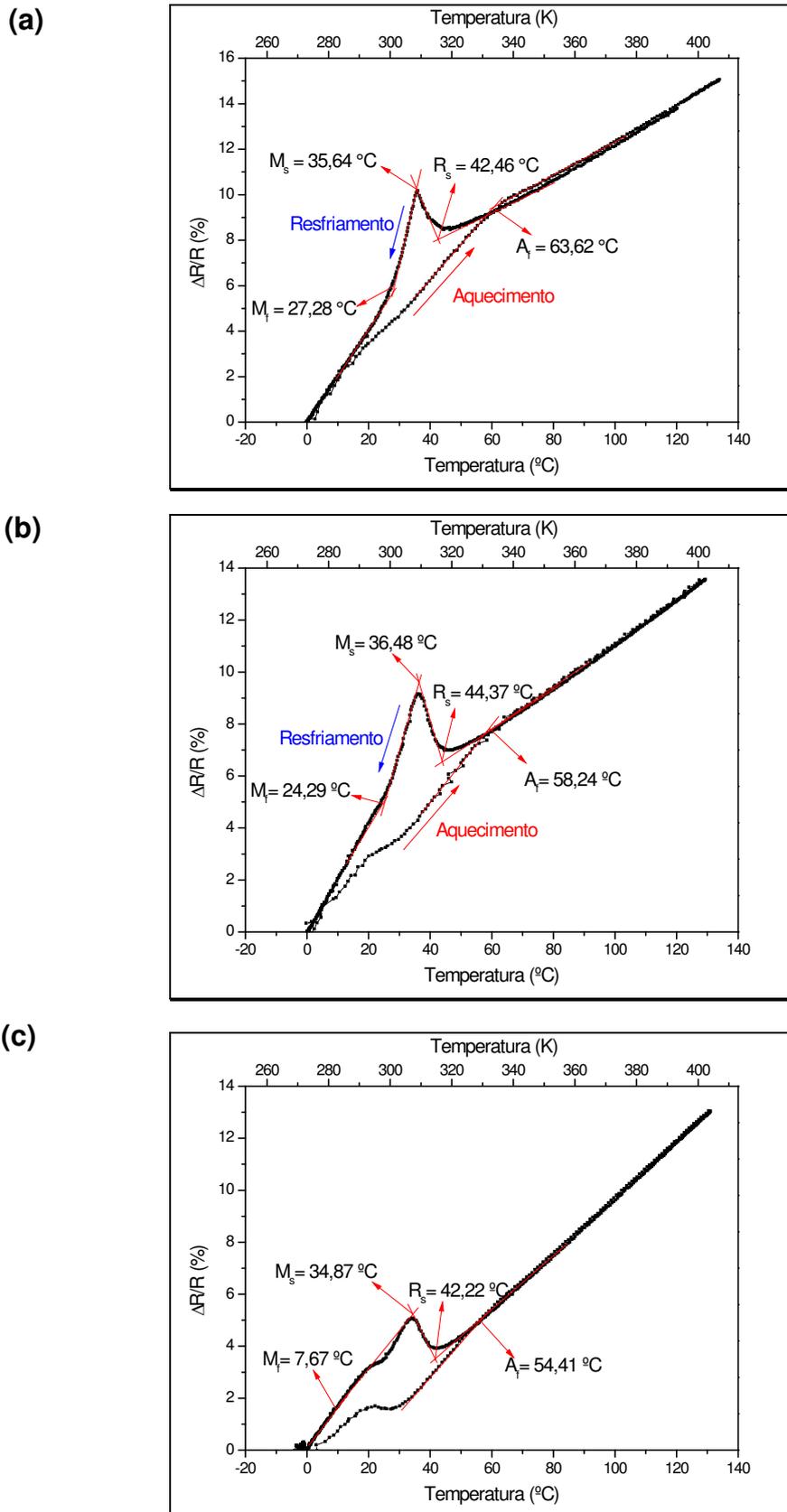


Figura 4.7 – Variação da Resistência Elétrica em função da Temperatura para as amostras tratadas A2 (a), B2 (b) e C2 (c).

A Tabela 4.2 resume as temperaturas de transformação obtidas da Figura 4.7 para as amostras tratadas termicamente a 450 °C por 15 minutos.

Tabela 4.2 – Temperaturas de transformação das amostras tratadas.

Amostra	Temperaturas de transformação			
	R _s (°C)	M _s (°C)	M _f (°C)	A _f (°C)
A2	42,46	35,64	27,28	63,62
B2	44,07	36,24	24,29	58,24
C2	42,22	34,87	7,67	54,41

Da mesma forma como observado nas amostras brutas de processamento, as temperaturas de transformação das amostras tratadas apresentam uma tendência de decréscimo com a diminuição da espessura das lâminas, ou seja, com a maior quantidade de defeitos introduzidos devido ao seu processo de obtenção.

Assim como para as amostras brutas de processamento, verificou-se o efeito da ciclagem térmica nas amostras submetidas ao tratamento térmico de recozimento rápido (450 °C/15min), constatando-se também a amplificação do pico de transformação de fase. As curvas de evolução da transformação com o número de ciclos térmicos para as amostras tratadas podem ser visualizadas na Figura 4.8. Em comparação com as amostras brutas de laminação a evolução da transformação direta durante o resfriamento com o número de ciclos foi mais intensa, devido à relaxação e/ou reorientação dos defeitos de processo. Para as amostras menos espessas, verifica-se uma tendência da transformação da fase R ocorrer em duas etapas (Figura 4.8c).

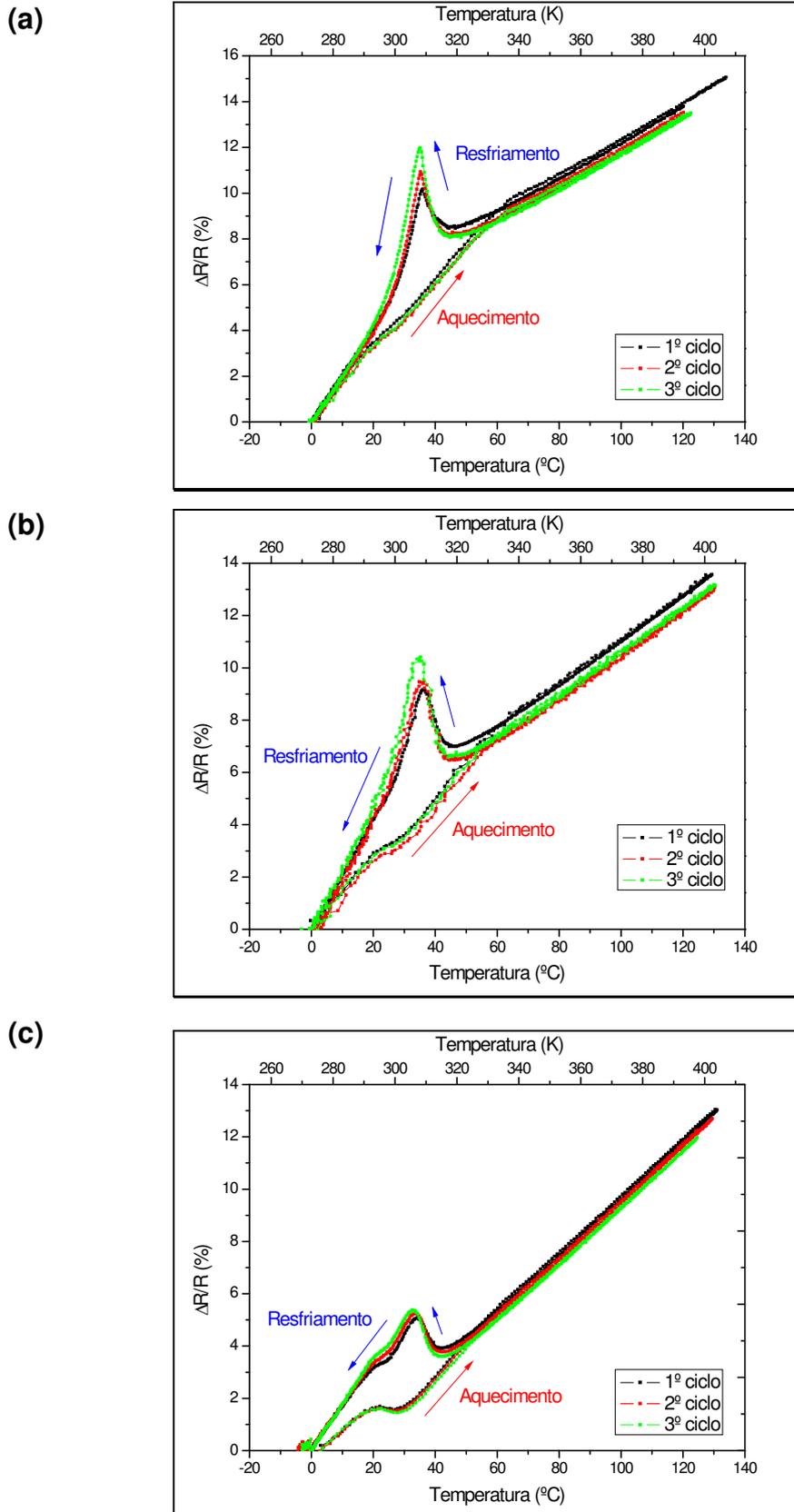


Figura 4.8 – Evolução da curva de variação da Resistência Elétrica em função da Temperatura para as amostras A2 (a), B2 (b) e C2 (c).

4.2.3. Amostras recozidas a 450 °C durante 24 horas

As amostras A3, B3 e C3 foram tratadas termicamente a 450 °C por 24 horas, seguido por têmpera em água à temperatura ambiente. A Figura 4.9 apresenta as curvas da variação da resistência elétrica em função da temperatura para as lâminas submetidas ao tratamento supracitado. Normalmente, a transformação de fase martensítica nas ligas da família NiTi ocorre em dois estágios (B2-R-B19'). Contudo, como pode ser observado, as curvas para as lâminas recozidas lentamente exibiram uma transformação da fase R em dois estágios (B2-R1 e B2-R2). Comportamento semelhante foi relatado na literatura para ligas da família NiTi policristalinas sujeitas a tratamentos térmicos por longos períodos e analisadas em DSC (Zhou et al., 2006). Esse fenômeno ocorre devido à existência dos contornos de grão, que pode ser entendido considerando a nucleação cinética de solução sólida supersaturada. Portanto, a anomalia de transformação da fase R em dois estágios é originada de uma heterogeneidade em larga escala do conteúdo de Ni entre as regiões dos contornos dos grãos e o interior destes, que resulta de uma precipitação preferencial na região dos contornos de grão quando o conteúdo de Ni é reduzido (Zhou et al., 2006). A primeira transformação, B2-R1, ocorre na região dos contornos de grão de baixa concentração de Ni, enquanto o segundo estágio da transformação, B2-R2, acontece no interior do grão de alta concentração de Ni. Através das curvas da Figura 4.9 se pode observar também o início e final da transformação martensítica reversa, visto que se têm duas etapas, resultando em duas inclinações no aquecimento, sendo a primeira consequência da fase martensítica (B19'-B2) e a segunda da fase R (R-B2).

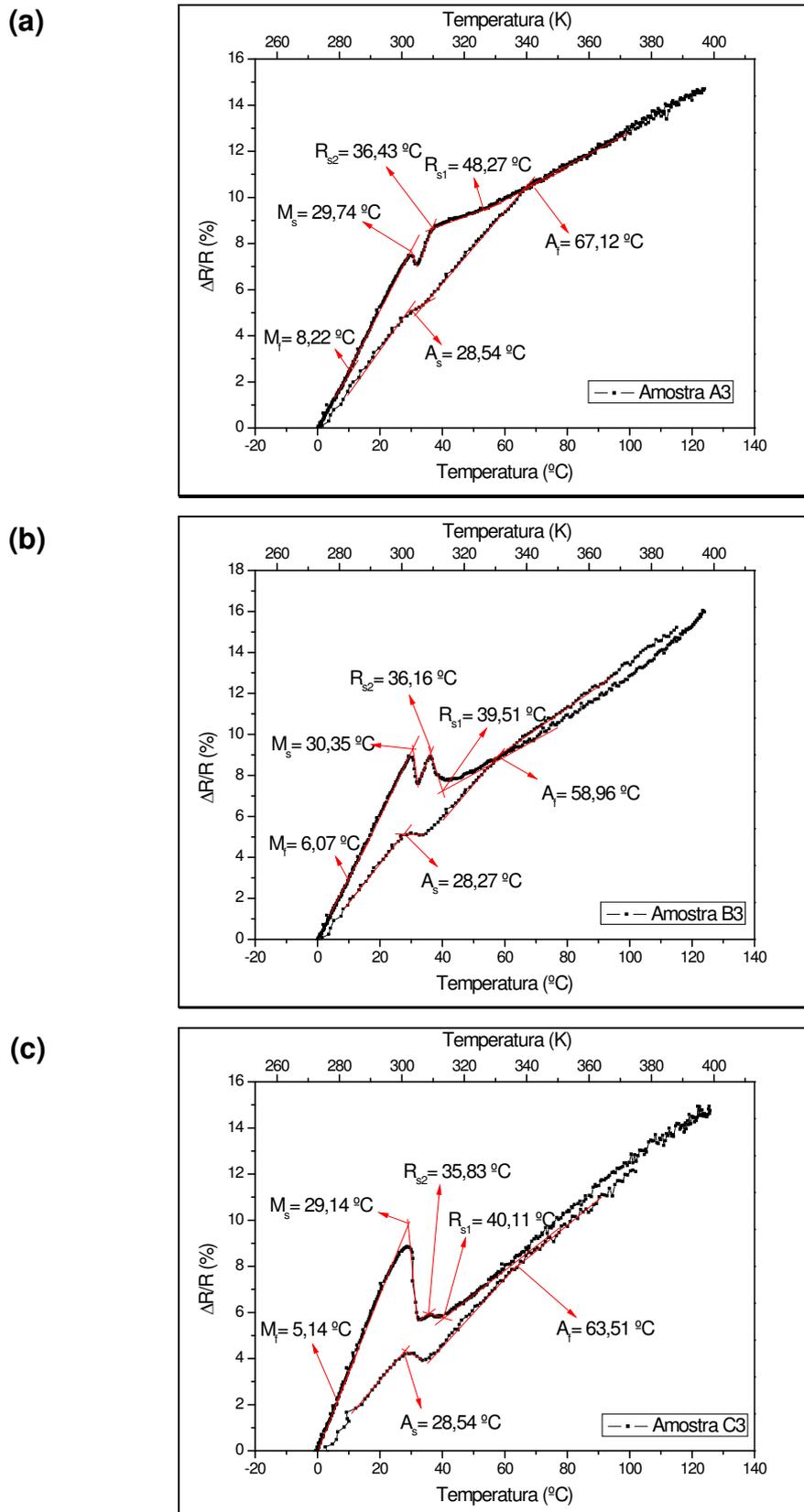


Figura 4.9 – Variação da Resistência Elétrica em função da Temperatura para as amostras recozidas lentamente A3 (a), B3 (b) e C3 (c).

A Tabela 4.3 sintetiza as temperaturas de transformação determinadas pelo ensaio de RET para as amostras submetidas ao recozimento lento. Com exceção das temperaturas finais da transformação reversa (A_f), percebe-se que o comparativo entre as lâminas com diferentes espessuras revelou resultados absolutos das temperaturas críticas relativamente próximas entre as amostras. Isso se deve ao fato de que o longo tempo de recozimento a 450°C, foi capaz de converter as amostras aproximadamente ao mesmo estado de tensões internas provocadas pelo rearranjo dos defeitos de processo e precipitados.

Tabela 4.3 – Temperaturas de transformação das amostras recozidas a 450°C/24h.

Amostra	Temperaturas de transformação					
	R_{s1} (°C)	R_{s2} (°C)	M_s (°C)	M_f (°C)	A_s (°C)	A_f (°C)
A3	48,27	36,43	29,74	8,22	28,54	67,12
B3	39,51	36,16	29,74	6,07	28,27	58,96
C3	40,11	35,83	29,14	5,14	28,54	63,51

O efeito da ciclagem térmica nas amostras submetidas ao tratamento térmico de recozimento lento (450 °C/24horas) pode ser verificado na Figura 4.10, na qual se constata a amplificação dos picos de transformação de fase.

