



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
UNIDADE ACADÊMICA DE ENGENHARIA MECÂNICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA**

**ESTUDO EXPERIMENTAL DA INTERFACE ENTRE FIOS E
FITAS DE LIGAS COM MEMÓRIA DE FORMA Ni-Ti
EMBEBIDOS EM MATRIZ DE SILICONE PARA O
DESENVOLVIMENTO DE ESTRUTURAS FLEXÍVEIS**

Gleryston Thiago Gomes da Silva

**Campina Grande - PB
Maio – 2017**

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
UNIDADE ACADÊMICA DE ENGENHARIA MECÂNICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA**

**ESTUDO EXPERIMENTAL DA INTERFACE ENTRE FIOS E
FITAS DE LIGAS COM MEMÓRIA DE FORMA Ni-Ti
EMBEBIDOS EM MATRIZ DE SILICONE PARA O
DESENVOLVIMENTO DE ESTRUTURAS FLEXÍVEIS**

Gleryston Thiago Gomes da Silva

**Dissertação apresentada ao
Programa de Pós Graduação em
Engenharia Mecânica da
Universidade Federal de Campina
Grande como requisito à obtenção
do título de Mestre em
Engenharia Mecânica.**

Área de Concentração: Análise e Projeto de Sistemas Termomecânicos

Orientador: Prof. Dr. Carlos José de Araújo.

Co-orientador: Prof. Dr. Wanderley Ferreira de Amorim Jr.

**Campina Grande
Maio – 2017**

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA CENTRAL DA UFCG

S586e

Silva, Gleryston Thiago Gomes da.

Estudo experimental da interface entre fios e fitas de ligas com Memória de forma Ni-Ti embebidos em matriz de silicone para o desenvolvimento de estruturas flexíveis / Gleryston Thiago Gomes da Silva.– Campina Grande, 2017.

86 f. il. color.

Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Ciências e Tecnologia, 2017.

"Orientação: Prof. Dr. Carlos José de Araújo, Prof. Dr. Wanderley Ferreira de Amorim Júnior".

Referências.

1. Borracha de Silicone. 2. Ligas Ni-Ti. 3. Pull Out. 4. Estruturas Flexíveis. I. Araújo, Carlos José de. II. Amorim Júnior, Wanderley Ferreira de. III. Título.

CDU 678.686(043)

“ESTUDO EXPERIMENTAL DA INTERFACE ENTRE FIOS E FITAS DE LIGAS
COM MEMÓRIA DE FORMA Ni-Ti EMBEBIDOS EM MATRIZ DE SILICONE PARA
O DESENVOLVIMENTO DE ESTRUTURAS FLEXÍVEIS”.

GLERYSTON THIAGO GOMES DA SILVA

Dissertação Aprovada em 03/05/2017 pela Banca Examinadora constituída dos seguintes
membros:



Dr. Carlos José de Araújo

Orientador

PPGEM/UAEM/CCT/UFCG



Dr. Wanderley Ferreira de Amorim Júnior

Orientador

PPGEM/UAEM/CCT/UFCG



Dr. Marco Antonio dos Santos

Examinador Interno

PPGEM/UAEM/CCT/UFCG



Dra. Laura Hecker de Carvalho

Examinadora Externa

UAEMa/CCT/UFCG

DEDICATÓRIA

Dedico esta minha conquista primeiramente a DEUS. Mas dedico também aos meus pais, irmãos, Maurina e a todos os amigos.

AGRADECIMENTOS

Este trabalho é dedicado a toda a minha família e amigos, que sem a convivência e apoio destes não teria chegado ao resultado final deste trabalho.

Agradeço primeiramente a **DEUS** por estar sempre me ajudando e capacitando para os desafios da vida.

Agradeço a minha mãe **Maria Gracilete G. Silva** uma mulher guerreira que sempre incentivou, eu e meus irmãos a estudarem e batalharem por seu espaço, onde sem o apoio dela não seria quem sou.

Agradeço ao meu **Pai Claudionor Tavares Da Silva** pelo incentivo, pelos conselhos pessoais e profissionais, e por ser o exemplo que eu tenho procurado seguir.

Agradeço a minha **Família** pelo apoio que sempre tem dado, por ter apoiado em minhas decisões, por poder contar com cada um em todos os momentos.

Agradeço a minha namorada **Maurina Lima Porto** por toda paciência e pelos os conselhos durante o desenvolvimento desta dissertação.

Agradeço ao **Prof. Dr. Carlos José de Araújo** pelos conselhos e orientação para o desenvolvimento deste presente trabalho de dissertação.

Agradeço também ao **Prof. Dr. Wanderley Ferreira de Amorim Junior** pelos conselhos e orientação para o desenvolvimento deste presente trabalho de dissertação.

Agradeço a **cada um dos amigos** (principalmente a José Jorge e Kleberton Rostand) que conquistei durante o desenvolvimento da dissertação.

Agradeço a **CAPES** (Comissão de Aperfeiçoamento de Pessoal do Nível Superior), pelo financiamento do trabalho de dissertação.

Agradeço aos **professores** da unidade acadêmica de engenharia mecânica pela formação profissional que nos ofereceram.

De forma geral, aos colegas do LAMMEA (Laboratório Multidisciplinar de Materiais e Estruturas Ativas) que contribuíram direta ou indiretamente para a realização deste trabalho de dissertação.

Agradeço ao **LAMMEA**, por ter cedido à estrutura para a realização dos ensaios.

Agradeço a **oficina do DEM**, pelo auxílio para o desenvolvimento deste trabalho.

Por fim, agradeço a todos que contribuíram de forma direta ou indiretamente para a realização desta dissertação.

SILVA, Gleryston Thiago Gomes da. **Estudo Experimental da Interface entre Fios e Fitas de Ligas com Memória de Forma Ni-Ti Embebidos em Matriz de Silicone para o Desenvolvimento de Estruturas Flexíveis**. 2017. 86 f. Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2017.

RESUMO

O presente trabalho avalia a adesão entre fios e fitas de uma liga com memória de forma (LMF) de Ni-Ti e uma borracha de silicone, para o desenvolvimento de estruturas flexíveis. A avaliação da adesão foi realizada através de ensaios de extração (*Pull Out*). Para realização dos ensaios, foram produzidos seis tipos de corpos de prova (CPs) em que os fios e as fitas foram embebidos em uma matriz de borracha de silicone. Primeiramente, as fitas foram obtidas laminando a frio fios de Ni-Ti superelástico. Após a laminação as fitas foram submetidas a tratamento térmico em temperaturas e tempos diferentes, a fim de obter dois tipos de fitas: uma com característica de superelasticidade (SE) e outra com o efeito memória de forma (EMF). Um promotor de adesão Dow Corning 1200 Primer foi aplicado nas superfícies dos fios e das fitas para aumento da adesão. Os fios e as fitas de Ni-Ti e a borracha de silicone foram individualmente caracterizados por Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC), Análise Dinâmico-Mecânica (DMA) e tração uniaxial, analisando o comportamento do fator de amortecimento, módulo de elasticidade, tensões de transformação e temperaturas de transformação de fase. O ensaio de carregamento – descarregamento em tração na borracha de silicone também foi realizado para analisar a presença do efeito Mullins. Para verificação qualitativa do aumento da rugosidade e da adesão geradas pelo processo de laminação e pela aplicação do primer, respectivamente, foram realizadas imagens por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS) nos fios e nas fitas de Ni-Ti antes e após o ensaio de extração (*Pull Out*). A partir dos resultados obtidos, observa-se que o fio superelástico e as fitas de Ni-Ti laminadas e tratadas termicamente sem aplicação do primer não apresentam adesão suficiente para o desenvolvimento de estruturas flexíveis compostas por borracha de silicone e elementos atuadores como fios e fitas de Ni-Ti, sendo necessária a aplicação de um promotor de adesão (primer) nas superfícies das LMF.

Palavras-chave: Borracha de Silicone. Ligas de Ni-Ti. Pull Out. Adesão. Estruturas Flexíveis.

ABSTRACT

The present work evaluates the adhesion between Ni-Ti Shape Memory Alloy (SMA) wires and ribbons embedded into a silicone rubber, for the development of flexible structures. Adhesion evaluation was performed through pullout tests. To perform the tests, six types of specimens were produced, in which the wires and ribbons were embedded in a silicone rubber matrix. Firstly, the ribbons were obtained by cold rolling of a superelastic Ni-Ti wire. After the cold rolling, the ribbons were subjected to heat treatment at different temperatures and times in order to obtain two types materials: one with Superelasticity (SE) property and other with Shape Memory Effect (SME). A Dow Corning 1200 Primer adhesion promoter was applied to the surfaces of the wires and ribbons to improve adhesion. Ni-Ti wire and ribbons and silicone rubber were characterized by Differential Scanning Calorimetry (DSC), Dynamic-Mechanical Analysis (DMA) and uniaxial tensile tests, to obtain loss factor behavior, elastic modulus, tensile stress transformations and phase transformation temperatures. Analysis of tensile loading - unloading test on silicone rubber was also performed to evaluate the presence of the Mullins effect. For the qualitative verification of the roughness and adhesion improvement, generated by the cold rolling process and the application of the primer, respectively, images of Scanning Electron Microscopy (SEM) and Dispersive Energy Spectroscopy (EDS) in the Ni- Ti wire and ribbons were performed before and after the pullout tests. The obtained results indicate that the Ni-Ti superelastic wires and heat treated cold rolled ribbons without primer do not present sufficient adhesion for the development of silicone rubber flexible structures with embedded Ni-Ti wires and ribbons, requiring the application of an adhesion promoter (primer) on the surfaces of the SMA.

Keywords: Silicone Rubber. Ni-Ti alloys. Pull-Out. Adhesion. Flexible Structures.

ÍNDICE DE FIGURAS

	Pag.
Figura 1. Diagrama tensão-deformação-temperatura tridimensional mostrando os efeitos de memória de forma (caminho 1-6) e superelasticidade (caminho de 7-13).....	22
Figura 2. Esquema do processo de orientação das maclas martensíticas (1→2) e demonstração do efeito memória de forma (2'→3→4).....	23
Figura 3. Modo de treinamento para obtenção do EMFR.....	24
Figura 4. Esquema de uma curva superelástica clássica em LMF, destacando as tensões críticas de transformação martensítica.....	25
Figura 5. Esquema de uma placa flexível com as seguintes configurações: (a) Ligação externa do fio de LMF, (b) Fio inserido dentro de uma capa isolante e (c) Fio embebido diretamente na estrutura compósita.....	28
Figura 6. Teste da garra. (a) - (e) Manipulação de objetos com diferentes formas. (f) Teste de carga da garra montada no manipulador.....	31
Figura 7. Teste da mão robótica desenvolvida com LMF embebidos em uma matriz de silicone.....	31
Figura 8. Desenho esquemático do modelo de cisalhamento usado na análise de transferência de tensão da fibra para a matriz durante ensaio de pull out....	34
Figura 9. Variação da carga de extração P_f com deslocamento da fibra δ_t para várias condições de cisalhamento interfacial.....	35
Figura 10. Modelo analítico de atraso de cisalhamento para transferência de tensões do fio LMF para a matriz.....	36
Figura 11. Evolução da tensão de cisalhamento induzida pelo fio de LMF na matriz de epóxi cilíndrica.....	38
Figura 12. Esboço da geometria do corpo de prova para ensaio de pull-out de um composto com uma fita metálica embebido em uma matriz.....	39
Figura 13. Fluxograma da caracterização dos fios e fitas de Ni-Ti.....	43
Figura 14. Diagrama ilustrativo tensão – deformação de uma LMF Ni-Ti SE submetida à tração uniaxial.....	44

Figura 15. Molde para fabricação dos copos de prova.....	46
Figura 16. Dimensões dos copos de prova para ensaio de arrancamento (pull out).....	43
Figura 17. Dispositivo de fixação dos corpos de prova para o ensaio de Pull Out. (1) base de fixação na máquina. (2) tampa para restringir o movimento longitudinal dos CPs e (3) dispositivo de restrição.....	48
Figura 18. Fluxograma do ensaio de pull out.....	49
Figura 19. (a) Instrumentação da HBM, em (1) LVD; (2) Célula de carde de 200 N e (3) Sistema de aquisição de dados. (b) dispositivos de fixação dos CPs para os ensaios de Pull Out.....	50
Figura 20. DSC para o fio (a) e para as fitas tratadas a 450 ° C / 20 minutos (b) e 550° C /180 minutos (c).....	52
Figura 21. Pico endotérmico destacando a Tm (temperatura de fusão) do silicone, obtida através do ensaio.....	53
Figura 22. Curvas tensão-deformação do fio Ni-Ti superelástico (a) Fita laminada e tratada a 450 °C / 20 minutos (b) E fita laminada e tratada a 550 °C / 180 minutos.....	55
Figura 23. Análise Dinâmico – Mecânica (DMA). (a) Fio. (b) Fita SE. (c) Fita com EMF.....	58
Figura 24. DMA da borracha de silicone.....	59
Figura 25. DMA dos compostos LMF/borracha de silicone com e sem o primer (a) Fio/borracha de silicone com e sem o primer (b) Fita superelástica / borracha de silicone com e sem o primer (c) Fita memória de forma com e sem o primer.....	60
Figura 26. Ensaio de carregamento – descarregamento com deformações cíclicas de 50, 100 e 150% para a borracha de silicone.....	62
Figura 27. MEV do fio e fitas de Ni-Ti. (a) fio superelástico (b) fita SE e (c) fita com EMF. Aumento de 1000X.....	63
Figura 28. MEV do fio e fitas de Ni-Ti com uma camada de primer (a) fio superelástico (b) fita SE e (c) fita com EMF.....	64
Figura 29. EDS do fio e fitas de Ni-Ti com uma camada de primer (a) fio superelástico, (b) fita SE e (c) fita com EMF.....	65

Figura 30. Resultados do Ensaio de pull out do fio e fitas de Ni-Ti sem aplicação do primer. (a) fio superelástico (b) fita 450 °C / 20 minutos e (c) fita 550 °C / 180 minutos.....	67
Figura 31. Curvas do ensaio de pull out do fio de Ni-Ti com e sem aplicação do primer.....	68
Figura 32. Comparação da tensão normal atingida no ensaio de pull out em relação ao ensaio de tração para o fio com primer.....	69
Figura 33. Curvas do ensaio de pull out da fita SE de Ni-Ti com e sem aplicação do primer.....	70
Figura 34. Curvas do ensaio de pull out da fita EMF de Ni-Ti com e sem aplicação do primer.....	71
Figura 35. Curvas do ensaio de pull out para o fio, fita SE e fita EMF de Ni-Ti com primer.....	72
Figura 36. MEV do fio e das fitas laminadas e tratadas termicamente após o ensaio de pull out (a) fio com primer (b) fio sem primer (c) fita SE com primer (d) fita SE sem primer (e) fita com EMF com primer (f) fita com EMF sem primer.....	74
Figura 37. Fabricação do cilindro flexível (a) molde com a fita EMF inserida (b) silicone sendo vazado no molde (c) cilindro sendo desmoldado após a cura da borracha de silicone e (d) cilindro flexível com uma fita de Ni-Ti com EMF.....	75
Figura 38. Ativação do cilindro flexível com uma fita de Ni-Ti com EMF.....	76

ÍNDICE DE TABELAS

	Pag.
Tabela 1. Verificação de composição via EDS do fio Ni-Ti.....	40
Tabela 2. Propriedades mecânicas da borracha de silicone SILPURAN 2420 A/B RTV 2.....	41
Tabela 3. Tratamentos superficiais e dimensões das fitas e fios.....	47
Tabela 4. Valores de temperatura de transformação, histerese térmica e entalpias de transformação do fio e fitas laminadas e tratadas termicamente...	52
Tabela 5. Tensões de transformação para os fios Ni-Ti superelásticos.....	56

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

- A_s – Temperatura de início de formação da austenita durante aquecimento
- A_f - Temperatura de final de formação da austenita durante aquecimento
- A_p – Temperatura de pico de transformação da martensita em austenita durante aquecimento
- B2 - Designação para estrutura cristalina cúbica de corpo centrado da austenita
- B19' - Designação para estrutura cristalina monoclinica da martensita
- CPs - Corpos de prova
- $P_{f,max}$ - Carga de extração ou arrancamento máxima
- DMA - Análise Dinâmico-Mecânica
- DSC - Calorimetria Exploratória Diferencial
- E_f - Módulo de elasticidade do fio
- E_m - Módulo de elasticidade da matriz
- EDS - Espectroscopia de Energia Dispersiva
- Elr - *Residual elongation*
- Elu - *Ultimate elongation*
- EMF - Efeito Memória de Forma
- EMFR - Efeito Memória de Forma Reversível
- EMFS - Efeito Memória de Forma Simples
- F_d - Força obtida através do ensaio de arrancamento (*pull out*)
- G_m - Módulo de cisalhamento da matriz
- l_e - Comprimento embebido
- $l_{e,crt}$ - Comprimento crítico
- LaMMEA - Laboratório Multidisciplinar de Materiais e Estruturas Ativas
- LMF - Liga com Memória de Forma
- LPS - *Lower Plateau Strength*
- M_d - Maior temperatura para que a martensita seja induzida por tensão
- MEV - Microscopia Eletrônica de Varredura
- M_f - Temperatura de final de formação da martensita durante resfriamento
- mg – Miligramas
- M_p – Temperatura de pico de transformação da austenita em martensita durante resfriamento

M_s - Temperatura de início de formação da martensita durante resfriamento

P_f - Carga de arrancamento

δ_t - Deslocamento da fibra

R - Raio do cilindro da matriz

R_p - Temperatura de pico de transformação da austenita em fase R durante resfriamento

SE - Superelasticidade

TM - Transformação martensítica

UAEM - Unidade Acadêmica de Engenharia Mecânica

UFCG - Universidade Federal de Campina Grande

UPS - *Upper Plateau Strength*

LISTA DE SÍMBOLOS

Letras gregas

σ^{Af} - Tensão de final de transformação de fase martensita – austenita durante descarregamento

σ^{As} - Tensão de início de transformação de fase martensita – austenita durante descarregamento

σ^{Mf} - Tensão de final de transformação de fase austenita – martensita durante carregamento

σ^{Ms} - Tensão de início de transformação de fase austenita – martensita durante carregamento

σ_p - Tensão normal máxima

σ_{T_s} - Tensões de transformação

ΔTh - Histerese térmica

ΔH - Entalpias de transformação de fase

τ - Tensão de cisalhamento

$Tan\delta$ – Fator de perda ou de amortecimento

τ_d - Tensão máxima de cisalhamento média durante arrancamento

$\tau_{d(fita SE)}$ - Tensão máxima de cisalhamento média durante arrancamento da fita SE

$\tau_{d(fita EMF)}$ - Tensão máxima de cisalhamento média durante arrancamento da fita EMF

$\tau_{d(fio)}$ - Tensão máxima de cisalhamento média durante arrancamento do fio

$\tau(x)$ - Tensão de cisalhamento interfacial

$\tau_{máx}$ - Tensão de cisalhamento máxima

ν - Coeficiente de Poisson

Outros

$^{\circ}C$ - Graus Celsius

C - Comprimento

D - Diâmetro

E - Espessura

E' - Modulo de elasticidade

Hz - Hertz

L - Comprimento do fio embutido

mm - milímetro

mm² - milímetro quadrado

m - massa

min - minutos

MPa – mega pascal

P - Carga aplicada

r - raio do fio

R - Fase romboédrica intermediária

µm - micrometro

T - Temperatura

T_c - Temperatura de cristalização

T_g - Temperatura de transição vítrea

T_m - Temperatura de fusão

Sumário

ÍNDICE DE FIGURAS	9
ÍNDICE DE TABELAS	12
LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS	13
INTRODUÇÃO.....	19
1. REVISÃO DA LITERATURA	21
1.1 Ligas Com Memória de Forma (LMF).....	21
1.1.1 Efeito Memória de Forma (EMF).....	21
1.1.2 Superelasticidade (SE).....	25
1.2 Materiais Compostos LMF / Polímeros	26
1.2.2 Composto Ni-Ti / Matriz Flexível.....	30
1.3 Interface Ni-Ti / Polímeros.....	32
1.4 Análise Teórica da Adesão Interfacial através do Ensaio de Pull Out	33
1.4.1 Ensaio de extração (Pull Out)	33
1.4.2 Força Interfacial de Ligação Entre Fio de LMF e Matriz Polimérica	36
1.4.3 Força Interfacial de Ligação entre Fita de LMF e Matriz Polimérica	38
2. MATERIAIS E MÉTODOS.....	40
2.1 Caracterização dos Materiais.....	40
2.2 Ensaio Termomecânico do Fio de Ni-Ti, Fitas de Ni-Ti e Silicone.....	42
2.3 Fabricação dos Corpos de Prova e do Dispositivo para Realização dos Ensaio de Arrancamento (Pull Out)	45
2.4 Ensaio de Pull Out	48
3. RESULTADOS E DISCUSSÃO	51
3.1 Caracterizações Termomecânica dos Materiais	51
3.1.1 Análise térmica por DSC.....	51
3.1.2 Ensaio de Tração Uniaxial à Temperatura Ambiente	54

3.1.3 Ensaio DMA	57
3.1.4 Efeito Mullins	61
3.1.5 MEV das Superfícies do Fio e das Fitas Laminadas e Tratadas Termicamente antes do Ensaio de Arrancamento (Pull Out)	63
3.2 Ensaio de Pull Out	66
3.2.1 MEV das Superfícies do Fio e das Fitas Laminadas e Tratadas Termicamente após o Ensaio de Pull Out	73
3.3 Cilindro Flexível Ativado por Fita com EMF de Ni-Ti	75
4. CONCLUSÕES	78
5. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	79
6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	80
APÊNDICE A	86

INTRODUÇÃO

Inúmeras conquistas tecnológicas recentes, principalmente as relacionadas com aplicações relevantes em áreas, tais como aeronáutica, aeroespacial, petroquímica, naval bioengenharia, automobilística, entre outras, somente se tornaram viáveis após o advento dos materiais compósitos. Esta classe de materiais é bastante ampla e abrangente, compreendendo desde os polímeros reforçados com fibras, até os materiais híbridos (ligas metálicas /compósito). A característica básica dos materiais compósitos é combinar, normalmente em nível macroscópico, pelo menos, duas fases distintas denominadas de matriz e reforço (Levy Neto & Pardini, 2016).

Os compósitos flexíveis ou as estruturas flexíveis ativas são materiais que podem variar sua forma e/ou rigidez a partir da mudança das condições ambientais (campos eletromagnéticos e de temperatura). Diferentes estudos estão sendo desenvolvidos com esses compostos adaptativos, utilizando fios de Ligas com Memória de Forma (LMF) embebidos em uma matriz polimérica flexível. Novas categorias de materiais inovadores denominados ‘materiais inteligentes’ podem ser desenvolvidas através da combinação das propriedades intrínsecas das LMF com propriedades intrínsecas de outros materiais, tais como polímeros (Araújo et al., 2008) ou elastômeros (Rey et al., 2014).

Os compostos ‘inteligentes’ recebem adequadamente esse nome por se tratarem de estruturas sensíveis a modificações no ambiente, tais como mudanças de temperatura, níveis de tensões, campos magnéticos, dentre outros, com um reforço que pode atuar também como um sensor e/ou atuador, tornando possível a formação de uma estrutura ativa. Estes materiais podem ser fabricados a partir de LMF, que funcionam como um reforço de uma matriz polimérica, em que a função principal da matriz é manter a integridade estrutural do composto (Silva, 2013).

A eficiência deste composto depende fortemente da adesão entre a LMF (geralmente fios de Ni-Ti) e a matriz polimérica. O termo adesão é geralmente utilizado para se referir à atração entre substâncias, sendo, portanto, uma manifestação de forças atrativas entre os átomos e/ou superfícies. A adesão entre as fases que compõe os materiais compósitos pode ser dividida em duas partes, a química e a mecânica.

A adesão química é a mais antiga e a mais conhecida entre as teorias. A reação química na interface é de particular interesse em compósitos com matriz polimérica. Uma ligação é formada por um grupamento químico na superfície da fibra e um grupo

químico compatível na matriz, à resistência adesiva dependerá do número e do tipo de ligações (Levy Neto & Pardini, 2016).

A adesão mecânica envolve ancoramento mecânico na interface. A resistência deste tipo de interface normalmente não é tão grande quando submetida a esforço de tensão transversal, a menos que haja grande número de reentrâncias, na forma de porosidades na superfície do reforço. Portanto, a resistência ao cisalhamento dependerá, de maneira significativa, do grau de rugosidade do reforço.

Para a caracterização mecânica da interface reforço/matriz e o desenvolvimento de modelos matemáticos, são normalmente realizados ensaios de extração ou arrancamento de fibras (*pull out*). Este ensaio permite obter a força necessária para a extração da fibra embebida na matriz, como também a resistência gerada pelo atrito na interface fibra/matriz.

Conforme mencionado anteriormente, a incorporação de elementos de Ligas com Memória de Forma (LMF) em matrizes poliméricas vem sendo estudada nas últimas décadas, principalmente para o desenvolvimento dos chamados “compostos inteligentes”. Para que estes compostos sejam viáveis em aplicações, a interface entre os elementos de LMF e a matriz polimérica deve ser suficientemente forte. A grande maioria destes estudos está direcionada para fios de LMF Ni-Ti incorporados em matrizes poliméricas rígidas (epóxi, poliéster). Não existem muitas informações da utilização de fitas finas de LMF incorporadas em uma matriz polimérica mais flexível, tal como as borrachas de silicone.

Neste contexto o objetivo principal deste trabalho é investigar a adesão a partir de ensaios de extração (*Pull Out*) de fios de Ni-Ti superelástico e fitas de Ni-Ti laminadas e tratadas termicamente, incorporadas em uma matriz de borracha de silicone visando aplicações em estruturas flexíveis.

1. REVISÃO DA LITERATURA

1.1 Ligas Com Memória de Forma (LMF)

Os materiais denominados ‘inteligentes’ têm sido largamente estudados nos últimos anos, em função de suas extraordinárias propriedades. Estes materiais, usualmente utilizados como sensores e atuadores nas chamadas estruturas ‘inteligentes’, têm a capacidade de alterar sua forma, rigidez, frequências naturais, dentre outras propriedades mecânicas, mediante a imposição de campos elétricos, eletromagnéticos, de temperatura ou de tensão. Atualmente, os materiais mais usados em aplicações envolvendo essas estruturas são as ligas com memória de forma.

A origem do comportamento diferenciado desses materiais é uma transformação martensítica termoelástica, que ocorre em estado sólido, sem difusão. As fases sólidas em questão são a *austenita*, fase presente nas temperaturas mais altas, apresentando maior rigidez e a *martensita*, presente em temperaturas mais baixas, facilmente deformável (Grassi, 2014). A partir dessa transformação de fase, devido aos mecanismos cristalográficos experimentados pelas LMF, são observados dois fenômenos, o Efeito de Memória de Forma (EMF) e a Superelasticidade (SE).

