

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

**DISSERTAÇÃO**

**COMPORTAMENTO EM FADIGA TERMOMECÂNICA DE FIOS DE LIGA  
COM MEMÓRIA DE FORMA CuAlNi**

Suelene Silva Araújo

**Orientador:** Prof. Dr. Carlos José de Araújo

Campina Grande  
2015

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

**COMPORTAMENTO EM FADIGA TERMOMECÂNICA DE FIOS DE LIGA  
COM MEMÓRIA DE FORMA CuAlNi**

Suelene Silva Araújo

Dissertação apresentada ao Programa  
de Pós-Graduação em Engenharia  
Mecânica como requisito parcial à  
obtenção do título de MESTRE EM  
ENGENHARIA MECÂNICA

**Orientador:** Prof. Dr. Carlos José de Araújo

Agência Financiadora: (CNPq)

Campina Grande

2015



“COMPORTAMENTO EM FADIGA TERMOMECÂNICA DE FIOS DE LIGAS COM  
MEMÓRIA DE FORMA Cu-Al-Ni”

**SUELENE SILVA ARAÚJO**

Dissertação Aprovada em 07/08/2015 pela Banca Examinadora constituída dos seguintes  
membros:



---

**Dr. Carlos José de Araújo**

Orientador

PPGEM/UAEM/CCT/UFCEG

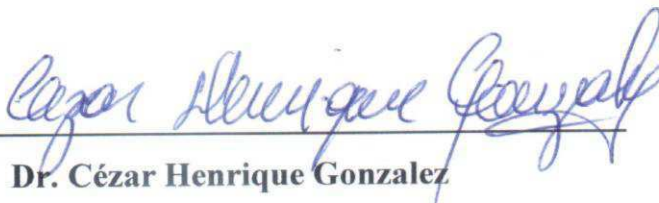


---

**Dr. Marco Antonio dos Santos**

Examinador Interno

PPGEM/UAEM/CCT/UFCEG



---

**Dr. César Henrique Gonzalez**

UFPE

## DEDICATÓRIA

*Dedico esta conquista, aos que sempre estiveram ao meu lado: meus queridos pais, minhas irmãs, meu amado esposo e meu filho!*

## AGRADECIMENTOS

Em forma de gratidão à todos que contribuíram para a realização deste trabalho venho agradecer:

Em primeiro lugar a Deus por me conceder a vida, e nunca me deixar fraquejar na fé;

A meus pais Maria do Carmo e Marcos Suel pela educação, amor e dedicação que sempre demonstraram ter comigo, sendo meus maiores incentivadores;

A minhas irmãs e Suênia e Sueila por serem minhas amigas e companheiras de uma vida toda;

A meu esposo Paolo Eduardo por seu amor, companheirismo e principalmente paciência que demonstrou durante toda a caminhada sendo meu porto seguro nos momentos de fraqueza;

A meu filho, meu pequeno Pietro que mesmo na sua inocência em cada sorriso me dava forças para continuar dia após dia;

Ao meu orientador Prof. Carlos José, não apenas pela orientação, disponibilidade, compreensão e paciência que sempre demonstrou, mas acima de tudo por respeitar meus limites e confiar na minha capacidade;

Aos meus queridos amigos do Lammea, Daniella, Estephanie, Fernandinho, George, Jackson, Paulo César e Roana, por cada contribuição, conversa e principalmente pela amizade conquistada;

Ao Prof. João Batipsta, pelo incentivo, disponibilidade e ajuda de sempre;

Ao órgão de fomento do CNPq pelo apoio financeiro.

E a todos que de uma maneira direta ou indireta contribuíram para que eu chegasse até aqui,

Muito obrigada!

*“As esperanças se renovam, quando continuamos tentando. E os desejos se realizam, quando a vontade de vencer supera os obstáculos”.*  
*(Autor Desconhecido).*

# COMPORTAMENTO EM FADIGA TERMOMECÂNICA DE FIOS DE LIGA COM MEMÓRIA DE FORMA CuAlNi

## RESUMO

Neste trabalho foi avaliado o comportamento dinâmico e a fadiga termomecânica de fios de uma liga com memória de forma (LMF) CuAlNi submetidos a ensaios cíclicos utilizando um analisador dinâmico mecânico (DMA). Assim, foram realizadas análises para determinar a capacidade de amortecimento e o módulo de elasticidade dos fios e adicionalmente a fadiga estrutural sob controle de deformação em modo de flexão simples alternada, a partir da variação da amplitude de deslocamento, para três temperaturas distintas. O comportamento dinâmico revelou uma considerável capacidade de amortecimento dos fios, principalmente durante a transformação de fase martensítica, apresentando um expressivo pico de absorção de energia. Além disso, o módulo de elasticidade (rigidez) apresentado pelos fios revelou a existência de um importante aumento durante a transformação, diferenciando as duas distintas fases. Notou-se também a partir dos resultados dos ensaios de fadiga que as características funcionais dos fios dependem de forma direta da amplitude de deformação imposta, influenciando nos valores de tensão e no tempo de vida dos fios, revelando que a fadiga pode ser considerada de baixo ciclo.

**Palavras-chave:** Ligas com memória de forma, Liga Cu-Al-Ni, Capacidade de amortecimento, DMA, Fadiga.



# THERMOMECHANICAL FATIGUE BEHAVIOR OF CuAlNi SHAPE MEMORY ALLOY WIRES

## ABSTRACT

This study evaluated the dynamic behavior and the thermomechanical fatigue of CuAlNi SMA wires subjected to cyclic tests using a DMA device. Therefore, analyzes were performed to determine the damping capacity and stiffness of SMA wires, in addition to structural fatigue under strain control from the amplitude variation at three different temperatures. The evolution of the wire's behavior has shown a considerable damping capacity, mainly during the martensitic phase transformation, presenting a significant peak of energy absorption. Moreover, the storage modulus (stiffness), revealed a significant increase during transformation, differentiating the distinct phases. It has been also noted, from the results of fatigue tests, that the functional behavior of the SMA wires depend directly on the amplitude of the imposed strain, influencing on the stress values as well as on the wire's lifetime, revealing that fatigue can be considered of low cycle type.