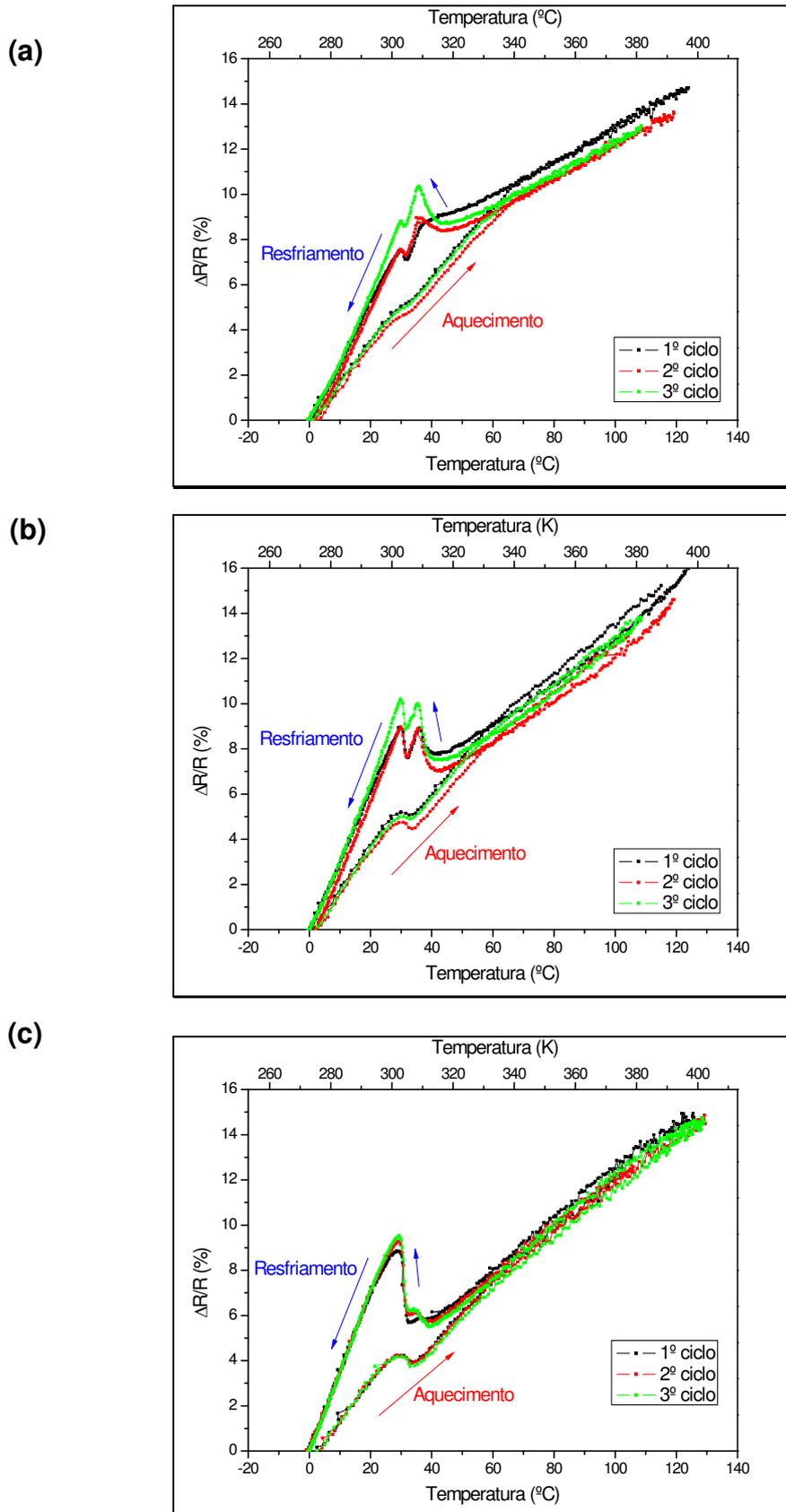


Figura 4.10 – Evolução da curva de variação da Resistência Elétrica em função da Temperatura para as amostras A3 (a), B3 (b) e C3 (c).

4.2.4. Amostras recristalizadas a 700 °C durante 1 hora

A Figura 4.11 apresenta as curvas das amostras submetidas ao tratamento de recristalização, do qual, pela literatura, se espera como resultado a formação de um novo conjunto de grãos livres de deformação com baixa densidade de discordâncias, características da condição anterior ao trabalho (Callister Jr., 2001). As amostras A4, B4 e C4 apresentaram o mesmo comportamento da transformação de fase inerente às LMF da família NiTi, ocorrendo em duas etapas. Entretanto, percebe-se uma atenuação dos picos de transformação, se comparados às amostras anteriores, consequência da provável redução de defeitos no interior da amostra.

Na Tabela 4.4 se verificam as temperaturas de transformação determinadas por RET para as amostras recristalizadas, através das quais se percebe um aumento principalmente das temperaturas finais de transformação direta (M_f) se comparadas às outras amostras, comportamento que se pode atribuir à diminuição dos defeitos internos no material, facilitando o desbloqueio da transição.

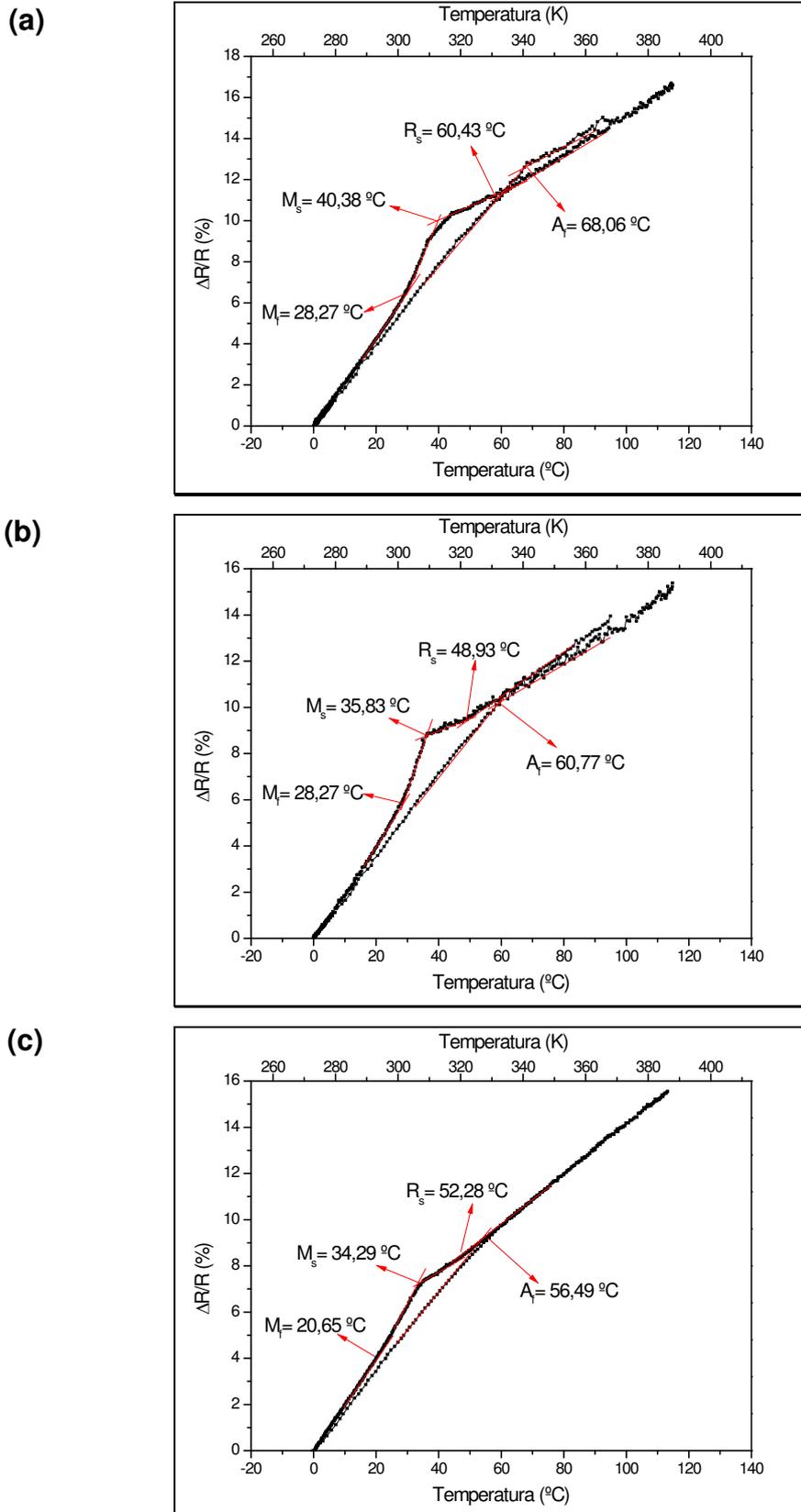


Figura 4.11 – Variação da Resistência Elétrica em função da Temperatura para as amostras recristalizadas A4 (a), B4 (b) e C4 (c).

Tabela 4.4 – Temperaturas de transformação das amostras recristalizadas.

Amostra	Temperaturas de transformação			
	R _s (°C)	M _s (°C)	M _f (°C)	A _f (°C)
A4	60,43	40,38	28,27	68,06
B4	48,93	35,83	28,27	60,77
C4	52,28	34,29	20,65	56,49

A Figura 4.12 mostra a evolução do comportamento das curvas de RET com a ciclagem térmica para as amostras A4, B4 e C4, recristalizadas a 700 °C durante 1 hora. Assim como as ciclagens acompanhadas nas amostras anteriores, percebe-se uma evidência do pico de transformação com o aumento dos ciclos térmicos que, documentado na literatura, culminam na estabilização da curva (Otsuka & Wayman, 1998).

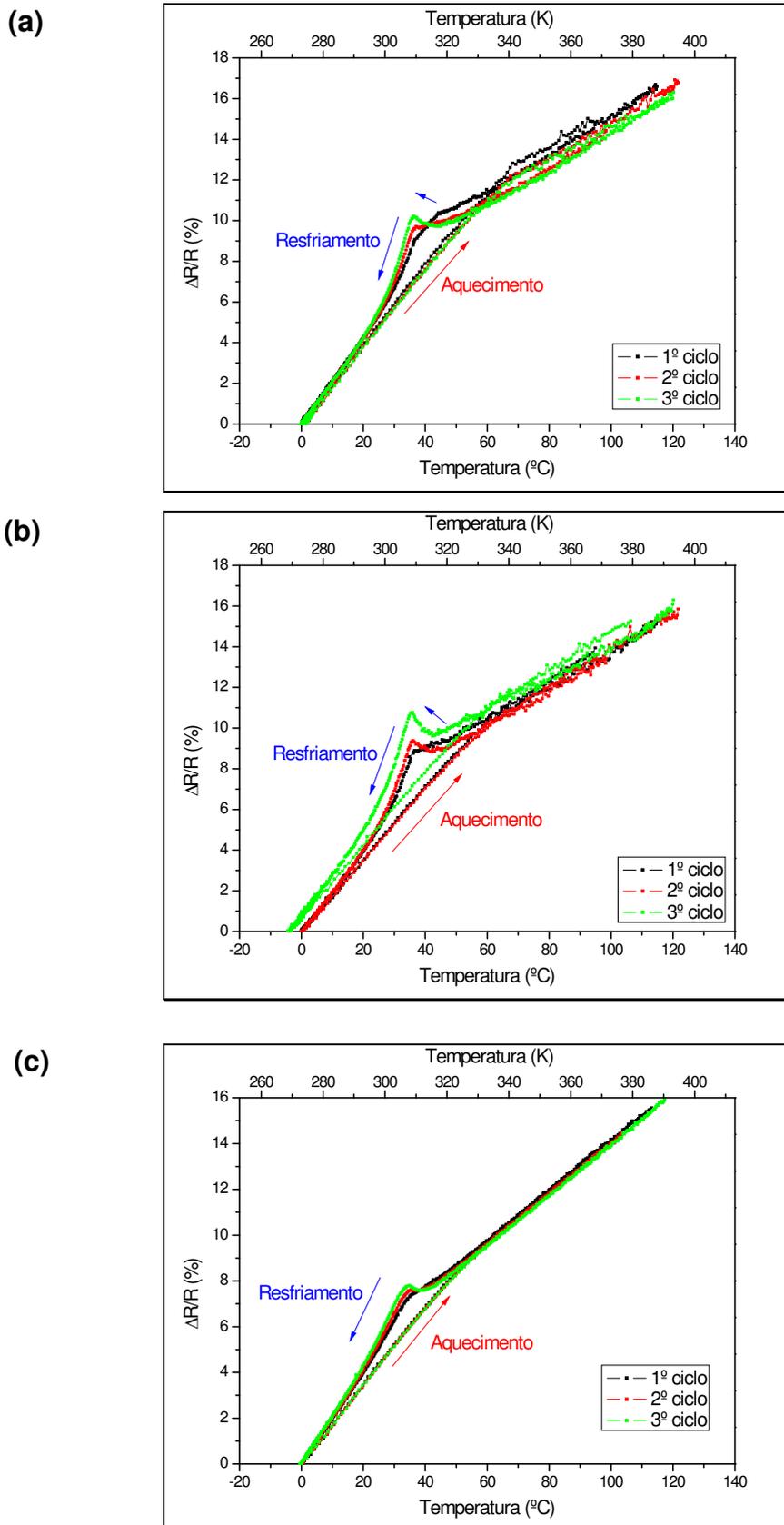


Figura 4.12 – Evolução da curva de variação da Resistência Elétrica em função da Temperatura para as amostras A4 (a), B4 (b) e C4 (c).

4.3. Ensaios Dinâmico-Mecânicos (DMA)

4.3.1. Otimização dos parâmetros para os ensaios dinâmicos

Para verificar os parâmetros ideais para os testes dinâmicos foi utilizada a amostra cortada (anteriormente ao processo de laminação) pelo fato de ter sido submetida a deformações mais amenas se comparadas com as laminadas. O primeiro parâmetro analisado foi a frequência de excitação, variando de 1 a 10 Hz em uma rampa de temperatura. Nesse modo de ensaio a frequência de excitação é fixada, enquanto a temperatura vai sendo elevada gradativamente. A Figura 4.13 mostra a influência da frequência de excitação no comportamento da capacidade de amortecimento ($\text{Tan } \delta$) para um ensaio com amplitude de deflexão de $5 \mu\text{m}$ e taxa de aquecimento de $5 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$.

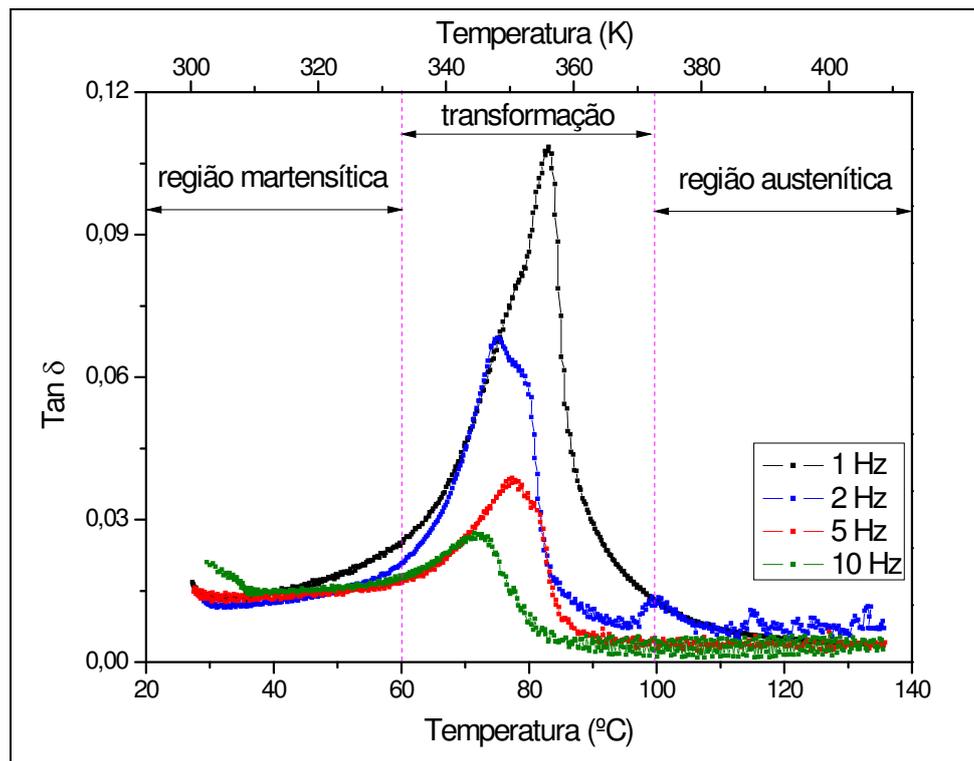


Figura 4.13 – Comportamento da capacidade de amortecimento com a modificação da frequência de excitação na amostra cortada.