1.1.1 Efeito Memória de Forma (EMF)

O efeito memória de forma (EMF) é uma propriedade única que certos materiais são capazes de exibir. A liga, quando deformada na fase de baixa temperatura é capaz de recuperar sua forma original através do aquecimento acima de uma determinada temperatura crítica chamada temperatura final de transformação reversa (Otsuka & Wayman, 1998).

As transformações nas LMF são comumente conhecidas por *transformação direta*, quando se resfria o material (*austenita* → *martensita*) e *transformação reversa*, quando se aquece (*martensita* → *austenita*). No resfriamento, a LMF no estado austenítico atinge uma determinada temperatura, chamada Martensítica Inicial (*M_s*).

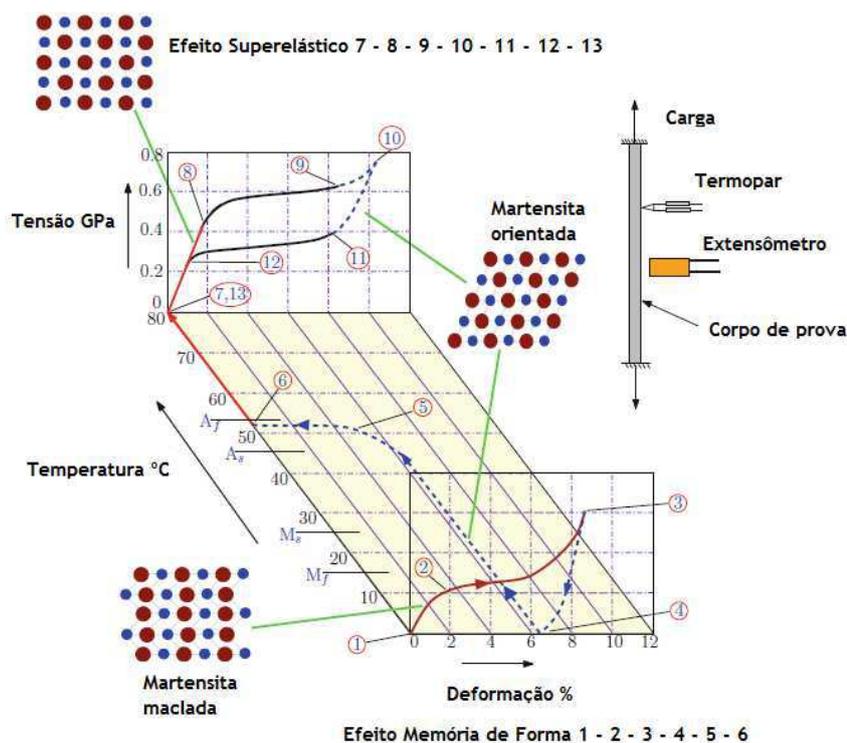
Esta temperatura marca o início da mudança de fase da *austenita* para *martensita*. Após certo intervalo de temperatura toda a LMF terá se transformado em *martensita*. A temperatura que marca este instante é chamada Martensítica Final (*M_f*). Abaixo dela, toda a LMF se encontra no estado martensítico. No aquecimento ocorre a transformação

reversa: a LMF, no estado martensítico, se transforma totalmente em austenita. As temperaturas que marcam o início e o fim desta transformação são: Austenítica Inicial (A_s) e Austenítica Final (A_f) (Grassi, 2014).

Os valores das temperaturas e tensões críticas de TM (transformação martensita) nas LMF são as propriedades mais importantes das LMF, pois caracterizam o comportamento termomecânico desse material.

A TM das LMF é termomecanicamente ativada e para o entendimento do seu comportamento, há a necessidade de acrescentar um terceiro eixo no diagrama tensão-deformação convencional, representando a temperatura. A partir deste diagrama tridimensional tensão-deformação-temperatura, pode-se observar a existência de três caminhos termomecânicos experimentados pelas LMF, que resultam nos seguintes fenômenos: Efeito Memória de Forma Simples (EMFS); O Efeito Memória de Forma Reversível, (EMFR) e Superelasticidade (SE). Na Figura 1 é observado um diagrama tensão-deformação-temperatura, especificando os caminhos e como ocorrem os fenômenos do EMF e SE.

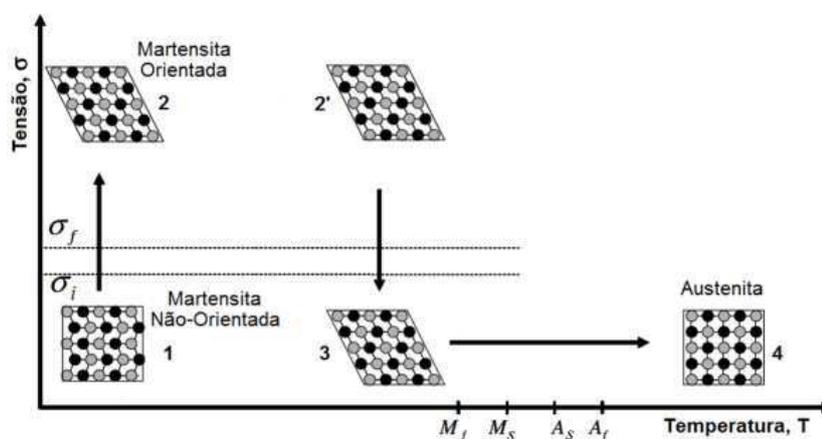
Figura 1. Diagrama tensão-deformação-temperatura tridimensional mostrando os efeitos de memória de forma (caminho 1-6) e superelasticidade (caminho de 7-13).



Fonte: Rao et al., (2015) - adaptado.

O EMFS ocorre em LMF a partir do estado martensítico, quando a martensita é do tipo maclada, ou de auto-acomodação. Pode-se observar a partir da figura 2, que com a LMF no estado martensítico não-orientado (1), onde a rigidez é mais baixa, consegue-se deformar o material facilmente. A carga aplicada induz uma direção preferencial para as maclas da martensita e por isso esta estrutura passa a ser chamada de martensita orientada (2). Ao retirar-se a carga, uma pequena recuperação elástica é observada, mas a maior parte da deformação é mantida (3), isto é, uma deformação pseudoplástica é observada. Promovendo-se um aquecimento a uma temperatura acima da A_f , quando a austenita (4) é a única fase estável, ocorre a recuperação da forma original. Depois de resfriada abaixo da M_f a austenita transforma-se novamente em martensita de auto-acomodação (1), completando o ciclo. Este processo é chamado de Efeito Memória de Forma Simples (EMFS) (Grassi, 2014).

Figura 2. Esquema do processo de orientação das maclas martensíticas (1→2) e demonstração do efeito memória de forma (2'→3→4).



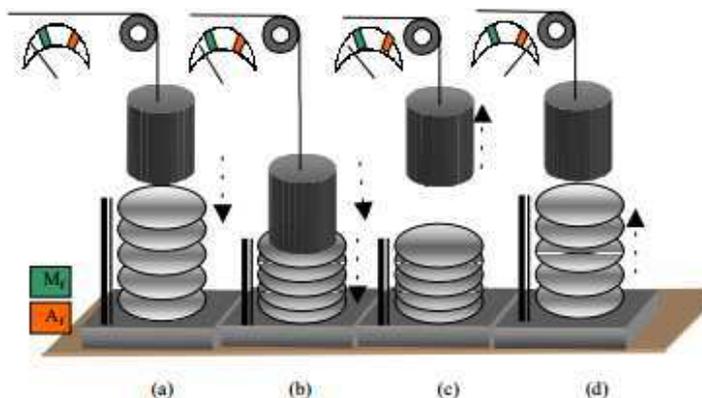
Fonte: Lagoudas, (2008) – adaptado.

Este efeito é assim chamado porque sempre que ocorre o resfriamento até uma temperatura abaixo da M_f a martensita formada será do tipo não-orientada, sendo necessária nova aplicação de carga para que ocorra a orientação das maclas da martensita. Na prática, o EMFS é menos interessante para fabricação de atuadores, onde um grande número de ciclos de ativação e desativação é desejável, pois cada vez que o atuador for acionado será preciso “armá-lo” novamente, ou seja, aplicar novamente uma deformação antes da próxima atuação.

O EMFR é usado para designar o efeito espontâneo e reversível durante o resfriamento e aquecimento, que é observado depois de uma ciclagem termomecânica aplicada a estes materiais. Toda LMF apresenta inicialmente o EMFS, sendo necessário fazê-la passar por uma ciclagem através de um carregamento termomecânico específico, chamado de *treinamento*, para que adquira o EMFR.

O treinamento com ciclagem termomecânica pode ser dividido em quatro etapas, como mostrado na Figura 3. Na etapa (a) o material está martensítico e livre de solicitações mecânicas, em (b) o material está sobre uma deformação oriunda de um carregamento compressivo, mantendo a temperatura da etapa anterior inalterada de $T < M_f$, em (c) a carga é retirada e o material apresenta uma deformação residual, na última etapa (d) o material é aquecido até temperatura $T > A_f$ e o material recupera a sua forma (Silva, 2013). O número de ciclos de treinamento para se obter o efeito memória de forma reversível pode variar de 5 a 30 ciclos (Otsuka & Wayman, 1998).

Figura 3. Modo de treinamento para obtenção do EFMR.



Fonte: Silva, (2013).

Durante o treinamento ocorre uma reorganização das discordâncias que são orientadas no sentido do carregamento aplicado. Ao percorrer repetidas vezes um determinado caminho termomecânico, como o do EMFS, por exemplo, ocorre que o processo de orientação das maclas de martensita introduz a cada ciclo defeitos na microestrutura que favorecem aquela direção preferencial para a orientação destas maclas. Assim, após um determinado número de ciclos, a aplicação da carga mecânica não será mais necessária para fazer surgir maclas de martensita naquela direção, bastando apenas a mudança de temperatura.

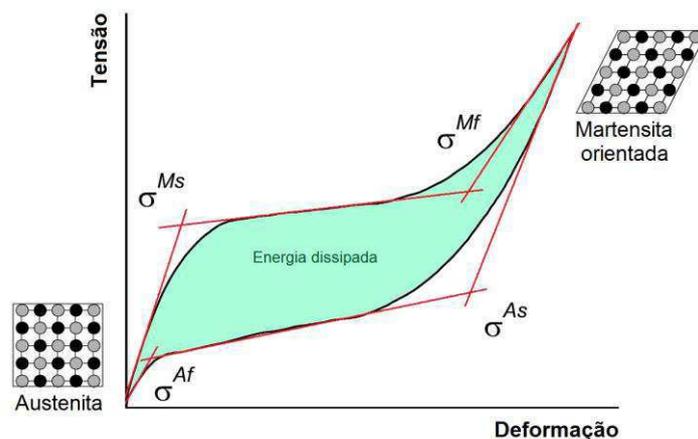
1.1.2 Superelasticidade (SE)

A Superelasticidade (SE) é a capacidade das LMF de recuperarem grandes níveis de deformação após a retirada do carregamento aplicado.

Quando a LMF se apresenta no estado austenítico, fase de temperatura mais alta, pode se observar uma grande recuperação da deformação, porém agora por meio de simples carregamento e descarregamento mecânico. Em uma LMF mantida na temperatura de transformação austenítica e suficiente nível de tensão mecânica, a única fase cristalográfica estável é a chamada *martensita induzida por tensão*, que é, cristalograficamente, semelhante a martensita orientada. Ao cessar o carregamento mecânico, e assim reduzir-se o nível de tensão à temperatura constante, a fase estável volta a ser a austenita. Esta transformação de fase reversível não mais depende da variação da temperatura, apenas da tensão mecânica (Grassi, 2014). Neste caso pode ser observada uma recuperação total da deformação com apenas o descarregamento mecânico, sem que haja uma variação da temperatura. Isso explica o motivo desse fenômeno nas LMF ser chamado de superelasticidade. O fenômeno da superelasticidade pode ser observado na Figura 4.

Uma propriedade interessante da superelasticidade nas LMF é a capacidade deste material em dissipar a energia que ocorre devido à histerese mecânica mostrada na Figura 4.

Figura 4. Esquema de uma curva superelástica clássica em LMF, destacando as tensões críticas de transformação martensítica.



Fonte: Lagoudas, (2008) – adaptado.

O mecanismo de acumulação da deformação de retorno deste efeito é o mesmo que do EMF. O que difere é que, nesta faixa de temperaturas a martensita não é estável, e com a descarga posterior, a martensita que foi induzida retorna para a fase de alta temperatura, eliminando a deformação acumulada. Esse fenômeno está relacionado a uma recuperação não-linear relativamente grande, até aproximadamente 18% de deformação sob carga e descarga realizada a uma temperatura elevada, entre a temperatura crítica A_f e a temperatura crítica M_d (Maior temperatura para que a martensita seja induzida por tensão), abaixo do qual a martensita é induzida sob uma carga que pode ser recuperada simplesmente liberando a força aplicada (Otsuka & Wayman, 1998).

1.2 Materiais Compostos LMF / Polímeros

Os materiais vêm sendo solicitados a exibirem um comportamento mecânico complementar, compatibilidade química e maior desempenho quando em trabalho. O desenvolvimento dos materiais está trazendo a possibilidade de unir dois ou mais materiais de natureza diferente com objetivo de gerar propriedades capazes de suprir as necessidades exigidas pela área médica, aeronáutica, indústria têxtil, naval, petróleo e gás.

Dentre estes materiais, os compostos ‘inteligentes’ recebem esse nome por se tratarem de estruturas sensíveis a modificações no ambiente, tais como mudanças de temperatura, níveis de tensões, campos magnéticos, dentre outros. O reforço normalmente atua também como sensor e/ou atuador, tornando possível a formação de estruturas ativas. Estes materiais podem ser fabricados a partir de ligas com memória de forma, que funcionam como um reforço da matriz que pode ser polimérica, metálica ou cerâmica, onde a função principal da matriz é manter a integridade estrutural do composto ativo.

Diferentes estudos e aplicações estão sendo realizadas com compostos adaptativos usando fios LMF embebidas em matrizes poliméricas. Neuking et al. (2005), discutiram aspectos gerais de sistemas híbridos constituídos de polímeros e ligas com memória de forma de Ni-Ti.

Os estudos relativos à concepção de compostos híbridos de matriz polimérica com memória de forma têm mostrado que existe uma forte influência da fração em volume de LMF nas propriedades mecânica destes compostos (Schrooten et al., 2001). Outras

variáveis que influenciam diretamente as propriedades mecânica destes compostos também foram estudadas. Jonnalagadda et al. (1997), realizaram vários tratamentos superficiais (jateamento com areia, lixamento manual, aplicação de ácido e plasma) e observaram que o jateamento com areia aumentou em até 190% a resistência ao arrancamento de um fio de Ni-Ti embebido em uma matriz de epóxi comparada com o fio sem tratamento superficial. Zheng et al. (2002), fabricaram um compósito híbrido com epóxi, fibra de vidro e fios pré-tensionados de Ni-Ti-Cu e investigaram as modificações das propriedades mecânicas destes compósito quando aquecido acima das temperaturas de transformação da liga. Vokoun et al. (2003), avaliaram o processo de cura da matriz sobre as propriedades da LMF em compostos híbridos.

Com o desenvolvimento destes compostos (LMF/polímeros) foram elaboradas algumas aplicações. Kim (2006), desenvolveu um atuador composto com fitas de Ni-Ti embebidos em uma matriz grafite/epóxi. Beauchamp et al. (1992), elaboraram uma estrutura composta com fios LMF incorporados para mudar a curvatura de asas de aeronaves.

1.2.1 Composto LMF / Matriz Rígida

A incorporação de fios de LMF em matrizes poliméricas vem sendo estudada há décadas. Liang et al. (1989), fabricaram placas com fios EMF inseridos em uma matriz de epóxi e avaliaram tanto a alteração da rigidez do composto como também o controle da frequência natural. Rogers & Baker (1990), desenvolveram um compósito híbrido Grafite / Epóxi com fios de Ni-Ti EMF e estudou o controle de vibrações nestas estruturas. Schrooten et al. (2001), fabricaram um compósito híbrido Kevlar / Epóxi com fios EMF de Ni-Ti-Cu inseridos e avaliaram a influencia da fração em volume dos fios nas propriedades mecânicas do compósito.

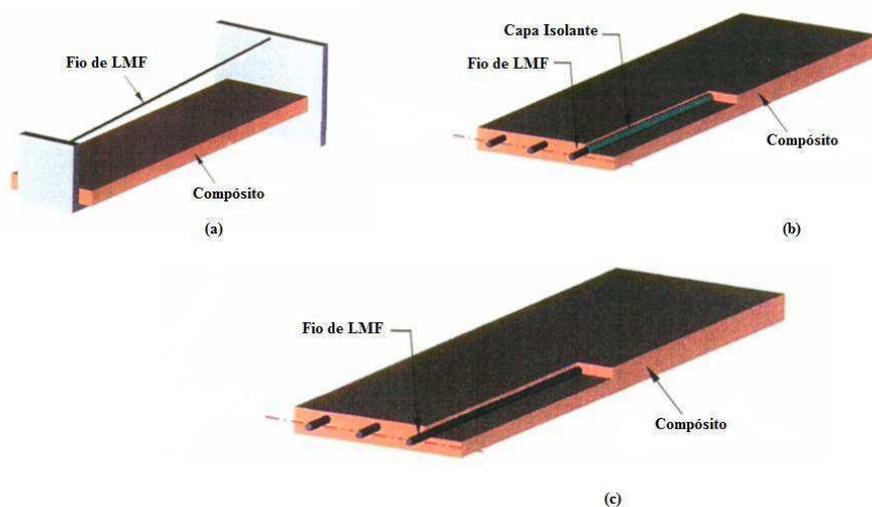
Para que as LMF tenham efeito nas propriedades mecânicas quando inseridas em uma matriz polimérica é necessário que haja uma boa adesão entre a LMF e o polímero. Nos primeiros estudos sobre a inserção de fios com EMF em compósitos, foi observado que a adesão era um fator limitante para a aplicação, pois, como não há ligação química entre as LMF e os polímeros a adesão é apenas física, ou seja, regida pelo atrito, sendo necessário o desenvolvimento de estudos nessa área, para que estas aplicações envolvendo as LMF inseridas em matrizes poliméricas sejam viáveis (Jonnalagadda et al., 1997).

1.2.1.1 Compósitos Híbridos com LMF

Foram desenvolvidos vários sistemas constituídos por uma matriz epóxi, em que elementos de LMF foram incorporados sob a forma de fios e fitas. Dentre as matrizes poliméricas, o epóxi é a mais utilizada nos estudos envolvendo compósitos híbridos constituídos por reforços convencionais (fibras de vidro, carbono e Kevlar), onde os elementos de LMF são incorporados para obtenção de mudanças nas propriedades mecânicas (módulo de elasticidade, rigidez, amortecimento etc.). Bollas et al. (2007), desenvolveram um compósito Kevlar / Epóxi / Fios com EMF Ni-Ti-Cu, e observaram que há um aumento da rigidez através da ativação dos fios de Ni-Ti-Cu inseridos no compósito Kevlar / Epóxi, os níveis de tensões gerados internamente depende principalmente da composição da liga e da pré – deformação gerada antes da inserção dos fios no compósito. A razão para a utilização de um compósito de fibras convencionais com elementos de LMF são as excelentes propriedades mecânicas por unidade de peso que estes materiais oferecem os tornando ideais para estruturas "adaptativas" ou sistemas "inteligentes" (Bollas et al., 2007).

Existem diferentes configurações para utilização de LMF como atuador em compósitos (ligação externa da LMF, inserido dentro de uma capa de isolamento e embebido diretamente na estrutura compósita). Na Figura 5 é exemplificado as configurações mais usadas em aplicações das LMF em compósitos.

Figura 5. Esquema de uma placa flexível com as seguintes configurações: (a) Ligação externa do fio de LMF, (b) Fio inserido dentro de uma capa isolante e (c) Embebido diretamente na estrutura compósita.



Fonte: Poon, (2004).

Na literatura são relatados vários casos em que elementos de LMF são ligados externamente a estruturas de materiais compósitos para mudança de propriedades mecânicas e aplicações em controle de vibrações. A Figura 5 (a) ilustra o esquema de uma placa flexível acoplada externamente a um fio de LMF. Baz et al. (1990), analisaram a viabilidade do uso de atuadores de LMF acoplados externamente, estes resultados demonstraram que fios de LMF são viáveis para o controle de vibrações em vigas. Chaudhry & Rogers (1992), demonstram a possibilidade de usar essa configuração para induzir deflexões em uma viga, como também a viabilidade de controle da deformação de uma estrutura composta. Tal configuração também permite a introdução de resfriamento por convecção rápida, o que é muito importante em aplicações onde o controle da deformação requer uma resposta rápida na atuação do elemento LMF. Apesar da configuração com elemento LMF acoplado externamente proporcionar um número de vantagens, incluindo a solução para o resfriamento do composto, este tipo de configuração normalmente ocupa mais espaço, reduzindo a flexibilidade do composto na estrutura.

Outra configuração do uso de elementos LMF em compósitos é a inserção de fios LMF dentro de capas ou tubos, como ilustrado na Figura 5 (b). Neste modelo, os fios são inseridos em tubos ou capas de forma que possam se mover livremente dentro destes elementos, gerando mudanças de forma ou aumento da resistência à flexão de vigas. Existem também aplicações no controle de vibrações em estruturas compostas. Chaudhry & Rogers (1992), estudaram os conceitos básicos relativos à resposta estrutural aos fios de LMF embutidos. O resultado do trabalho deles revelou a possibilidade do uso de atuadores de LMF para o controle da flexão em estruturas fabricadas com compósitos. Epps & Chandra (1997), realizaram estudos numéricos e experimentais com fios embutidos em tubos internamente a uma estrutura (Epóxi/grafite) para o controle das frequências naturais do composto ativo.

As configurações observadas na Figura 5 (a e b) diminuem os problemas de fabricação relacionadas à adesão entre os compósitos de matriz polimérica e elementos de LMF, porém, em aplicação práticas existem limitações (de espaço e fixação) para que o composto ativo seja viável para fabricação de estruturas com compósitos híbridos. Por isso, foram desenvolvidos estudos sobre o projeto e fabricação de compostos ativos com elementos de LMF treinados e incorporados diretamente na matriz polimérica, como é observado na Figura 5 (c). Rogers & Baker (1990), incorporaram diretamente

fios de LMF em uma viga (Epóxi / grafite) para controle das frequências naturais. Os fios de Ni-Ti com EMF, foram aquecidos acima da temperatura de transformação austenítica (A_f) para mudança do módulo do compósito. Foi demonstrado que a incorporação de 15 % de fração em volume de fios de Ni-Ti com EMF aumentou em 200% o valor da frequência natural. Para que compósitos híbridos fabricados com fibras convencionais e elementos de LMF incorporados em matrizes poliméricas sejam viáveis, a interface entre os elementos de LMF devem ser suficientemente fortes para poder transmitir as tensões ao material adjacente (Psarras et al., 2001).

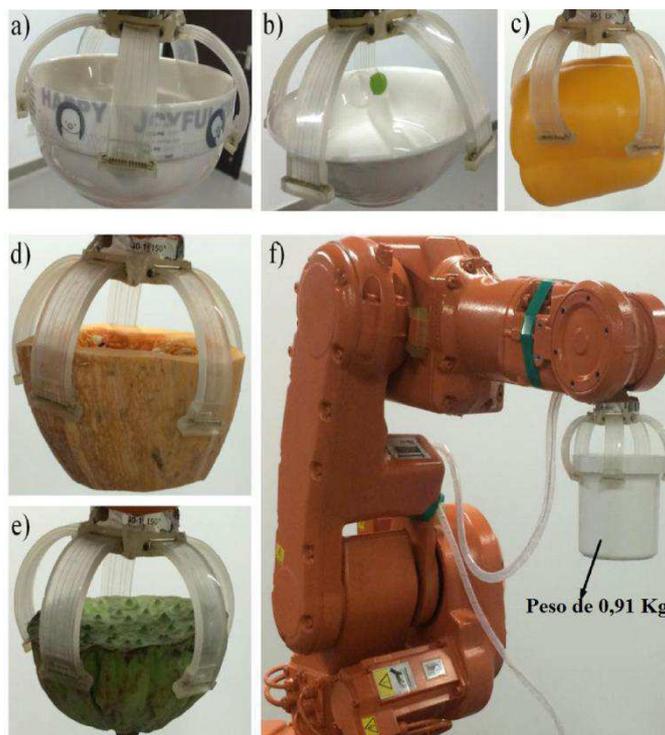
1.2.2 Composto Ni-Ti / Matriz Flexível

A maioria dos estudos envolvendo a incorporação de elementos LMF em matrizes poliméricas está direcionada para o uso de fios de LMF embebidos em matrizes rígidas (Epóxi, poliéster), porém, a magnitude das deformações para estas matrizes são limitadas. Para aplicações de atuadores composto por elementos de LMF embebidos em matrizes poliméricas que requeiram grandes deformações, é necessário que a matriz apresente, baixa rigidez e alta flexibilidade. As borrachas de silicone por apresentarem propriedades de elevada flexibilidade, boa resistência mecânica em altas e baixas temperaturas e biocompatibilidade vêm sendo amplamente utilizados juntamente com as LMF no desenvolvimento de compostos flexíveis “inteligentes” e em diversas áreas científicas, como por exemplo, no controle de vibrações, médica e aeronáutica.

Os compostos flexíveis “inteligentes” surgiram como uma alternativa para a substituição de atuadores convencionais. Pois eles podem ser utilizados em uma infinidade de aplicações devido sua capacidade de produzir movimentos complexos de flexão, torção, tração e compressão, em alguns atuadores existe a possibilidade da produção de modos múltiplos de movimento flexo-torção (Rodrigue et al., 2015). Os compostos flexíveis vem sendo utilizados em diversas aplicações, como robôs subaquáticos (Chu et al., 2012) e Garras (Shepherd et al., 2011; Wang et al., 2015).

Jin et al. (2016), desenvolveram um dispositivo flexível (Figura 6) composto por fios de Ni-Ti embebidos em uma borracha de silicone. Os fios de LMF de Ni-Ti deformados foram embebidos na borracha de silicone e a ativação foi realizada pela passagem de uma corrente elétrica que aquece o fio acima da A_f , gerando a flexão do composto. Este dispositivo pode ser usado em diversas aplicações (robô terrestre, robô subaquático e garra).