**Keywords:** Shape memory alloys, Cu-Al-Ni alloy, Damping capacity, DMA, Fatigue.

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1- Representação esquemática da transformação de fase em LMF.....	25
Figura 2- Ilustração das temperaturas de transformação de fase e histerese em temperatura para uma LMF NiTi. ....	27
Figura 3 - Resultado esquemático típico de um ensaio DSC em uma LMF NiTi.....	28
Figura 4 - Imagens de microscopias óticas da fase martensítica de auto-acomodação em uma liga CuAlNi, mostrando sua estrutura maclada, em forma de agulha, em uma matriz austenítica. ....	29
Figura 5 - Representação esquemática das estruturas cristalinas da austenita e martensita: a) LMF em transformação de fase na ausência de tensão mecânica, formando martensita de auto-acomodação ou maclada; b) martensita maclada sob tensão mecânica em processo de orientação; c) estrutura martensítica completamente orientada após aplicação contínua de carga mecânica.....	30
Figura 6 - Ilustração do EMFS através de uma curva tensão x deformação de uma LMF. ....	31
Figura 7 - Ilustração da SE através de uma curva tensão x deformação de uma LMF em estado austenítico. ....	33
Figura 8 - Distribuição global de patentes utilizando elementos de LMF registradas do ano 1990 até 2013. ....	34
Figura 9 - Principais aplicações existentes para LMF no âmbito biomédico. ....	35
Figura 10 Chevron de geometria variável (VGC) para uma aeronave da Boeing. ....	36
Figura 11 - Mão Robótica.....	36
Figura 12 - Potenciais aplicações de atuadores térmicos de LMF em automóveis: (1) Radiador; (2) Embreagem; (3) Controle de combustível; (4) Controle de temperatura; (5) Controle do motor; (6) Refrigeração do freio; (7) Controle de transmissão e (8) Ajuste da suspensão.....	37
Figura 13 - Microestrutura típica de um LMF CuAlNi (estado martensítico) a temperatura ambiente. ....	38
Figura 14 - Possibilidades de ordenação estrutural da fase $\beta$ de alta temperatura. .	39
Figura 15 - Curvas de DSC para LMF CuAl4Ni (% em peso) com diferentes quantidades de Al. ....	40
Figura 16 - Comportamento do módulo de elasticidade x temperatura do compósito CFRP-NiTi testada no modo tração.....	42

Figura 17 - Capacidade de amortecimento em função da temperatura durante o aquecimento para uma LMF CuAlNi comparativamente ao latão e ao bronze. ....	43
Figura 18 - Esquema ilustrativo de uma Curva de Wohler típica. ....	45
Figura 19 - Processo de fadiga tipicamente observado nos materiais metálicos em geral. ....	46
Figura 20 - Aspecto macroscópico de uma ruptura por fadiga, indicando o ponto de início da trinca, sua propagação e ruptura fina sob carregamento de tração e torção respectivamente. ....	47
Figura 21 - Esquematização de curvas de fadiga típicas. Na curva A observa-se a existência do limite a fadiga ( $\sigma_e$ ), abaixo do qual pode ser aplicada uma tensão por um número infinito de ciclos; na curva B este limite não é observado e esta representa materiais como alumínio e alguns aços de alta resistência. ....	48
Figura 22 - Resultado de DMA de um fio de NiTi com controle de carga aplicada. ..	51
Figura 23 - Tipos de solicitações mais usuais em um equipamento de DMA. ....	52
Figura 24 - Variação de parâmetros (de tensão, de carga, de amplitude e rigidez) em um ensaio de fadiga no DMA. ....	54
Figura 25 - Sequência metodológica empregada neste estudo. ....	55
Figura 26 - Sequência fotográfica dos fios de LMF CuAlNi. ....	56
Figura 27- Fotografia da amostra de fio LMF CuAlNi conforme utilizada neste trabalho. ....	57
Figura 28 - Esquema ilustrativo do procedimento de ciclagem térmica usado. ....	58
Figura 29 - Calorímetro DSC modelo Q20 da TA Instruments, com ampliação da parte interior. ....	59
Figura 30 - Analisador dinâmico mecânico (DMA) utilizado. (a) Visão geral do equipamento. (b) Garra de flexão utilizada. ....	60
Figura 31 - Máquina de ensaios Instron Electropuls E10000. (a) Vista geral da máquina de ensaios. (b) Detalhe da garra e do fio CuAlNi instalado. ....	61
Figura 32 - Distribuição das principais zonas de tensão no modo de flexão simples. ....	63
Figura 33 - Análise DSC para os fios CuAlNi em diferentes estados: (a) Como recebido (bruto), (b) Sem ciclagem térmica e (c) Com ciclagem térmica. ....	66
Figura 34 - Análise DSC de um LMF NiTi submetida a um número crescente de ciclos térmicos. ....	68
Figura 35 - Comportamento da capacidade de amortecimento com a variação da frequência (de 1 a 10 Hz) em função da temperatura para o fio de LMF de CuAlNi. ....	70