Qualitativamente, percebem-se três regiões distintas, sendo a primeira chamada de martensítica, em torno de 298 a 333 K (25 a 60 $^\circ\text{C}$), com um $\text{Tan } \delta$

médio de 0,017 e corresponde ao amortecimento ocasionado pelo movimento das interfaces das variantes martensíticas. Na segunda região, entre 333 a 373 K (60 e 100 °C), existe um importante aumento no amortecimento devido a transformação de fase da martensita na austenita no estado sólido. Na terceira região, acima de 373 K (100 °C), o material está completamente transformado na fase austenítica e o amortecimento tende a zero (caso 100% elástico, 0° na Figura 2.13). Em termos de sensibilidade à frequência, observa-se que os picos de amortecimento mais pronunciados durante a transformação de fase ocorre para valores menores ou iguais a 2 Hz. Frequências de excitação mais elevadas tendem a inibir o pico de $\tan \delta$, tanto que, para a excitação com 10 Hz, o amortecimento apresenta um suave aumento e decresce com tendência a zero.

Com relação à sensibilidade do amortecimento com a taxa de aquecimento, a Figura 4.14 mostra os resultados obtidos de ensaios dinâmicos com frequência de excitação de 1 Hz e amplitude de deflexão de 5 μm e taxa de aquecimento fixada entre 2 e 20 °C/min. Observa-se que o aumento na taxa de aquecimento altera a posição dos picos de amortecimento para regiões de mais altas temperaturas, sendo que taxas menores que 10 °C/min não apresentam grandes modificações nos valores de amortecimento, que permanece em torno de 0,1. Taxas acima de 10 °C/min resultam em picos de $\tan \delta$ mais pronunciados com sinais de resposta mais ruidosos. Este comportamento pode ser atribuído ao fato de que, com altas taxas de aquecimento, acima de 5 °C/min, não se pode certificar uma boa uniformidade da temperatura através do volume da amostra a todo momento. Portanto, a amostra pode fornecer regiões com diferentes estruturas combinadas entre martensita, austenita e a mescla de ambas. De acordo com a literatura, os valores de $\tan \delta$ dos picos de transformação diminuem com a diminuição da taxa de aquecimento (Chang & Wu, 2008). Assim, a taxa de aquecimento de 5 °C/min leva a ensaios relativamente rápidos e curvas características de amortecimento representativas.

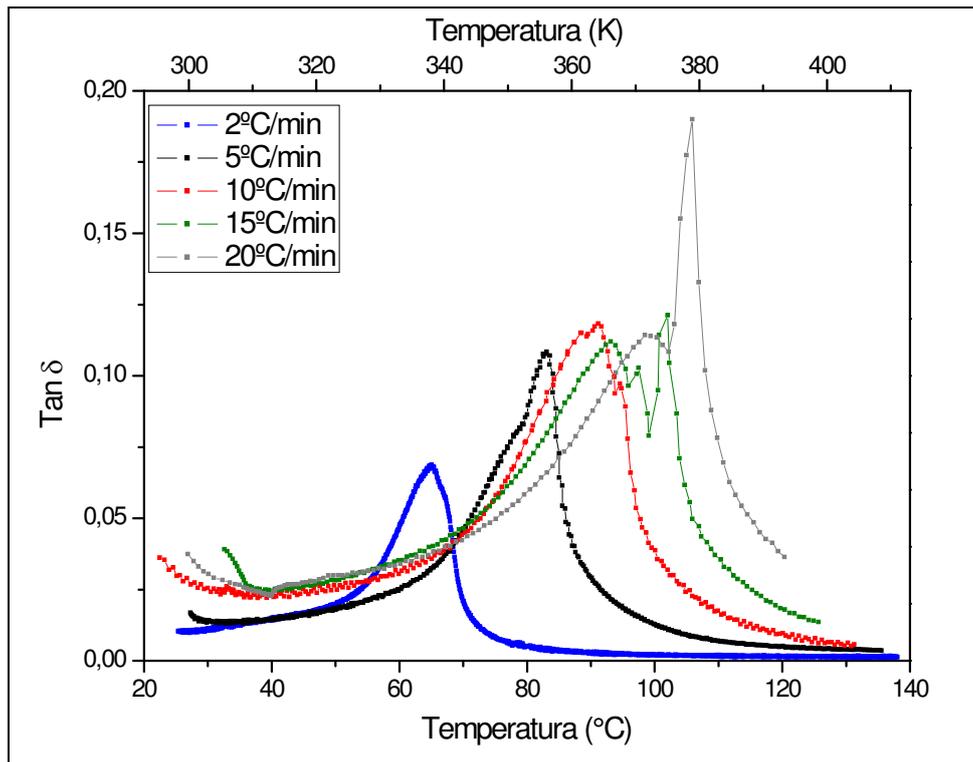


Figura 4.14 – Comportamento da capacidade de amortecimento com a variação da taxa de aquecimento na amostra cortada.

Também foi verificado o efeito da amplitude de oscilação (deflexão na extremidade da amostra) nos ensaios dinâmicos, os quais foram realizados com frequência de excitação de 1 Hz e taxa de aquecimento de 5 °C/min. As deflexões utilizadas na extremidade da amostra foram modificadas entre 2 e 20 μm (Figura 4.15). Amplitudes muito baixas apresentam sinal de resposta com ruído elevado, os quais fornecem valores de amortecimento incertos como o valor a variação de $\text{Tan } \delta$ durante a transformação na curva usando amplitude de 2 μm . Para amplitudes iguais ou superiores a 5 μm , a resposta do material já está estabelecida, não sendo necessário introduzir mais força sobre o material, minimizando sua possível fadiga.

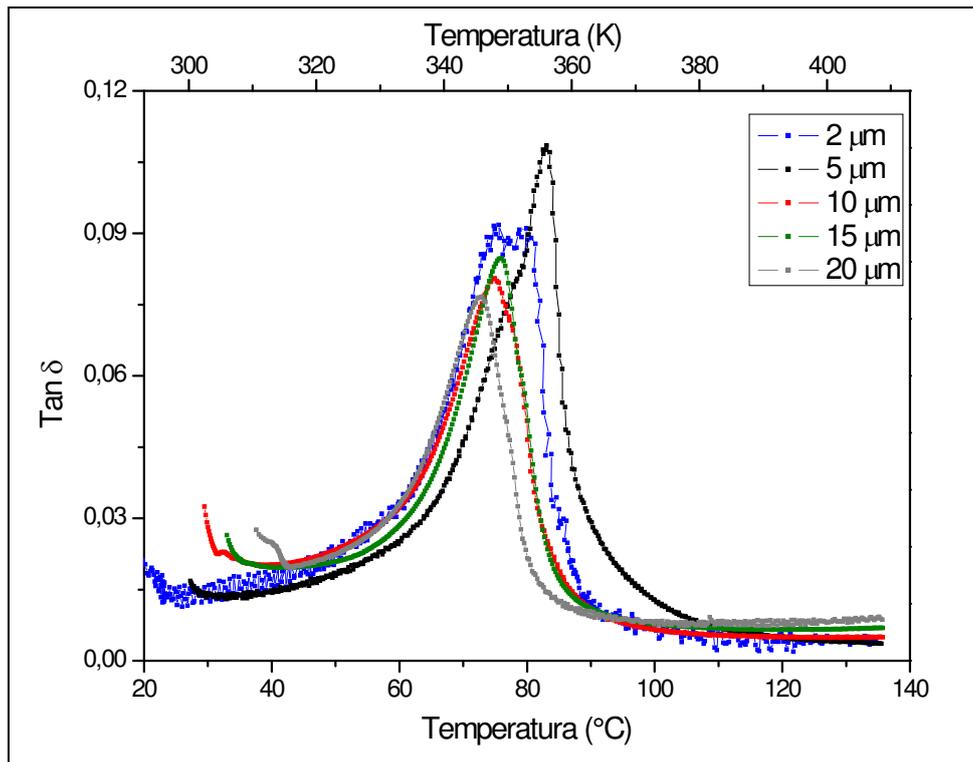


Figura 4.15 – Comportamento da capacidade de amortecimento com a variação da amplitude de oscilação na amostra cortada.

A partir dos resultados das Figuras 4.13, 4.14 e 4.15, os parâmetros ótimos para a avaliação da capacidade de amortecimento de LMF da família NiTi correspondem a frequência de 1 Hz, amplitude de oscilação de 5 μm e taxa de aquecimento máxima de 5 °C/min. Estes parâmetros são recomendados pela literatura, objetivando o mínimo de influência destes sobre os resultados a serem obtidos (Van Humbeeck, 2003).

4.3.2. Amostras brutas do processamento

Os ensaios dinâmicos foram iniciados após a otimização dos parâmetros, os quais foram mantidos para todas as amostras. Portanto, os ensaios realizados contaram com uma rampa de aquecimento partindo da temperatura ambiente até 413 K (140 °C), com frequência e amplitude fixadas. A Figura 4.16 mostra os resultados de amortecimento obtidos para as amostras A1, B1 e C1.

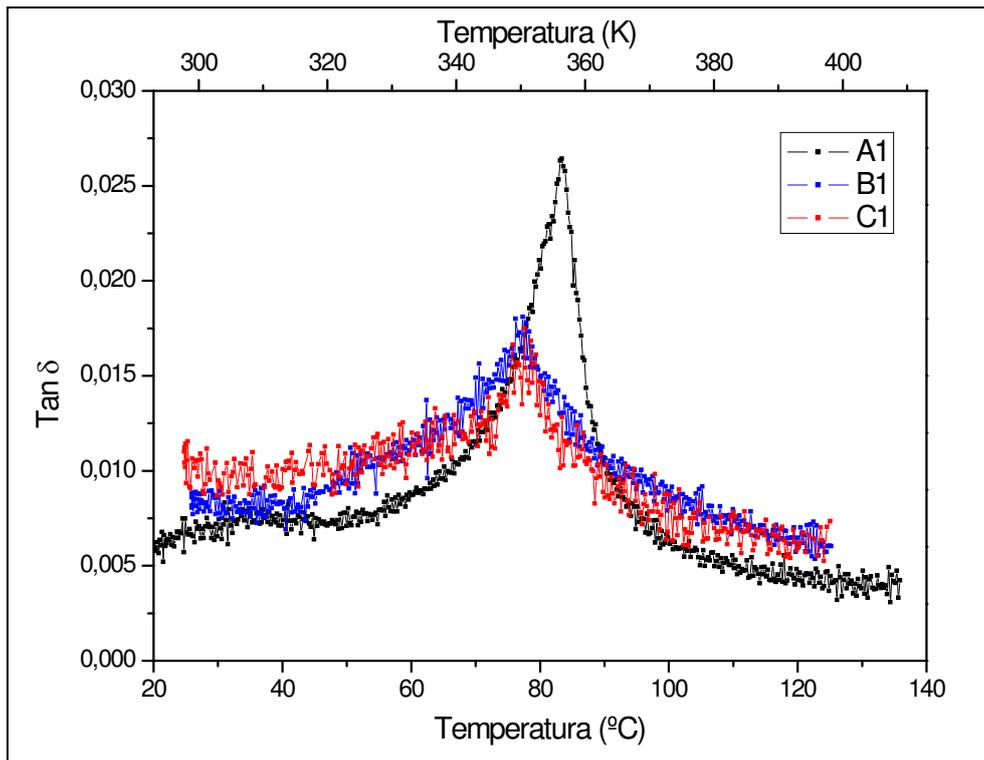


Figura 4.16 – Capacidade de amortecimento em função da temperatura para as amostras brutas do processamento A1, B1 e C1.

Através das curvas da variação de $\text{Tan } \delta$ com a temperatura, podem-se observar que, apesar de termos amostras brutas, aparecem os picos de transformação de fase que traduzem uma elevação na capacidade de amortecimento da liga à determinada temperatura, ou seja, um aumento na absorção de energia apresentada pelo material. Esse efeito está intimamente relacionado ao movimento das interfaces martensita/austenita durante a transformação. A elevação do amortecimento também pode ser correlacionada aos defeitos de discordâncias e sua mobilidade no material. Fisicamente, nas temperaturas em que os picos ocorrem, tem-se menor vibração ocasionada por impactos e agentes externos ao material. Verifica-se também que a capacidade de amortecimento apresentada pela fase martensítica é maior que a demonstrada pela austenítica, o que se deve à absorção de energia provocada pelas plaquetas da martensita. Percebe-se que a amostra que sofreu menos deformação, lâmina mais espessa, apresenta maior capacidade de amortecimento que as lâminas de menor espessura. Isso pode ser explicado devido ao fato de as amostras que foram mais trabalhadas possuírem maior

quantidade de defeitos e dificultarem sua mobilidade durante a transformação de fase.

A Figura 4.17 mostra o comportamento do módulo de armazenamento das LMF quando a temperatura é elevada gradualmente. No primeiro gráfico se verificam os valores absolutos dos módulos enquanto no segundo a sua variação percentual.

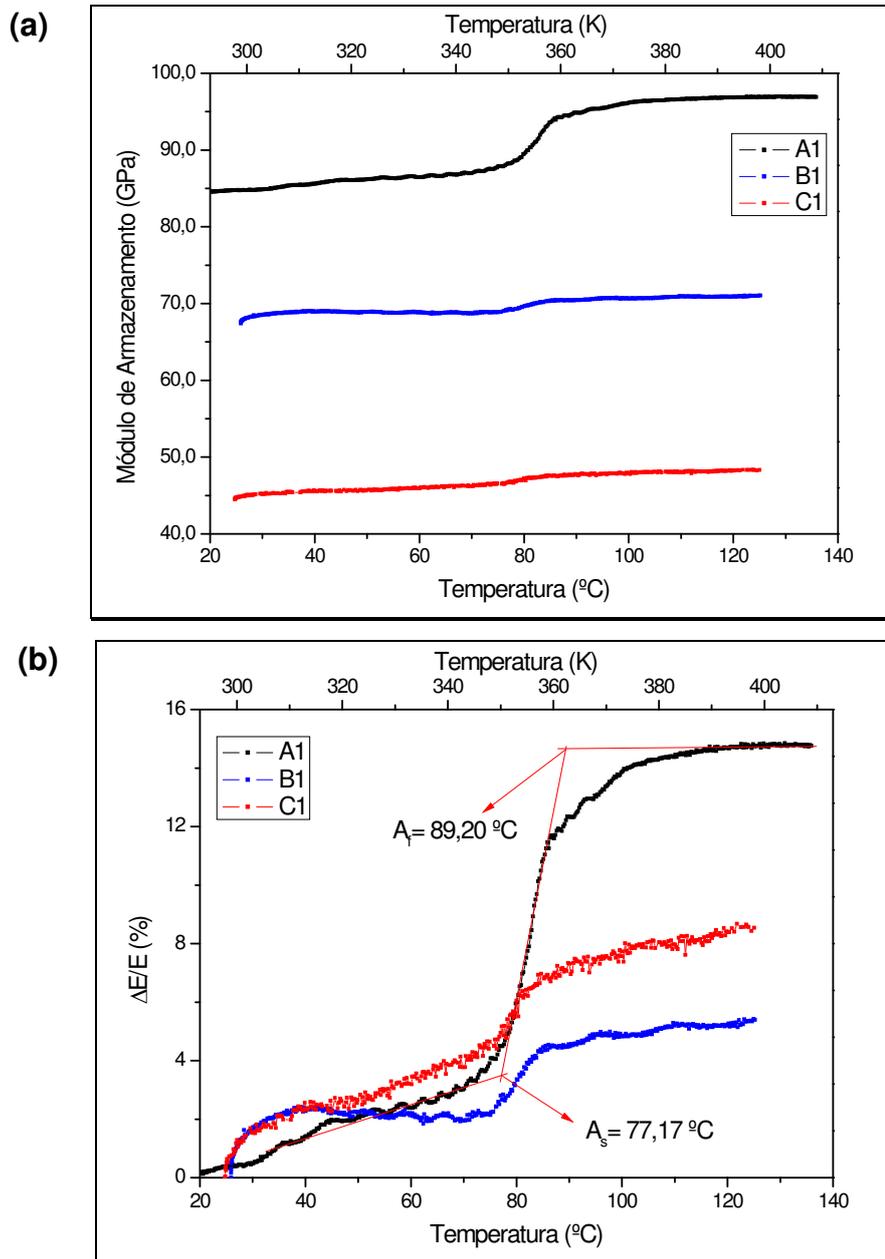


Figura 4.17 – Variação do módulo em função da temperatura para as amostras brutas do processamento A1, B1 e C1. (a) Valores absolutos e (b) Percentual de variação.