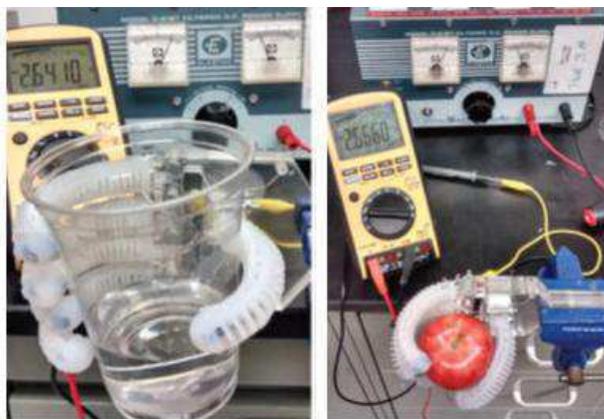
Figura 6. Teste da garra. (a) - (e) Manipulação de objetos com diferentes formas. (f) Teste de carga da garra montada no manipulador.



Fonte: Jin et al. (2016)

She et al. (2015), desenvolveram uma mão robótica (Figura 7), em que os materiais utilizados foram elementos LMF embebidos em uma borracha de silicone. Os elementos LMF foram ativados por resistência elétrica, onde, para o aquecimento acima da temperatura A_f , foram utilizados fios enrolados nas LMF.

Figura 7. Teste da mão robótica desenvolvida com LMF embebidos em uma matriz de silicone.



Fonte: She et al. (2015)

Nas aplicações envolvendo elementos LMF embebidos em matrizes flexíveis, é preciso que a adesão entre o composto LMF/matriz seja forte o suficiente para que o elemento LMF embebido consiga transferir tensões e gerar os movimentos de forma precisa para a matriz flexível.

1.3 Interface Ni-Ti / Polímeros

A resistência da interface do composto LMF/matriz polimérica é um fator importante para o controle do desempenho mecânico de uma estrutura composta “inteligente”. Vários estudos relatam na literatura que o descolamento da interface entre elementos de LMF pré-deformados embebidos numa matriz polimérica pode ocorrer quando os materiais incorporados de LMF são aquecidos (Lau et al., 2001; Lau et al., 2002). Este fator resulta em uma diminuição na resistência requerida em aplicações de desses compostos, particularmente para fins de flambagem estrutural e controle de vibração. Isto ocorre pela diminuição do comprimento efetivo da liga originado pela transformação de fase (M) \Leftrightarrow (A) na transferência de tensões para estrutura.

Para que o composto “inteligente” tenha funcionalidade, é necessária uma excelente capacidade de controle da estrutura adaptativa. Não há dúvida de que a qualidade da adesão entre a LMF / matriz é crucial, a menos que nas aplicações se utilize uma capa isolante como observado na Figura 5 (b). Vários estudos foram desenvolvidos com o intuito de melhorar da resistência de ligação entre as LMF e matrizes poliméricas, para aumentar a confiabilidade de aplicações desenvolvidas com esta nova classe de compostos. Rey et al. (2014), investigaram os efeitos de diferentes tratamentos superficiais sobre a resistência mecânica da interface entre fios de LMF de Ni-Ti e borracha de silicone. Eles utilizam três tratamentos superficiais diferentes em um fio de Ni-Ti, sendo, aplicação de um primer, plasma e combinação de ambos. A fim de caracterizar as propriedades da interface no composto, foram realizados ensaios de extração (*pull out*). Este ensaio permite avaliar a resistência mecânica da interface em termos da força máxima atingida. Eles destacaram que a utilização de um primer juntamente com plasma leva a uma melhoria significativa da resistência mecânica.

Os tratamentos superficiais aplicados na superfície dos elementos de LMF para melhoria da adesão com os polímeros se resumem, a tratamentos físicos (aumento da rugosidade) e químicos (aplicação de primer).

Para que aplicações com o composto LMF/matriz polimérica sejam viáveis é necessário desenvolver modelos teóricos que possam estimar todos os parâmetros necessários. Além da forte adesão entre o composto e as distribuições de tensões internas, a mecânica da fratura da interface é outro problema crítico que deve ser resolvido antes do sucesso de projetos e fabricações deste novo sistema de materiais (Poon, 2004).

1.4 Análise Teórica da Adesão Interfacial através do Ensaio de Pull Out

1.4.1 Ensaio de extração (Pull Out)

As pesquisas na área de materiais compósitos, especificamente com análise da adesão fibra/matriz a partir do ensaio de extração (pull out), consideraram a força de extração, a mecânica da fratura e a tensão de cisalhamento como as variáveis de interesse a serem estudadas. Vários modelos mecanicistas para a iniciação e propagação de fissuras entre a fibra e a matriz, bem como a continuação desta com o atrito foram desenvolvidos.

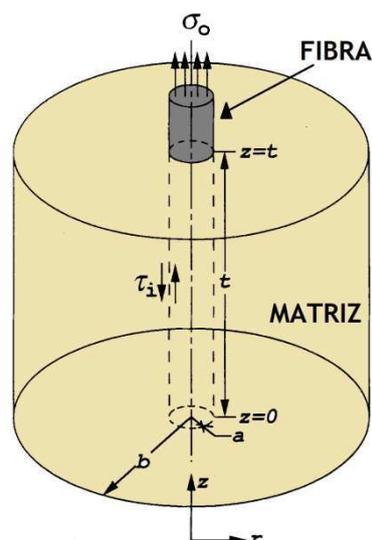
A incorporação de uma única fibra em matrizes para modelar a adesão de um compósito é estudada desde o final dos anos 50 e início dos anos 60. Especificamente, este modelo foi utilizado para comparar a adesão de vários tratamentos superficiais aplicados nas fibras embebidas em matrizes, visando o desenvolvimento de compósitos cada vez mais resistentes e confiáveis (Diffrancia et al., 1996).

Diferentes combinações de fibras/matrizes e de geometrias foram utilizadas nos modelos analíticos de adesão para ensaios de pull out. Os materiais das fibras mais utilizadas nos estudos incluem Kevlar, carbono, vidro, metal e ligas com memória de forma (Ni-Ti e Ni-Ti-Cr), embebidas em matrizes de epóxi, poliéster, cerâmicas metálicas e borrachas de silicones. Para os ensaios de pull out, as geometrias dos corpos de prova variaram entre cilíndricos, quadrados e no formato de gotas.

Uma das primeiras descrições do teste de extração (pull out), que detalhou a descolagem inicial, propagação da fissura, conclusão e retirada da fibra, foi dada por Kelly (1970). Foi observado que se o comprimento embutido da fibra fosse maior do que o comprimento mínimo necessário para que a falha não ocorresse na interface, então o descolamento completo não ocorreria de uma só vez.

Nos vários trabalhos observados na literatura as amostras desenvolvidas para análise experimental da adesão entre fibra/matriz tem geometria cilíndrica, em que a fibra é inserida concentricamente na matriz como observado na Figura 8.

Figura 8. Desenho esquemático do modelo de cisalhamento usado na análise de transferência de tensão da fibra para a matriz durante ensaio de pull out.



Fonte: Hsueh (1994) – adaptado.

As distribuições de tensões nestas amostras, inicialmente foram consideradas uniformes em toda área da fibra embebida. No entanto, a análise teórica das tensões no ensaio de pull out, em que a fibra é retirada de uma matriz elástica, mostrou que a distribuição da tensão de cisalhamento ao longo da interface não é uniforme, e a relação entre o descolamento interfacial, força de extração e o comprimento embebido da fibra é mais complexa do que simplesmente considerar a tensão uniforme em todo comprimento da fibra embebida. Várias teorias foram desenvolvidas para descrever e explicar a variação do descolamento em função do comprimento embebido e das propriedades geométricas e mecânicas da fibra e da matriz.

A resistência ao descolamento e posterior retirada da fibra é função da rigidez da matriz e da fibra, resistência ao cisalhamento da interface fibra/matriz e da área superficial que a fibra está embebida na matriz (Gray, 1984).

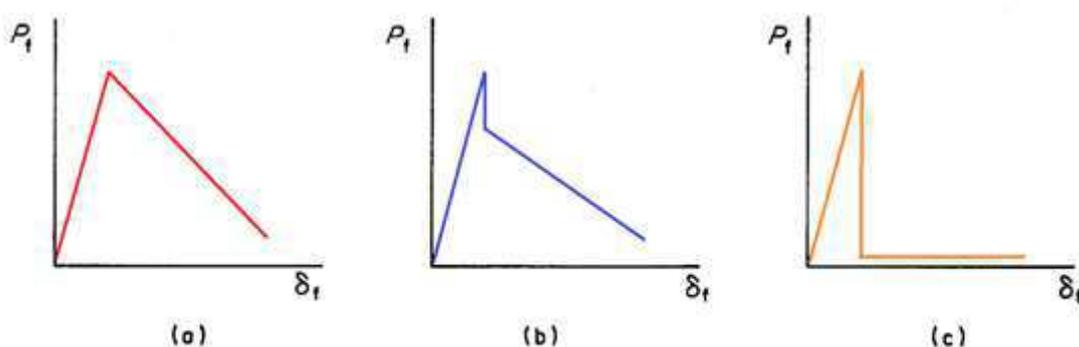
Greszczuk (1969), desenvolveu um modelo analítico utilizando a teoria de atraso do cisalhamento (shear lag), ou seja, assume-se que as tensões de tração na matriz são desprezíveis em relação às fibras e que as tensões de cisalhamento nas fibras são

pequenas comparadas com as da matriz. Para este modelo foi observado que a tensão de cisalhamento máxima ao longo da interface ocorre no ponto em que a fibra entra na matriz, isto é, em $z = t$ (Figura 8).

Para se determinar experimentalmente a tensão de cisalhamento máxima de adesão interfacial, primeiramente deve-se realizar o ensaio de pull out e do ensaio, se extrair a carga máxima, $P_{f,max}$, necessária para o arrancamento da fibra embebida na matriz. As curvas geradas no ensaio de arrancamento podem ser observadas na Figura 9 (a), (b) e (c) (Gray, 1984).

Se a curva força x deslocamento ($P_f \times \delta_t$) é uma reta, então a adesão é puramente física (atrato) e neste caso a tensão de cisalhamento máxima pode ser calculada dividindo $P_{f,max}$ pela área superficial da fibra embebida. A desunião não é imediata neste caso, mas, como observado na Figura 9 (a), a carga de arrancamento diminui linearmente a partir da carga máxima aplicada à medida que a fibra é extraída da matriz. No caso da Figura 9 (b) um ponto de descontinuidade ocorre na curva $P_f \times \delta_t$ e neste caso o comprimento embebido (l_e) é igual ao comprimento crítico $l_{e,crt}$, onde a inclinação da curva se torna constante. A inclinação está relacionada com a resistência gerada pelo atrito entre a fibra e a matriz no arrancamento após o desprendimento completo ter ocorrido. Se a curva que relaciona a carga máxima de arrancamento e o comprimento da fibra embebida não tiver uma descontinuidade e a resistência ao arrancamento cair constantemente após atingir $P_{f,max}$, então a resistência ao cisalhamento por atrito é muito pequena ou quase nula Figura 9 (c).

Figura 9. Variação da carga de extração P_f com deslocamento da fibra δ_t para várias condições de cisalhamento interfacial.

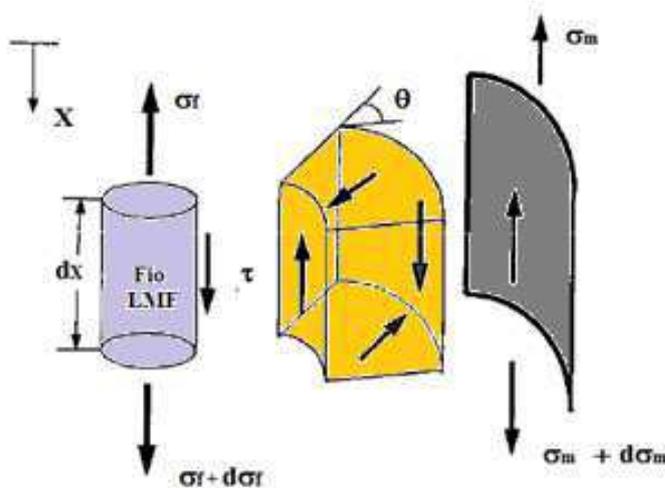


Fonte: Gray, (1984). – adaptado.

1.4.2 Força Interfacial de Ligação Entre Fio de LMF e Matriz Polimérica

O estudo teórico das forças e tensões interfaciais entre LMF e polímeros é estudado há décadas. Lagoudas & Tadjbakhsh (1992), foram um dos primeiros a estudarem o modelo analítico para forças e tensões interfaciais em compostos LMF/matriz polimérica. A origem deste modelo foi o trabalho desenvolvido por Budiansky et al. (1986), que toma como base dois cilindros concêntricos (Figura 10), a avaliação da resistência interfacial com base neste modelo foi desenvolvida para análise de compósitos convencionais com fibras de vidro e carbono embebidos em matrizes poliméricas. Vários outros estudos foram realizados a fim de melhorar o modelo (Hsueh, 1994; Kim et al., 1992; Delfolie et al., 1999; Fu et al., 2000).

Figura 10. Modelo analítico de atraso de cisalhamento para transferência de tensões do fio LMF para a matriz.



Fonte: Poon, (2004) – adaptado.

Segundo Lagoudas & Tadjbakhsh (1992), a deformação axial da matriz e a recuperação de forma da LMF, ocorrem por deformação de uma camada da matriz que esta em cisalhamento e envolve o elemento de LMF. Devido às restrições impostas pela matriz ao elemento LMF embebido, um estado de tensões internas autoequilibradas se desenvolve, e a pré-deformação ϵ_p dada ao elemento LMF só será parcialmente recuperada. As equações constitutivas para o fio de LMF e a matriz polimérica são dadas por:

$$\sigma_f = E_f \frac{dw_1}{dz} - E_f \varepsilon_p \quad (1)$$

$$\sigma_m = E_m \frac{dw_2}{dz} \quad (2)$$

$$\tau = G_m \frac{\varphi w}{\varphi r} \quad (3)$$

Nessas equações, E_f é o módulo de elasticidade do fio LMF no estado austenítico, E_m e G_m são os módulos de elasticidade e cisalhamento da matriz. Os deslocamentos axiais do fio LMF e da matriz são denotados por $w_1(z, \theta)$ e $w_2(z, \theta)$ respectivamente, e da camada de cisalhamento dada por $w_1(z, r, \theta)$. As equações (1), (2) e (3) representam apenas o caso em que existe uma fase puramente austenítica através de todo o elemento LMF, o que significa que a ação da transformação de fase (M) \Leftrightarrow (A) não é considerada. Portanto, este modelo aproximado só pode simular um modo "on" e "off" muito limitado de funcionamento das estruturas compósitas LMF.

Além do modelo desenvolvido por Lagoudas & Tadjbakhsh (1992), foram desenvolvidos outros modelos para análise da tensão interfacial para LMF embebidos em matrizes poliméricas, usando modelos de compósitos convencionais (fibra de vidro embebido em uma matriz epóxi, por exemplo). Gabry et al. (2000), utilizaram a teoria de Greszczuk (1969), para modelar a distribuição da tensão de cisalhamento ao longo de um fio LMF. A expressão para a tensão de cisalhamento interfacial $\tau(x)$ é dada por:

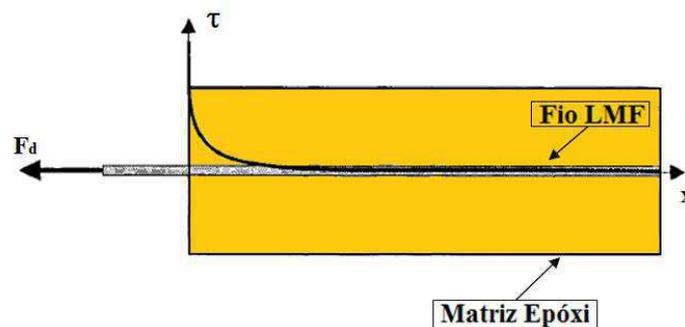
$$\tau(x) = F_d \frac{\alpha}{2\pi r} [\coth(\alpha L) \cosh(\alpha x) - \sinh(\alpha x)] \quad (4)$$

$$\alpha = \sqrt{2\pi \frac{G_m}{\ln\left(\frac{r}{R}\right)} \left[\frac{1}{\pi r^2 E_f} - \frac{1}{\pi R^2 E_m} \right]} \quad (5)$$

$$G_m = \frac{E_m}{[2(1 + \nu_m)]} \quad (6)$$

Nessas equações, F_d é a força obtida através do ensaio de arrancamento (pull out), G_m representa o módulo de cisalhamento da matriz, r e R referem-se ao raio do fio e do cilindro da matriz, respectivamente, E_f e E_m são o módulo de elasticidade do fio e da matriz, enquanto L é o comprimento do fio embebido. A força F_d permite obter uma estimativa de resistência da interface. A teoria de Greszczuk (1969) oferece a formulação analítica da distribuição da tensão de cisalhamento ao longo do comprimento do fio LMF embebido, a tensão ao longo do comprimento embebido não é constante e seu valor máximo é considerado na extremidade. A evolução deste esforço de cisalhamento em relação ao comprimento embebido é ilustrada na Figura 11.

Figura 11. Evolução da tensão de cisalhamento induzida pelo fio de LMF na matriz de epóxi cilíndrica.



Fonte: Gabry et al., (2000) – adaptada.

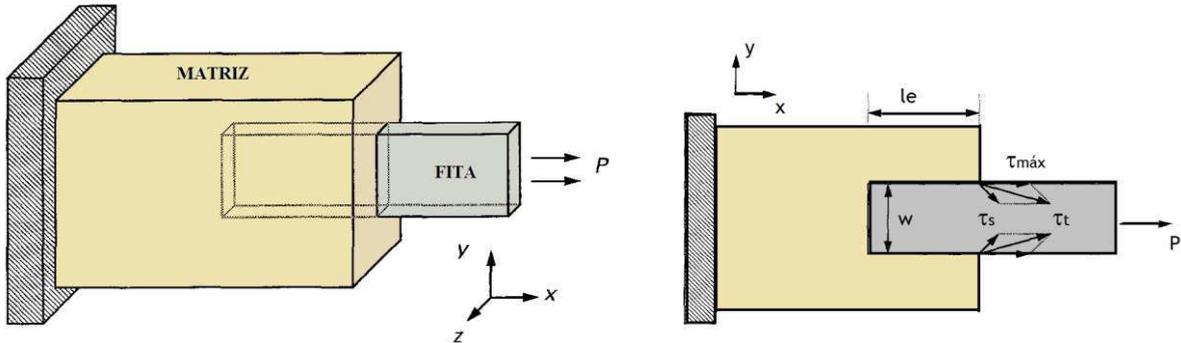
1.4.3 Força Interfacial de Ligação entre Fita de LMF e Matriz Polimérica

O processo de descolamento de uma fita metálica utilizada como reforço de uma matriz rígida tem uma forte influência da adesão. Para que a fita tenha influência nas propriedades do compósito, deve existir uma boa adesão para que haja uma melhor transferência de carga da matriz para o reforço (fita).

Lee & Subramanian (1993) desenvolveram um modelo analítico para tensão de cisalhamento interfacial de uma fita metálica embebida em uma matriz rígida baseado no trabalho de Lawrence (1972) (Figura 12), neste modelo a tensão de cisalhamento é função do comprimento da fita incorporada e a distribuição de tensão de cisalhamento ao longo da interface não é uniforme (igualmente observado na Figura 11). A máxima tensão de cisalhamento é observada no limite onde a fita entra na matriz. Quando a

tensão de cisalhamento máxima aplicada é igual a força de cisalhamento interfacial, o descolamento é iniciado.

Figura 12. Esboço da geometria do corpo de prova para ensaio de pull-out de um composto com uma fita metálica embebido em uma matriz.



Fonte: Lee e Subramanian, (1993) – adaptado.

Segundo o modelo de Lee e Subramanian (1993), a distribuição da tensão de cisalhamento, τ , ao longo da interface a uma distância x da extremidade incorporada devido a carga aplicada, P , é dada pela equação 7:

$$\tau(x) = \frac{P\alpha}{2(w+t)} \left(\frac{\cosh \alpha x}{\sinh \alpha l_e} \right) \quad (7)$$

A tensão de cisalhamento máxima, $\tau_{máx}$, é obtida no ponto onde a fita entra na matriz ($x = l_e$), e pode ser expressa pela equação 8 como:

$$\tau(x) = \frac{P\alpha}{2(w+t)} (\coth \alpha l_e) \quad (8)$$

Em que, w e t são a largura e espessura da fita respectivamente, l_e é o comprimento incorporado da fita e α é um parâmetro dependente do gradiente de cisalhamento sobre as propriedades elásticas da matriz e da fita e sobre suas dimensões.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

As atividades desenvolvidas neste trabalho foram realizadas no Laboratório Multidisciplinar de Materiais e Estruturas Ativas (LaMMEA), da Unidade Acadêmica de Engenharia Mecânica (UAEM), na Universidade Federal de Campina Grande (UFCG).

2.1 Caracterização dos Materiais

Uma bobina de fio superelástico de Ni-Ti com diâmetro de 0,4 mm foi utilizada neste trabalho. Para a avaliação semi-quantitativa da composição química desse fio no estado como recebido, foi realizada análise de Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS) (Tabela 1).

Tabela 1. Verificação de composição via EDS do fio de LMF Ni-Ti.

Elemento	% Peso
Ni	53,4
Ti	46,6

As fitas delgadas de Ni-Ti foram obtidas laminando a frio (temperatura ambiente) o fio SE de 0,4 mm de diâmetro. Esta laminação consiste na passagem do fio por dois rolos diminuindo a espessura até a desejada. Foram realizadas duas passagens no laminador: a primeira com redução de 25% (0,3 mm) e a segunda com 50% (0,15 mm). Após a laminação as fitas foram submetidas a tratamentos térmicos para recuperação do encruamento provocado pela laminação e obtenção das características de superelasticidade e do efeito memória de forma (EMF). As fitas apresentaram, após tratamento, as dimensões de 0,15 mm x 0,8 mm. As dimensões de largura (0,8 mm) e espessura (0,15 mm) foram escolhidas tendo em vista que para espessuras inferiores a 0,15 mm as fitas após tratamentos térmicos não apresentaram as características de SE e EMF desejadas.

Os tratamentos térmicos consistem essencialmente em aquecer o material a uma determinada temperatura e esfriá-lo em determinadas condições. Esses processos são importantes quando se necessita modificar propriedades inerentes do material. No caso das fitas de Ni-Ti, o tratamento térmico foi realizado com o intuito de diminuir os efeitos da conformação a frio a que foram submetidas, tornando-as menos susceptíveis a fraturas, além de promover alterações das propriedades no material, como por exemplo elevando as temperaturas de transformação de fase da austenita e da martensita.

Para a realização dos tratamentos, primeiramente determinaram-se as temperaturas e os tempos de tratamento térmico. Esses parâmetros foram selecionados com base no estudo realizado anteriormente por Grassi (2014) em micro molas superelásticas de LMF Ni-Ti. Assim, foi definido que os tratamentos seriam realizados nas temperaturas de 450 °C por 20 minutos e 550 °C por 180 minutos na atmosfera ambiente, para obtenção de uma fita com características de superelasticidade e EMF, respectivamente. Os tratamentos foram realizados no forno resistivo para tratamentos térmicos da marca EDG, modelo F3000 10P.

Para a fabricação dos corpos de prova utilizados neste trabalho foi utilizada como matriz uma borracha de silicone SILPURAN 2420 A/B RTV 2 da marca WACKER, com características de boa biocompatibilidade, boa resistência à tração e ao rasgo, baixa viscosidade e cura à temperatura ambiente. As propriedades mecânicas da borracha de silicone podem ser observadas na Tabela 2.

Tabela 2. Propriedades mecânicas da borracha de silicone SILPURAN 2420 A/B RTV 2.

Propriedades (após cura)	
Dureza Shore A (DIN 53505 A)	12
Resistência ao rasgo (ASTM D 624 B)	13 N/ mm
Resistência à tração (DIN 53504 S 1)	3,5 N/mm ²
Alongamento até ruptura (DIN 53504 S 1)	680%

Disponível em: <https://www.wacker.com>.

A borracha de silicone utilizada é bicomponente, ou seja, é composta por duas partes (A e B), em que a parte B consiste no catalisador. Para obtenção da borracha de silicone, as duas partes foram misturadas na proporção em peso de 1:1, em baixa velocidade para evitar o aparecimento de bolhas e a cura foi realizada a temperatura ambiente por um período de 24 horas, tempo recomendado pelo fabricante para que o silicone apresentasse todas as propriedades mecânicas observadas na Tabela 2.

Para aumento da adesão entre as LMF de Ni-Ti e o silicone foi aplicado um promotor de adesão (primer) Dow Corning 1200, o qual é utilizado para promover a adesão química entre compostos de silicone e alguns materiais como, ligas metálicas.