Figura 36 - Comportamento da capacidade de amortecimento com a variação da frequência (de 1 a 10 Hz) em função da temperatura para uma LMF de NiTi. ....	71
Figura 37 - Comportamento do módulo de elasticidade ( $E$ ) com a variação da frequência (de 1 a 10 Hz) em função da temperatura para o fio de LMF CuAlNi. ....	72
Figura 38 - Comportamento da capacidade de amortecimento em função da temperatura para diferentes amplitudes de oscilação variando (de 1 a 20 $\mu\text{m}$ ) aplicadas ao fio LMF CuAlNi. ....	73
Figura 39 - Comportamento do módulo de elasticidade ( $E$ ) em função da temperatura para diferentes valores da amplitude de oscilação (de 1 a 20 $\mu\text{m}$ ) aplicada ao fio LMF CuAlNi. ....	74
Figura 40 - Comportamento da capacidade de amortecimento em função da temperatura para diferentes valores da taxa de aquecimento (de 2º a 20ºC) para o fio de LMF CuAlNi. ....	75
Figura 41 - Comportamento da módulo de elasticidade ( $E$ ) em função da temperatura para diferentes valores da taxa de aquecimento (de 2º a 20ºC/min) para o fio de LMF CuAlNi. ....	76
Figura 42 - Capacidade de amortecimento e variação do módulo de elasticidade em função da temperatura para o fio de CuAlNi estudado. ....	78
Figura 43 - Curva tensão x deformação para o ensaio monotônico de tração nos fios de LMF CuAlNi usados neste estudo da vida em fadiga. ....	79
Figura 44 - Evolução do comportamento dos fios CuAlNi para o ensaio de fadiga a temperatura de 30ºC com variação da amplitude de 1000 (0,6%) a 2500 $\mu\text{m}$ (1,5%). ....	81
Figura 45 - Evolução do comportamento dos fios CuAlNi para o ensaio de fadiga a temperatura de 90ºC com variação da amplitude de 1000 (0,6%) a 2500 $\mu\text{m}$ (1,5%). ....	83
Figura 46 - Evolução da tensão comportamento dos fios CuAlNi para o ensaio de fadiga a temperatura de 150ºC com variação da amplitude de 1000 (0,6%) a 2500 $\mu\text{m}$ (1,5%). ....	84
Figura 47- Influência da variação da amplitude na evolução da vida em fadiga do fio de CuAlNi nas temperaturas de (a) 30ºC, (b) 90ºC e (c) 150ºC respectivamente. ....	86
Figura 48 - Curvas DSC dos fios de CuAlNi rompidos no resfriamento e aquecimento respectivamente, sob diferentes níveis de amplitude, na temperatura de 30ºC. ....	89

Figura 49 - Curvas DSC dos fios de CuAlNi rompidos no resfriamento e aquecimento respectivamente, sob diferentes níveis de amplitude de tensão, na temperatura de 90°C.....	91
Figura 50 - Curvas DSC dos fios de CuAlNi rompidos no resfriamento e aquecimento respectivamente, sob diferentes níveis de amplitude de tensão, na temperatura de 150°C.....	93
Figura 51 - Imagens da superfície do fio de CuAlNi rompido no teste de tração monotônica. Aumentos de 100x, 200x e 300x.....	94
Figura 52 - Imagens da superfície do fio de CuAlNi rompido a 2500 µm e 150°C com aumento de 200x e 300x.....	95
Figura 53 - Imagens de MEV dos fios CuAlNi submetidos ao ensaio de fadiga no DMA com amplitude 1000, 1500, 2000 e 2500 µm a 90°C, rompidos com (a) 6.173.ciclos, (b) 4.962ciclos, (c) 89.995 ciclos e (d) 403 ciclos.....	98
Figura 54 - Imagens de MEV dos fios CuAlNi submetidos ao ensaio de fadiga no DMA com amplitude de 1000 µm na temperatura de 150°C, rompidos com: (a) 942 ciclos, (b) 11.459 ciclos, (c) 17.847 ciclos e (d) 2.696 ciclos.....	100
Figura 55 - Curvas de Wohler para quatro valores de deformação 0,6%, 0,9%, 1,2% e 1,5% nas temperaturas de 30º, 90º e 150°C. ....	102

## ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1- Valores das temperaturas de transformação de fase, entalpia de transformação e histerese térmica para todos os casos estudados. ....	67
Tabela 2 - Valores das temperaturas de transformação de fase, entalpia de transformação e histerese térmica dos fios de CuAlNi rompidos a 30°C. ....	89
Tabela 3 - Valores das temperaturas de transformação de fase, entalpia de transformação e histerese térmica dos fios de CuAlNi rompidos a 90°C. ....	92
Tabela 4 - Valores das temperaturas de transformação de fase, entalpia de transformação e histerese térmica dos fios de CuAlNi rompidos a 150°C. ....	93