Através dos gráficos se percebe um aumento considerável no módulo de armazenamento em todas as amostras ao longo da transformação de fase,

mas principalmente na amostra que passou por menores deformações em seu processamento. O aumento do módulo de armazenamento com a temperatura indica um acréscimo na rigidez do material, ou seja, há uma menor dissipação de energia pela estrutura correspondente a altas temperaturas (austenita). Essa elevação do módulo ocorre pelas mesmas razões que foram verificadas na variação da capacidade de amortecimento das LMF, relacionadas a movimentos internos na estrutura do material, apresentando rigidez inferior na fase martensítica se comparada à fase austenítica (Otsuka & Wayman, 1998). Pode ser visualizado na Figura 4.17b que o aumento do módulo de armazenamento para a amostra de maior espessura foi de aproximadamente 15%, o que ocorre pelo fato de se ter uma menor densidade de discordâncias, permitindo sua mobilidade na estrutura. Também através das curvas de variação do módulo podem ser extraídos valores concernentes às temperaturas de transformação de fase apresentadas por essas ligas, como pode ser observado na mesma figura. Para exemplificação, foram determinadas as temperaturas da transformação martensítica reversa da amostra de maior espessura, donde se consegue definir também o início da transformação reversa. Observa-se uma diferença entre as temperaturas de transformação obtidas usando as técnicas de RET e a análise dinâmica. Esse retardo ocorre porque existe uma diferença entre a estabilização das propriedades mecânicas e a transformação de fase instantânea do material, observação que é bastante importante para aplicações práticas envolvendo cargas dinâmicas ou vibrações mecânicas. Alguns resultados semelhantes foram obtidos na realização de estudo comparativo entre a técnica de análise dinâmica e DSC (Batalu et al., 2006). Além disso, uma análise realizada por Chang & Wu (2008) apresenta resultados bastante semelhantes entre as técnicas quando a taxa de aquecimento/resfriamento se aproxima de zero, fornecendo maior tempo para a estabilização das propriedades mecânicas.

4.3.3. Amostras Tratadas a 450 °C durante 15 minutos

A Figura 4.18 mostra o comportamento da capacidade de amortecimento ($Tan \delta$) com o aumento da temperatura nas amostras tratadas termicamente a

450 °C por 15 minutos. Assim como nas amostras brutas, percebe-se o aparecimento dos picos característicos de amortecimento causados pela transformação de fase. Tanto a amostra A2 quanto a B2 apresentaram um aumento na capacidade de amortecimento com relação ao seu estado bruto, somente a amostra C2 apresentou uma variação de $Tan \delta$ bastante discreta se comparada às demais amostras. Recorrendo às temperaturas de transformação encontradas pelo método de RET, percebe-se que entre as amostras tratadas por 15 minutos, a C2 foi a única a apresentar temperatura final de transformação martensítica direta (M_f) bem abaixo da temperatura ambiente. Com isso, pode-se deduzir que o ensaio dinâmico foi iniciado após o início da transformação reversa, fato que influenciou na resposta do material ao longo do aquecimento.

Os valores absolutos encontrados nos picos das amostras A2 e B2 estão em concordância com a literatura para amostras submetidas ao processo de laminação com intuito de alcançar pequenas espessuras (Batalu et al., 2006; Prymak et al., 2004).

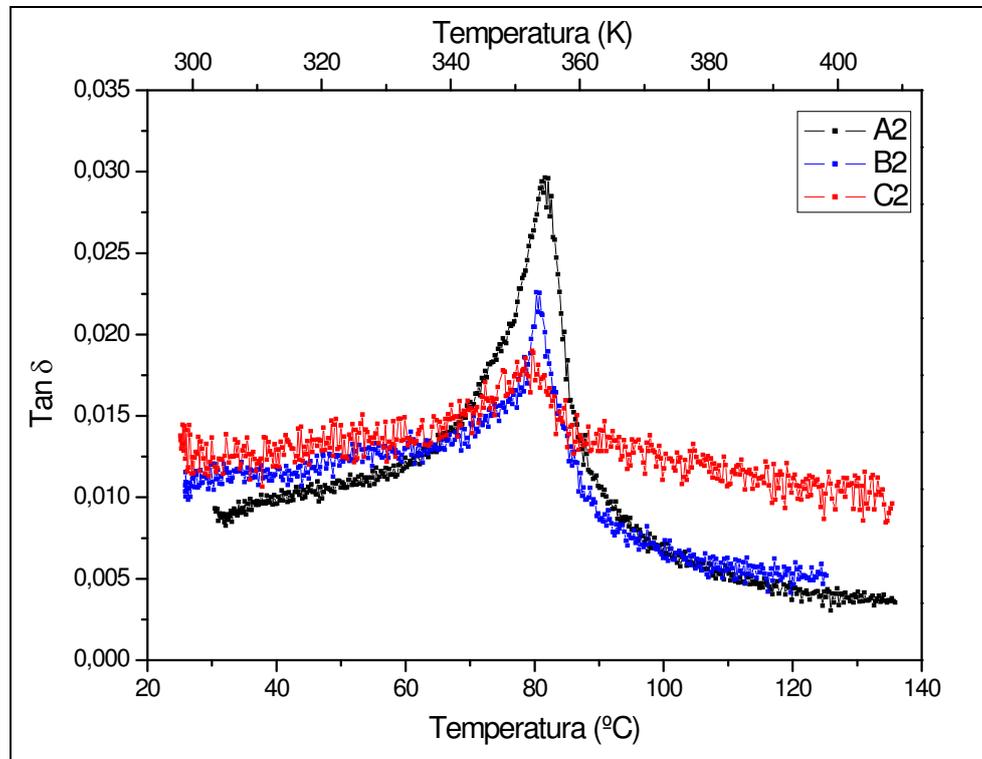


Figura 4.18 – Capacidade de amortecimento em função da temperatura para as amostras tratadas A2, B2 e C2.

Visualiza-se, na Figura 4.19, a variação do módulo de armazenamento com o aumento da temperatura no ensaio, bem como o comparativo entre esse comportamento nas amostras tratadas a 450 °C durante 15 minutos.

Da mesma forma que as amostras analisadas anteriormente, percebe-se uma elevação no módulo durante a transformação de fase para as amostras A2 e B2. A amostra C2 apresentou um suave aumento em seu módulo sem, entretanto, expressar claramente a transformação de fase, fato que pode, assim como no comportamento de $Tan \delta$, ter sido desencadeado por fase mista durante o início do experimento. A partir da Figura 4.19b se pode visualizar o aumento percentual de módulo de armazenamento que as amostras apresentaram, que para a amostra de maior espessura foi de aproximadamente 17%, enquanto as demais demonstraram aumento mais ameno, assim como ocorreu nas amostras brutas do processamento.

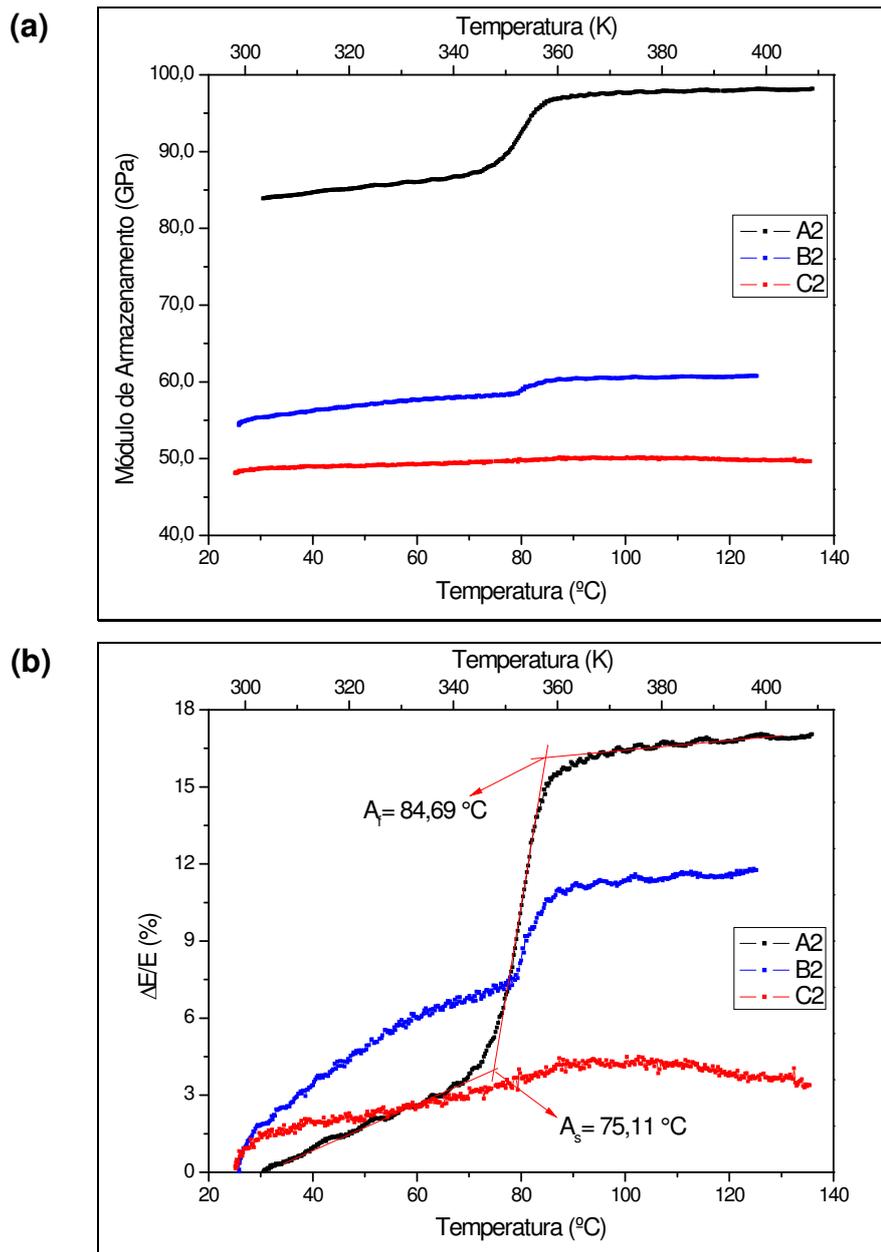


Figura 4.19 – Variação do módulo de armazenamento em função da temperatura para as amostras tratadas A2, B2 e C2. (a) Valores absolutos e (b) Percentual de variação.

4.3.4. Amostras recozidas a 450 °C durante 24 horas

O comportamento da capacidade de amortecimento com o aumento gradual da temperatura para as amostras tratadas termicamente a 450 °C durante 24 horas pode ser visualizado na Figura 4.20. Percebe-se, através dos ensaios de RET, que devido a uma dupla transformação da fase R, as temperaturas de transformação martensítica reversa (martensita-austenita)

sofreram um importante decréscimo. Portanto, nota-se que as capacidades de amortecimento das amostras B3 e C3 apresentam um pico no início da rampa de temperatura, caracterizando uma transformação a baixa temperatura.

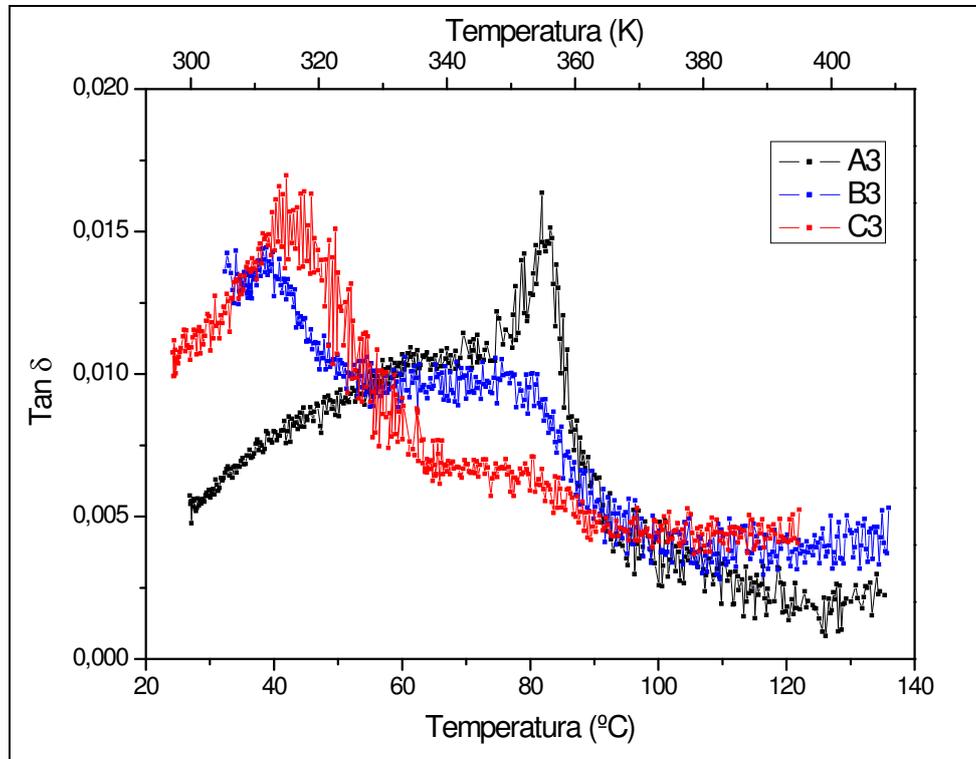


Figura 4.20 – Capacidade de amortecimento em função da temperatura para as amostras recozidas A3, B3 e C3.

A Figura 4.21 mostra a variação do módulo de armazenamento, em valores absolutos (Figura 4.21a) e percentuais (Figura 4.21b), dessas amostras quando submetidas ao aquecimento. Assim como nas amostras anteriores, percebe-se um aumento na rigidez das lâminas quando do seu aquecimento, comportamento decorrente da transformação de fase nas LMF. Nas curvas referentes à variação percentual da rigidez das amostras, percebe-se que a histerese em temperatura aumentou consideravelmente, fato que pode ser justificado também pela dupla transformação da fase R observada nos ensaios de RET, que deslocou o início da transformação para temperaturas mais baixas.