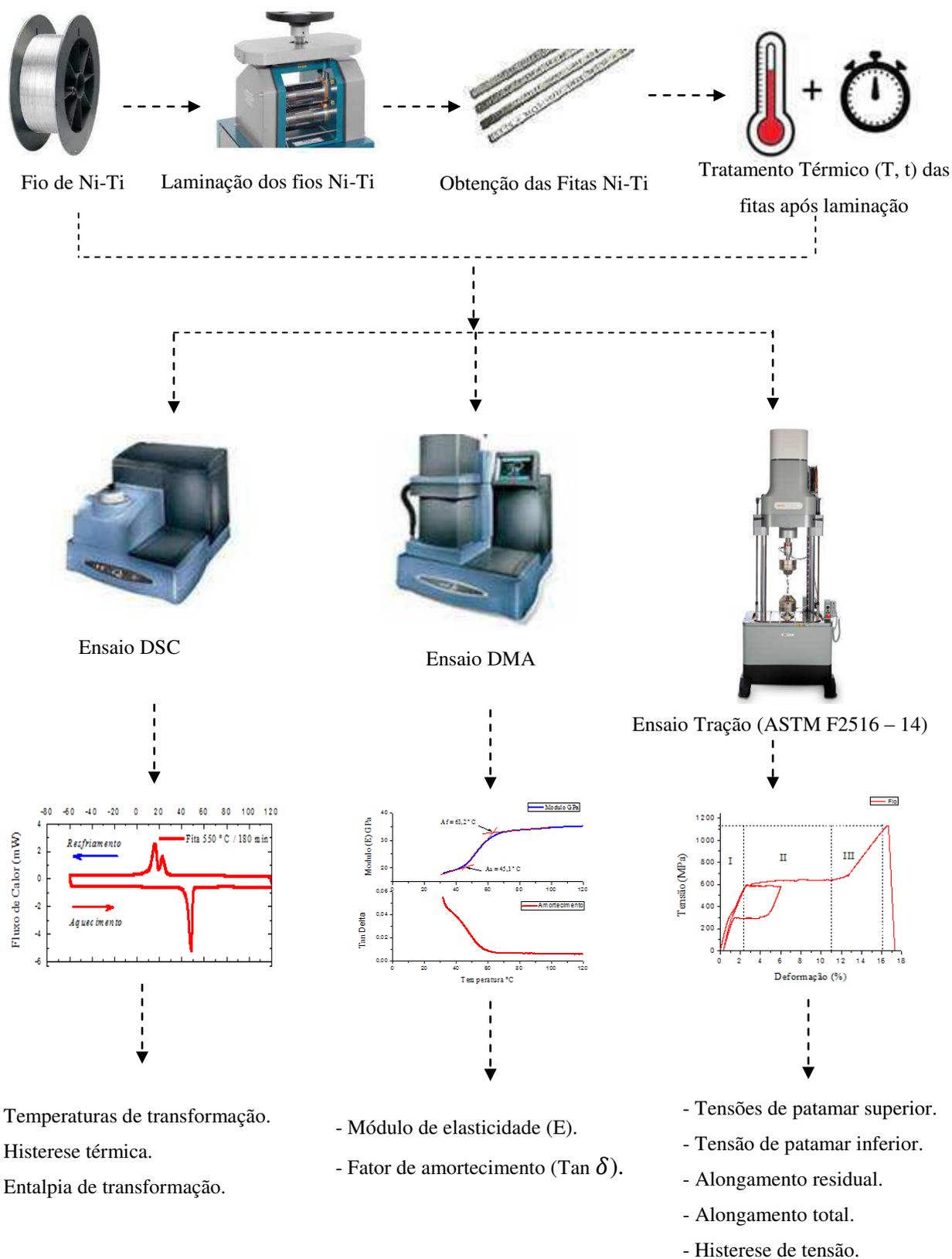
2.2 Ensaios Termomecânicos do Fio de Ni-Ti, Fitas de Ni-Ti e Silicone

Com o intuito de verificar as características do fio e das fitas de Ni-Ti laminadas e tratadas termicamente, como também da borracha de silicone, foram realizadas análises térmicas DSC e DMA, além de ensaios de tração uniaxial. Na Figura 13 é mostrado um diagrama esquemático dos procedimentos realizados para a caracterização dos elementos de Ni-Ti, e obtenção das propriedades de interesse.

As temperaturas e entalpias de transformação das fitas e fio de Ni-Ti e as temperaturas de transição do silicone, foram avaliadas a partir de ensaios DSC. O equipamento utilizado foi o DSC Q20, da marca TA Instruments disponível no LaMMEA. Os parâmetros empregados no ensaio para o fio e fitas de Ni-Ti foram: taxa de variação de temperatura de 10 °C/min e faixa de temperatura entre -60 °C e 120 °C. Para o silicone foi usado 10 °C/min como taxa de variação, mantendo a mesma faixa de temperatura usada para o fio e fitas.

As amostras para ensaios DSC foram obtidas com a utilização de uma cortadeira metalográfica de precisão com disco diamantado. Cada amostra dos elementos de Ni-Ti tiveram massa de 11,2 mg \pm 10% e para o silicone foi utilizada uma massa da ordem de 15,9 mg. Foram traçados gráficos de DSC semelhantes ao ilustrado na Figura 13. As temperaturas de transformação austenítica e martensítica são obtidas traçando tangentes aos picos da curva DSC, enquanto que as áreas internas dos picos de transformação de fase foram integradas para obtenção das entalpias de transformação. A histerese térmica foi obtida pela diferença entre as temperaturas de pico de transformação durante o aquecimento e resfriamento. Para uma melhor precisão, estas propriedades foram obtidas utilizando o próprio programa do equipamento DSC Q20, o Universal Analysis.

Figura 13. Fluxograma da caracterização dos fios e fitas de Ni-Ti.



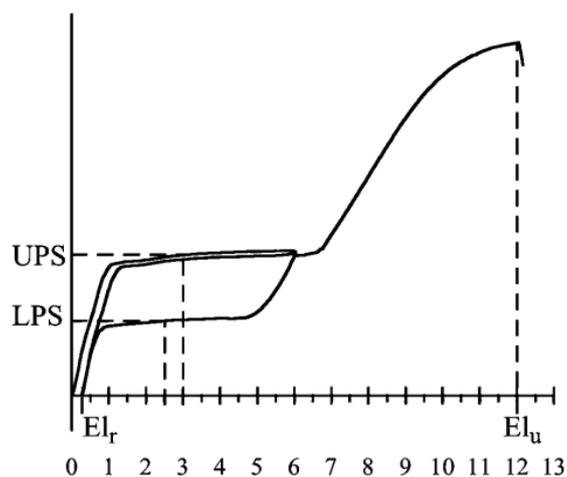
Fonte: Autoria Própria.

Para a caracterização mecânica do fio e fitas de Ni-Ti foram realizados ensaios de tração uniaxial à temperatura ambiente ($23 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$), segundo a norma ASTM F2516 – 14. O ensaio visa avaliar as fitas e fio de Ni-Ti no que diz respeito aos níveis de tensão, deformação e patamares de transformação de fase direta e inversa.

De acordo com a norma, a caracterização se dá por um primeiro ciclo de carregamento a 6 % de deformação seguido de um descarregamento até um nível de tensão residual de 7 MPa, ambos os trechos com taxa máxima predefinida segundo o diâmetro do fio de LMF. Neste trabalho foi utilizada a taxa de 0,01 mm/minuto seguido pelo segundo ciclo até a ruptura e com taxa de 0,1 mm/minuto.

A partir da curva tensão - deformação resultante deste ensaio, é possível obter propriedades como a tensão de patamar superior (UPS – *Upper Plateau Strength*), a tensão de patamar inferior (LPS – *Lower Plateau Strength*), o alongamento residual (Elr – *residual elongation*) e o alongamento total (Elu – *ultimate elongation*). Com os valores de tensão dos patamares superior e inferior calcula-se a histerese de tensão do material. Na Figura 14 visualiza-se a ilustração de uma curva típica tensão – deformação proveniente deste ensaio. Para a realização destes ensaios utilizou-se uma máquina eletro-dinâmica da marca Instron, modelo E 10000, equipada com uma célula de carga de 10 kN.

Figura 14. Diagrama ilustrativo tensão – deformação de uma LMF Ni-Ti SE submetida à tração uniaxial.



Fonte: Norma ASTM 2516-14, (2014).

Para os ensaios de DMA, foi utilizado o equipamento modelo Q800, da marca TA Instruments. As fitas e o fio de Ni-Ti, além da borracha de silicone foram testados em modo de tração aplicando uma amplitude de $15\mu\text{m}$ em uma frequência de 1Hz, com a uma taxa de aquecimento de $2^\circ\text{C}/\text{min}$ numa faixa de temperatura entre 30°C e 120°C .

Para avaliar a influência da adesão na rigidez e no amortecimento do composto LMF/borracha de silicone, as fitas com memória de forma e superelásticas, assim como o fio, foram inseridos na borracha de silicone com e sem a aplicação do promotor de adesão. Os corpos de prova desse composto silicone/Ni-Ti foram testados em modo de flexão simples alternada (*single cantilever*) com frequência de 2,5 Hz e amplitude de $15\mu\text{m}$ a uma taxa de aquecimento de $2^\circ\text{C}/\text{min}$ numa faixa de temperatura entre 30°C e 120°C .

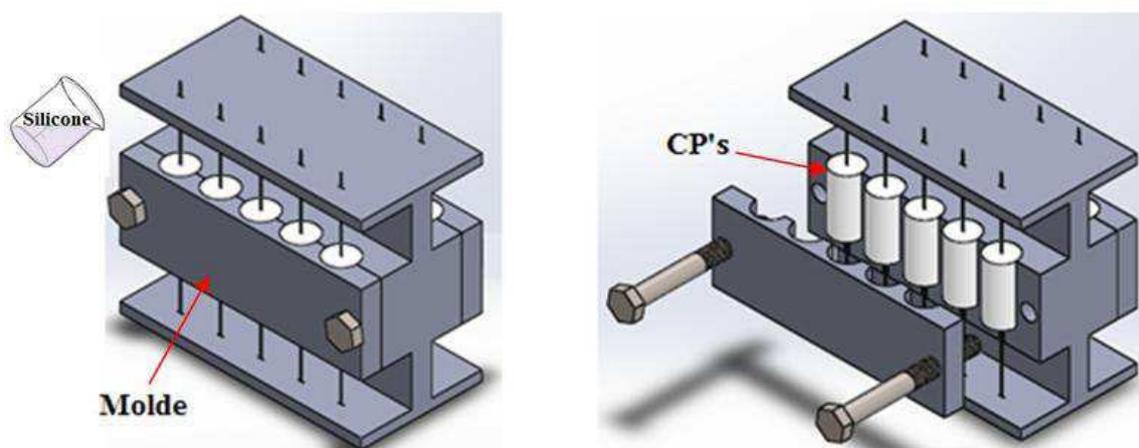
A partir dos ensaios de DMA, foi possível observar a variação do módulo de elasticidade (E') e do amortecimento ($Tan\delta$) em função da temperatura do fio e fitas de Ni-Ti, do silicone puro e também do composto silicone/Ni-Ti com e sem a aplicação do primer.

O ensaio de tração com carregamento – descarregamento foi realizado na borracha de silicone para analisar a presença do efeito Mullins. Para este ensaio foram aplicados três carregamentos cíclicos (50, 100 e 150% de deformação) no qual a deformação máxima aumenta gradativamente em incrementos de 50%. As velocidades de carga e descarga foram as mesmas (10 mm/minuto) e o equipamento utilizado para a realização do ensaio foi à máquina universal de ensaios de bancada da marca Filizola, modelo BME, utilizando instrumentação da HBM acoplada.

2.3 Fabricação dos Corpos de Prova e do Dispositivo para Realização dos Ensaio de Arrancamento (Pull Out)

A geometria e dimensões dos corpos de prova (CPs) para os ensaios de arranchamento dos fios e fitas de Ni-Ti foram escolhidas com base na literatura (Gabry et al., 2000; Poon, 2004). Para a fabricação dos CPs foi desenvolvido um molde específico em plástico ABS utilizando impressão 3D. Este molde foi projetado utilizando o SolidWorks 2013, versão estudante. Na Figura 15 é observado o desenho do molde que foi impresso na impressora da marca MakerBot, pertencente ao LaMMEA/UFCG. Os desenhos e dimensões podem ser verificados no apêndice A.

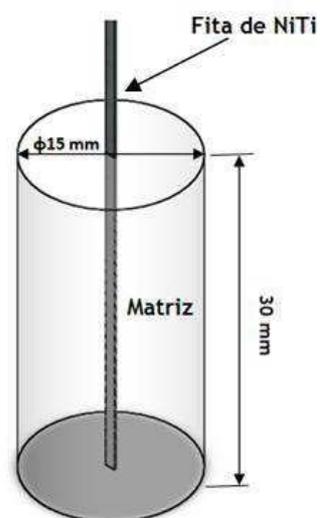
Figura 15. Molde para fabricação dos copos de prova.



Fonte: Autoria própria.

Após a fabricação do molde, as fitas e fios de Ni-Ti foram cortados com comprimento de 100 mm e inseridos conforme ilustrado na Figura 15. Com as fitas e fios fixados, a borracha de silicone foi vertida até preencher todo o volume. A cura foi realizada à temperatura ambiente por 24 horas. O comprimento embebido das fitas e fios foi de 30 mm. A geometria e dimensões dos corpos de prova após a cura da borracha de silicone podem ser observadas na Figura 16.

Figura 16. Dimensões dos copos de prova para ensaio de arrancamento (pull out).



Fonte: Autoria própria.

Para o aumento da adesão entre as fitas e fios de Ni-Ti e a borracha de silicone, foi aplicado o promotor de adesão Dow Corning 1200 (Primer), conforme observado na literatura (Rey et al., 2014). Antes da aplicação do promotor as superfícies das fitas e fios de Ni-Ti foram limpas com acetona para remover eventuais impurezas (óleo, poeira ou gordura). A aplicação do promotor foi realizada imergindo por 20 segundos as fitas e fios de Ni-Ti em um recipiente contendo o primer Dow Corning 1200. Em seguida as fitas e fios foram deixados secar ao ar por 20 minutos para que o promotor possa reagir com as superfícies dos fios e fitas de Ni-Ti.

Para os ensaios de arracamento foram fabricados cinco corpos de prova (CPs) para cada preparação, conforme indicado na Tabela 3.

Tabela 3. Tratamentos superficiais das fitas e fios de Ni-Ti.

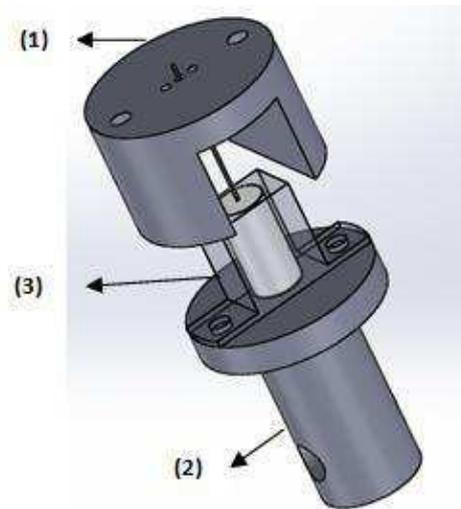
Amostras	Tratamento superficial	Quantidade de CPs
CP1	FIO (SE)	5
CP2	FIO (SE) COM PRIMER	5
CP3	FITA (SE)	5
CP4	FITA (SE) COM PRIMER	5
CP5	FITA (EMF)	5
CP6	FITA (EMF) COM PRIMER	5
Total		30

Superelasticidade (SE); Efeito Memória de Forma (EMF).

Fonte: Autoria própria.

Para a realização dos ensaios de *Pull Out*, foi desenvolvido um dispositivo específico para fixação dos CPs na máquina de ensaio. O dispositivo é composto de três partes como pode ser observado na Figura 17. Em (1) e (2) têm-se respectivamente a base e a tampa fabricadas por usinagem a partir de uma barra de alumínio. A borracha de silicone utilizada é um polímero com alta flexibilidade, portanto para evitar alterações na leitura da força durante o ensaio devido à flexão do CP e para minimizar o efeito das deformações ortogonais (devido ao coeficiente de Poisson, ν), foi previsto um dispositivo de restrição dos CPs (Figura 17, detalhe 3). Esse dispositivo foi fabricado pelo processo de impressão 3D, sendo produzido com base no trabalho de Rey et al. (2014). Todos os desenhos com as dimensões se encontram no apêndice A.

Figura 17. Dispositivo de fixação dos corpos de prova para o ensaio de Pull Out. (1) Base de fixação na máquina. (2) Tampa para restringir o movimento longitudinal dos CPs e (3) Dispositivo de restrição.



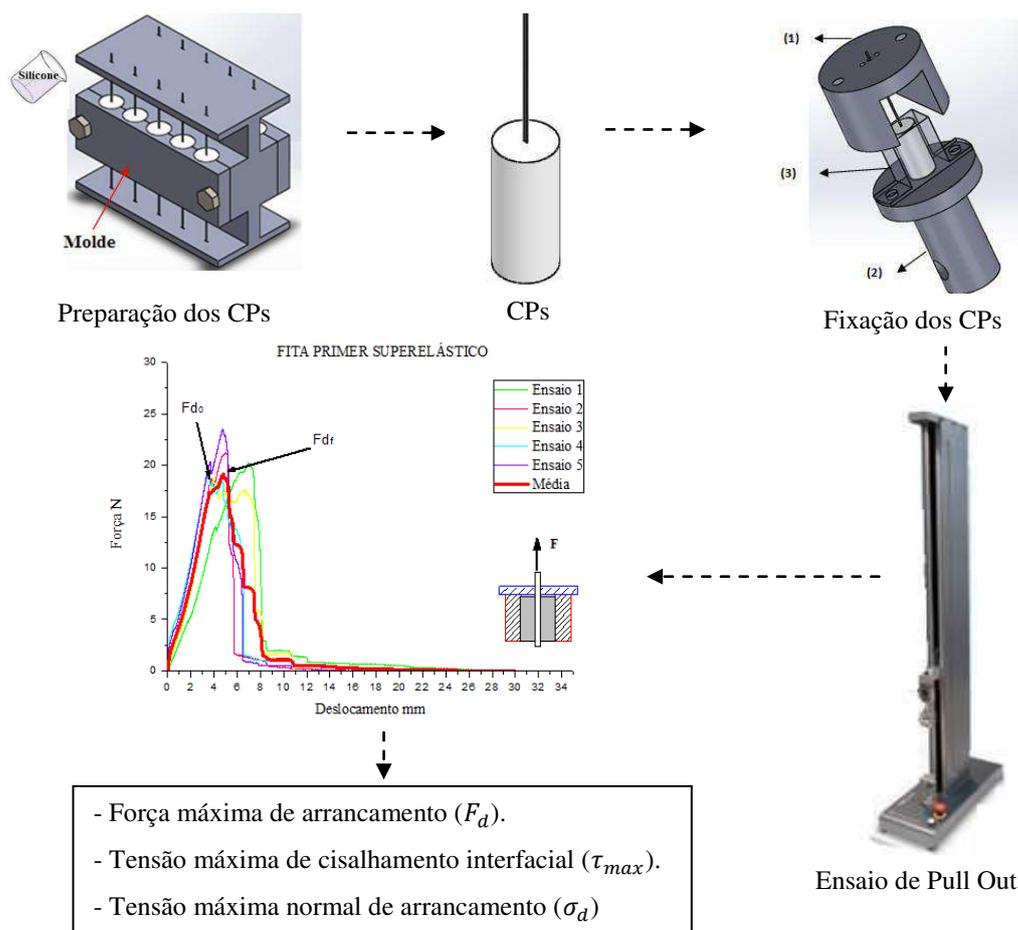
Fonte: Autoria própria.

2.4 Ensaio de Pull Out

Os ensaios de pull out foram realizados para quantificar a adesão entre os fios e fitas de Ni-Ti e a borracha de silicone, segundo procedimentos descritos na literatura (Rey et al., 2014; Sadrnezhad et al., 2009), tendo em vista que o aumento da força de adesão está associada ao aumento da força necessária para iniciar o descolamento da fibra.

Estes testes foram realizados utilizando uma máquina universal de ensaios Filizola modelo BME. Para aquisição dos dados, foi utilizado instrumentação da HBM acoplada à máquina de ensaio. Na Figura 18 pode ser observado o fluxograma da preparação dos CPs e dos ensaios de arrancamento, assim como dos parâmetros de interesse obtidos a partir do ensaio.

Figura 18. Fluxograma do ensaio de arrancamento (pull out).

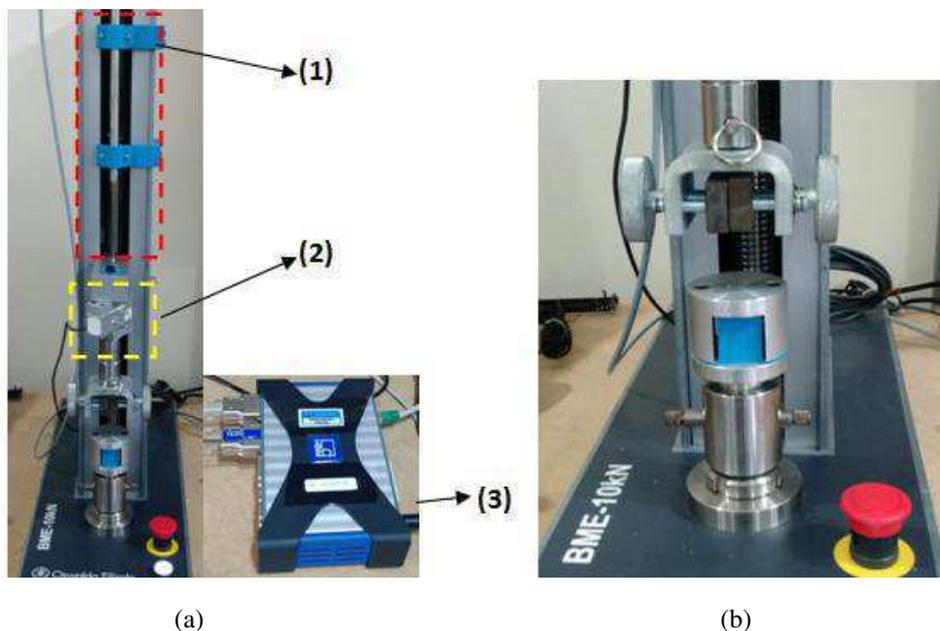


Fonte: Autoria Própria.

Na Figura 19 (a) é observada a instrumentação utilizada: (1) sensor deslocamento LVDT com curso máximo de 100 mm, (2) célula de carga de 200 N e (3) o sistema de aquisição de dados da HBM. Os CPs foram fixados nos dispositivos mostrados na Figura 19 (b), e extraídos do silicone na direção vertical, à temperatura ambiente, com uma velocidade de deslocamento de 0,5 mm/s.

Foram realizados cinco ensaios de arrancamento para cada preparação e plotada a curva da média. A partir do ensaio de arrancamento foi obtida a força máxima (F_d) necessária para a retirada da LMF embebida na matriz de borracha de silicone, e analisada a adesão em relação às tensões máximas de cisalhamento interfacial τ_{max} . As tensões normais foram obtidas para verificar se a tensão de transformação da austenita para martensita foi atingida, ou seja, martensita induzida por tensão.

Figura 19. Detalhes da montagem para os ensaios de arranchamento. (a) Instrumentação da HBM, em (1) LVDT; (2) Célula de carga de 200 N e (3) Sistema de aquisição de dados. (b) Dispositivo de fixação



Fonte: Autoria própria.

As superfícies do fio e das fitas de Ni-Ti foram examinadas em um Microscópio Eletrônico de Varredura, para observar qualitativamente antes do ensaio, a rugosidade gerada pela laminação e tratamentos térmicos nas fitas, como também a camada do promotor de adesão (*primer*) aplicada nas superfícies do fio e fitas de Ni-Ti. Após o ensaio de arranchamento, os fios e as fitas de Ni-Ti foram avaliados com o intuito de observar qualitativamente a adesão entre os elementos de Ni-Ti e a borracha de silicone, com e sem a aplicação do *primer*. Para a aquisição das imagens em MEV foi utilizado um microscópio modelo Vega3, marca Tescan.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

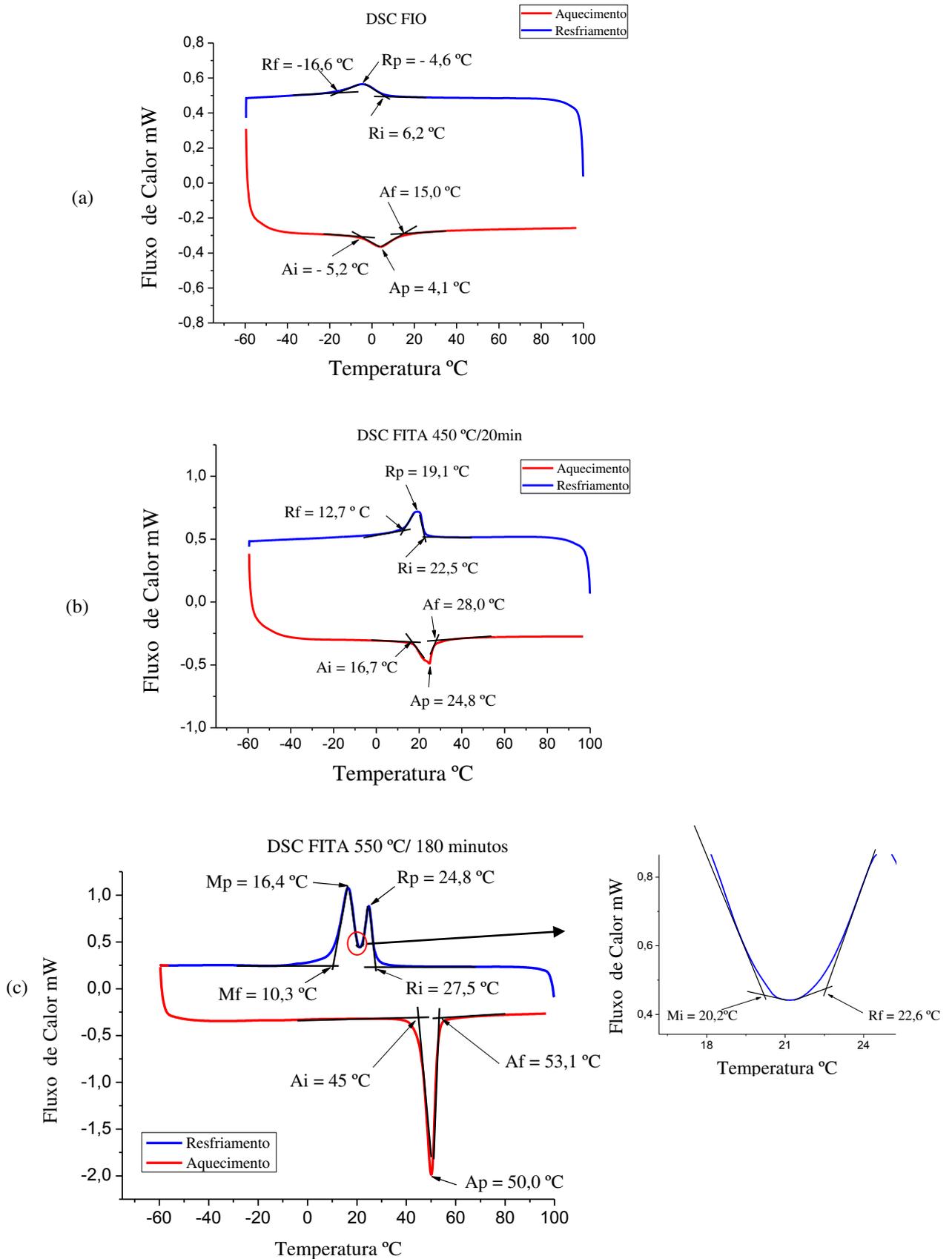
3.1 Caracterizações Termomecânica dos Materiais

3.1.1 Análise térmica por DSC

Com o objetivo de avaliar a transformação de fase nas fitas de Ni-Ti, foi realizada a análise térmica por calorimetria exploratória diferencial (DSC), tanto no fio como recebido quanto nas fitas laminadas e tratadas termicamente a 450 °C / 20 minutos e 550 °C / 180 minutos. A matriz de borracha de silicone também foi submetida a essa mesma análise térmica. A Figura 20 mostra as curvas de DSC para o fio (a) e para as fitas tratadas a 450 °C / 20 minutos (b) e 550 °C / 180 minutos (c), com suas respectivas temperaturas de transformação de fase.