## SÍMBOLOS E ABREVIACÕES

**LMF** – Liga com efeito de memória de forma

**TMT** – Transformação martensítica termoelástica

**EMF** – Efeito de memória de forma

**EMFS** – Efeito de memória de forma simples

**EMFR** – Efeito de memória de forma reversível

**SE** – Superelasticidade

**M<sub>s</sub>** – Temperatura de início de transformação direta austenita – martensita

**M<sub>f</sub>** – Temperatura final da transformação direta austenita – martensita

**A<sub>s</sub>** – Temperatura de início da transformação reversa martensita – austenita

**A<sub>f</sub>** – Temperatura final da transformação reversa martensita – austenita

**H<sub>t</sub>** – Histerese da transformação

**N** - Número de ciclos de vida

**LaMMEA** – Laboratório Multidisciplinar de Materiais e Estruturas Ativas

**UAEM** - Unidade Acadêmica de Engenharia Mecânica

**UFCG** – Universidade Federal de Campina Grande

## SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO .....	18
2 OBJETIVOS.....	22
2.1 Objetivo geral .....	22
2.2 Objetivos específicos .....	22
3 JUSTIFICATIVA.....	23
4 REVISÃO DA LITERATURA .....	23
4.1 Estruturas adaptativas.....	23
4.2 Ligas com memória de forma (LMF).....	24
4.2.1 Transformação martensítica termoelástica (TMT): Generalidades .....	26
4.2.2 Mecanismos do efeito memória de forma (EMF) e superelasticidade (SE) ..	30
4.2.3 Aplicações .....	33
4.3 LMF de CuAlNi.....	37
4.4 Capacidade de amortecimento.....	40
4.5 Fadiga em metais.....	44
4.5.1 Fadiga em LMF .....	49
4.6 Análise dinâmico mecânica (DMA).....	52
5 MATERIAIS E MÉTODOS .....	55
5.1 Fluxograma de desenvolvimento da pesquisa.....	55
5.2 Seleção da LMF .....	56
5.3. Preparação dos fios de CuAlNi .....	57
5.4 Tratamento Térmico .....	57
5.5 Ciclagem Térmica .....	57
5.6 Caracterização pré fadiga .....	58
5.6.1 Térmica: calorimetria diferencial de varredura (DSC).....	58
5.6.2 Termomecânica: análise dinâmico mecânica (DMA).....	59
5.6.3 Resistência mecânica: ensaios de tração .....	61
5.7 Fadiga termomecânica.....	62
5.8 Caracterização pós fadiga.....	63
5.8.1 Térmica: calorimetria diferencial de varredura (DSC).....	64
5.8.2 Fratura: Microscopia eletrônica de varredura (MEV) .....	64
6 RESULTADOS E DISCUSSÕES .....	65
6.1 Térmica: calorimetria diferencial de varredura (DSC) .....	65
6.1.1 Temperaturas de transformação de fase, entalpia de transformação e histerese térmica .....	65



6.1.2 Termomecânica: Análise Dinâmico Mecânica (DMA).....	69
6.2 Resistência mecânica: Ensaio de tração .....	78
6.3 Fadiga termomecânica .....	80
6.3.1 Influência da amplitude .....	85
6.4 Caracterização pós-fadiga .....	88
6.4.1 Temperaturas de transformação.....	88
6.4.2 Fratura: Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) .....	94
6.5 Vida em fadiga: curvas de Wohler .....	101
7 SÍNTESE DOS RESULTADOS.....	103
8 CONSIDERAÇÕES FINAIS .....	105
9 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	106
10 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	107

## 1 INTRODUÇÃO

O impulso tecnológico das últimas décadas tem mobilizado pesquisadores no mundo inteiro pela busca de materiais e sistemas inteligentes capazes de superar restrições técnicas e comerciais, tais como: espaço disponível, ambiente operacional, tempo de resposta e custo permissível sem comprometer a compatibilidade desses sistemas com o meio ambiente e as tecnologias já existentes (Jani *et al.*, 2014). Em resposta a essa necessidade, surgiu uma nova classe de materiais, denominados de *multifuncionais*, que correspondem a compostos ou híbridos de várias fases de materiais diferentes. Trata-se de materiais em que cada fase executa uma função diferente, mas necessárias, tais como estrutural, de transporte, lógica, ou de armazenamento de energia. O diferencial neste caso está na possibilidade de se obter materiais com melhor desempenho, a um baixo consumo energético, reduzido espaço ocupado, alta confiabilidade, menor tempo de reação e custo relativamente acessível quando comparados aos materiais tradicionais (Momoda, 2004).

Entre os materiais capazes de originar estes tipos de benefícios, estão àqueles classificados como *ativos* ou *inteligentes*, e que podem funcionar como sensores e/ou atuadores, como é o caso das Ligas com Memória de Forma (LMF). Estes materiais têm como principais fenômenos associados ao seu comportamento termomecânico, o Efeito Memória de Forma (EMF) e a Superelasticidade (SE), e se caracterizam pela surpreendente capacidade de retornar a sua forma original após serem deformados pseudoplasticamente e submetidos a um aquecimento subsequente (Otsuka e Wayman, 1998).

O Efeito de Memória de Forma (EMF) está intimamente associado a uma transformação de fase do tipo martensítica, cristalograficamente reversível em função da temperatura (Otsuka e Wayman, 1998). Em temperaturas mais baixas tem-se a fase martensita, na qual se introduz a deformação pseudoplástica, enquanto que, aquecendo-se o material, a fase austenita aparece gradualmente, resultando na recuperação da forma previamente estabelecida antes da deformação.

A Superelasticidade (SE), por sua vez, se caracteriza como um caso especial do EMF e ocorre quando o carregamento e o descarregamento mecânico

são suficientes para promover a total mudança da fase austenita para uma martensita induzida por tensão, com a conseqüente deformação (carregamento) e recuperação da forma (descarregamento), estando o material acima de uma temperatura constante correspondente a uma estrutura completamente austenítica.

Dentre as ligas metálicas que apresentam os fenômenos de EMF e SE destacam-se as ligas de base cobre (CuZn, CuAl, CuSn,...), e também ligas de base níquel-titânio (NiTi, NiTiCu, NiTiFe, NiTiNb,...) (Otsuka e Wayman, 1998).

De uma forma geral, grande parte das aplicações desses grupos de LMF se dá como atuadores termomecânicos no domínio da robótica, das estruturas aeronáuticas e aeroespaciais, do setor de petróleo, gás e energia, e no campo médico-odontológico. Atualmente, as LMF a base de NiTi são as preferíveis na maioria das aplicações por apresentarem melhores propriedades funcionais (EMF e SE), além de se caracterizarem como um sistema de ligas resistente à corrosão e biocompatível, propriedades que as tornam adequadas para o uso na área biomédica (Grassi, 2014). Porém, estas LMF de NiTi, devido à dificuldade de obtenção, processamento e custo mais elevado, algumas vezes encontram barreiras de utilização (Saud *et al.*, 2013).