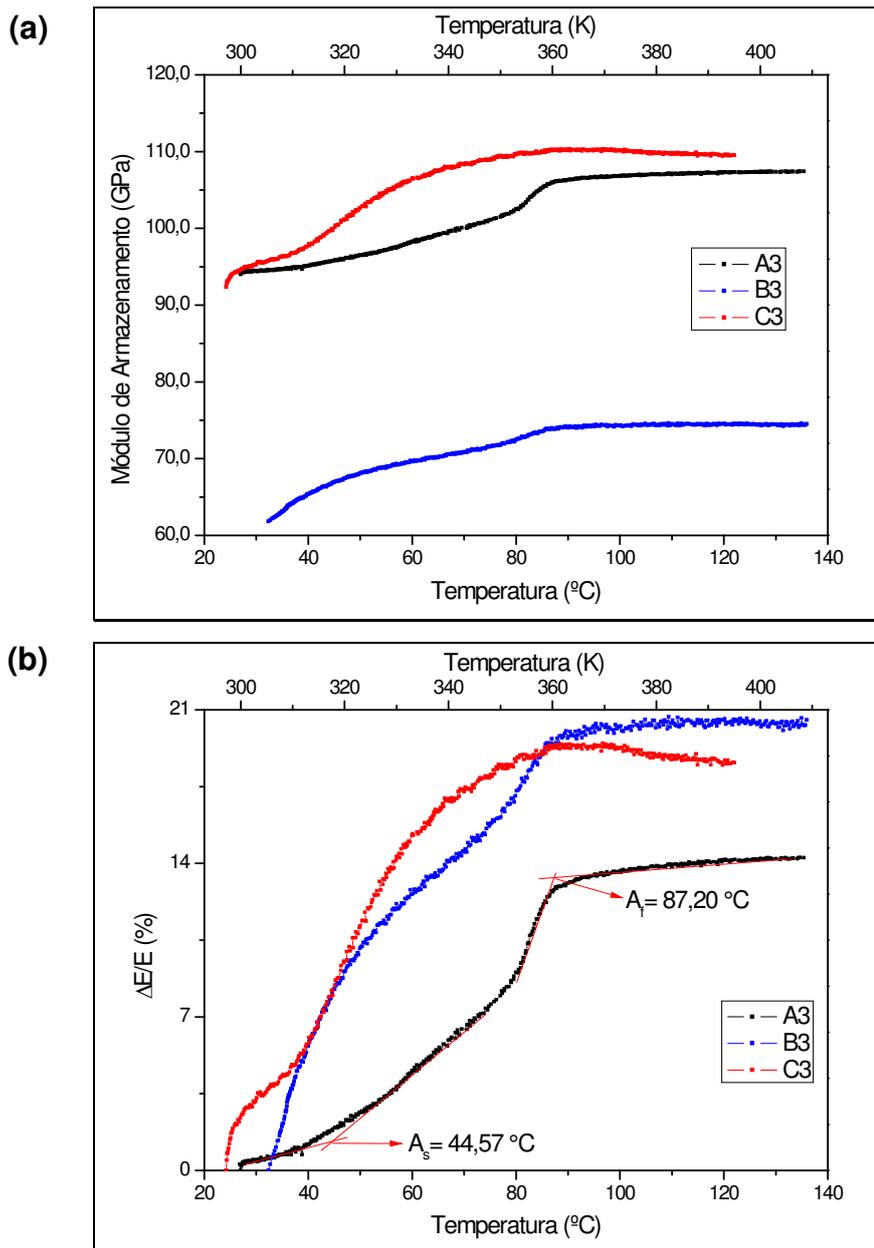


Figura 4.21 – Variação do módulo de armazenamento em função da temperatura para as amostras recozidas A3, B3 e C3. (a) Valores absolutos e (b) Percentual de variação.

4.3.5. Amostras recristalizadas a 700 °C durante 1 hora

Os ensaios de rampa de temperatura também foram realizados nas amostras submetidas ao tratamento de recristalização, dos quais se pode visualizar o comportamento da capacidade de amortecimento na Figura 4.22. Percebe-se que, apesar da recristalização, a amostra submetida ao maior grau de deformação apresenta comportamento de amortecimento inferior às demais

amostras durante a transformação de fase. Contudo, tanto na fase martensítica como austenítica os valores de $\text{Tan } \delta$ são similares. As amostras recozidas e recristalizadas apresentaram valores de picos de transformação inferiores àqueles encontrados nas amostras brutas e tratadas por 15 minutos. Isso se dá devido à menor densidade de discordâncias, que contribuem para o amortecimento do material.

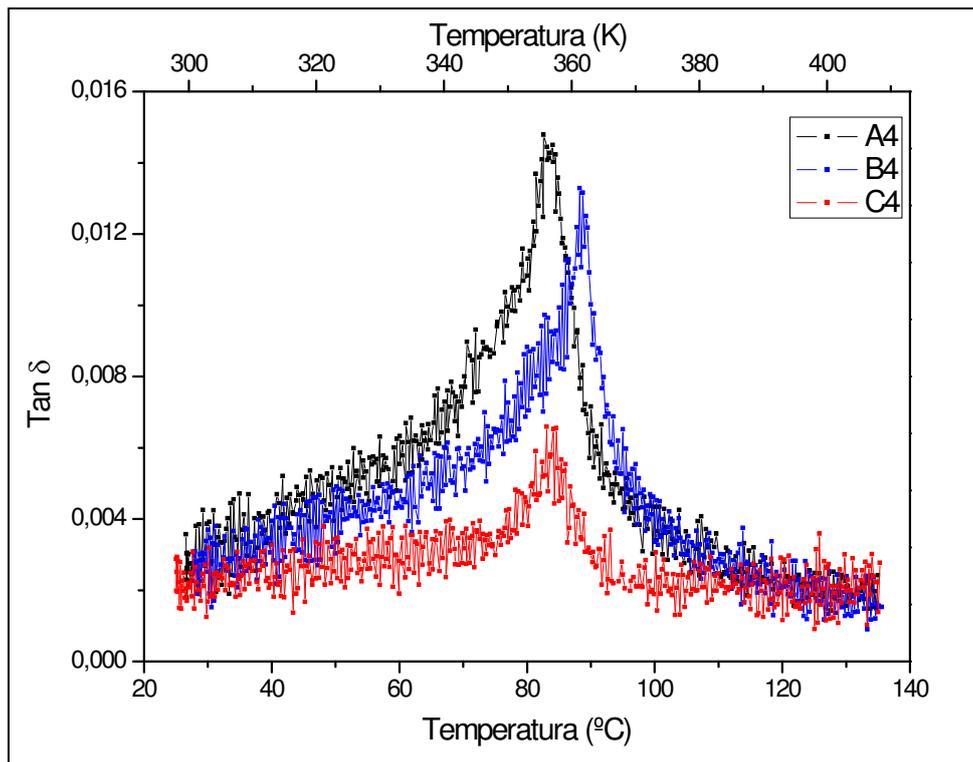


Figura 4.22 – Capacidade de amortecimento em função da temperatura para as amostras recristalizadas A4, B4 e C4.

Na Figura 4.23 pode ser visualizada a variação do módulo de armazenamento com o aumento da temperatura no ensaio dinâmico. Através das curvas se constata um notável aumento no módulo de elasticidade da amostra submetida a maiores deformações, sendo acompanhado de uma variação mais branda durante a transformação de fase. A Figura 4.23b mostra a rigidez da amostra A4 variando quase 8% após a transformação de fase, enquanto a C4 não passou de 2%. Da mesma forma que todas as amostras anteriores, as temperaturas de transformação apresentaram uma diferença se comparadas com os ensaios de RET, razão que foi previamente explicada.

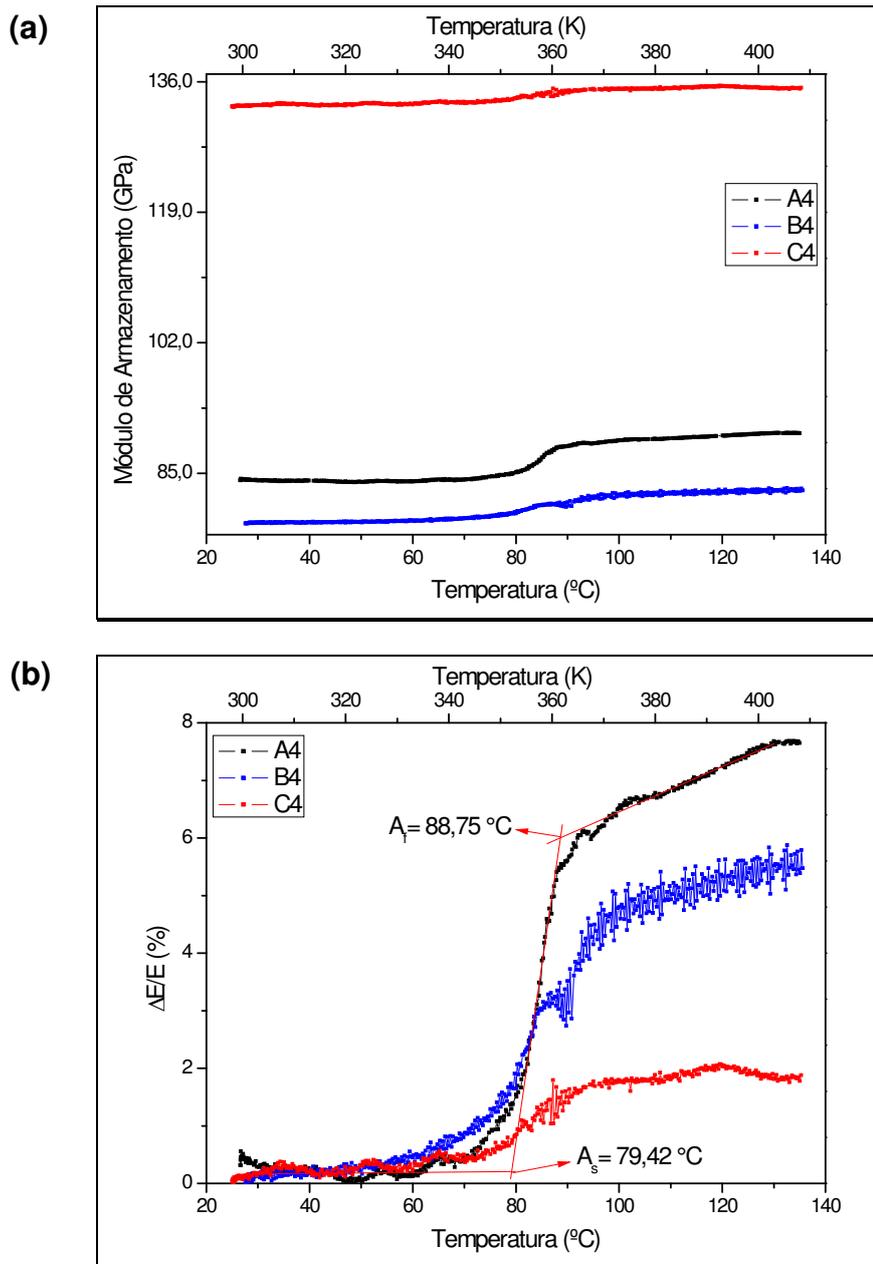


Figura 4.23 – Variação do módulo de armazenamento em função da temperatura para as amostras recristalizadas A4, B4 e C4. (a) Valores absolutos e (b) Percentual de variação.

4.3.6. Comportamento do amortecimento com a frequência

Um comportamento típico para as LMF encontrado na literatura é a queda da capacidade de amortecimento quando realizado um ensaio isotérmico de varredura de frequência em ligas da família NiTi (Van Humbeeck, 2003; Lu et al., 2003). Para a reprodução desse tipo de ensaio foi utilizada amplitude de

oscilação de $5 \mu\text{m}$ à temperatura ambiente, enquanto a frequência variava de 0,1 a 10 Hz. O ensaio de varredura de frequência foi realizado em todas as amostras tratadas para se ter um comparativo e verificar a ocorrência do efeito. Verifica-se, através da Figura 4.24, um decréscimo da capacidade de amortecimento com o aumento da frequência para todas as amostras, sendo suave para a amostra menos trabalhada (A2) e mais drástico nas amostras que sofreram maior deformação, comportamento que é documentado na literatura (Cai et al., 2005). Como o amortecimento do material também está relacionado com o movimento de discordâncias, o aumento da densidade de discordâncias, por meio da deformação, faz com que se tenha uma menor mobilidade destes defeitos quando se aplica uma sollicitação mecânica com maior frequência, o que explica o decréscimo de $\text{Tan } \delta$ com o aumento da frequência de excitação.

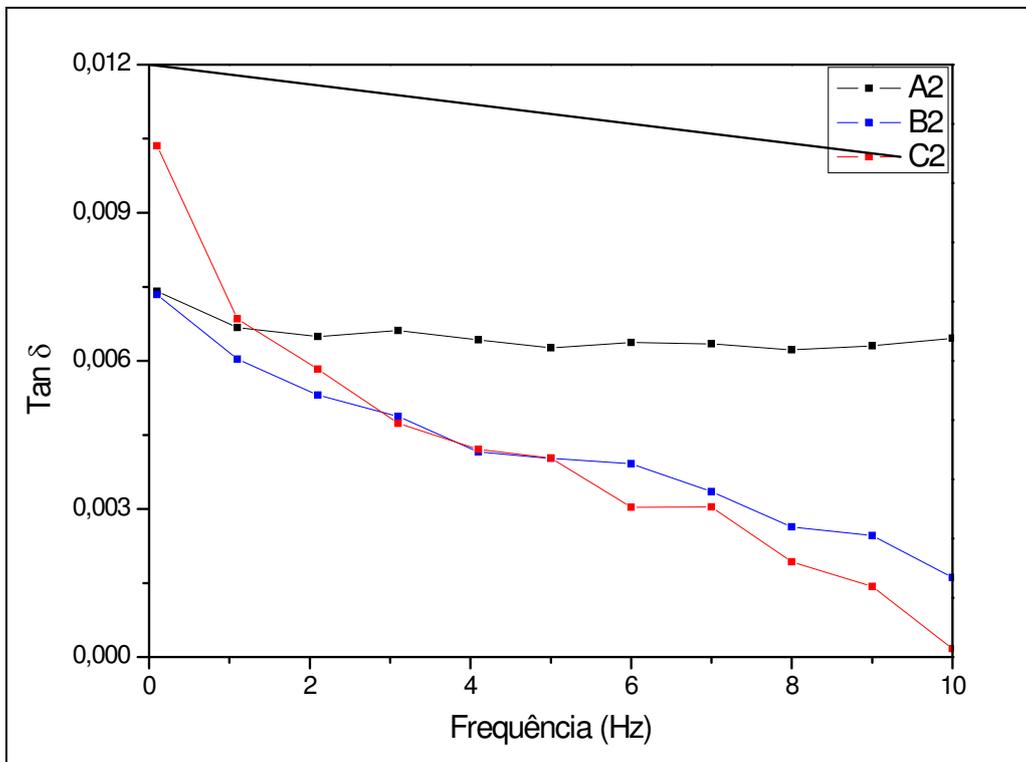


Figura 4.24 – Comportamento da capacidade de amortecimento com a variação da frequência nas amostras A2, B2 e C2 à temperatura ambiente.

4.3.7. Comportamento do amortecimento com a amplitude de deformação

Outro comportamento interessante contemplado na literatura é a variação da capacidade de amortecimento com a deformação em um ensaio isotérmico. Para a realização do ensaio foi utilizada frequência de 1 Hz, temperatura ambiente estabilizada e variação da deformação aplicada às lâminas. As amostras utilizadas no experimento foram as lâminas tratadas a 450 °C durante 15 minutos. Como pode ser visto na Figura 4.25, a capacidade de amortecimento se eleva gradualmente com o aumento da amplitude de deformação, tal como era previsto pela literatura (Lu et al., 2009). Isso é observado pelo fato de se ter uma maior mobilidade tanto das discordâncias quanto das maclas apresentadas por essas amostras à temperatura ambiente. O aumento de $Tan \delta$ é mais pronunciado na amostra que foi submetida a menor grau de deformação (A2) devido à inferior densidade de discordâncias por ela apresentada, o que facilita a mobilidade na estrutura do material.

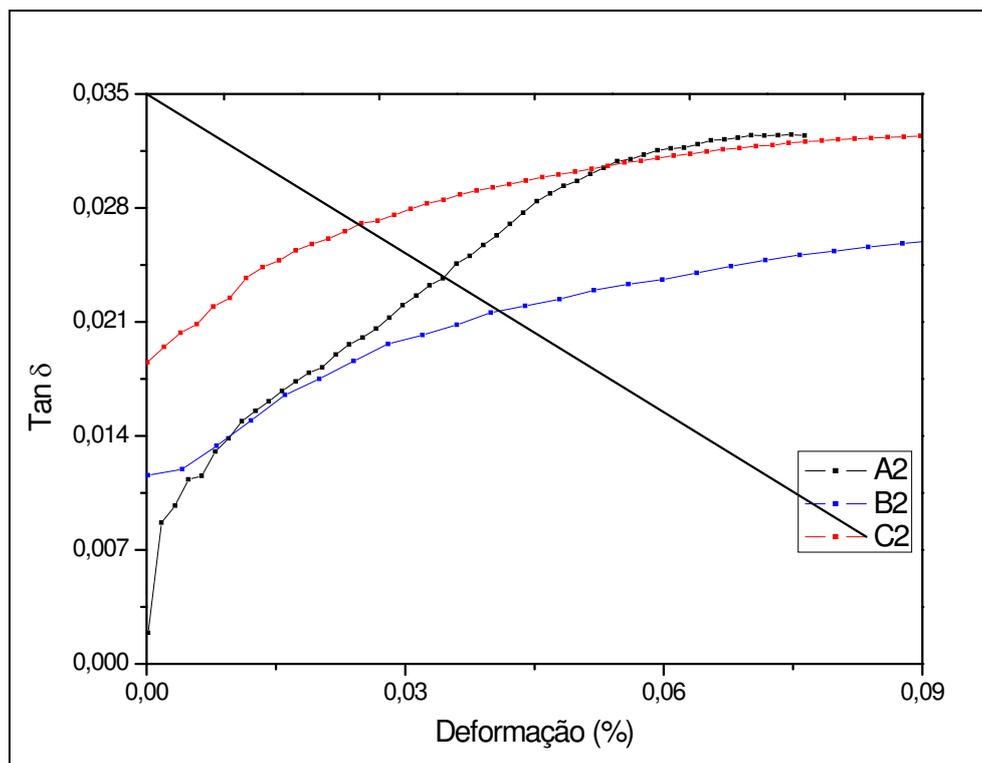


Figura 4.25 – Comportamento de $Tan \delta$ com o aumento da amplitude de deformação para as amostras A2, B2 e C2.