Destas curvas foram extraídas, pelo método das tangentes aos picos, as temperaturas de transformação de fase R_i , R_f , M_i , M_f , A_i e A_f . A histerese térmica (ΔT_h) foi obtida pela diferença entre as temperaturas de pico de transformação, enquanto as entalpias de transformação de fase (ΔH) foram calculadas integrando as áreas dos picos de transformação. Na Tabela 4 são resumidos os valores das temperaturas de transformação, histerese e de entalpia obtidas.

Figura 20. DSC para o fio (a) e para as fitas tratadas a 450 °C / 20 minutos (b) e 550 °C / 180 minutos (c).



Fonte: Autoria própria.

Tabela 4. Valores de temperaturas de transformação, histerese térmica e entalpias de transformação do fio e fitas laminadas e tratadas termicamente.

Amostras	Histerese térmica (°C) (ΔT_h)	Temperas de Transformação (°C)						Entalpia de Transformação (J/g)	
		Ri	Rf	Mi	Mf	Ai	Af	Direta (resfriamento)	Reversa (aquecimento)
Fio	8,7	6,2	-16,6	-	-	-5,2	15,0	1,81	2,24 (R)
Fita 450 °C/20min	5,7	22,5	12,7	-	-	16,7	28,0	2,91	2,17 (R)
Fita 550 °C/180min	33,6	27,5	22,6	20,2	10,3	45,0	53,1	10,58	9,79 (EMF)

Fonte: Autoria própria.

Observando os valores da Tabela 4, pode-se concluir que as transformações de fase observadas no fio e na fita tratada a 450 °C / 20 minutos, são na verdade transformações envolvendo a fase R. Esta conclusão é explicada pela reduzida histerese térmica característica da fase R ($\Delta T_h = 8,7$ e $5,7$ °C, para o fio e fita 450 °C / 20 minutos respectivamente) e pelos baixos valores de entalpias de transformação ($\Delta H < 4,0$ J/g), tendo em vista que a transformação da fase R libera pouca energia quando comparada com a transformação martensítica completa, que apresentam valores de entalpia típicos situados entre 19 e 32 J/g (Otsuka e Wayman, 1998).

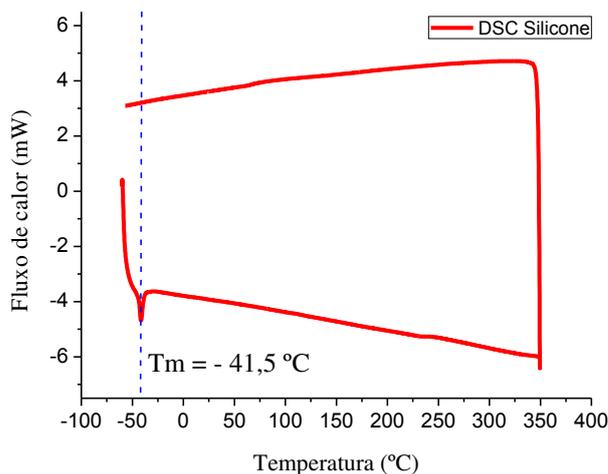
A fase-R em LMF de Ni-Ti é bastante evidente principalmente após tratamentos térmicos ou termomecânicos (Lagoudas, 2008). Conforme a LMF de Ni-Ti é tratada termicamente em temperaturas mais elevadas, as temperaturas M_i e M_f tendem a aumentar e R_i e R_f (temperaturas de início e de fim da transformação da fase R no resfriamento, respectivamente) tendem a diminuir, fazendo os picos de transformação martensítica e da transformação intermediária da fase-R se sobreporem, causando uma transformação direta da austenita B2 para a martensita B19' (Grassi, 2014).

Por outro lado, observa-se que a fita tratada a 550 °C / 180 minutos, foi capaz de aumentar as temperaturas de transformação de tal forma que à temperatura ambiente a fita de Ni-Ti estará na fase R e poderá, portanto, apresentar o efeito memória de forma. Resultados similares foram observados por Grassi (2014) quando do estudo do efeito de tratamentos térmicos no comportamento termomecânico de micro molas de LMF Ni-Ti.

A partir da curva DSC da borracha de silicone observada na Figura 21, foi obtida a temperatura de fusão ($T_m = -41,5$ °C). Já as temperaturas T_g (temperatura de transição vítrea) e T_c (temperatura de cristalização) não puderam ser observadas, pois a

temperatura mínima do equipamento DSC usado fica em torno de -60°C , e nas borrachas de silicone geralmente a T_g se encontra em temperaturas abaixo de -90°C , e a T_c abaixo de -60°C (Rey et al., 2014; Stricher et al., 2015).

Figura 21. Pico endotérmico destacando a T_m (temperatura de fusão) da borracha de silicone, obtida através do ensaio DSC.



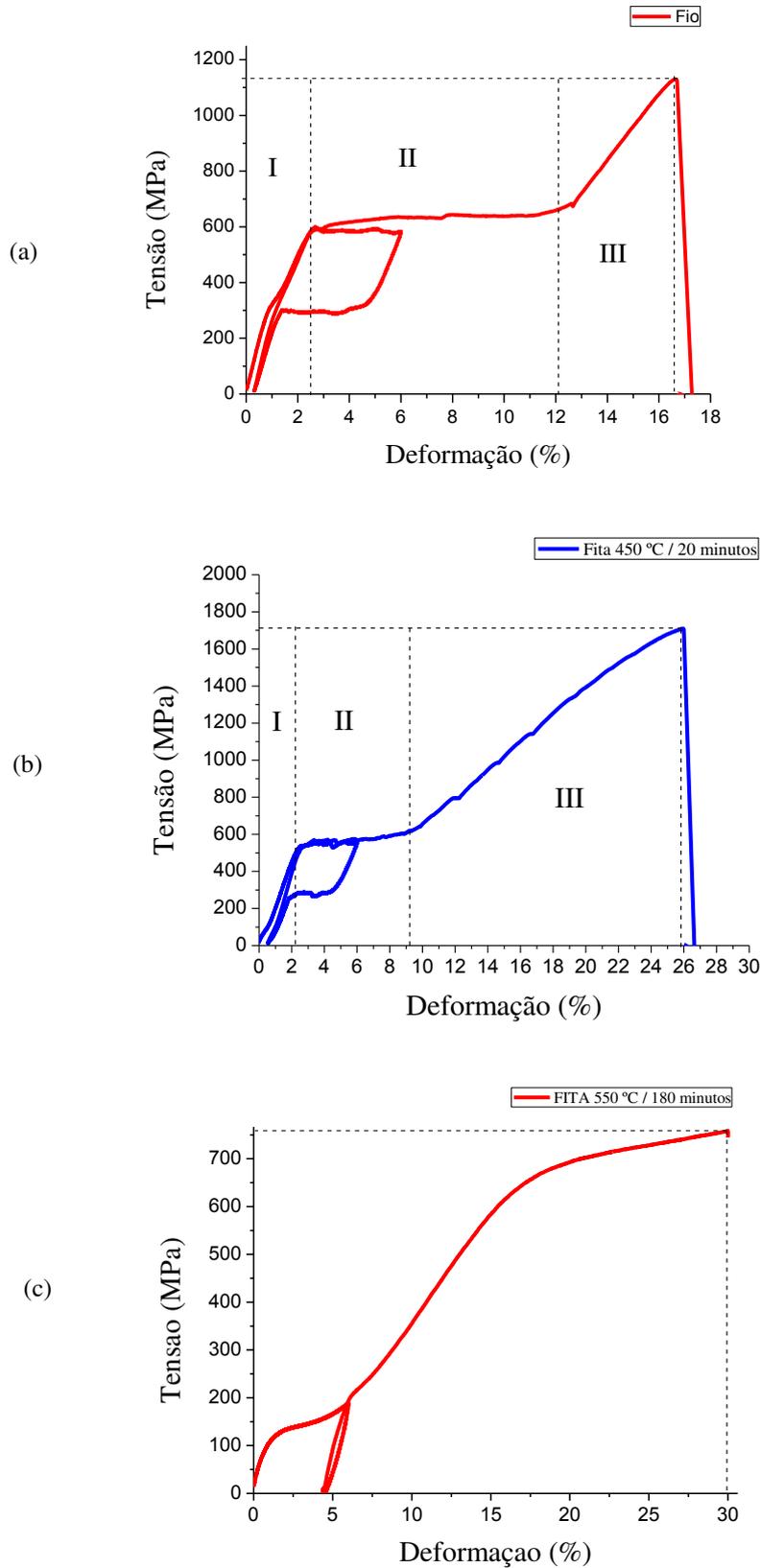
Fonte: Autoria própria.

3.1.2 Ensaio de Tração Uniaxial à Temperatura Ambiente

Os fios e fitas de Ni-Ti foram submetidos a ensaios de tração quase estáticos baseados na norma ASTM F2516-14. As curvas tensão-deformação obtidas podem ser observadas na Figura 22.

Observa-se a partir das curvas da Figura 22 (a) e (b), três regiões correspondentes a diferentes estágios até a ruptura do fio e fita, ambos com características de superelasticidade. Na primeira região (I), o fio Ni-Ti, no estado austenítico, apresenta uma deformação elástica praticamente linear até aproximadamente 2%. Nesta região, ao se retirar o carregamento mecânico, os fios retornam ao ponto de deformação praticamente nula, seguindo uma trajetória também linear. Na segunda região (II), é observado o início da transformação da austenita em martensita induzida por tensão mecânica. Este fenômeno é caracterizado por um patamar que tem início em aproximadamente 580 MPa estendendo-se até 630 MPa, com quase 11% de deformação para o fio (Figura 22 (a)).

Figura 22. Curvas tensão-deformação do fio Ni-Ti superelástico (a). Fita laminada e tratada a 450 °C / 20 minutos (b). E fita laminada e tratada a 550 °C / 180 minutos (c).



Fonte: Autoria própria.

Já a fita laminada e tratada termicamente (450 °C/ 20 minutos) apresentou patamar inicial de 550 MPa aproximando-se de 600 MPa com deformação em torno de 8% (Figura 22 (b)).

Percebe-se que durante a transformação de fase o material sofre grandes deformações (cerca de 11% para o fio e 8% para a fita) com pouca variação de tensão. Ao cessar o carregamento nesta região, o fio e a fita voltarão ao ponto de deformação quase nula seguindo um caminho elástico não linear (laço histerético). Este é o fenômeno denominado superelasticidade, que pode ser visualizado no laço tensão – deformação inicial, para 6%. Essa é uma das vantagens do uso de LMF sobre os materiais clássicos em diversas aplicações médicas e ortodônticas. Para região III, o fio e a fita apresentam microestrutura 100% martensítica induzida por tensão mecânica. Neste caso, a martensita apresenta deformação elástica linear até aproximadamente 1200 MPa para o fio com deformação entre 10 e 16%. Já para fita a deformação elástica é de aproximadamente 1700 MPa e uma faixa situada entre 10 e 22% de deformação. A partir deste ponto a deformação passa a ser plástica, até a ruptura.

Foi observado que o fio e a fita de Ni-Ti superelásticos apresentaram limite de ruptura de 1200 MPa e 1700 MPa respectivamente e deformação total recuperável entre 8% e 11%. Comparada com ligas metálicas onde a deformação elástica fica em torno de 0,2%, as ligas de NiTi apresentam grandes vantagens em aplicações mecânicas.

Foi aplicado o método das tangentes às curvas da Figura 22 (a) e (b), para determinar as tensões de transformação (σ_{T_s}) do fio e fitas (450 °C / 20 minutos) de Ni-Ti. Estes valores são observados na Tabela 5.

Tabela 5. Tensões de transformação para os fios Ni-Ti superelásticos.

Fios NiTi	σ_{Ai} (MPa)	σ_{Af} (MPa)	σ_{Mf} (MPa)	σ_{Mi} (MPa)	Histerese de Tensão (MPa)
Fio SE	300	289	587	580	290
Fita SE	297	258	574	527	270

SE (Superelástico)

Fonte: Autoria própria.

O ensaio de tração uniaxial também foi realizado na fita com EMF (550° C / 180 minutos) e o comportamento da curva σ - ϵ é ilustrado na Figura 23 (c). Durante a carga esta curva apresenta semelhanças com a observada no regime superelástico. No entanto quando se descarrega a amostra, obtém-se um retorno quase elástico, permanecendo

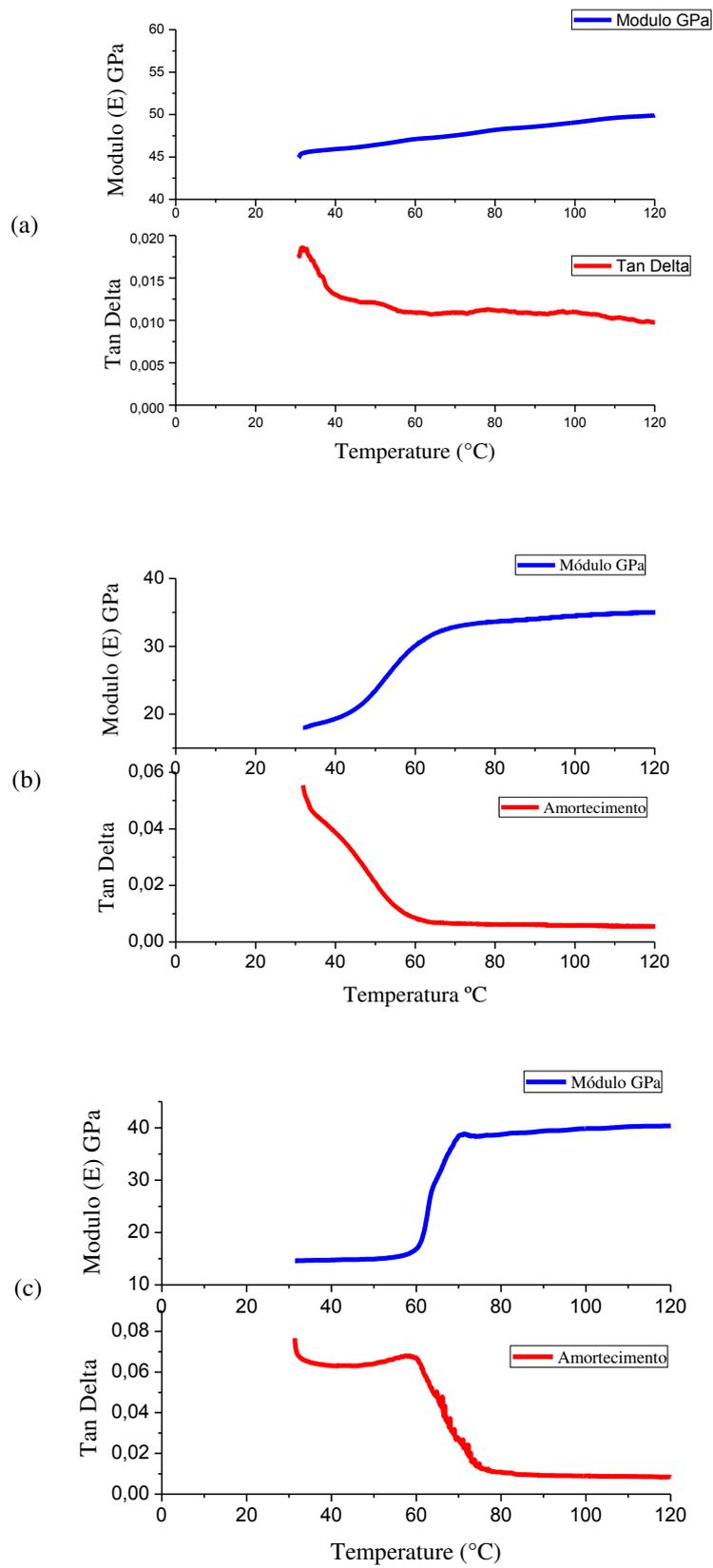
uma deformação residual ε_R devido à reorientação das variantes da martensita durante o carregamento. A curva da Figura 22 (c) desse ensaio apresenta o comportamento similar a de um material dúctil. Atingindo uma deformação de aproximadamente 30 % e uma tensão de ruptura de 758,4 MPa.

3.1.3 Ensaio DMA

A partir das curvas geradas pelo ensaio DMA (Figura 23 e 24), foram analisados o módulo de elasticidade (E) e o fator de amortecimento ($\text{Tan } \delta$) para o fio, fitas e a borracha de silicone, assim como para o composto LMF/ borracha de silicone com e sem o primer.

Através dos resultados obtidos no ensaio de DMA (figura 23), constata-se que tanto o fio quanto a fita (450 ° C / 20minutos) de Ni-Ti apresentaram aumento de rigidez quando aquecidos, o que comprova que ambos não são austeníticos na temperatura ambiente, mas, apresentam a fase R. Já que se fossem totalmente austeníticos não apresentariam aumento de rigidez como observado nos gráficos da figura 23 (a) e (b). Os resultados mostrados nas curvas da Figura 23 (a), (b) e (c) revelam ainda que o fio aumentou o módulo de elasticidade de 45 GPa para 50 GPa, já a fita de Ni-Ti tratada termicamente a 550 °C/180 minutos apresentou maior aumento de módulo de elasticidade do que a fita tratada a 450 °C/20 minutos. O módulo de elasticidade, para o fio de Ni-Ti tratada a 550 ° C / 180 minutos, cresce de 15 GPa para aproximadamente 40 GPa (mais de 100% de aumento no módulo) quando totalmente austenítico e de 18 GPa para 35 GPa (mais de 95% de aumento do módulo) no caso da fita tratada a 450 ° C / 20 minutos.

Figura 23. Análise Dinâmico – Mecânica (DMA). (a) Fio. (b) Fita SE. (c) Fita com EMF.

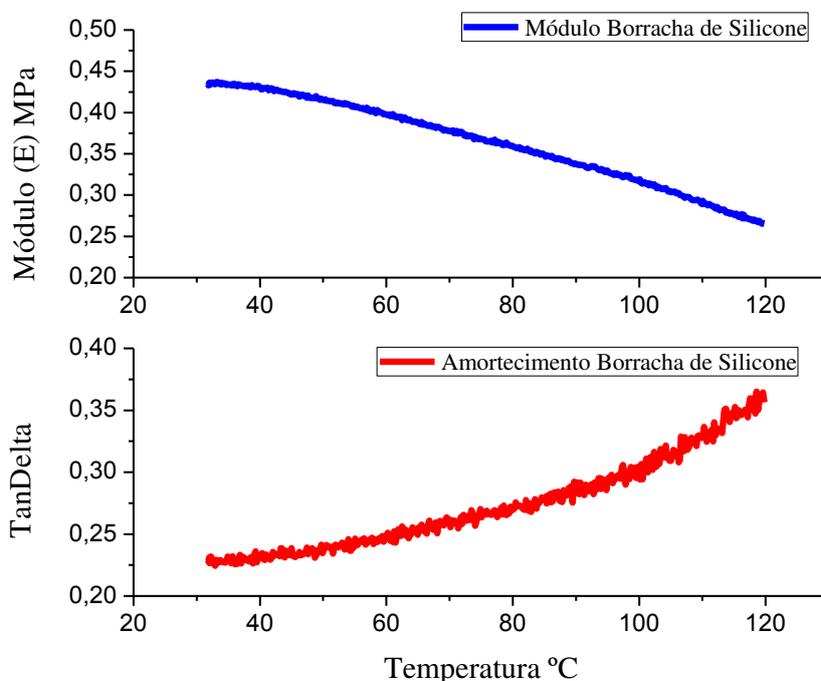


Fonte: Autoria própria.

Analisando os parâmetros referentes à temperatura de mudança de fase e aumento do módulo de elasticidade das fitas de Ni-Ti estudadas, a fita tratada a 550 °C/180 minutos mostra-se como melhor opção para obter estruturas ativas. Além de apresentar maior valor de aumento do módulo em uma estreita faixa de temperatura, esse aumento ocorre em temperaturas relativamente baixas, situadas entre 60 e 100 °C.

Foi realizado ensaio DMA na borracha de silicone a fim de avaliar o módulo de elasticidade (E) e o fator de amortecimento ($\text{Tan } \delta$) em função da temperatura (Figura 25).

Figura 24. DMA da borracha de silicone

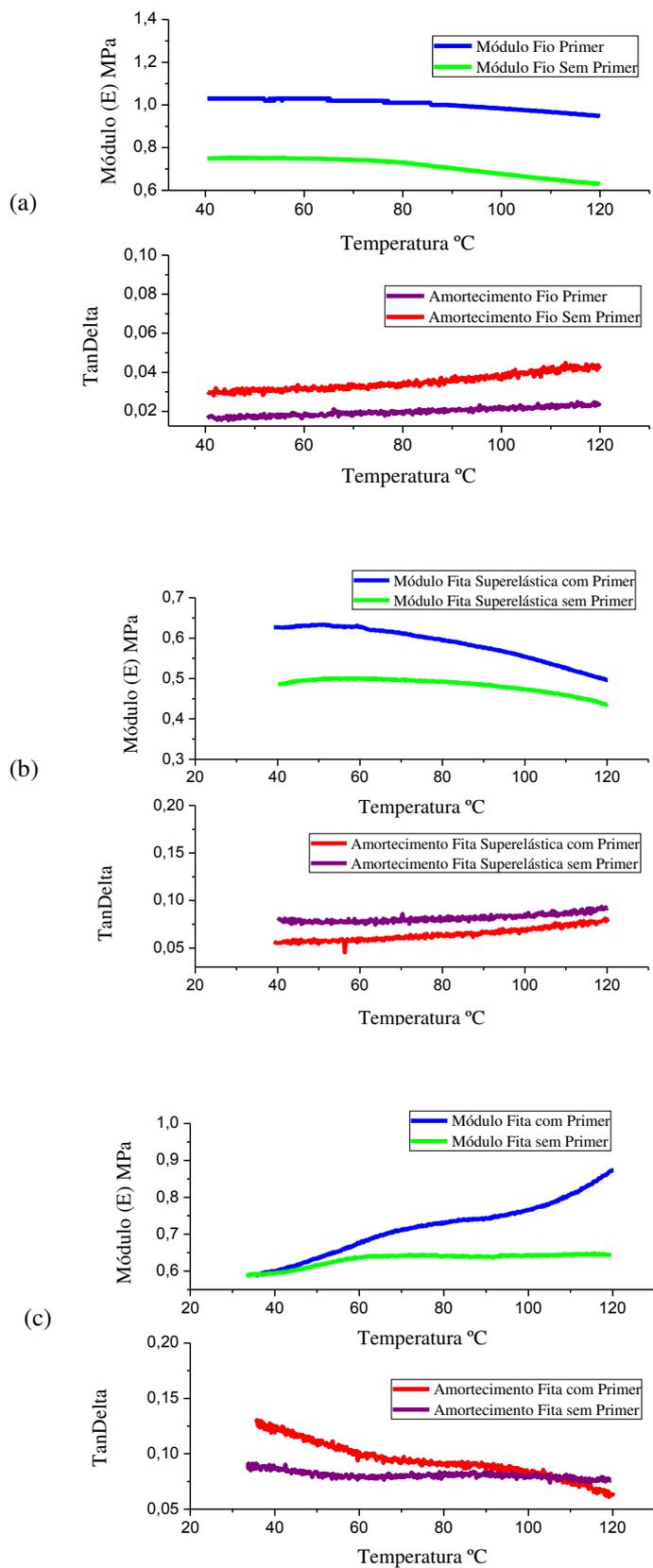


Fonte: Autoria Própria.

A partir da curva obtida do ensaio DMA (Figura 24) é possível observar a diminuição do módulo (E) de 0,43 MPa (30 °C) para 0,26 MPa (120 °C). O amortecimento ($\text{Tan } \delta$) aumenta de 0,22 (30 °C) para 0,37 (120 °C).

Para analisar a influência do promotor de adesão (*primer*) na rigidez e no amortecimento do composto LMF/borracha de silicone, foram realizados ensaios DMA. As curvas obtidas destes ensaios podem ser observadas na Figura 25 (a), (b) e (c).

Figura 25. DMA dos compostos LMF/borracha de silicone com e sem o primer. (a) Fio/borracha de silicone com e sem o primer. (b) Fita superelástica / borracha de silicone com e sem o primer. (c) Fita memória de forma com e sem o primer.



Fonte: Autoria própria.

Analisando as curvas da Figura 25 é possível observar que os compostos que foram aplicados o primer na superfície das LMF, obtiveram maiores módulos de elasticidades comparadas com aquelas contendo LMF sem o promotor de adesão.

O composto borracha de silicone/fio SE com primer manteve o módulo de elasticidade e o amortecimento praticamente constante (em torno de 1 MPa e 0,02 respectivamente) entre as temperaturas de 30 a 120 °C. A fita com primer laminada e tratada a 450 °C / 20 minutos diminuiu o módulo de 0,62 MPa (30 °C) para 0,52 MPa (120 °C) e aumentou o amortecimento de 0,05 para 0,075. A fita com primer laminada e tratada a 550 °C / 180 minutos e que apresenta o EMF aumentou seu módulo significativamente de 0,6 MPa (30 °C) para 0,9 MPa (120 °C) e diminuiu o amortecimento de 0,12 para 0,06 devido a transformação de fase da LMF.

A partir da análise do ensaio DMA do composto LMF/borracha de silicone é possível inferir que a aplicação do primer contribuiu de forma positiva para aumento da rigidez do composto, ou seja, as fitas e o fio de LMF com primer têm maior influência na rigidez do composto LMF/borracha de silicone do que aquelas sem o primer. O composto fita EMF com primer / borracha de silicone se mostrou como melhor opção para o desenvolvimento de estruturas ativas flexíveis devido seu aumento de rigidez (50%) em uma estreita faixa de temperatura (de 30 a 120 °C) .

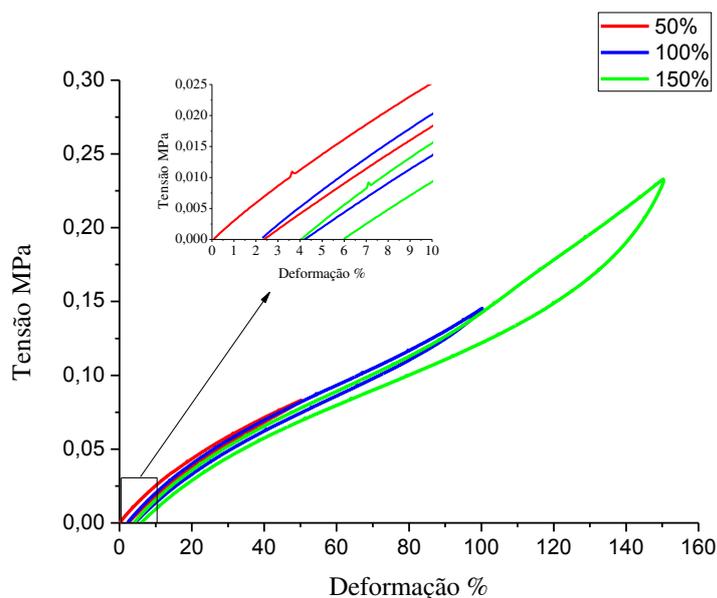
A análise em DMA utilizada no desenvolvimento deste trabalho enfrentou algumas limitações laboratoriais que impediram que no ensaio fossem atingidas temperaturas suficientemente baixas para promover a transformação de fase da austenita para martensita na fita e no fio de Ni-Ti superelástico, haveria necessidade de usar nitrogênio líquido para o resfriamento das amostras, porém, não foi possível realizar a caracterização durante o resfriamento.