Uma potencial alternativa de utilização neste caso são as LMF de CuAlNi, que ao contrário das LMF de NiTi são ligas de mais fácil produção, baixo custo, com boas propriedades de EMF, amortecimento e temperaturas de transformação de fase mais elevadas (Karagoz e Cambay, 2013). O grande entrave na utilização dessas LMF de CuAlNi se refere a algumas deficiências quanto às propriedades físicas, mecânicas e microestruturais que estas apresentam, como a possibilidade de variação na forma mais limitada (máximo em torno 6%), maior fragilidade à temperatura ambiente e modificação à longo prazo nas propriedades funcionais (envelhecimento). Além disso, as ciclagens térmicas a que podem ser submetidas em serviço ampliam estas características limitantes, diminuindo assim a vida útil do material (Gama, 2003).

De uma forma geral, as LMF possuem um comportamento dinâmico diferenciado com relação aos metais estruturais convencionais de engenharia. Estes materiais são conhecidos por apresentarem uma elevada capacidade de amortecimento considerada como uma das mais importantes propriedades

funcionais das LMF. A origem desta elevada capacidade de amortecimento está geralmente relacionada ao movimento de interfaces austenita/martensita, martensita/martensita e contornos de maclas, mas depende também de variáveis externas, como a taxa de aquecimento e resfriamento, frequência e amplitude de oscilação, do tratamento termomecânico imposto ao material, além de algumas variáveis internas como tamanho de grão, número de variantes martensíticas e defeitos microestruturais. Nas LMF se espera uma alta capacidade de amortecimento e baixo módulo de elasticidade em seu estado martensítico, correspondente a uma temperatura mais baixa. Durante a transformação de fase, promovida por aquecimento da LMF, se verifica a presença de um pico da capacidade de amortecimento e um aumento do módulo de elasticidade ou rigidez (Cai *et al.*, 2005). A fase austenítica, cujo módulo de elasticidade é maior do que o da martensita, apresenta reduzida capacidade de amortecimento em relação a martensita, justamente devido a ausência de contornos de macla e variantes martensíticas.

Geralmente, a técnica utilizada para coletar dados dessas propriedades dinâmicas é a Análise Dinâmico Mecânica (DMA – *Dynamic Mechanical Analysis*). Esta técnica permite caracterizar o comportamento mecânico de um material quando este é submetido a forças dinâmicas (frequência – carga oscilante) e a um programa controlado de temperatura. Dessa forma, é possível obter um valor de módulo de elasticidade cada vez que a tensão é aplicada, permitindo uma varredura através de uma faixa de temperatura ou frequência. Assim, é possível registrar o valor do módulo de elasticidade a cada instante, de acordo com a frequência ou em função da temperatura (Menard, 2007).

De forma prática, quando estes materiais são utilizados em aplicações do tipo atuadores geralmente são submetidos a operações repetitivas e acabam se tornando alvos susceptíveis da degradação do EMF, da SE e do fenômeno de fadiga convencional. Tendo em vista que a confiabilidade dos dispositivos com EMF e SE depende totalmente do seu desempenho durante seu tempo de vida, o tempo, a temperatura, a tensão e a quantidade de ciclos de transformações são parâmetros externos que devem ser bem controlados, já que nestes casos, os parâmetros internos que determinam as propriedades mecânicas e físicas importantes como o

tipo da LMF, a composição da LMF, o tipo de transformação, a microestrutura e os defeitos microestruturais são controlados pelo histórico termomecânico do processamento da LMF.

Até o presente momento, existem algumas normas técnicas utilizadas para os testes de fadiga de materiais submetidos à ciclagem térmica sob carregamento mecânico, ou mesmo sob ciclagem mecânica a temperatura constante, como é o caso da norma ASTM E2368. Uma das desvantagens de utilização desses métodos de ensaio normalizados para a fadiga é a necessidade de um equipamento apropriado e a dificuldade de testar corpos de prova ou elementos de pequenas seções transversais (lâminas, fios), com dimensões inferiores a 1 mm. No entanto, a obtenção de dados sobre as propriedades de fadiga são necessários na prática. Materiais com uma pequena seção transversal são utilizados em diversas indústrias e aplicações (ferramentas em odontologia, filmes finos em microeletrônica, etc.) (Nikulín *et al.*, 2013).

Métodos não padronizados de testes de fadiga podem ser aplicados para avaliar a resistência à fadiga de componentes de pequenas dimensões utilizando equipamentos diferentes, como, por exemplo, os analisadores dinâmico mecânicos (DMA). Conforme mencionado anteriormente, neste equipamento é possível analisar o comportamento termomecânico de um material ou componentes mecânicos miniaturizados quando estes são submetidos a forças cíclicas e a um programa controlado de temperatura. Nestes casos podem ser obtidos resultados muito mais precisos e confiáveis quando comparadas com as máquinas de teste padrão em testes de amostras com pequenas seções transversais. Entretanto, a experiência da utilização de equipamentos não padronizados para testes de fadiga em corpos de prova miniaturizados é relativamente pequena, apontando a necessidade de uma melhor compreensão sobre o assunto.

Com o intuito de contribuir para um melhor entendimento sobre as propriedades dinâmicas de LMF, com o desenvolvimento desta pesquisa pretende-se avaliar o comportamento termomecânico de fios finos de uma LMF CuAlNi quando submetidos a ensaios dinâmicos do tipo flexão simples (*single cantilever*) utilizando diferentes valores de frequência, amplitude e taxa de aquecimento, em um Analisador Dinâmico Mecânico (DMA). Um outro objetivo deste trabalho é avaliar a

vida em fadiga desses fios a partir de ensaios cíclicos em função da temperatura para diferentes amplitudes de deformação.

## 2 OBJETIVOS

### 2.1 Objetivo geral

Analisar a capacidade de variação controlada de rigidez e amortecimento em função de parâmetros como temperatura, amplitude de deformação e frequência de oscilação, assim como avaliar a vida em fadiga de fios comerciais de uma LMF CuAlNi, utilizando um equipamento de DMA.