Uma variação que, mesmo sendo praticável, não é mencionada na literatura é a alteração da frequência nos ensaios em que se está variando a deformação, ou seja, fazer uso de frequências de oscilação diferentes. Esse experimento foi realizado na amostra com espessura de 0,4 mm tratada (A2),

utilizando temperatura e frequência fixas para cada experimento. A Figura 4.26 mostra as curvas resultadas da modificação da frequência e variação da deformação. Nesse ensaio o comportamento resultante da capacidade de amortecimento foi bastante interessante pelo fato de combinar os dois últimos comportamentos observados, a saber, a redução com o aumento da frequência e a elevação com a deformação. Percebe-se que o comportamento devido à variação da deformação se sobrepõe ao da frequência, no entanto o aumento da frequência faz com que essa elevação de $\text{Tan } \delta$ seja atenuada progressivamente.

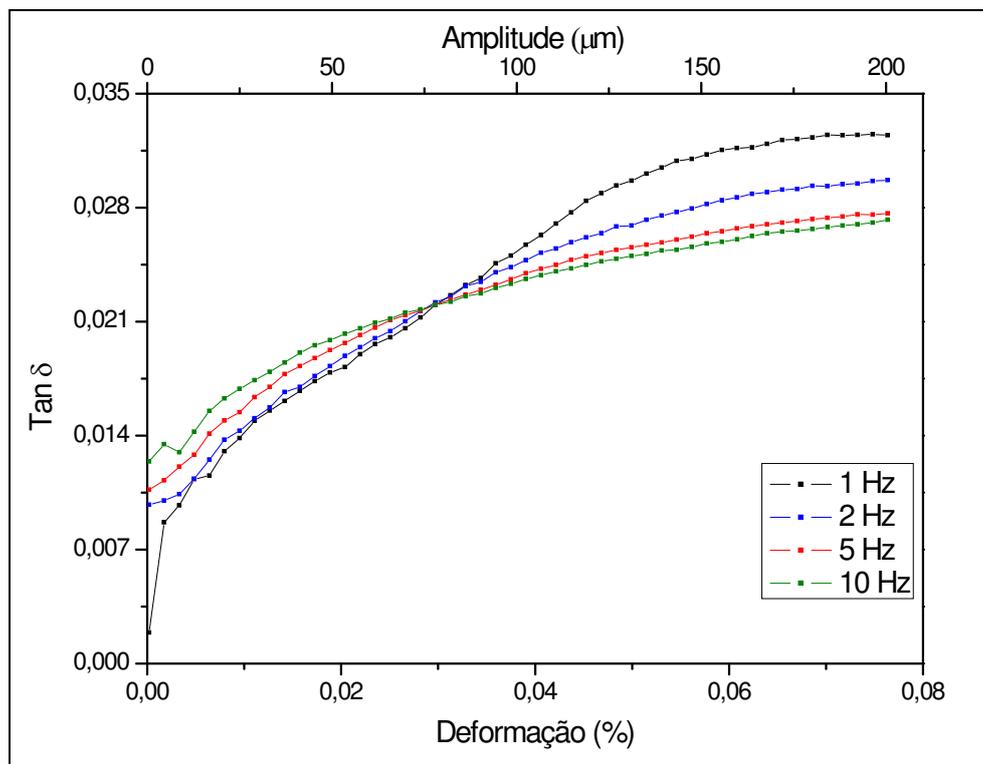


Figura 4.26 – Comportamento de $\text{Tan } \delta$ com o aumento da amplitude de deformação e variação da frequência para a amostra A2.

4.3.8. Comparativo entre amostra cortada e laminada

A barra obtida do processo de fusão foi homogeneizada e, em seguida, cortada para retirada de lâminas que passariam pelo processo de laminação à quente com o intuito de alcançar espessuras delgadas. Anteriormente a esse processamento, foram realizados testes dinâmicos, igualmente aos que seriam executados nas amostras laminadas. Um comparativo das curvas obtidas antes

e depois do processo de laminação pode ser visualizado na Figura 4.27. As amostras foram denominadas como cortada e laminada, diferenciando a amostra que não passou pelo processo de laminação. A amostra cortada tem 0,85 mm de espessura, enquanto a laminada utilizada no comparativo foi a que passou por menor grau de deformação, ou seja, a de 0,4 mm de espessura.

Percebe-se claramente a influência da laminação e consequente diminuição da espessura da amostra nas propriedades dinâmicas das LMF. A lâmina cortada apresentou, da mesma forma que a laminada, um pico de amortecimento relativo à transformação de fase, contudo de forma bem mais pronunciada. A amostra cortada apresentou valor de Tan no pico de aproximadamente 0,11, enquanto a laminada expressou pico em torno de 0,03. Além disso, os próprios valores de Tan à temperatura ambiente se mostraram maiores que aqueles observados na amostra laminada. Entretanto, em temperaturas elevadas, a fase austenita nas amostras é responsável pela diminuição e valores similares da capacidade de amortecimento desses materiais. Os valores absolutos da capacidade de amortecimento na amostra cortada são compatíveis com os encontrados na literatura para lâminas com espessura igual ou superior a 1 mm, portanto não submetidas a grandes deformações (Chang & Wu, 2008). Também através da literatura (Chang & Wu, 2004) se encontra que o material, sendo trabalhado à frio, não apresenta diferenças tão acentuadas quanto as encontradas nesse trabalho. Além disso, não se tem relato sobre um trabalho que trata de comparativo deste tipo, utilizando trabalho à quente. Cai et al. (2005) analisou a existência de um limite de deformação no processamento da liga NiTi a partir do qual a capacidade de amortecimento apresenta declínio considerável, o qual se dá em acima de 15%, que é o caso da lâmina A2 (cerca de 50% de deformação).

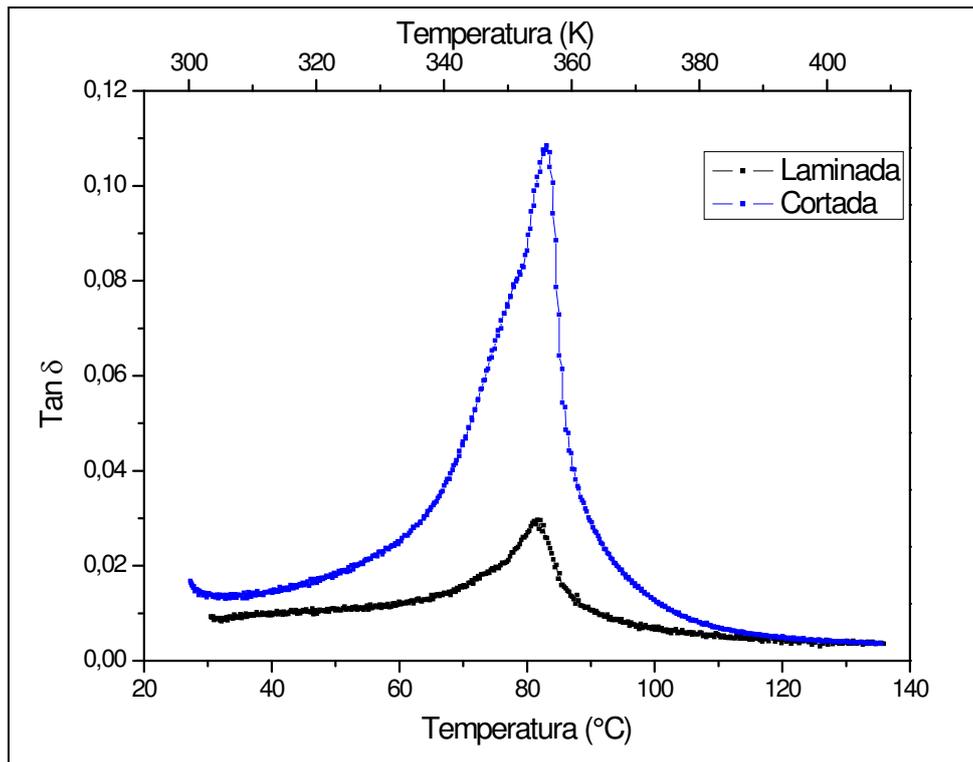


Figura 4.27 – Comparativo da capacidade de amortecimento em função da temperatura entre as amostras cortada e laminada.

Também com relação ao módulo de armazenamento foi realizado o comparativo entre as lâminas de NiTi. O comportamento do módulo com o aumento da temperatura é semelhante para as duas lâminas, como pode ser visualizado na Figura 4.28, as quais apresentam o aumento da rigidez referente à transformação de fase em torno de 353 K (80 °C). Entretanto, observa-se claramente que a lâmina que passou pelo processo de laminação, e conseqüente redução de espessura, apresenta uma considerável amplificação em seus valores absolutos, portanto, maior rigidez que a amostra simplesmente cortada. Isso se dá devido à introdução de tensões provocada pela deformação e, provavelmente, pelo encruamento da estrutura superficial, apesar do trabalho à quente.

A partir da Figura 4.28b se constata que a amostra cortada apresentou uma variação de quase 30% em seu módulo, enquanto a laminada um aumento próximo a 17%, como já foi visto anteriormente. Essa maior variação ocorre na amostra cortada por se ter uma maior mobilidade dos mecanismos estruturais responsáveis por sua rigidez, ou seja, menor densidade de discordâncias.

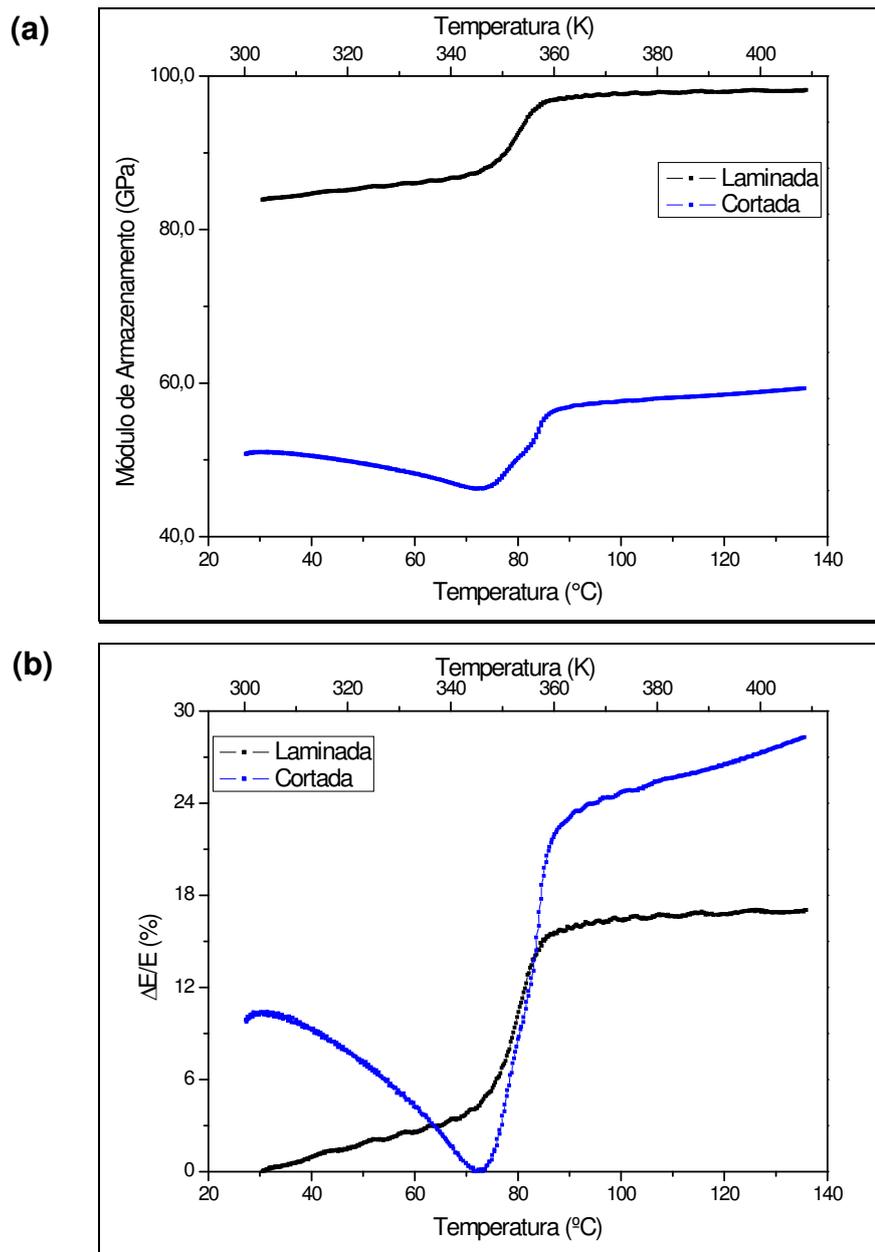


Figura 4.28 – Comparativo da variação do módulo de armazenamento em função da temperatura para as amostras cortada e laminada A2. (a) Valores absolutos e (b) Percentual de variação.

4.3.9. Capacidade de amortecimento nas transformações martensíticas através do DMA

Para constatar a transformação martensítica direta na liga NiTi através do ensaio dinâmico, realizou-se um ensaio do tipo rampa de temperatura com os

mesmos parâmetros dos experimentos anteriores e resfriamento a partir de 140 °C até -70 °C. As amostras submetidas ao ensaio foram aquelas comparadas no item anterior, denominadas de cortada e laminada. A Figura 4.29 mostra a capacidade de amortecimento em função da temperatura quando do resfriamento e aquecimento das lâminas. Os picos de transformação martensítica direta podem ser claramente observados, bem como a diferença de magnitude entre a amostra cortada e laminada. Também é percebido que os picos da transformação martensítica direta são mais pronunciados que na reversa (aquecimento), o que está de acordo com a literatura (Chen et al., 2009). Isso ocorre pelo fato de a capacidade de amortecimento nas ligas NiTi estar intimamente associada com a fração volumétrica da fase martensítica no material, portanto quanto maior o volume de martensita mais elevado o pico de amortecimento. Assim como observado previamente durante o aquecimento, percebe-se uma diferença entre as temperaturas de transformação coletadas no ensaio dinâmico e as obtidas do ensaio de RET durante o resfriamento. Como explicado anteriormente, essa diferença ocorre devido à estabilização das propriedades mecânicas do material. Observa-se na curva da lâmina cortada um pico anterior ao da transformação martensítica, que aparece provavelmente devido à fase intermediária R.