3.1.4 Efeito Mullins

A resposta mecânica dos elastômeros apresenta várias características interessantes. Por exemplo, durante os primeiros ciclos de carga e descarga o elastômero sofre um significativo amaciamento e ao fim de um determinado número de ciclos, a sua resposta torna-se repetitiva. Este amaciamento do elastômero é caracterizado pela diminuição da força necessária para sua deformação no mesmo nível de extensão. Este fenômeno é conhecido como Efeito de Mullins.

Foram realizados ensaios de carregamento-descarregamento para o silicone, com o objetivo de avaliar o efeito Mullins (Mullins, 1948). Na figura 26 é possível observar a curva de carregamento – descarregamento para deformações de 50, 100 e 150%.

Figura 26. Ensaio de carregamento – descarregamento com deformações cíclicas de 50, 100 e 150% para a borracha de silicon



Fonte: Autoria própria.

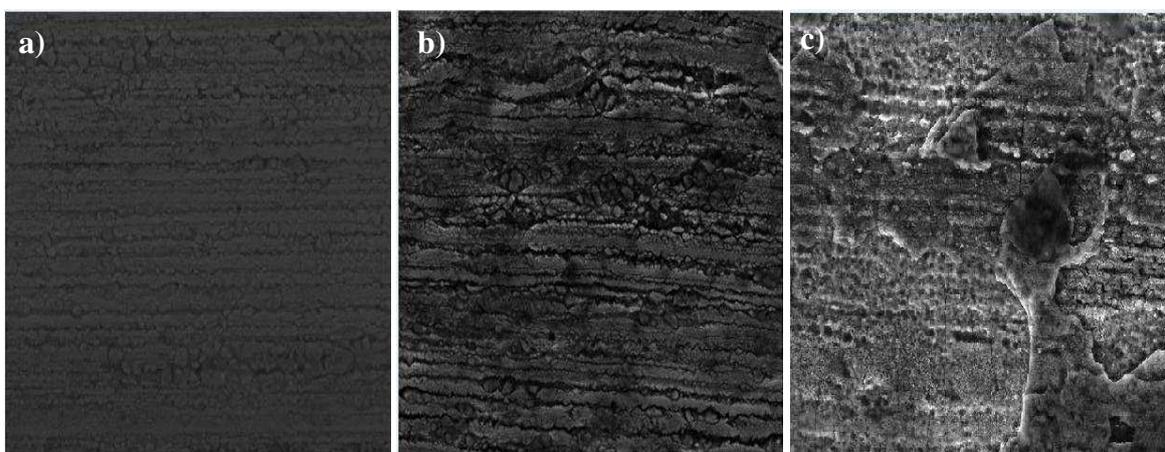
Para o primeiro ciclo (50% de deformação) a tensão de engenharia atingida é de aproximadamente 0,08 MPa e após o descarregamento (tensão nula) uma deformação residual de 2,5% é observada. Para o segundo (100% de deformação) e terceiro (150% de deformação) ciclos as tensões de engenharia e deformações foram 0,14 MPa, 4% e 0,23 MPa e 6% respectivamente. Estas deformações residuais referentes ao estado de tensão nula estão associadas ao efeito Mullins como observado na literatura (Mullins, 1948; Rey et al., 2014)

Alguns fenômenos podem ser observados através do ensaio de carga-descarga (Figura 26). Primeiramente, a borracha de silicone sofre grandes deformações após o carregamento com baixa tensão residual após a descarga (aproximadamente 6% para uma deformação máxima igual a 150%), foi observada também uma histerese mecânica, isto é, diferença entre a tensão de carga e descarga, esta é fruto da viscoelasticidade presente no elastômero e é proporcional ao nível máximo de extensão sofrido.

3.1.5 MEV das Superfícies do Fio e das Fitas Laminadas e Tratadas Termicamente antes do Ensaio de Arrancamento (Pull Out)

As superfícies do fio (como recebido) e das fitas (laminadas e tratadas termicamente) de Ni-Ti, foram analisadas qualitativamente via MEV quanto ao acabamento superficial, com aumento de 1000X. As imagens podem ser observadas na Figura 27, onde, em (a) fio superelástico, (b) fita laminada e tratada termicamente a 450 °C / 20 minutos e (c) fita laminada e tratada termicamente a 550 °C / 180 minutos.

Figura 27. MEV do fio e fitas de Ni-Ti. (a) fio SE. (b) fita SE e (c) fita com EMF. Aumento de 1000X.

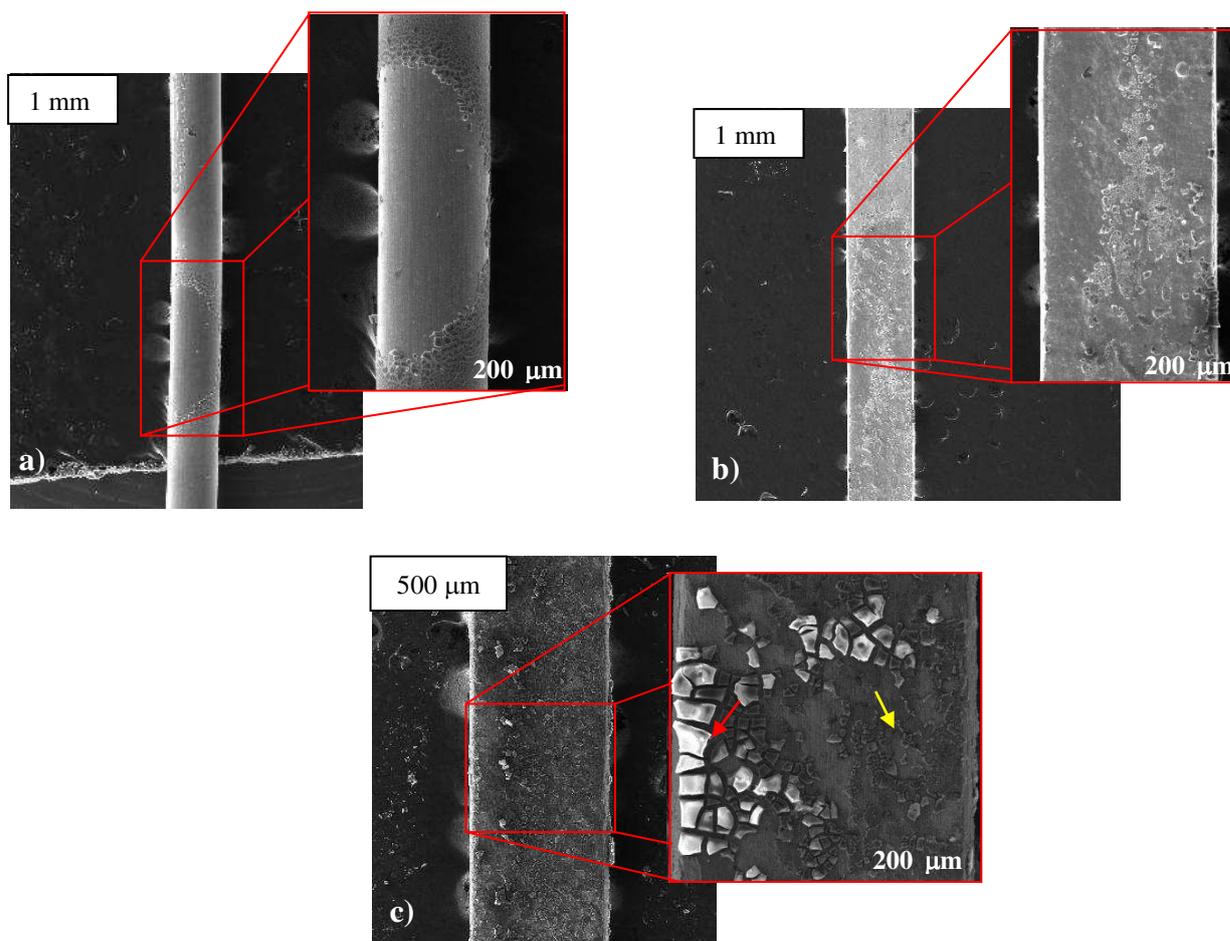


Fonte: Autoria própria.

Através das imagens obtidas por MEV, observa-se qualitativamente o aumento da rugosidade pelo processo de laminação, Figuras 27 (b) e (c) em comparação com o fio (a). Na Figura 27 (c) percebe-se a possível presença de óxidos de titânio (TiO e TiO_2) oriunda do tratamento térmico a 550 °C por 180 minutos, o titânio é um elemento altamente oxidável quando submetido a altas temperaturas sem atmosfera protetora, consequentemente as ligas de Ni-Ti apresentam o mesmo comportamento. Firstov et al. (2002) constatou que durante tratamentos térmicos acima de 500 °C ao ar em ligas de Ni-Ti, a camada superficial predominante é de TiO_2 e NiTiO_3 , porosa e áspera.

O promotor de adesão (*primer*) Dow Corning 1200 foi utilizado para melhorar as propriedades da interface entre o fio e as fitas de Ni-Ti e a matriz de silicone, tal como sugerido na literatura (Rey et al., 2014). Na Figura 28 (a), (b) e (c) é possível observar as superfícies do fio e fitas de Ni-Ti com uma camada do primer.

Figura 28. MEV do fio e fitas de Ni-Ti com uma camada de primer. (a) fio superelástico (b) fita SE e (c) fita com EMF.



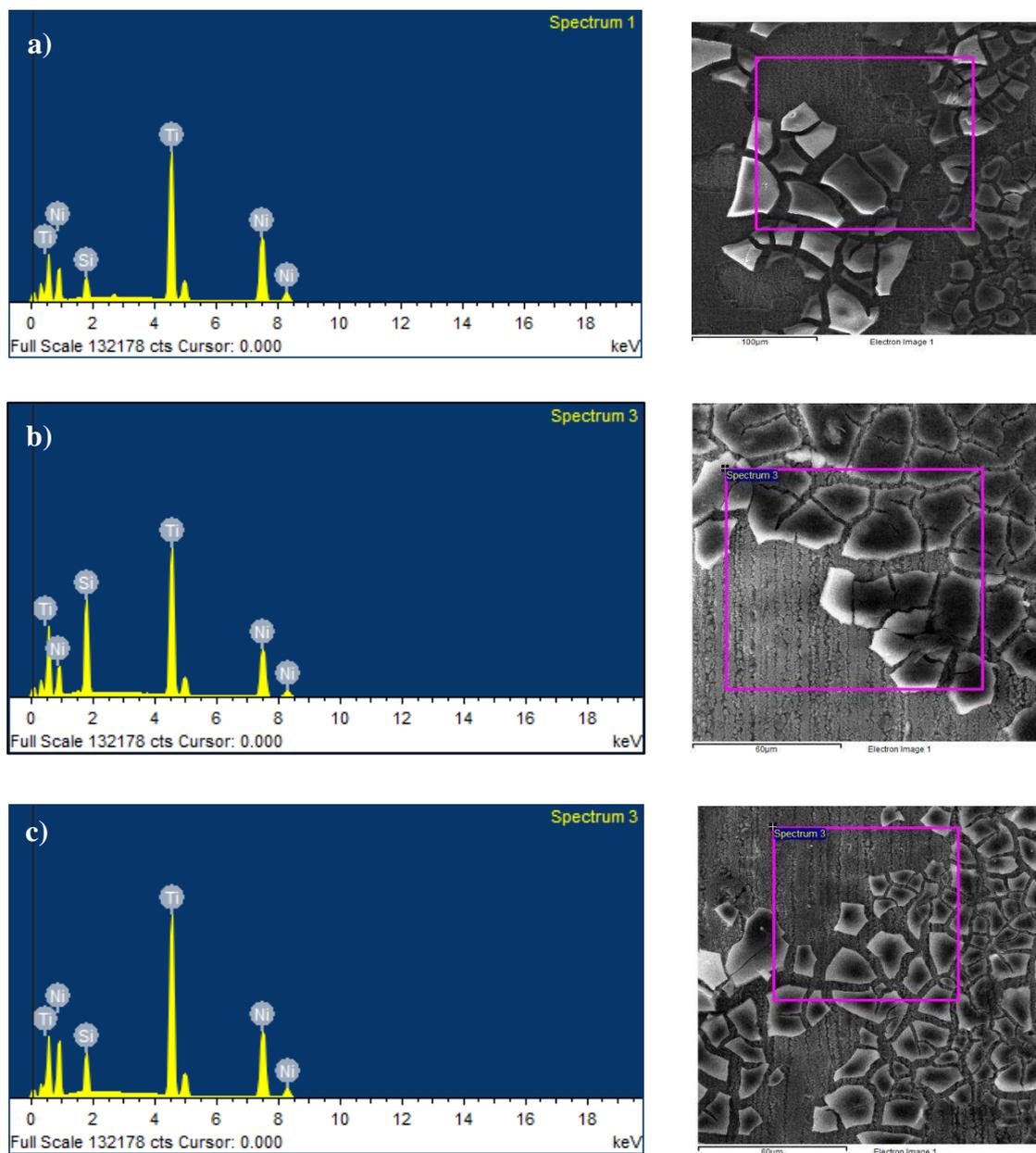
Fonte: Autoria própria.

Analisando as Figuras 28 (a), (b) e (c) é possível observar que a camada de primer obteve melhor molhabilidade na superfície do fio do que das fitas SE e com EMF. Possivelmente a melhor molhabilidade do primer no fio foi devido o mesmo apresentar poucas imperfeições superficiais, por ser um produto comercial. Já as fitas SE e com EMF por terem passado pelo processo de laminação manual e subsequente tratamento térmico, possuem irregularidades na superfície causando uma má molhabilidade do primer.

Na fita com EMF Figura 28 (c) observa-se a possível presença de óxido de titânio (seta amarela) devido ao tratamento térmico (550 ° C / 180 minutos). A presença desta camada pode ter contribuído com a baixa distribuição do primer na superfície da fita (seta vermelha).

A análise de Espectrometria de Energia Dispersiva de Raio X (EDS) do fio e das fitas com uma camada do primer é apresentada na Figura 29 (a), (b) e (c) para fio superelástico, fita SE e fita com EMF respectivamente.

Figura 29. EDS do fio e fitas de Ni-Ti com uma camada de primer. (a) fio superelástico, (b) fita SE e (c) fita com EMF.



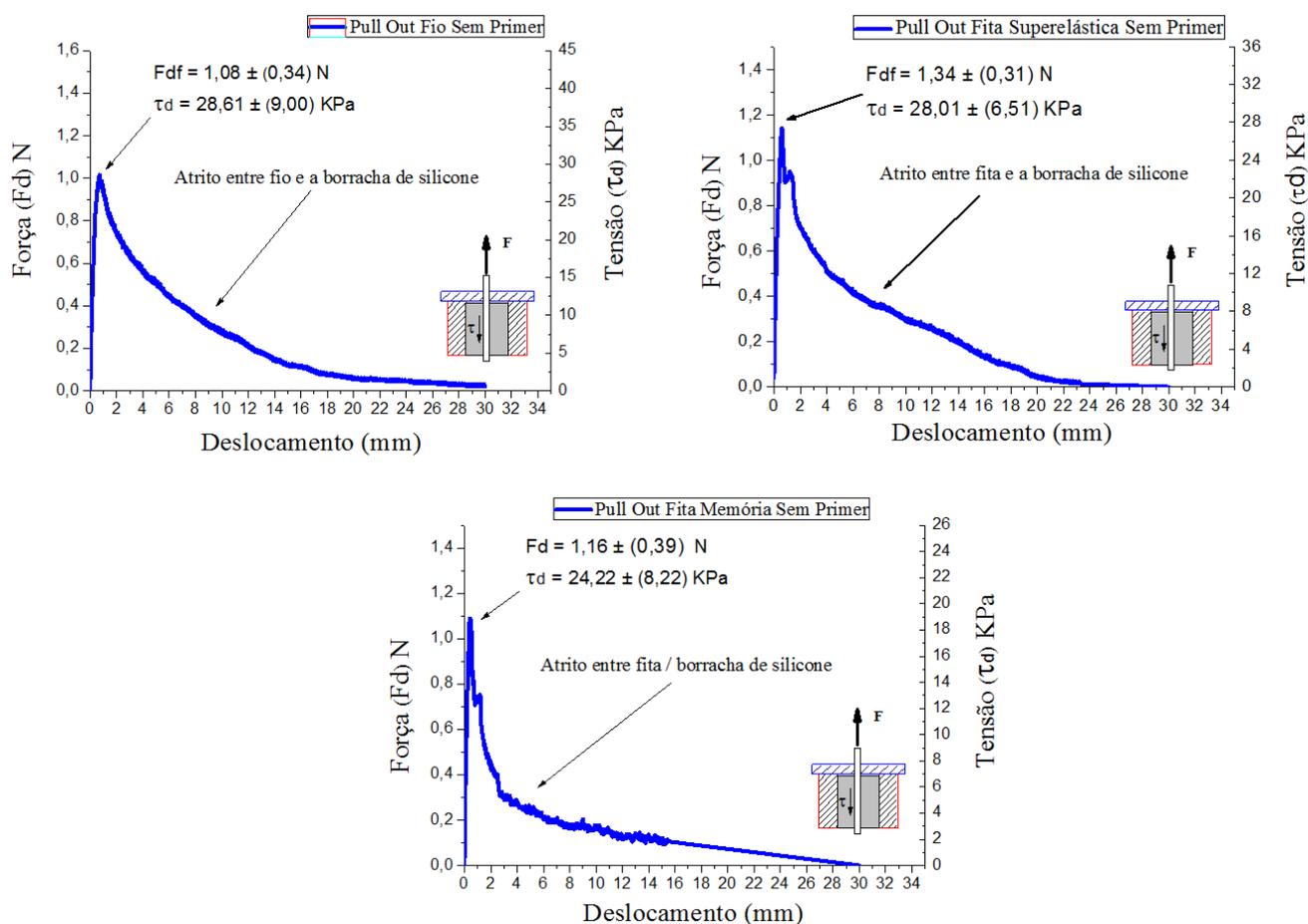
Fonte: Autoria própria.

O EDS para o fio e fitas SE e com EMF, apresenta uma estimativa que o promotor de adesão (primer) é composto principalmente de silício, o que permite a existência de uma ligação química entre a camada de primer na superfície da LMF e a borracha de silicone.

3.2 Ensaio de Pull Out

Ensaio de extração foram realizados no fio e nas fitas laminadas e tratadas termicamente de Ni-Ti embebidas em uma matriz de borracha de silicone com e a sem aplicação de um primer. Na Figura 30 (a), (b) e (c) são observados as curvas de força e tensão de cisalhamento em função do deslocamento para o fio, fita SE e fita com EMF respectivamente, sem aplicação do primer.

Figura 30. Resultados do ensaio de pull out do fio e fitas de Ni-Ti sem aplicação do primer. (a) fio superelástico (b) fita 450 °C / 20 minutos e (c) fita 550 °C / 180 minutos.



Fonte: Autoria Própria

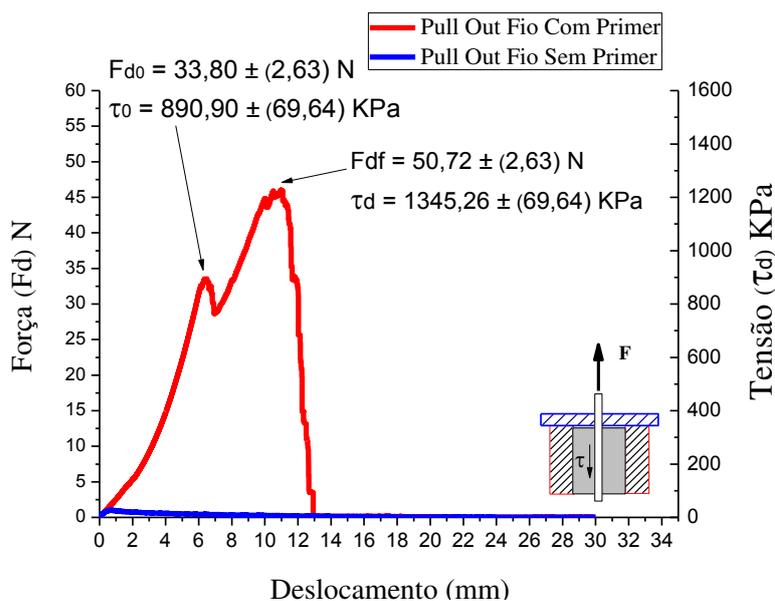
A partir das curvas da Figura 30, é possível observar que o descolamento da interface (Ni-Ti / borracha de silicone) para os CPs sem aplicação do primer, ocorreu em forças e deslocamentos pequenos (cerca de 1 N e 1 mm respectivamente). As fitas (superelástica e com memória de forma) sem o primer obtiveram forças de extração (F_d) ligeiramente maiores que o fio, esta diferença provavelmente foi dada devido a maior área superficial das fitas em comparação com o fio (48,0 mm² para as fitas e 37,7 mm² para o fio) e pelo aumento da rugosidade gerado pela laminação e tratamentos térmicos aplicados as fitas (Figura 27). A área superficial referente a espessura das fitas foram desconsideradas no cálculo da tensão de cisalhamento.

A tensão máxima de cisalhamento média de extração (τ_d) foi calculada dividindo a força média máxima (F_d) pela área superficial. Os valores de τ_d para o fio, fita superelástica e fita com memória foram $\tau_{d(fio)} = 28,61 \pm 9,0 \text{ KPa}$, $\tau_{d(fita SE)} = 28,01 \pm 6,51 \text{ KPa}$, $\tau_{d(fita EMF)} = 24,22 \pm 8,22 \text{ KPa}$ respectivamente.

A tensão de cisalhamento máxima média para fio foi maior que para as fitas (SE e com EMF), esta diferença foi gerada pela menor área superficial do fio comparada com as fitas. Pode-se inferir que o fio sem primer tem uma maior resistência a extração para uma área menor em comparação com as fitas (SE e com EMF), esta diferença na τ_d foi provocada provavelmente devido à geometria da fita (Figura 12), em que a parcela referente à espessura da área superficial da fita funciona como um concentrador de tensão, diminuindo a resistência a extração comparada com o fio.

O promotor de adesão Dow Corning 1200 primer foi aplicado nas superfícies do fio e das fitas (SE e com EMF) de Ni-Ti para aumento da adesão. Na Figura 31 é possível observar o resultado do ensaio de pull out para fio com e sem o primer.

Figura 31. Curvas do ensaio de pull out do fio de Ni-Ti com e sem aplicação do primer.



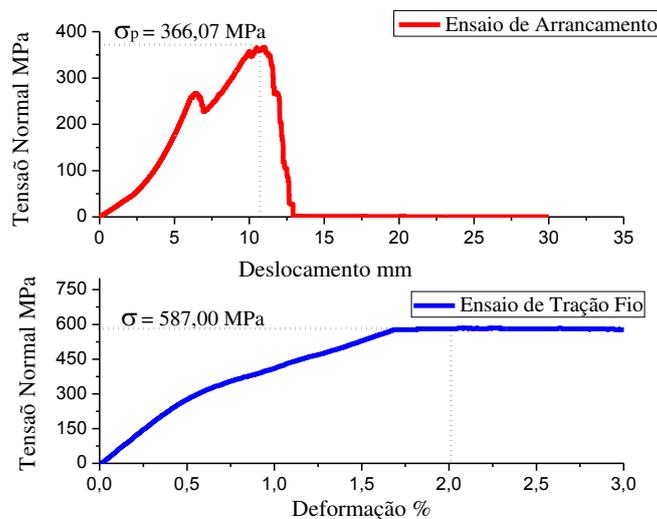
Fonte: Autoria própria.

Da curva obtida do ensaio de pull out para o fio foram obtidas as forças e tensões iniciais ($F_{d0} = 33,80 \pm 2,63$ N, $\tau_0 = 890,90 \pm 69,64$ KPa), e máximas ($F_{df} = 50,72 \pm 2,63$ N, $\tau_d = 1345,26 \pm 69,64$ KPa) de extração. A força máxima necessária para extrair o fio de Ni-Ti com primer da matriz de borracha de silicone ($50,72 \pm 2,63$ N) é cerca de 50 vezes maior do que o fio de Ni-Ti sem o primer ($1,08 \pm 0,34$ N). Além disso, o deslocamento necessário para a extração também é maior (passando de 1 mm sem o primer para 10 mm com aplicação do promotor de adesão).

Na curva do ensaio de pull out para o fio com primer (Figura 31) é possível observar um primeiro pico na curva, para um deslocamento de aproximadamente 5 mm, este fenômeno é observado na literatura (Sadrnezhad et al. (2009); Smith et al. (2004)) para ensaios de pull out com fios Ni-Ti. A explicação dada por Sadrnezhad et al. (2009), para esse primeiro pico na curva força – deslocamento, é que existe um deslizamento da interface, ou seja, existe um descolamento inicial (ou parcial) entre a LMF e a borracha de silicone, seguido de uma força máxima de extração. Porém, segundo Smith et al. (2004), estes primeiros picos são atribuídos à transformação de fase (martensita induzida por tensão).

A tensão normal máxima (σ_p) durante o ensaio de pull out foi comparada com o a tensão de transformação do fio (Figura 32) no ensaio de tração, para analisar se ocorreu transformação da austenita em martensita induzida por tensão.

Figura 32. Comparação da tensão normal atingida no ensaio de pull out em relação ao ensaio de tração para o fio com primer.