### 2.2 Objetivos específicos

Para atingir o objetivo geral proposto, os seguintes objetivos específicos são vislumbrados:

- × Avaliar as **temperaturas de transformação** dos fios LMF CuAlNi adquiridos;
- × Verificar a **resposta dinâmica**, utilizando um Analisador Dinâmico-Mecânico (DMA);
- × Realizar **ensaios de fadiga** em temperaturas correspondentes a **diferentes estados** (martensita, austenita e mistura das 2 fases) e para **diferentes amplitudes de deformação** usando um equipamento DMA;
- × Analisar o **comportamento pós fadiga da transformação térmica** dos fios após ruptura;
- × Construir **curvas de Wohler** para os fios, tomando como base o número de ciclos até a ruptura em função da deformação aplicada;
- × Determinar o **modo de falha dos fios** através da análise das superfícies de fratura via MEV (Microscopia Eletrônica de Varredura).

### 3 JUSTIFICATIVA

Embora as LMF tenham sido descobertas há aproximadamente meio século, aplicações novas continuam sendo desenvolvidas, muitas destas servindo à necessidade da indústria. Em geral, estas LMF pertencem em sua maioria a duas famílias: ligas a base de Cu e ligas a base de NiTi. A utilização de LMF a base de Cu representa uma potencial alternativa de uso em relação aquelas de NiTi, tendo em vista sua maior facilidade de obtenção aliada a um baixo custo de produção. Porém, pelo fato dessas LMF apresentarem extrema fragilidade muitas vezes são rejeitadas.

Neste contexto, as justificativas científicas e tecnológicas que fomentaram a realização deste trabalho foram à ampliação do conhecimento sobre as características e propriedades dessas LMF de base Cu, tendo em vista a ausência de literatura mais específica no âmbito deste estudo, assim como gerar resultados que contribuam para melhorar as propriedades termomecânicas dinâmicas e estáticas dessas LMF contribuindo indiretamente também para o desenvolvimento e a concepção de atuadores termomecânicos baseados nestes materiais.

### 4 REVISÃO DA LITERATURA

#### 4.1 Estruturas adaptativas

As chamadas estruturas adaptativas ou estruturas inteligentes fazem parte de um grupo de sistemas que possuem a capacidade de perceber alterações nas condições operacionais ou ambientais através de sensores, e promover adaptações através de atuadores, visando manter um comportamento satisfatório dentro de parâmetros pré-determinados.

Considerados como um subgrupo dos materiais *adaptáveis*, os chamados *materiais ativos* apresentam a capacidade de interagir com o ambiente respondendo às mudanças de temperatura, deformação, tensão elétrica, campo magnético, entre outros fatores externos.

A possibilidade de utilização desses materiais em substituição aos conhecidos materiais clássicos da engenharia tem provocado uma revolução nas

últimas décadas no que se refere à concepção de projetos, aumentando assim sua demanda para aplicações técnicas e de engenharia em numerosos campos comerciais (Jani *et al.*, 2014).

Dentre os materiais com capacidade de funcionar como sensores e/ou atuadores de maior potencial, e passíveis de serem empregados encontram-se as cerâmicas e os polímeros piezelétricos e, mais recentemente, de forma crescente, as ligas metálicas que apresentam efeito memória de forma (LMF, do inglês: SMA – *Shape Memory Alloys*), os quais são considerados materiais inteligentes com um vasto potencial de aplicações.

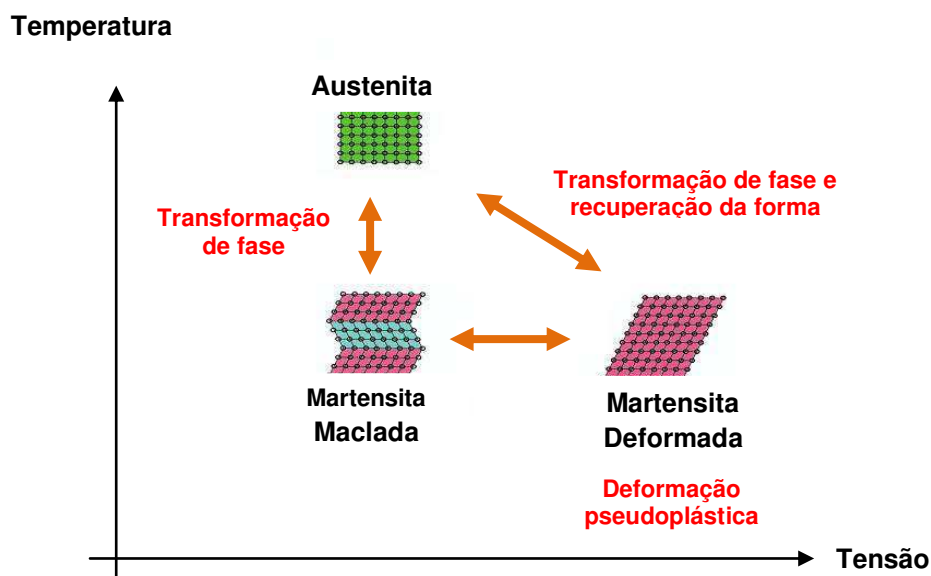
Pelo fato das LMF estarem em foco nesse trabalho, será atribuído um tópico específico para maior compreensão sobre o comportamento destes materiais.

## **4.2 Ligas com memória de forma (LMF)**

As Ligas com Memória de Forma (LMF) são materiais metálicos especiais que possuem a capacidade de recuperar uma deformação “aparentemente plástica”, ou de desenvolver consideráveis forças de restituição ao se restringir a recuperação de sua forma original, quando submetidas a variações de temperatura, corrente elétrica ou de tensão elétrica, devido a transformações de fase induzidas no material (Otsuka e Wayman, 1998). O princípio de funcionamento básico desse material consiste em deformá-lo, através da aplicação de uma força externa que, quando cessada, deixa uma deformação residual. O material deformado irá recuperar sua forma original quando aquecido acima de uma temperatura crítica. (Jani *et al.*, 2014). A Figura 1 ilustra, de maneira simplificada, o processo de transformação de fase no estado sólido típico de uma LMF.