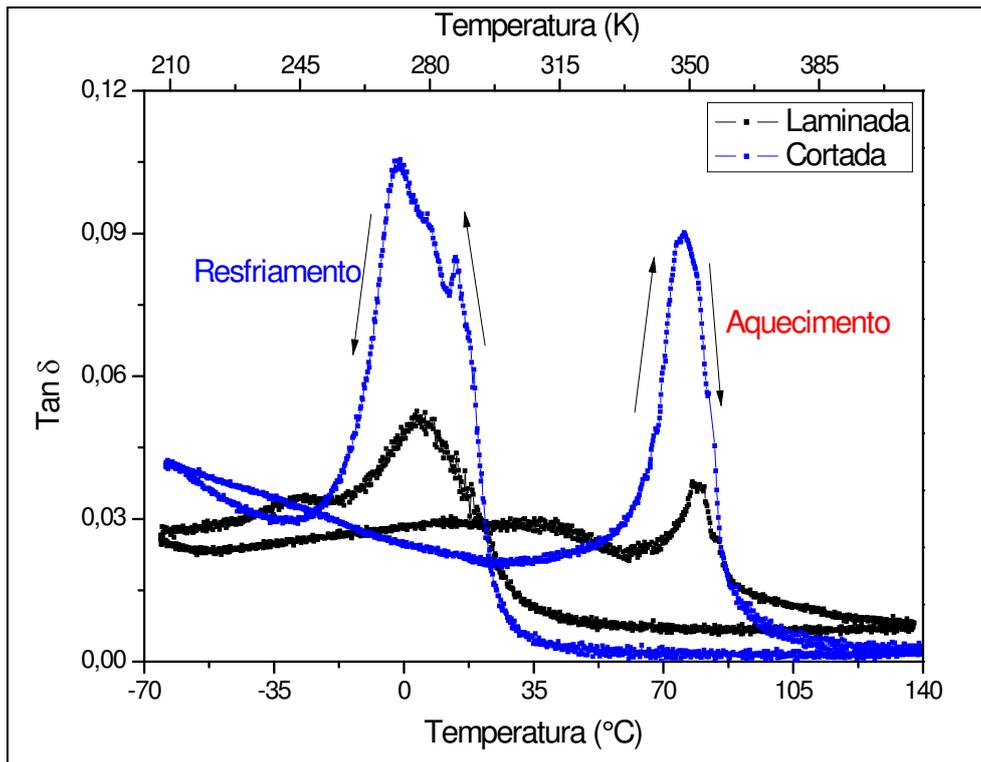


Figura 4.29 – Capacidade de amortecimento em função da temperatura para as amostras cortada e laminada.

A variação do módulo de armazenamento em função da temperatura pode ser observada na Figura 4.30, através da qual se percebe uma mudança da rigidez da amostra cortada bastante superior à amostra laminada. Este comportamento está associado ao fato de a amostra cortada apresentar menor quantidade de defeitos oriundos do processamento e também pela capacidade de absorção de energia nas ligas NiTi estar intimamente associada à fração volumétrica da fase martensítica no material, portanto quanto maior o volume de martensita menos rígido o material se comporta.

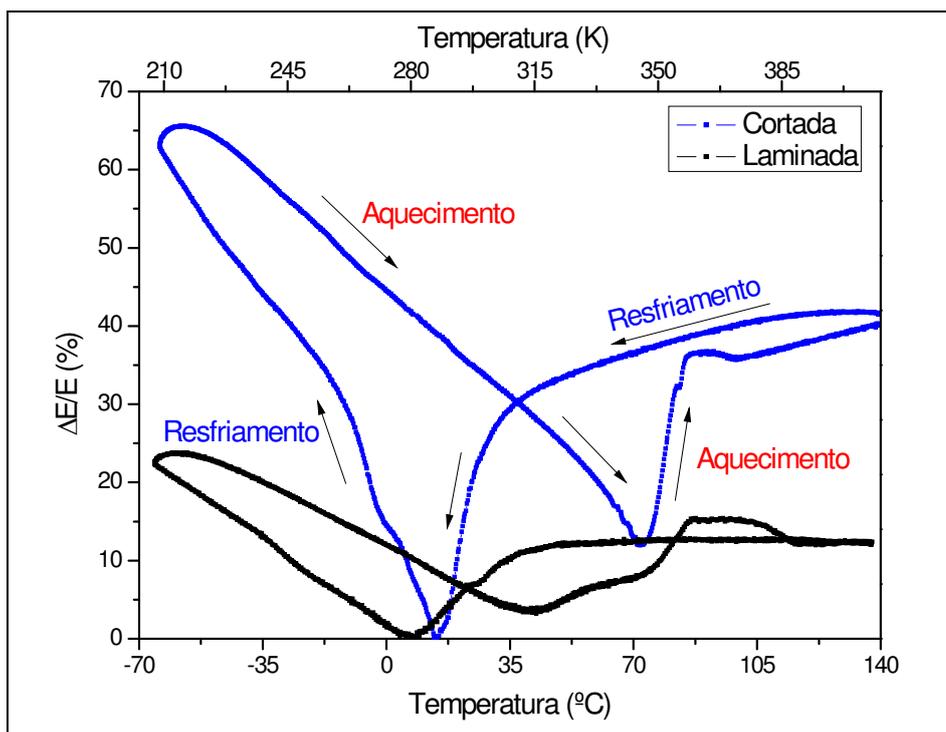


Figura 4.30 – Variação do módulo de armazenamento em função da temperatura para as amostras cortada e laminada.

4.3.10. Comparativo entre LMF e materiais estruturais clássicos

Para demonstrar as singulares propriedades dinâmicas das LMF em paralelo aos materiais clássicos da engenharia, realizou-se um comparativo entre a lâmina de NiTi com 0,4 mm de espessura (A2), que passou pelo processo de laminação, e amostras de alumínio, aço inoxidável e latão. Os procedimentos adotados para a realização dos testes foram aqueles obtidos da otimização dos parâmetros, com aumento gradual da temperatura (5 °C/min), frequência de excitação de 1 Hz e amplitude de deflexão de 5 μm . Os resultados do estudo com relação à capacidade de amortecimento das amostras podem ser observados na Figura 4.31. Como se pode constatar, a capacidade de amortecimento da LMF é muito maior que nos materiais clássicos desde a temperatura ambiente até temperaturas intermediárias (em torno de 80 °C), mesmo sendo a amostra de NiTi submetida ao processo de laminação. Durante o aquecimento se percebe um aumento de Tan nos materiais clássicos, sendo mais suave para as amostras de aço inoxidável e

latão. Para se ter uma quantificação desse comparativo, segundo a literatura, para o alumínio alcançar capacidade de amortecimento de 0,01, um terço do encontrado no pico de transformação da liga NiTi, precisa-se elevar a temperatura até 250 °C (Zhang et al., 2008). Os resultados obtidos para esses materiais também estão em concordância com a literatura, inclusive em valores absolutos.

Em altas temperaturas, após a transformação de fase, a LMF apresenta um decréscimo em sua capacidade de amortecimento pelo fato de a fase austenita caracterizar-se por absorver menos energia mecânica, enquanto o alumínio demonstra maiores valores de $\text{Tan } \delta$. Portanto, o alumínio apresenta maior absorção de energia que a LMF, o aço inoxidável e o latão em temperaturas mais elevadas (a partir de 100 °C).

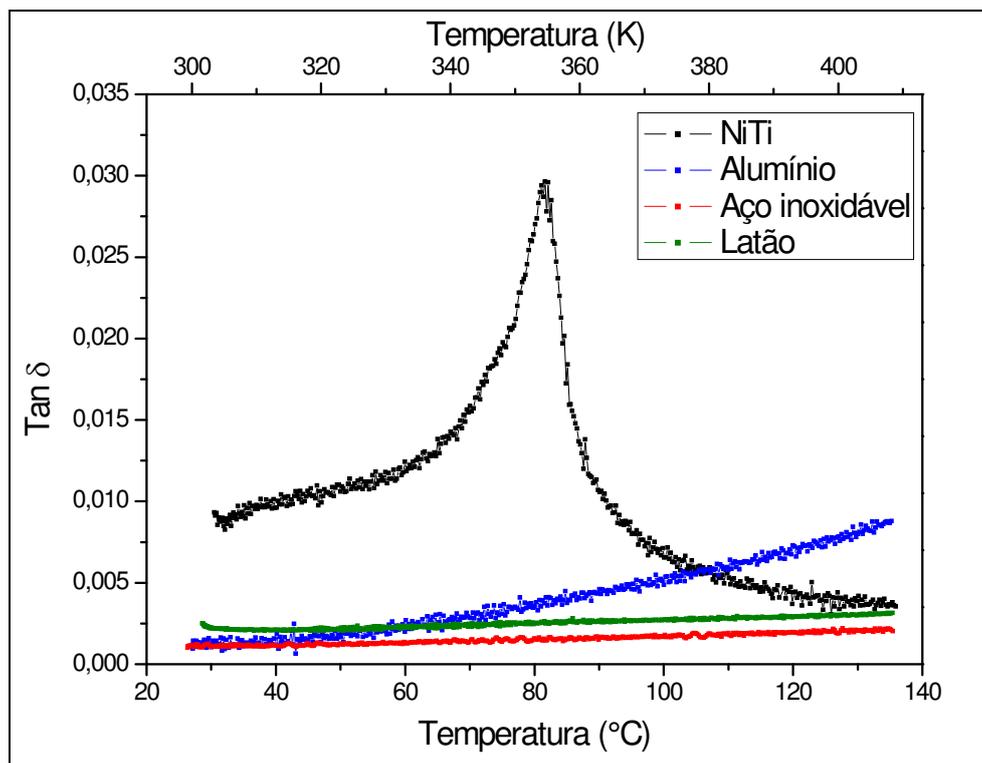


Figura 4.31 – Capacidade de amortecimento em função da temperatura para a LMF NiTi, alumínio, aço inoxidável e latão.

Na Figura 4.32, visualiza-se o comportamento do módulo de armazenamento nas amostras com o aumento da temperatura.

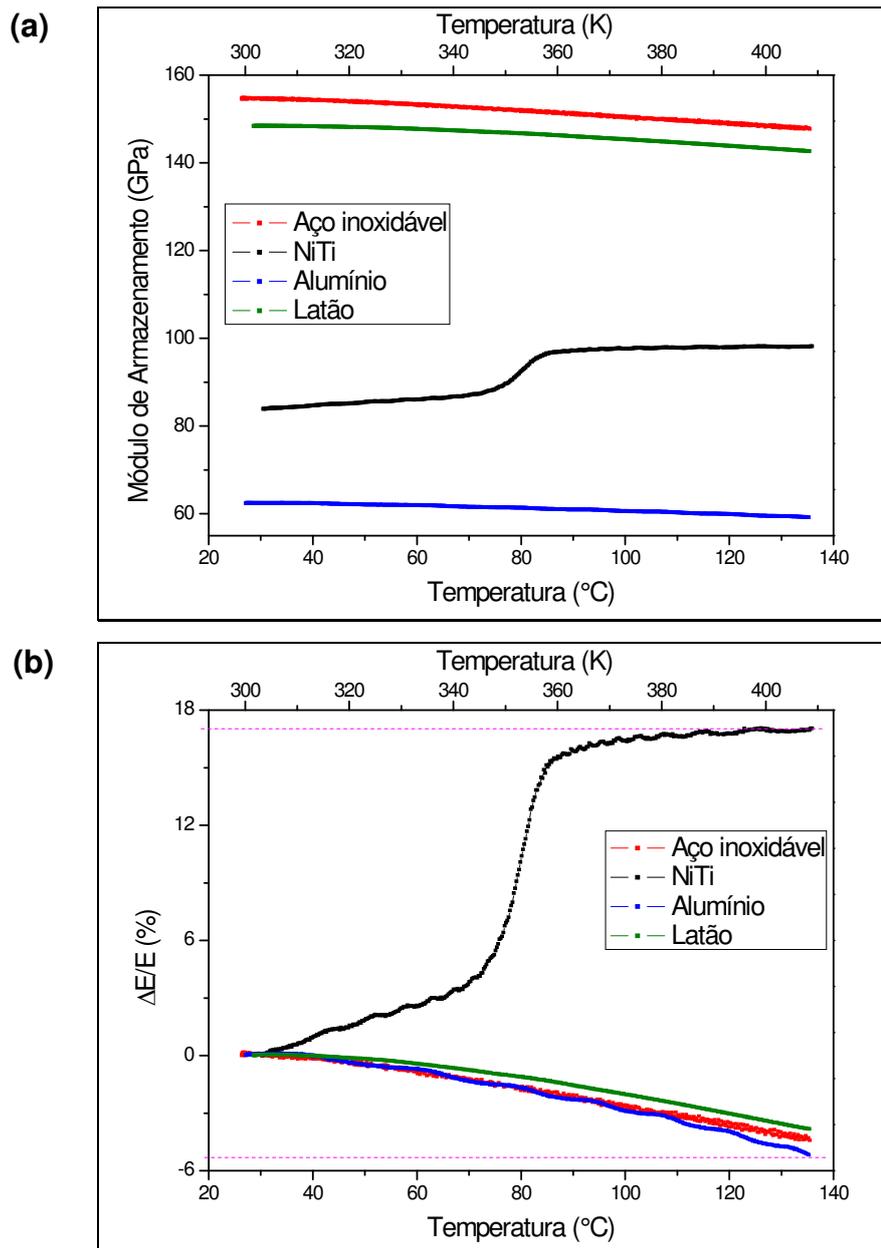


Figura 4.32 – Variação do módulo de armazenamento em função da temperatura para as amostras de NiTi, alumínio, aço inoxidável e latão. (a) Valores absolutos e (b) Percentual de variação.

Percebe-se que os materiais clássicos apresentam redução dos seus módulos, enquanto a LMF demonstra comportamento oposto, sendo aumentado durante a transformação de fase. Os valores dos módulos à temperatura ambiente obtidos estão compatíveis aos encontrados na literatura (Callister Jr, 2001), assim como o seu comportamento com a elevação da temperatura (Chiaverini, 1986). A partir da Figura 4.32b, verifica-se um decréscimo percentual do módulo de armazenamento em torno de 5 % para os

materiais clássicos, enquanto a LMF NiTi experimenta um acréscimo em torno de 17 %, que se dá devido ao aumento da rigidez do material com a transformação de fase. Essa progressão do módulo na LMF é um comportamento bem conhecido e relatado na literatura (Otsuka & Wayman, 1998; Lagoudas et al., 2008).

4.4. Ensaio de microdureza

Os ensaios de microdureza foram realizados objetivando verificar a influência dos processos de conformação mecânica aos quais as amostras foram submetidas. Os resultados encontrados estão resumidos na Tabela 4.5.

Tabela 4.5 – Valores de microdureza para as amostras de NiTi.

Amostra	Dureza (HV)
A1	745,7±149,4
A2	573,4±76,8
B1	579,7±64,1
B2	577,4±138,2
C1	717,0±101,4
C2	562,8±84,2
Cortada	275,9±11,4

Através da tabela se pode perceber claramente o aumento da dureza nas amostras laminadas, ao passo que a amostra simplesmente cortada apresentou valores compatíveis com os relatados na literatura (Silva, 2007; PAULA et al., 2006). Pode-se, então, concluir que o processo de laminação nas ligas NiTi causam um notável aumento de sua resistência mecânica, provavelmente pelo endurecimento superficial. Isso pode ser confirmado pelos níveis de módulo de armazenamento, rigidez, encontrados nos ensaios dinâmicos para essas amostras. Fazendo um paralelo entre as amostras, tem-se a amostra A1 apresentando módulo de armazenamento e dureza de 86,4 GPa e 745,7 HV, respectivamente, ao passo que a amostra cortada forneceu valores de 47,7 GPa e 275,9 HV. Esses valores foram coletados no estado martensítico, ou seja, anteriormente à transformação de fase que, por sua vez, leva a valores de rigidez a patamares mais elevados devido à fase austenítica.

Portanto, as propriedades dinâmico-mecânicas dessas ligas estão intimamente relacionadas à deformação imposta durante o processo de conformação para sua preparação.