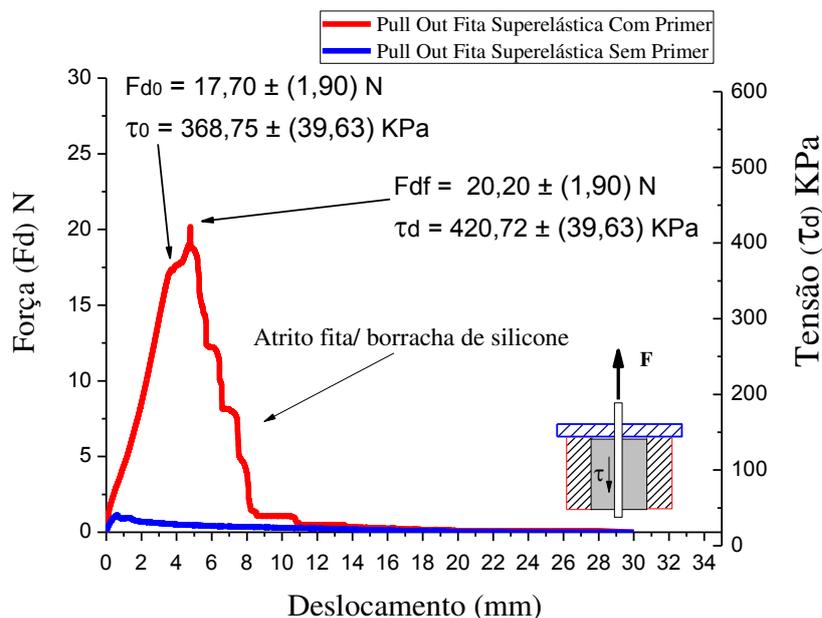


Fonte: Autoria própria.

Da curva obtida na Figura 32, observa-se que a tensão normal máxima atingida durante o ensaio de pull out ($\sigma_p = 366,07$ MPa) não é suficiente para induzir transformação de fase ($\sigma = 587$ MPa). O primeiro pico na curva do ensaio de pull out para o fio na Figura 31 não é, portanto, explicado por uma transformação de fase no material. Sendo provavelmente devido a um deslizamento inicial da interface conforme explicado por Sadrnezhad et al. (2009). A tensão normal máxima para a fita SE ($\sigma_p = 147,5$ MPa) também foi calculada e foi observado que para fita SE também não houve transformação induzida por tensão ($\sigma = 574$ MPa).

A resistência a extração das fitas (SE e com EMF) com primer e embebidas na matriz de borracha de silicone foram avaliadas em termos de força (F_d) e tensão máxima (τ_d) de extração. Na Figura 33 é observada a curva do ensaio de pull out para a fita SE com e sem aplicação do promotor de adesão (primer).

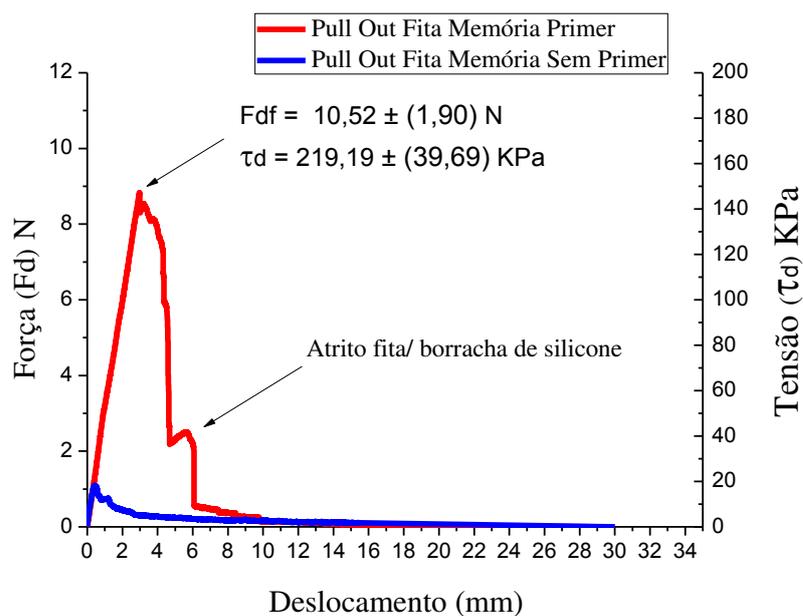
Figura 33. Curvas do ensaio de pull out da fita SE de Ni-Ti com e sem aplicação do primer.



Fonte: Autoria própria.

Da curva obtida do ensaio de pull out para a fita SE foram obtidas as forças e tensões iniciais ($F_{d0} = 17,70 \pm 1,90$ N e $\tau_0 = 310,53 \pm 39,63$ KPa) e máximas ($F_{df} = 20,20 \pm 1,90$ N e $\tau_d = 420,72 \pm 39,63$ KPa) de extração, semelhantemente ao ensaio de pull out para fio. A força necessária para a extração da fita SE com primer ($20,20 \pm 1,90$ N) é cerca de 15 vezes superior aquela sem aplicação do primer (1,34 N). O deslocamento para a extração da fita SE com primer foi maior que para essa sem primer (1 mm sem o primer e 5 mm com o primer). De forma análoga as fitas SE, as fitas com EMF foram submetidas ao ensaio de pull out para avaliação da adesão. Na Figura 34 é observada a curva força / tensão de cisalhamento em função do deslocamento para a fita com EMF com primer e comparada com a mesma sem aplicação do promotor.

Figura 34. Curvas do ensaio de pull out da fita EMF de Ni-Ti com e sem aplicação do primer.

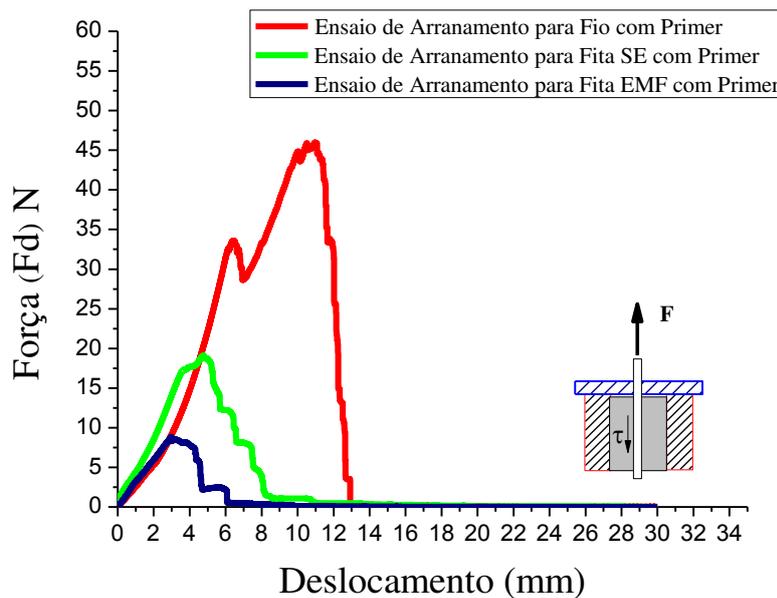


Fonte: Autoria própria.

A força e a tensão de cisalhamento máxima de extração ($F_d = 10,52 \pm 1,90 \text{ N}$ e $\tau_d = 219,19 \pm 39,69 \text{ KPa}$) foram obtidas do ensaio, para a fita com EMF não foi observado o pico referente ao deslizamento inicial da interface como observado no fio e na fita SE. A força necessária para a extração da fita EMF com primer ($10,52 \pm 1,90 \text{ N}$) é cerca de 9 vezes aquela sem aplicação do primer ($1,16 \text{ N}$). O deslocamento para a extração da fita EMF com primer foi maior que para essa sem primer ($0,8 \text{ mm}$ sem o primer e 3 mm com o primer).

Na Figura 35 é observado o gráfico dos ensaios de pull out para o fio, fita SE e fita EMF com primer.

Figura 35. Curvas do ensaio de pull out para o fio, fita SE e fita EMF de Ni-Ti com primer.



Fonte: Autoria Própria.

Das curvas do ensaio de pull out para o fio e fitas SE e com EMF com primer na Figura 35, observa-se que a força máxima para extração do fio ($50,72 \pm 2,63$ N) é 2 vezes maior do que a fita SE ($20,20 \pm 1,90$ N) e 5 vezes a fita com EMF ($10,52 \pm 1,90$ N). O descolamento necessário para a extração do fio com primer (10 mm), também foi maior do que para as fitas SE e com EMF (5 e 3 mm respectivamente).

Estas diferenças das forças máximas (F_d) de extração e deslocamentos do fio em relação às fitas (SE e com EMF) comprova que houve uma melhor fixação do primer na superfície do fio do que nas fitas (SE e com EMF), mesmo o fio possuindo uma menor área superficial embebida na borracha de silicone ($37,7$ mm²) com relação às fitas ($48,0$ mm²) como já discutido na Figura 28. A geometria da fita é outra variável que pode ter influência na menor resistência a extração.

A fita (EMF) com primer obteve menor resistência a extração comparada com o fio e com a fita SE. Esta pode ser explicada pelas irregularidades superficiais já discutidas e pelo desprendimento da camada de óxido de titânio gerando baixa adesão durante o ensaio de pull out.

3.2.1 MEV das Superfícies do Fio e das Fitas Laminadas e Tratadas Termicamente após o Ensaio de Pull Out

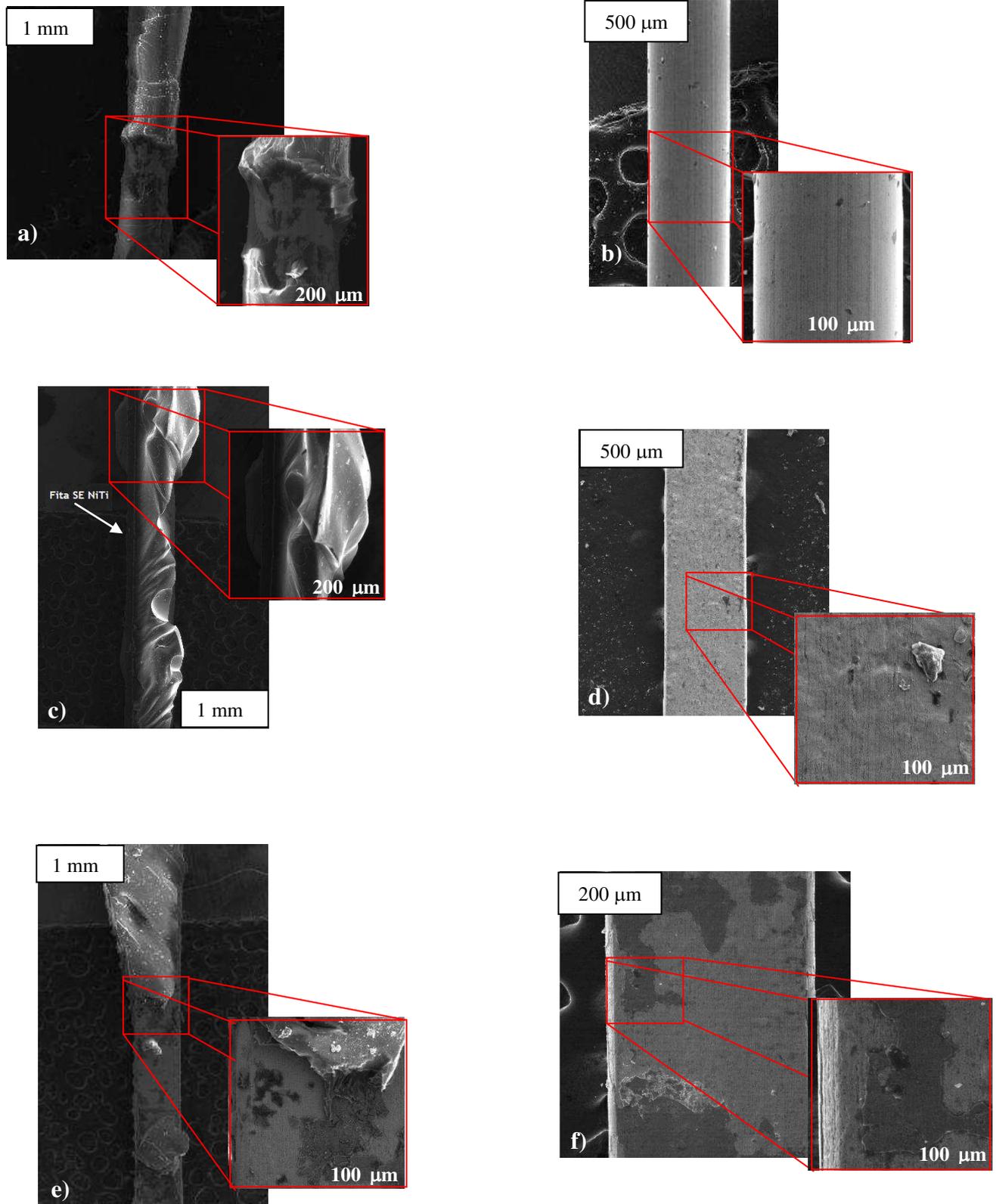
As superfícies do fio e das fitas (SE e com EMF) com e sem o primer após o ensaio de pull out, foram avaliadas via MEV. Na Figura 36 (a), (b), (c), (d), (e) e (f) são observados o fio e as fitas SE e com EMF com e sem o primer respectivamente.

O fio com primer na Figura 36 (a) apresentou em quase toda superfície embebida a presença de uma camada da borracha de silicone, o que mostra que a resistência ao cisalhamento das interfaces entre o fio de Ni-Ti/primer e primer/borracha de silicone é maior do que a resistência ao cisalhamento da borracha de silicone. Já o fio sem o primer na Figura 36 (b) não apresentou na sua superfície a presença da borracha de silicone, mostrando que a adesão física gerada pela rugosidade e porosidade é baixa.

Assim como no fio com primer, observa-se na fita SE com primer na Figura 36 (c) a presença de uma camada da borracha de silicone em toda superfícies referentes à largura da fita, porém, nas superfícies da espessura não foi observada a presença da borracha de silicone, o que pode ter contribuído para diminuição da resistência a extração (o que justifica desconsiderar a área superficial referente a espessura no cálculo da tensão de cisalhamento). Na figura 36 (d) é observada em algumas regiões da superfície da fita SE sem o primer a presença da borracha de silicone, isto indica que a adesão física na superfície da fita SE é maior que esta para o fio.

Na Figura 36 (e) é apresentado o MEV após ensaio de pull out da fita com EMF com primer. Da imagem observa-se que a presença da borracha de silicone só ocorreu em algumas regiões das superfícies referente à largura. A baixa presença da borracha de silicone foi ocasionada pela baixa fixação do primer na superfície da fita com EMF como já discutido na seção 3.1.5. Na superfície da fita com EMF sem o primer na Figura 36 (f) não foi observada a presença da borracha de silicone, mas sim de uma capa presente em algumas regiões, sendo provavelmente o óxido de titânio.

Figura 36. MEV do Fio e das Fitas Laminadas e Tratadas Termicamente após o Ensaio de Pull Out. (a) fio com primer. (b) fio sem primer. (c) fita SE com primer. (d) fita SE sem primer. (e) fita com EMF com primer. (f) fita com EMF sem primer.



Fonte: Autoria própria.

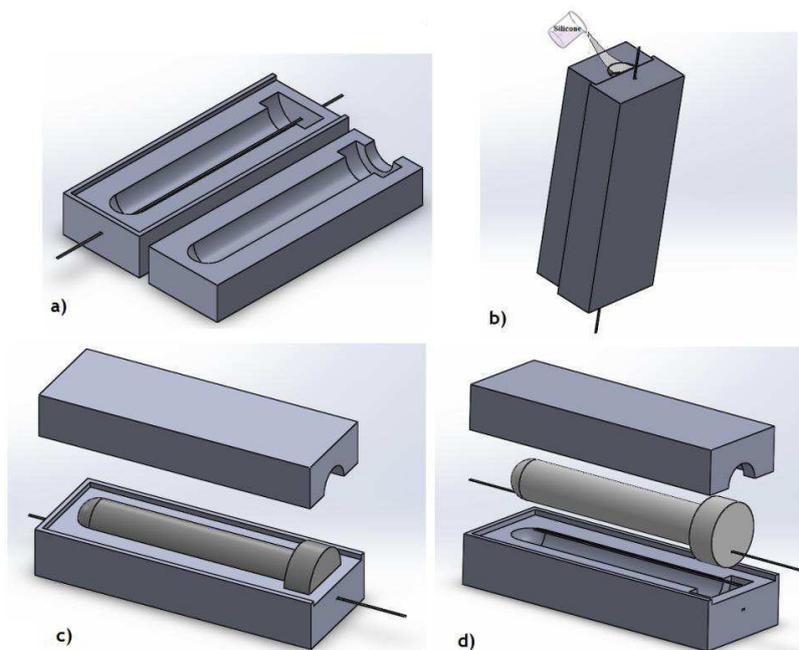
3.3 Cilindro Flexível Ativado por Fita com EMF de Ni-Ti

Para avaliar a funcionalidade da fita no desenvolvimento de estruturas flexíveis, foi fabricado um cilindro de borracha de silicone com uma fita com EMF embebida. Para maior adesão foi aplicada na superfície da fita uma camada de primer (Dow Corning 1200). Na figura 37 (a), (b), (c) e (d) é observada a sequência para fabricação do cilindro flexível com uma fita de Ni-Ti com EMF.

Para fabricação do cilindro foi desenvolvido um molde como o apresentado na figura 37 (a). A fabricação do molde foi por impressão 3D, o mesmo foi impresso na impressora da marca MakerBot pertencente ao LAMMEA. A fita com EMF com primer foi inserida no molde a uma distância de aproximadamente 6,5 mm do centro do cilindro para gerar a flambagem do mesmo após ativação da fita com EMF.

Utilizando a característica das ligas com EMF de retornarem a um estado inicial quando deformadas e aquecidas acima da (A_f), a fita com EMF desenvolvida neste trabalho foi fixada em uma de suas extremidades e aplicado um peso de 2,200 Kg (retirada do ensaio de tração para a fita EMF, figura 22 (c)) para deformá-la em 6% do seu comprimento.

Figura 37. Fabricação do cilindro flexível. (a) molde com a fita EMF inserida. (b) silicone sendo vazado no molde. (c) cilindro sendo desmoldado após a cura da borracha de silicone e (d) cilindro flexível com uma fita de Ni-Ti com EMF.

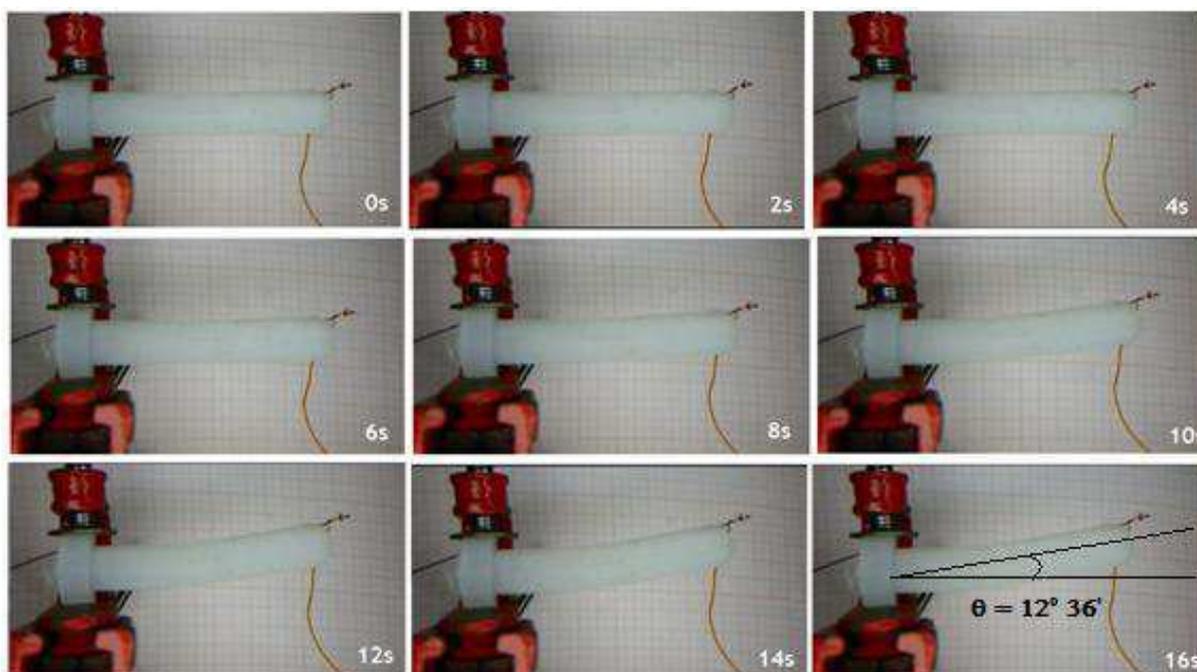


Fonte: Autoria própria.

Com o peso necessário para deformar em 6% a fita (com EMF), o silicone foi então vazado como ilustrado na figura 37 (b). A cura do silicone foi realizada a temperatura ambiente por um período de 24 horas. Após a cura o cilindro de borracha de silicone com uma fita com EMF deformada foi então desmoldado como observado nas figuras 37 (c) e (d). Para ativação da fita com EMF deformada foi utilizada um fonte de corrente contínua que foi regulada para fornecer uma corrente de ativação de 1,8 A.

Na Figura 38 observa-se uma sequência de imagens do cilindro sendo deformado pela ativação da fita com EMF, ou seja, com a recuperação do comprimento inicial gerado pela transformação de fase da martensita para austenita.

Figura 39. Ativação do cilindro flexível com uma fita de Ni-Ti com EMF.



Fonte: Autoria própria.

A deformação do cilindro observado na figura 38 é iniciada a partir dos 6s completando sua deformação máxima ($12^{\circ} 36'$) gerada pela ativação da fita aos 16s. A flambagem do cilindro é gerada pela transformação da martensita em austenita da fita com EMF pré - deformada, gerando uma carga de compressão descentrada no cilindro de borracha de silicone.

Vários estudos estão sendo realizados no desenvolvimento dos chamados soft composite (compostos macios ou flexíveis), porém a grande maioria dos estudos envolvendo LMF utilizam fios (Jin; Dong; Xu, 2016) ou tiras (She; Li; Cleary, 2015)

treinadas termicamente para imprimirem uma determinada forma sem que exista a preocupação com a interação da interface da LMF com o polímero flexível. O cilindro flexível deformado pela ativação da fita com EMF com primer, desenvolvido no presente trabalho (figuras 37 e 38) utiliza da interação da fita com a borracha de silicone para gerar a deformação do composto LMF / borracha de silicone, o que possibilita o desenvolvimento de várias aplicações envolvendo estes materiais.

4. CONCLUSÕES

Este trabalho investigou a adesão, a partir de ensaios de extração (*Pull Out*), de fios superelásticos de Ni-Ti e fitas de Ni-Ti laminadas e tratadas termicamente, incorporadas em uma matriz de borracha de silicone visando aplicações em estruturas flexíveis.

Com base nos resultados encontrados conclui-se que:

A laminação manual e subsequente tratamento térmico aumentou a rugosidade superficial das fitas produzidas, porém, estas irregularidades superficiais ocasionadas por tal processamento dificulta a fixação de forma uniforme do promotor de adesão.

Em termos de força e tensão de cisalhamento máxima extraídos do ensaio de pull out é possível inferir que o fio com primer obteve melhor adesão comparado com as fitas (SE e EMF) laminadas e tratadas termicamente.

O fio SE e as fitas (SE e EMF) de Ni-Ti sem primer, não apresentam adesão suficiente para o desenvolvimento de estruturas flexíveis compostas por borracha de silicone e tendo como elementos atuadores fios e fitas de Ni-Ti, sendo necessária a aplicação de um promotor de adesão (primer) nas superfícies das LMF.

Apesar da fita EMF com primer embebida na matriz de silicone ter apresentado adesão inferior ao fio e a fita SE, foi possível o desenvolvimento de um cilindro flexível ativado a partir dessas fitas, possibilitando assim o desenvolvimento de várias aplicações envolvendo estes materiais.

5. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- i. Aplicar tratamento de plasma na superfície das fitas (SE e EMF) e avaliar adesão deste tratamento em união com o primer a partir do ensaio de pull out.
- ii. Avaliar se existe relação da adesão entre as LMF e as borrachas de silicone com durezas shore diferentes.
- iii. Fabricar fitas com superfícies mais uniformes e avaliar a fixação do primer.
- iv. Realizar ensaios complementares para avaliar se a capa de óxido de titânio na superfície da fita com EMF influencia de forma negativa na adesão.
- v. Avaliar quantitativamente a rugosidade gerada pela laminação.
- vi. Desenvolver um modelo analítico para fitas de Ni-Ti embebidas em uma matriz cilíndrica flexível para comparação com os resultados experimentais.
- vii. Desenvolver aplicações com fios e fitas de LMF com primer embebidas em borrachas de silicone, avaliando sua funcionalidade.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ARAÚJO, C.J.; RODRIGUES, L.F.A.; COUTINHO NETO, J.F.; REIS, R.P.B. Fabrication and static characterization of carbon-fiber-reinforced polymers with embedded NiTi shape memory wire actuators. **Smart Materials and Structures**, v. 17, n. 6, p. 065004, 2008.

ASTM F2516-14, **Standard Test Method for Tension Testing of Nickel-Titanium Superelastic Materials**, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2014.

BAZ, A.J.E.C.; IMAM, K.; MCCOY, J. Active vibration control of flexible beams using shape memory actuators. **Journal of Sound and Vibration**, v. 140, n. 3, p. 437-456, 1990.

BEAUCHAMP, C.H.; RICHARD, H.; NADOLINK, S.C.; DICKINSON, L.M.D. Shape memory alloy adjustable camber (SMAAC) control surfaces. In: **Proceedings-Spie the International Society for Optical Engineering**. p. 189-189. 1992.

BUDIANSKY, B.; HUTCHINSON, J.W. Matrix fracture in fiber-reinforced ceramics. **Journal Of The Mechanics And Physics Of Solids**, [s.l.], v. 34, n. 2, p. 167-189, 1986.

BOLLAS, D.; PAPPAS, P.; PARTHENIOS, J.; GALIOTIS, C. Stress generation by shape memory alloy wires embedded in polymer composites. **Acta Materialia**, [s.l.], v. 55, n. 16, p. 5489-5499, 2007.

CHAUDHRY, Z.; ROGERS, C.A. Bending and shape control of beams using SMA actuators. **Journal of Intelligent Material Systems and Structures**, v. 2, n. 4, p. 581-602, 1992.

CHU, W.S.; LEE, K.T.; SONG, S.H.; HAN, M.W.; LEE, J.Y.; KIM, H.S.; KIM, M.S.; PARK, Y.J.; CHO, K.J.; AHN, S.H. Review of biomimetic underwater robots using smart actuators. **International journal of precision engineering and manufacturing**, v. 13, n. 7, p. 1281-1292, 2012.

DELFOLIE, C.; DEPECKER, C.; LEFEBVRE, J.M. Interfacial phenomena in glass fibre reinforced polyester resin with low profile additives Part I Micromechanical evaluation by pull out testing **Journal Of Materials Science**, [s.l.], v. 34, n. 3, p.481-495, 1999.