Figura 1- Representação esquemática da transformação de fase em LMF.



Fonte: Autoria própria.

Conforme mencionado anteriormente, a origem do comportamento diferenciado desses materiais é uma transformação martensítica termoelástica, que ocorre em estado sólido e sem difusão. As fases sólidas em questão são a *austenita*, fase presente nas temperaturas mais altas, apresentando maior simetria (cúbica) e rigidez; e a *martensita*, de menor simetria (em geral romboédrica, monoclinica, ortorrômbica ou hexagonal) presente em temperaturas mais baixas, e facilmente deformável. Desta transformação de fase, devido aos mecanismos cristalográficos experimentados pelas LMF, decorrem os fenômenos de Efeito de Memória de Forma (EMF) e a Superelasticidade (SE).

Existe uma grande variedade de materiais que pode exibir estes fenômenos, mas apenas as ligas metálicas que apresentam uma quantidade significativa de recuperação da deformação, ou uma capacidade de gerar forças significativamente importantes durante a mudança de forma, são de interesse tecnológico ou comercial. Dentre estas LMF estacam-se as LMF do sistema NiTi, bem como as ligas de Cu dos sistemas CuZn, CuAl, CuSn e outros (Otsuka e Wayman, 1998).

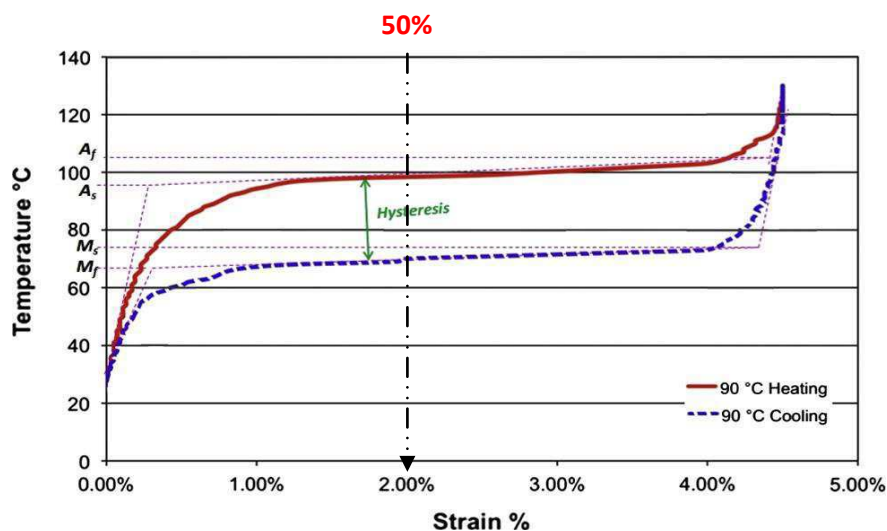
#### 4.2.1 Transformação martensítica termoelástica (TMT): Generalidades

O termo martensita foi originalmente utilizado para designar o constituinte resultante do resfriamento rápido aplicado aos aços (têmpera). Este constituinte resulta de uma transformação no estado sólido e sem difusão. Nesta transformação, no caso dos aços, a fase de alta temperatura, denominada de austenita (CFC), transforma-se em domínios de estrutura CCC ou TCC, os quais se apresentam sob a forma lenticular ou de plaquetas alongadas. Por extensão, as estruturas criadas com estas características de transformação são chamadas de “martensitas” e as transformações cristalográficas sem difusão que lhes dão origem são chamadas de “transformações martensíticas” (Chiaverini, 1996).

A transformação de fase austenita para martensita, em princípio, é quem caracteriza os fenômenos de memória de forma. No caso das LMF, a transformação martensítica é cristalograficamente reversível e termoelástica (Otsuka e Wayman, 1998), o que leva a recuperação de forma por aquecimento após a imposição de uma deformação pseudo plástica.

A caracterização física da transformação martensítica termoelástica consiste basicamente em determinar os parâmetros que tem relação direta com o fenômeno, como o deslocamento ou deformação correspondente ao efeito memória de forma, alterações na resistência elétrica do material, a absorção ou liberação de energia, dentre outras. A partir destas características é possível determinar as temperaturas de transformação de fase e histerese térmica de uma LMF. Na Figura 2 é apresentada uma curva típica de variação de temperatura em função da deformação para uma LMF de NiTi. Nessa curva característica observa-se que a maior parte da transformação direta (austenita – martensita, no resfriamento) e inversa (martensita – austenita, no aquecimento) acontece em uma faixa de temperatura relativamente estreita, embora o começo e o fim da transformação durante aquecimento ou resfriamento, de fato estenda-se a uma faixa de temperatura muito maior ( $M_{f \leftrightarrow A_f}$ ). Esse comportamento também exibe uma histerese em temperatura, que em geral é medida a 50% da transformação, conforme ilustra a Figura 2.

**Figura 2 - Ilustração das temperaturas de transformação de fase e histerese em temperatura para uma LMF NiTi.**



Fonte: Jani *et al.* (2014).

A obtenção dessas informações é de extrema importância para o processo de seleção desses materiais em aplicações técnicas específicas; por exemplo uma pequena histerese é necessária para aplicações de acionamento rápido (área da robótica) enquanto uma maior histerese é necessária para reter a forma pré-definida dentro de um amplo intervalo de temperatura (tal como em estruturas destacáveis e união de tubulações). Além disso, as temperaturas de transição a que se refere a Figura 2 identificam a gama de funcionamento para uma aplicação. Estas temperaturas de transformação e o comportamento do ciclo de histerese são influenciados pela composição do material, pelo processamento termomecânico aplicado para a fabricação da LMF e pelo ambiente de trabalho da própria aplicação (por exemplo, a existência de tensão aplicada) (Jani *et al.*, 2014).