5. SÍNTESE DOS RESULTADOS

De uma forma geral, grande parte dos resultados obtidos a partir dos ensaios realizados demonstrou concordância com a literatura, assim como alguns deles podem explicar outros encontrados em bibliografias específicas. Os resultados podem ser resumidos como segue:

- Tanto a obtenção da liga quanto a preparação das amostras, incluindo processo de acabamento, foram realizados com êxito;
- Os resultados dos ensaios da variação da Resistência Elétrica em função da Temperatura possibilitaram a visualização dos picos de transformação de fase característicos para ligas do sistema binário NiTi, inclusive com o aparecimento da fase intermediária R;
- Esses resultados demonstraram que as amostras, mesmo em seu estado bruto de processamento, apresentaram a transformação de fase inerente ao efeito de memória de forma;
- Ainda nos resultados de RET, foram verificados picos de transformação de menores intensidades para as amostras que passaram por maior grau de deformação durante seu processamento;
- Nas amostras recozidas por longos períodos (24 horas), verificou-se uma transformação da fase R em dois estágios, corroborando a literatura. O longo período no forno levou as amostras a níveis de tensões internas bem aproximadas, vistas as temperaturas de transformação similares;
- Com relação aos ensaios dinâmicos, foi realizada uma otimização dos parâmetros de ensaio para se chegar a valores ideais a serem utilizados nos experimentos;
- Tanto as amostras brutas do processamento quanto as tratadas termicamente apresentaram picos de capacidade de amortecimento característicos da transformação de fase, que ocorrem, principalmente, devido ao movimento das interfaces martensíticas;
- Observou-se uma diferença entre as temperaturas de transformação coletadas pelo ensaio de RET e pelo DMA, que se deve a um retardo na estabilização das propriedades mecânicas na amostra;

- As amostras laminadas de menor espessura apresentaram uma capacidade de amortecimento mais baixa com relação às que passaram por deformação mais amena. Isso ocorre por se ter uma maior quantidade de defeitos nas amostras mais deformadas, reduzindo a absorção de energia por mobilidade interna;
- A transformação de fase a baixa temperatura encontrada nas amostras com maior grau de deformação influencia na curva do ensaio dinâmico de modo que à temperatura ambiente (início do ensaio) a amostra encontra-se em estado transitório, portanto, uma mistura das fases martensítica e austenítica;
- Foi constatado que o aumento da frequência de oscilação (até 10 Hz) no ensaio dinâmico leva a um decréscimo na capacidade de amortecimento do material, principalmente naqueles que foram submetidos a maiores deformações, devido à densidade de discordâncias e consequente diminuição de mobilidade;
- Com relação à influência da deformação no ensaio, verificou-se um aumento na capacidade de amortecimento das amostras, sendo mais pronunciado naquela que sofreu menor deformação, devido à maior mobilidade interna dos defeitos por esta apresentada;
- A combinação das influências da frequência e deformação de oscilação no experimento levam a concluir que o comportamento devido à variação da deformação se sobrepõe ao da frequência, sendo atenuado a frequências mais elevadas;
- Constatou-se que a lâmina que não passou pelo processo de laminação e acabamento apresenta uma capacidade de amortecimento bem mais elevada que às submetidas a tal processamento. Observa-se, então, claramente o efeito da laminação sobre as propriedades dinâmico-mecânicas do material. Pela literatura, deformações acima de 15 % levam a uma diminuição significativa da capacidade de amortecimento de ligas NiTi. Na fase austenítica os valores de Tan são bastante similares tanto para a lâmina cortada quanto para a laminada, o que leva à constatação da grande contribuição da fase martensítica na absorção de energia;

- Através do resfriamento, verificou-se o pico de amortecimento devido à transformação martensítica direta, onde se observou um pico anterior ocasionado, provavelmente, pela fase intermediária R;

- O comparativo entre uma das lâminas da liga NiTi e materiais estruturais clássicos comprovou as superiores propriedades dinâmicas da LMF no que diz respeito à capacidade de amortecimento, o que lhes confere um amortecimento vibracional e acústico bastante elevado durante a transição de fase, além da própria absorção de energia verificada na fase martensítica. No estado austenítico, entretanto, a LMF apresenta baixa absorção de energia, ficando o alumínio com maior capacidade de amortecimento;

- Relacionado ao módulo de armazenamento, encontrou-se um comportamento totalmente diferente dos materiais clássicos, pois apresentou aumento significativo durante a transformação de fase, em oposição ao decréscimo quase linear observado nos estruturais. Além disso, a variação do módulo na LMF ficou em torno de 17 % aumentada, enquanto os materiais clássicos apresentaram redução em aproximadamente 5 %;

- A partir dos ensaios de microdureza, constatou-se que o grau de deformação imposto pela laminação influencia consideravelmente as propriedades dinâmico-mecânicas, aumentando a resistência mecânica do material com conseqüente redução de sua capacidade de amortecimento.

6. CONCLUSÕES

Neste trabalho foi realizado um estudo das propriedades dinâmicas de uma liga da família NiTi com efeito de memória de forma. Inicialmente foi realizada uma análise prospectiva desses materiais ativos, junto ao setor de petróleo e gás, em concomitância com a aquisição e instalação de equipamentos inerentes ao projeto. Realizou-se a seleção da liga de acordo com as condições correntes para o estudo, bem como sua fusão e preparações para caracterizações físicas das distintas lâminas obtidas. De acordo com os resultados alcançados, constatou-se que a liga estudada apresenta a transformação martensítica termoelástica reversível, que origina o efeito de memória de forma. Concluiu-se também que as propriedades dinâmicas destes materiais oferecem grande potencial aplicativo para o setor de interesse, visto o grau de amortecimento e a variação de sua rigidez durante a transformação de fase.

Portanto, as características dinâmicas são de extrema importância no que diz respeito a aplicações concretas em todas as áreas da engenharia, mas essencialmente nos conceitos aplicativos mencionados na revisão da literatura para o setor de Petróleo e Gás, onde se trabalha muito com máquinas rotativas, carregamento mecânico variável e mesmo com turbulências marítimas. Para aplicações em que se tem uma vibração contínua aplicada em temperatura constante, a condição do material na região martensítica oferece maior estabilidade de amortecimento. Em contrapartida, no caso de impactos de carregamento, tanto a região martensítica quanto a de transformação de fase do material estudado são de grande interesse e potencial aplicativo.

7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Para trabalhos posteriores, sugere-se o desenvolvimento do projeto de um molde para a injeção de ligas no formato requerido, visando a eliminação da influência do processamento nos testes. Também seria interessante o estudo das propriedades dinâmicas em ligas de base NiTi com adição de cobre, visando suas boas propriedades do efeito de memória de forma e o não aparecimento da fase intermediária R.

O estudo mais aprofundado da frequência natural de oscilação de amostras dessas ligas também poderia ser realizado como um trabalho bastante relevante no que diz respeito às situações reais de aplicação. Além disso, a verificação da quantidade de defeitos e a constatação de sua influência na capacidade de amortecimento do material seriam bastante convenientes quando da discussão sobre mobilidade interna dos defeitos e seu efeito na absorção de energia.

8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ADNYANA, D. N., ROGEN, N. E., 1989, "Apparatus for sealing a well blowout", United State Patent, number 4,840,346, p. 1-14.
- ADNYANA, D. N., ROGEN, N. E., 1986, "Subsurface well safety valve and control system", United State Patent, number 4,619,320, p. 1-16.
- AEROFIT Inc. (Ed.), "Aerofit – SMA", Disponível em: <<http://www.aerofit.com/shape.php>>. Acesso em: 01 fev. 2008.
- ANDERSEN, A., HERFJORD, H. J., MARTINSEN, A. M., SANGESLAND, S., SIVERTSEN, Å., 1997, "Feasibility study of shape memory alloys in oil well applications", SINTEF Petroleum, IKU Report n° 32.0896.00/01/97, 107p.
- ANDERSEN, A., PEDERSEN, D., SIVERTSEN, Å., SANGESLAND, S., 1999, "Detailed study of shape memory alloys in oil well applications", SINTEF Petroleum, Report n° 32.0924.00/01/99, 103p.
- ANTONIOS, C., INMAN, D. J., SMAILI, A., 2006, "Experimental and Theoretical Behavior of Self-healing Bolted Joints", Journal of Intelligent Material Systems and Structures, Vol. 17,p. 499-509.
- ASTM D4092, Standard Terminology for plastics: Dynamics Mechanical Properties, United States, 4p., 2001.
- BAIARDO, M., LOUBENS, J., DMA characterization of Ni-Ti Shape Memory Alloys (SMA), TA Instruments, RS044, Vimodrone, Italy, 2008.
- BATALU, D., GUOQIU, H., ALOMAN, A., XIAOSHAN, L., ZHIHUA, Z., Determination of some mechanical properties of TiNi (50.6 at. % Ni) shape memory alloy using dynamic mechanical analysis and tensile tests., Journal

- of Optoelectronics and Advanced Materials, Vol. 8, No. 2, p. 694 – 698, April 2006.
- CAI, W., LU, X. L., ZHAO, L. C., Damping behavior of TiNi-based shape memory alloys., Materials Science and Engineering, A 394, p. 78–82, 2005.
- CALLISTER JR., W. D., Fundamentals of Materials Science and Engineering, 5th Edition, Von Hoffmann Press, USA, 2001.
- CHANG, S. H., WU, S. K., Effect of cooling rate on transformation temperature measurements of Ti₅₀Ni₅₀ alloy by differential scanning calorimetry and dynamic mechanical analysis. Materials Characterization, Vol. 59, p. 987-990, 2008.
- CHANG, S. H., WU, S. K., Textures in cold-rolled and annealed Ti₅₀Ni₅₀ shape memory alloy. Scripta Materialia, Vol. 50, p. 937-941, 2004.
- CHEN, Y., JYANG, H. C., LIU, S. W., RONG, L. J., ZHAO, X. Q., Damping capacity of TiNi-based shape memory alloys. Journal of Alloys and Compounds, Vol. 482, p. 151-154, 2009.
- CHIAVERINI, V., Aços e ferros fundidos: Características gerais, tratamentos térmicos, principais tipos. 7^a ed., São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 1996.
- CHIAVERINI, V., Tecnologia Mecânica – Estrutura e Propriedades das Ligas Metálicas. 2^a ed., São Paulo: McGraw-Hill, 1986.
- CULSHAW, B., 1996, “Smart structures and materials”, Artech House Optoelectronic Library, England.
- DISCOVERY Plasma: Manual de Instalação, Operação e Manutenção. EDG Equipamentos e Controles Ltda. 2005.

- EUCKEN, S., DUERIG, T.W. The Effects of Pseudoelastic Prestraining on the Tensile Behaviour and Two-Way Shape Memory Effect in Aged NiTi. *Acta metall*, Vol. 37 No. 8, 2245-2252, 1989.
- FERNANDES, F. M. B. Ligas com memória de forma. Departamento de ciência dos materiais/CENIMAT, 2006. Universidade Nova de Lisboa.
- FERRY, J. *Viscoelastic Properties of Polymers*, 3rd Edition, John Wiley and Sons, New York (1980).
- GOMES, A. A. C.; SILVA, J. A.; CAVALCANTI, A. J. T.; REIS, R. P. B.; DE ARAÚJO, C. J; GONZALEZ, C. H. Fabrication of shape memory alloys using the plasma skull push-pull process. In: 19th International Congress of Mechanical Engineering. Proceedings of COBEM 2007. November 5-9, 2007, Brasília - DF, p. 1 – 8.
- GHORASHI, M.; INMAN, D. J. Shape Memory Alloy in Tension and Compression and its Application as Clamping-force Actuator in a Bolted Joint: Part 2 – Modeling. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, Vol. 15, p. 589-600, 2004.
- HESSE, T.; GHORASHI, M.; INMAN, D. J. “Shape Memory Alloy in Tension and Compression and its Application as Clamping-force Actuator in a Bolted Joint: Part 1 – Experimentation”. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, Vol. 15, p. 577-587, 2004.
- HUMBEECK, J. V. Damping capacity of thermoelastic martensite in shape memory alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 355, p. 58-64, 2003.
- LA CAVA, C. A. P. L., SILVA, E. P., MACHADO, L. G., PACHECO, P. M. C. L., SAVI, M. A. Modelagem de um Dispositivo de Pré-Carga com Memória de Forma para Juntas Flangeadas. Congresso Nacional de Engenharia Mecânica (CD-ROM), Natal – RN, p. 1- 8, 2000.

LAGOUDAS, D. C., Shape Memory Alloys – Modeling and Engineering Applications, Ed. Springer, Texas, USA, 2008.

LU, X. L., CAI, W., ZHAO, L. C., Damping behavior of a $Ti_{44}Ni_{47}Nb_9$ shape memory alloy. Journal of Materials Science Letters, Vol. 22, p. 1243-1245, 2003.

LU, X., CHEN, F., LI, W., ZHENG, Y., Effect of Ce addition on the microstructure and damping properties of Cu–Al–Mn shape memory alloys. Journal of Alloys and Compounds, Vol. 49, p. 608-611, 2009.

MENARD, K.P., Dynamic Mechanical Analysis - A practical introduction, CRC Press, Florida, USA, 1999.

NASCIMENTO NETO, M. P. Concepção e Desenvolvimento de uma Máquina Multifuncional para Testes Eletro-termomecânicos de Materiais com Memória de Forma. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), Campina Grande – PB, 80p., 2007.

NIMESIS, Intelligent Materials (Metz - France), Nimesis Products. Disponível em: <http://www.nimesis.com/anglais/ourproducts/our_products.htm>. Acesso em: 29 out. 2008.

LA CAVA, C. A. P. L., SILVA, E. P., MACHADO, L. G., PACHECO, P. M. C. L., SAVI, M. A., “Modelagem de um Dispositivo de Pré-Carga com Memória de Forma para Juntas Flangeadas”, Congresso Nacional de Engenharia Mecânica (CD-ROM), Natal – RN, p. 1- 8, 2000.

OTSUKA, K., WAYMAN, C.M., “Shape Memory Materials”, Edited by K. Otsuka and C. M. Wayman, Cambridge University Press, Cambridge, England, 1998.

- PARK, G., MUNTGES, D. E., INMAN, D. J., "Self-Repairing Joints Employing Shape-Memory Alloy Actuators", *Overview - Smart Structural Materials*, p.33, 2003.
- PAULA, A. S., SANTOS, C. M. L., CANEJO, J. H. P. G., MAHESH, K. K., FERNANDEZ, F. M. B., VIANA, C. S. C., *Evolução da Textura em Ligas de Ni-Ti rica em Ti e rica em Ni Submetidas a Tratamento Termomecânico de Ausforming. III Workshop sobre Textura, São Paulo-SP*, p. 132-150, 2006.
- PAYTON JR., D. G. *Thermally Energized Packer Cup with SMA. United State Patent*, number 4,424,465, p. 1- 4, 1984.
- PEAIRS, D. M., PARK, G., INMAN, D. J. *Practical issues of activating self-repairing bolted joints. Journal Smart Materials and Structures*, Vol. 13, p. 1414-1423, 2004.
- PERKIN ELMER, Inc., *Dynamic Mechanical Analysis Basics: Part 1 How DMA Works*, Technical note – thermal analysis, Waltham, USA, p. 1-4, 2007.
- PRYMAK, O., KLOCKE, A., NIEKE, B. K., EPPLE, M., *Fatigue of orthodontic nickel–titanium (NiTi) wires in different fluids under constant mechanical stress. Materials Science and Engineering*, Vol. A 378, p. 110-114, 2004.
- REIS, R. P. B., DE ARAÚJO, C. J., SILVA, L. A. R., QUEIROGA, S. L. M., *Desenvolvimento de um sistema de medição da variação de resistência elétrica em função da temperatura: aplicação a caracterização de ligas com memória de forma. In: Anais do Congresso Nacional de Engenharia Mecânica (CONEM 2006), Recife – PE*, p. 1 – 10, 2006.
- SCHUTZLER, J. C. *Method for Pre-stressing a Structural Member. United State Patent*, number 4,501,058, p. 1- 8, 1985.
- SHAHINPOOR, M., SCHNEIDER, H.J., *Intelligent Materials*, Edited by M. Shahinpoor and H.J. Schneider, RSC Publishing, Cambridge, England,

2008.

SILVA, N. J., SILVA, M. M., GOMES, A. A. C., DE ARAÚJO, C. J., SANTOS, M. A., Análise prospectiva da aplicabilidade de atuadores de ligas com memória de forma no setor de petróleo e gás. Congresso Nacional de Engenharia Mecânica (CONEM 2008), Salvador – BA, p. 1- 10, 2008.

SILVA, N. J. Estudo de ligas com memória de forma para aplicações no setor de petróleo e gás. Monografia (Ênfase em Tecnologia em Petróleo e Gás) – Agência Nacional do Petróleo (ANP) – PRH-25 UFCG, Campina Grande – PB, 57p., 2007.

TA INSTRUMENTS., Thermal analysis, Utah, USA, 104 p., 2008.

VANDEURZEN, U., VERELST, H., SNOEYS, R., DELAEY, L., Dynamic properties of high damping metals. Journal de Physique, Vol. 10, p. 1169-1174, 1981.

YOON, S. H., YEO, D. J., Experimental Investigation of Thermo-Mechanical Behaviors in Ni-Ti Shape Memory Alloy. Journal of Intelligent Material Systems and Structures, Vol.19, p. 283-289, 2008.

ZHANG, Y., MA, N., LI, X., WANG, H., Study on damping capacity of aluminum composite reinforced with in situ $TiAl_3$ rod. Materials and Design, Vol 29, p. 1057-1059, 2008.

ZHOU, Y., FAN, G., ZHANG, J., DING, X., REN, X., SUN, J., OTSUKA, K., Understanding of multi-stage R-phase transformation in aged Ni-rich Ti-Ni shape memory alloys. Materials Science and Engineering, A 438-440, p. 602-607, 2006.