DIFRANCIA, C.; WARD, T.C.; CLAUS, R.O. The single-fibre pull-out test. 1: Review and interpretation. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, [s.l.], v. 27, n. 8, p. 597-612, 1996.

DOS SANTOS, C.M.L. **LIGAS Ni-Ti RICAS EM Ni - Tratamento Térmico, Termomecânico e Efeito de Micromemória de Forma**. 2006, 154f. Tese de doutorado – Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2006.

EPPS, J.; CHANDRA, R. Shape memory alloy actuation for active tuning of composite beams. **Smart Materials and Structures**, v. 6, n. 3, p. 251, 1997.

FIRSTOV, G.S.; VITCHEV, R.G.; KUMAR, H.; BLANPAIN, B.; VAN HUMBEECK, J. "Surface oxidation of NiTi shape memory alloy". **Biomaterials**, v. 23, n. 24, p. 4863–4871, dezembro, 2002.

FU, S.F.; YUE, C.Y.; HU, X.; MAI, Y.W. Analyses of the micromechanics of stress transfer in single-and multi-fiber pull-out tests. **Composites Science and Technology**, v. 60, n. 4, p. 569-579, março, 2000.

GABRY, B.; THIEBAUD, F.; LEXCELLENT, C. Topographic Study of Shape Memory Alloy Wires Used as Actuators in Smart Materials. **Journal Of Intelligent Material Systems And Structures**, [s.l.], v. 11, n. 8, p.592-603, agosto, 2000.

GRAY, R. J. Analysis of the effect of embedded fibre length on fibre debonding and pull-out from an elastic matrix. **Journal Of Materials Science**, [s.l.], v. 19, n. 3, p. 861-870, julho, 1984.

GRASSI, E.N.D. **Comportamento termomecânico de minimolas superelásticas de NiTi: influência de tratamentos térmicos**. 2014. 109f. Dissertação de Mestrado - Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2014.

GRESZCZUK, L B. Theoretical Studies of the Mechanics of the Fiber-Matrix Interface in Composites. **Interfaces In Composites**, ASTM Internationa [s.l.], p.42-58, janeiro, 1969.

HSUEH, C.H. Consideration of radial dependences of axial stresses in the shear-lag model for fibre pull-out. **Journal Of Materials Science**, [s.l.], v. 29, n. 7, p.1801-1806, agosto, 1994.

JIN, Hu; DONG, Erbao; XU, Min. Soft and smart modular structures actuated by shape memory alloy (SMA) wires as tentacles of soft robots. **Smart Materials And Structures**, [s.l.], v. 25, n. 8, p.085026-085036. 2016.

JONNALAGADDA, K.; KLINE, G.E.; SOTTOS, N.R. Local displacements and load transfer in shape memory alloy composites. **Experimental Mechanics**, v. 37, n. 1, p. 78-86, 1997.

KELLY, A. Interface Effects and the Work of Fracture of a Fibrous Composite. **Proceedings Of The Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences**, [s.l.], v. 319, n. 1536, p. 95-116, outubro, 1970.

KIM, C. A smart polymer composite actuator with thin SMA strips. **International Journal of Modern Physics B**, v. 20, n. 25, p. 3733-3738, 2006.

LAGOUDAS, D.C.; TADJBAKHSI, I.G. Active flexible rods with embedded SMA fibers. **Smart Materials and Structures**, v. 1, n. 2, p. 162 - 168, junho, 1992.

LAGOUDAS, D.C. **“Shape Memory Alloys – Modeling and Engineering Application”**. Texas, USA: Springer, 2008.

LAU, K.; POON, C.; YAM, L.; ZHOU, L. Bonding behaviors at a NiTi/epoxy interface: SEM observations and theoretical study. In: **Materials Science Forum**. Trans Tech Publications, p. 527-530, 2001.

LAU, K.T.; CHAN, W.L.; SHI, S.Q.; ZHOU, L.M. Interfacial bonding behaviour of embedded SMA wire in smart composites. Micro-scale observation. **Materials and design**, v. 23, p. 265 – 270, 2002.

LAWRENCE, P. Some theoretical considerations of fibre pull-out from an elastic matrix. **Journal Of Materials Science**, [s.l.], v. 7, n. 1, p.1-6, janeiro, 1972.

LEE, T.K.; SUBRAMANIAN, K.N. A theoretical and experimental analysis of the debonding process of ductile-ribbon embedded in a brittle matrix. **Journal of materials science letters**, v. 12, n. 22, p. 1758-1764, 1993.

LEVY NETO, F.; PARDINI, L.C. **Compósitos Estruturais: Ciência e Tecnologia**. 2. ed. São Paulo: Blucher, 2016.

LIANG, C.; JIA, J.; ROGERS, C. Behavior of shape memory alloy reinforced composite plates. II-Results. In: **30th Structures, Structural Dynamics and Materials Conference**, p. 1331, 1989.

MULLINS, L. Effect of stretching on the properties of rubber. **Rubber Chemistry and Technology**, v. 21, n. 2, p. 281-300, 1948.

NEUKING, K.; ZARIFA, A.A.; YOCHEU-KEMTCHOU, S.; EGGELER, G. Polymer/NiTi-composites: Fundamental Aspects, Processing and Properties. **Advanced Engineering Materials**, [s.l.], v. 7, n. 11, p.1014-1023, novembro, 2005.

OTSUKA, K.; WAYMAN, C.M. **Shape Memory Materials**. Cambridge, Uk: Cambridge University Press, 1998.

PSARRAS, G.C.; PARTHENIOS, J.; GALIOTIS, C. Adaptive composites incorporating shape memory alloy wires Part I Probing the internal stress and

temperature distributions with a laser Raman sensor. **Journal of materials science**, v. 36, n. 3, p. 535-546, 2001.

POON, C.K. **Interfacial behaviours of smart composites**. 2004. Tese de Doutorado. The Hong Kong Polytechnic University, 2004.

RAO, A.; SRINIVASA, A.R.; REDDY, J.N. Introduction to Shape Memory Alloys. **Design Of Shape Memory Alloy (sma) Actuators**, [s.l.], p.1-31, maio, 2015.

REY, T.; RAZAN, F.; ROBIN, E.; FAURE, S.; LE CAM, J.B.; CHAGNON, G.; GIRARD, A.; FAVIER, D. Mechanical characterization and comparison of different NiTi/silicone rubber interfaces. **International Journal Of Adhesion And Adhesives**, [s.l.], v. 48, p.67-74, janeiro, 2014.

RODRIGUE, H.; WEI, W.; BHANDARI, B.; AHN, S.H. Fabrication of wrist-like SMA-based actuator by double smart soft composite casting. **Smart Materials and Structures**, [s.l.], v. 24, n. 12, p. 125003 - 125013, outubro, 2015.

ROGERS, C.; BARKER, D. Experimental studies of active strain energy tuning of adaptive composites. In: **31st Structures, Structural Dynamics and Materials Conference**, p. 1086, 1990.

SADRNEZHAAD, S.K.; NEMATI, N.H.; BAGHERI, R. Improved adhesion of NiTi wire to silicone matrix for smart composite medical applications. **Materials & Design**, [s.l.], v. 30, n. 9, p. 3667-3672, outubro, 2009.

SCHROOTEN, J.; TSOI, K.A.; STALMANS, R. Comparison between generation of recovery stresses in shape memory wires and composites: theory and reality. **Smart Materials**, [s.l.], p.114-124. 2001.

SHEPHERD, R.F.; ILIEVSKI, F.; CHOI, W.; MORIN, S.A.; STOKES, A.A.; MAZZEO, A.D.; CHEN, X.; WANG, M.; WHITESIDES, G.M. Multigait soft robot. **Proceedings of the National Academy of Sciences**, v. 108, n. 51, p. 20400 - 20403, agosto, 2011.

SILVA, K.C.A. **CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS DE MATRIZ POLIMÉRICA COM LIGAS COM MEMÓRIA DE FORMA PARA APLICAÇÃO EM MICROATUADORES.** 2013. 65f. Dissertação de Mestrado - Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2013.

SHE, Y.U.; LI, C.; CLEARY, J. Design and Fabrication of a Soft Robotic Hand With Embedded Actuators and Sensors. **Journal Of Mechanisms And Robotics**, [s.l.], v. 7, n. 2, p.0210071-0210079, fevereiro, 2015.

SMITH, N.A.; ANTOUN, G.G.; ELLIS, A.B.; CRONE, W.C. Improved adhesion between nickel–titanium shape memory alloy and a polymer matrix via silane coupling agents. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, [s.l.], v. 35, n. 11, p.1307-1312, novembro, 2004.

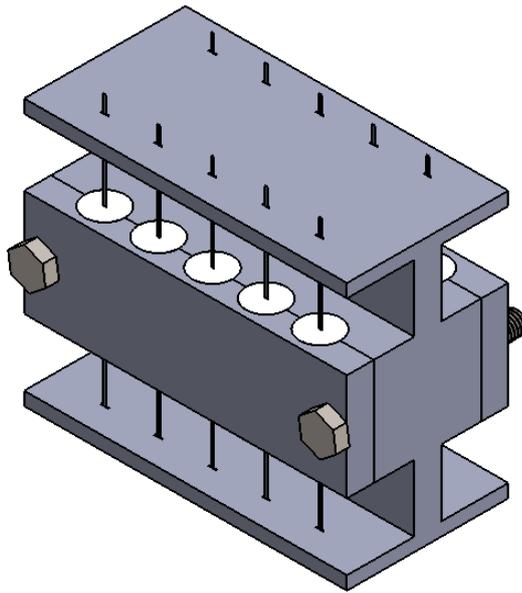
STRICHER, A.M.; RINALDI, R.G.; BARRÈS, C.; GANACHAUD, F.; CHAZEAU, L. How I met your elastomers: from network topology to mechanical behaviours of conventional silicone materials. **RSC Advances**, [s.l.], v. 5, n. 66, p. 53713-53725, 2015.

VOKOUN, D.; KAFKA, V.; HU, C.T. Recovery stresses generated by NiTi shape memory wires under different constraint conditions. **Smart materials and structures**, v. 12, n. 5, p. 680, 2003.

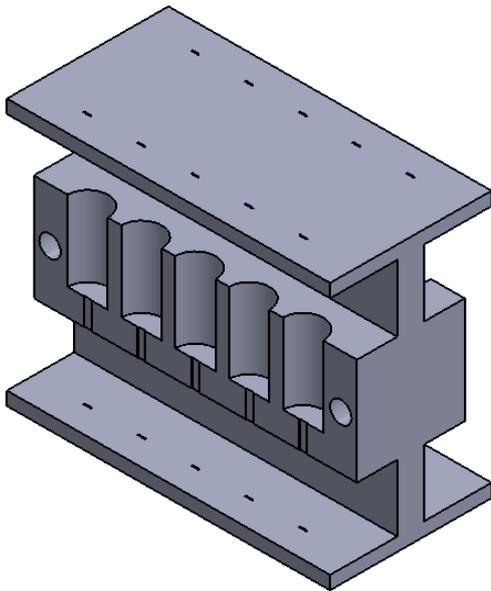
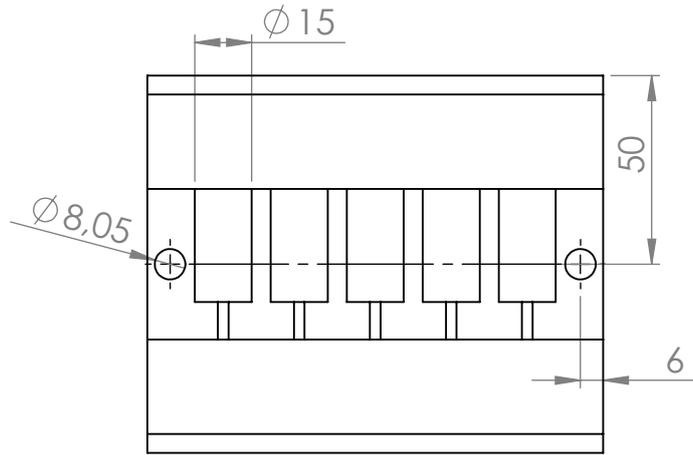
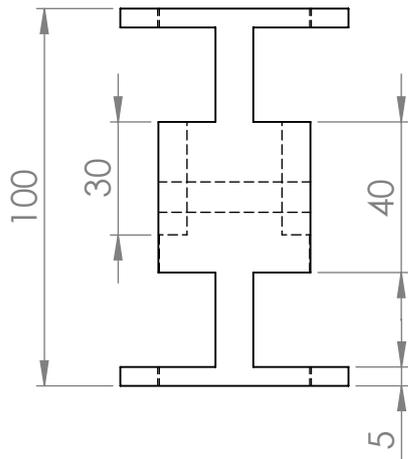
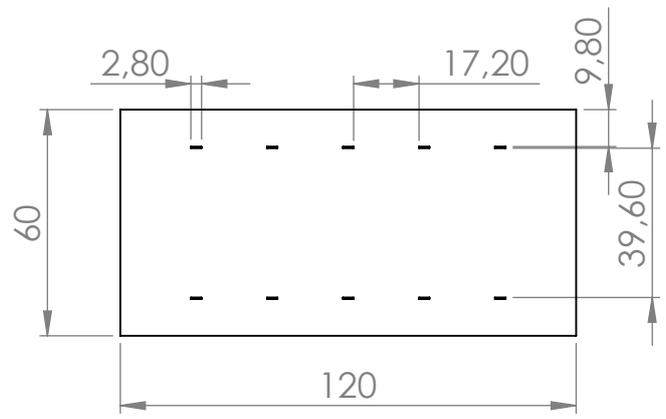
WANG, W.; RODRIGUE, H.; LEE, J.Y.; HAN, M.W.; HAN, S.H. Smart Phone Robot Made of Smart Soft Composite (SSC). **Composites Research**, [s.l.], v. 28, n. 2, p.5 2-57, 2015.

ZHENG, Y.J; SCHROOTEN, J; TSOI, K.A. Thermal response of glass fibre/epoxy composites with embedded TiNiCu alloy wires. **Materials Science And Engineering: A**, [s.l.], v. 335, n. 1-2, p.157-163, 2002.

APÊNDICE A



SE NÃO ESPECIFICADO: DIMENSÕES EM MILÍMETROS ACABAM. SUPERFÍCIE: TOLERÂNCIAS: LINEAR: ANGULAR:		ACABAMENTO:		DEBUR AND BREAK SHARP EDGES		NÃO MUDAR A ESCALA DO DESENHO		REVISÃO	
NOME		ASSINATURA		DATA		TÍTULO:			
DES.						DES. Nº			
VERIF.									
APROV.									
MANUF									
QUALID				MATERIAL:		Montagem Molde		A4	
				PESO:		ESCALA: 1:2		FOLHA 1 DE 1	



SE NÃO ESPECIFICADO:
DIMENSÕES EM MILÍMETROS
ACABAM. SUPERFÍCIE:
TOLERÂNCIAS:
LINEAR:
ANGULAR:

ACABAMENTO:

DEBUR AND
BREAK SHARP
EDGES

NÃO MUDAR A ESCALA DO DESENHO

REVISÃO

	NOME	ASSINATURA	DATA		
DES.					
VERIF.					
APROV.					
MANUF					
QUALID					
				MATERIAL:	
				PESO:	

TÍTULO:

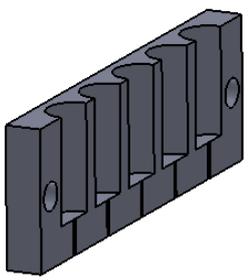
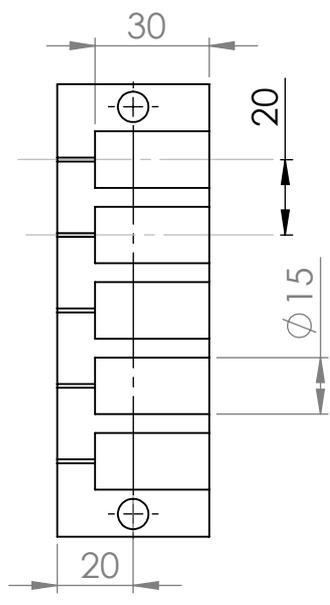
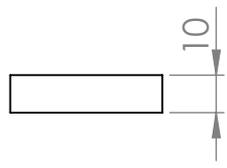
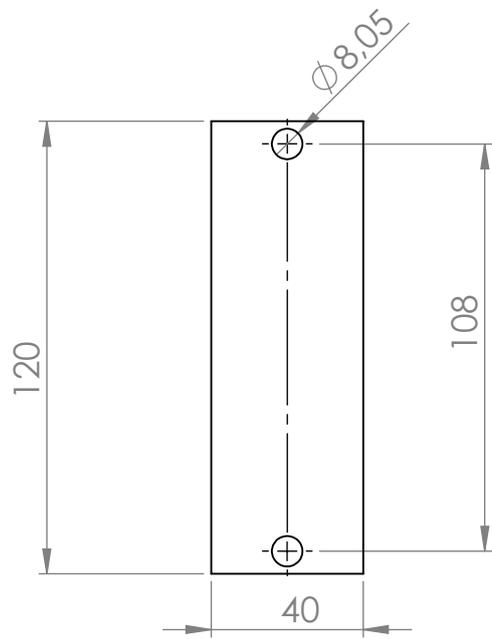
DES. Nº

Molde

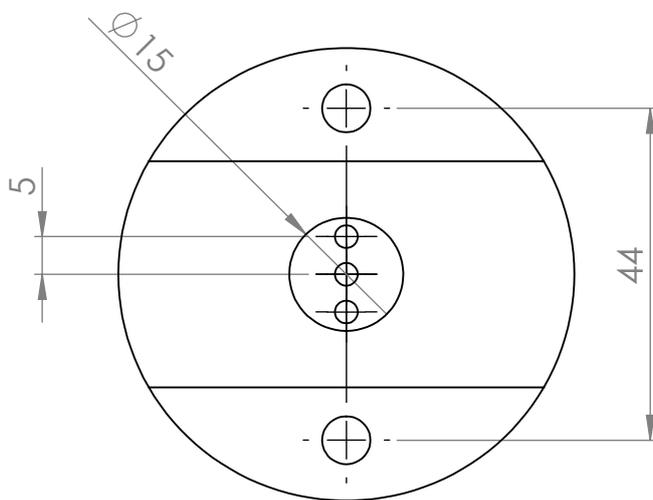
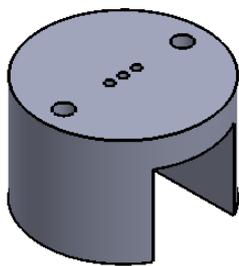
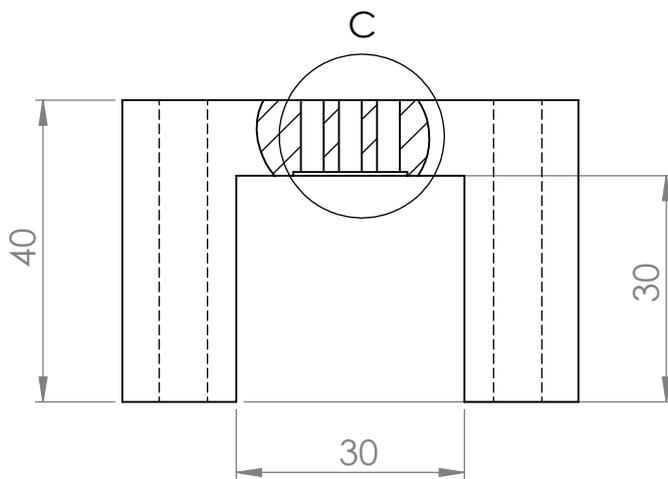
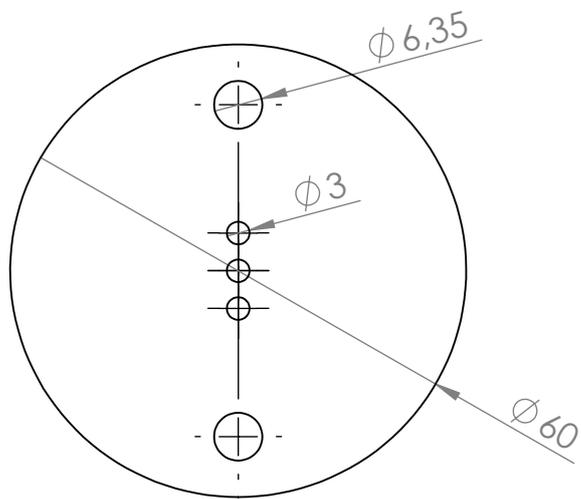
A4

ESCALA: 1:2

FOLHA 1 DE 1



SE NÃO ESPECIFICADO: DIMENSÕES EM MILÍMETROS ACABAM. SUPERFÍCIE: TOLERÂNCIAS: LINEAR: ANGULAR:		ACABAMENTO:		DEBUR AND BREAK SHARP EDGES		NÃO MUDAR A ESCALA DO DESENHO		REVISÃO	
NOME		ASSINATURA		DATA		TÍTULO:			
DES.						DES. Nº Molde Es / Dir			
VERIF.									
APROV.									
MANUF									
QUALID									
				MATERIAL:		ESCALA: 1:1		FOLHA 1 DE 1	
				PESO:				A4	



SE NÃO ESPECIFICADO:
DIMENSÕES EM MILÍMETROS
ACABAM. SUPERFÍCIE:
TOLERÂNCIAS:
LINEAR:
ANGULAR:

ACABAMENTO:

DEBUR AND
BREAK SHARP
EDGES

NÃO MUDAR A ESCALA DO DESENHO

REVISÃO

	NOME	ASSINATURA	DATA		
DES.					
VERIF.					
APROV.					
MANUF.					
QUALID.				MATERIAL:	
				PESO:	

TÍTULO:

DES. Nº

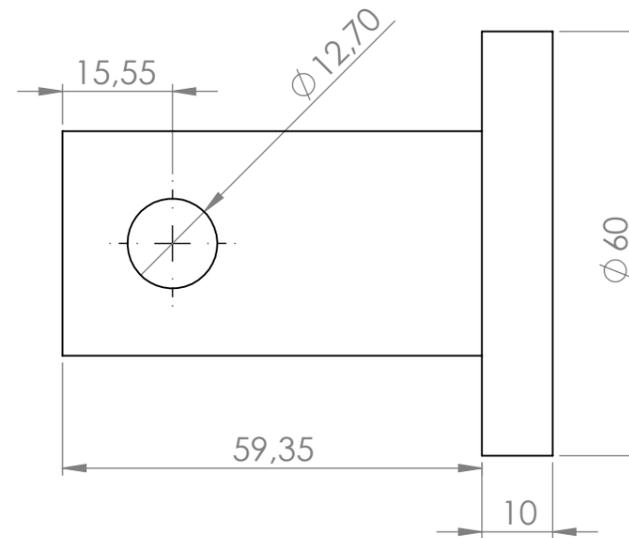
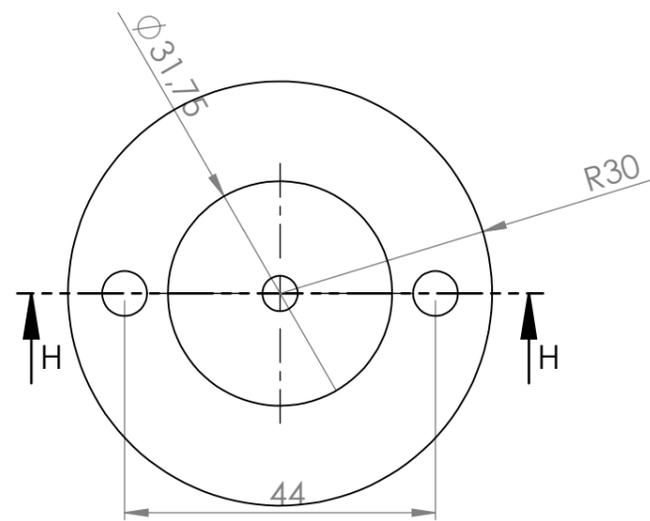
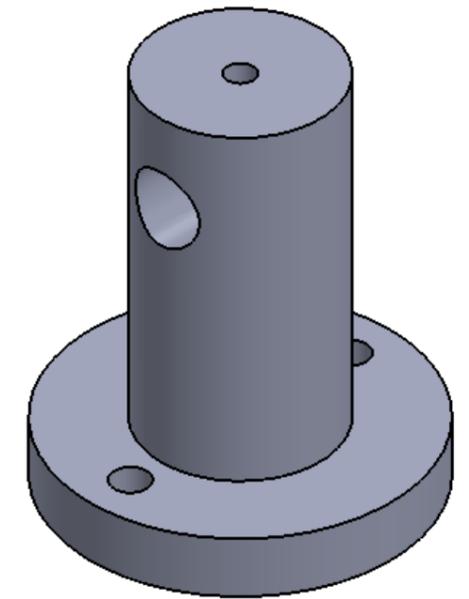
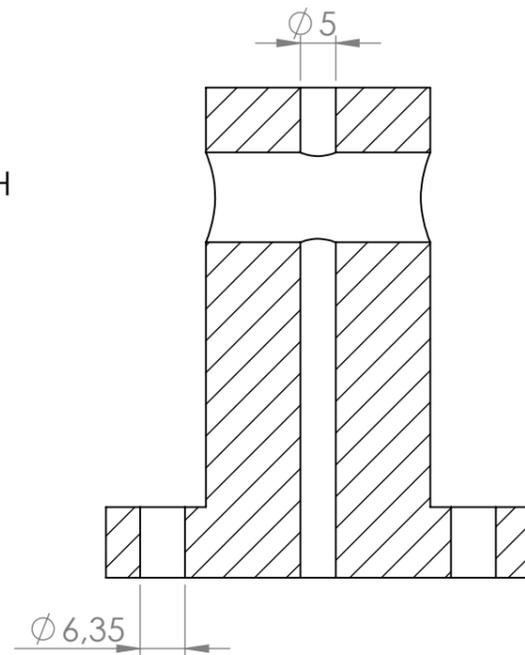
tampa garra

A4

ESCALA:1:1

FOLHA 1 DE 1

SEÇÃO H-H



SE NÃO ESPECIFICADO: DIMENSÕES EM MILÍMETROS ACABAM. SUPERFÍCIE: TOLERÂNCIAS: LINEAR: ANGULAR:				ACABAMENTO:		REBARBAR E QUEBRAR ARESTAS AGUDAS		NÃO MUDAR ESCALA DO DESENHO		REVISÃO	
								TÍTULO:			
DESEN.				NOME		ASSINATURA		DATA			
VERIF.											
APROV.											
MANUF.											
QUALID.								MATERIAL:		DES. Nº	
										base	
								PESO:		ESCALA:1:1	
										FOLHA 1 DE 1	
										A3	