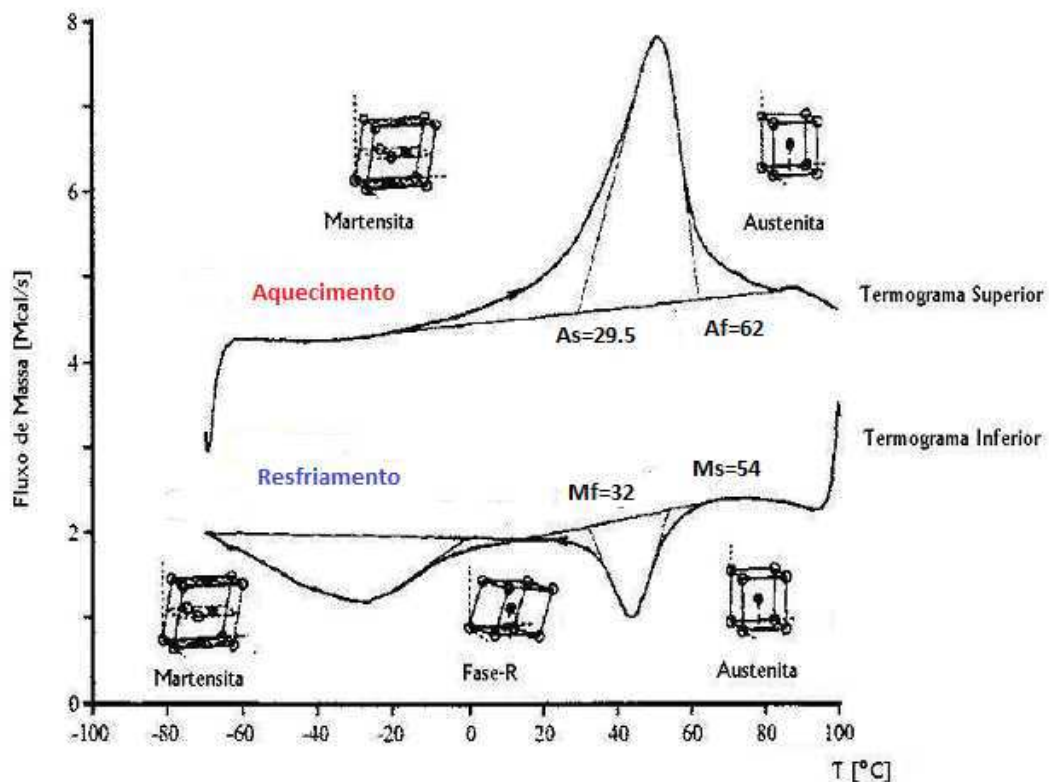
Uma das maneiras de se caracterizar fisicamente uma transformação martensítica termoelástica em uma LMF é através da determinação das temperaturas críticas de transformação de cada fase obtidas durante um ciclo térmico completo. Estas temperaturas podem ser determinadas por varias técnicas como a calorimetria diferencial de varredura (DSC), dilatometria (semelhante ao caso da Figura 2), análise dinâmico mecânica (DMA) e variação da resistência elétrica em função da temperatura (RET). A Figura 3 apresenta esquematicamente uma curva típica de caracterização térmica via DSC em uma LMF NiTi. O princípio

deste ensaio é a medição do fluxo de calor fornecido à uma amostra de LMF para que se mantenha uma taxa constante de variação de temperatura, tanto no aquecimento quanto no resfriamento. A transformação martensítica termoelástica está associada a liberação e ao consumo de calor latente. Através desta curva é possível se determinar as seguintes temperaturas críticas:

- $M_s$  - Temperatura de início da transformação direta (austenita - martensita);
- $M_f$  - Temperatura de término da transformação direta (austenita - martensita);
- $A_s$  - Temperatura de início da transformação reversa (martensita - austenita);
- $A_f$  - Temperatura de término da transformação reversa (martensita - austenita);
- $H_t$  - Histerese da transformação ( $M_{s50\%}$  e  $A_{s50\%}$ ).

As temperaturas de transformação de fase são determinadas pelas intersecções das tangentes aos picos de DSC.

Figura 3 - Resultado esquemático típico de um ensaio DSC em uma LMF NiTi.

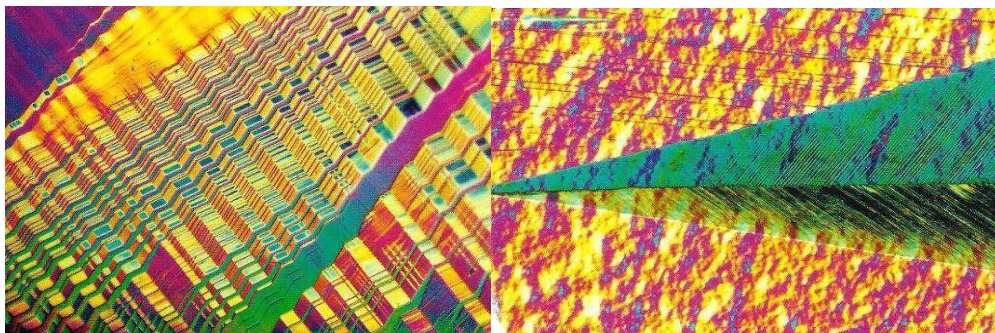


Fonte: Adaptado de Shaw e Kyriakides, (1995).

Embora o deslocamento de cada átomo não seja grande, a TMT resulta em uma alteração macroscópica na forma, uma vez que todos os átomos se movem na mesma direção em um domínio ou variante. Como consequência, surgem as propriedades únicas, tais como o efeito de memória de forma e superelasticidade, cujas características são bastante distintas dos metais e ligas convencionais.

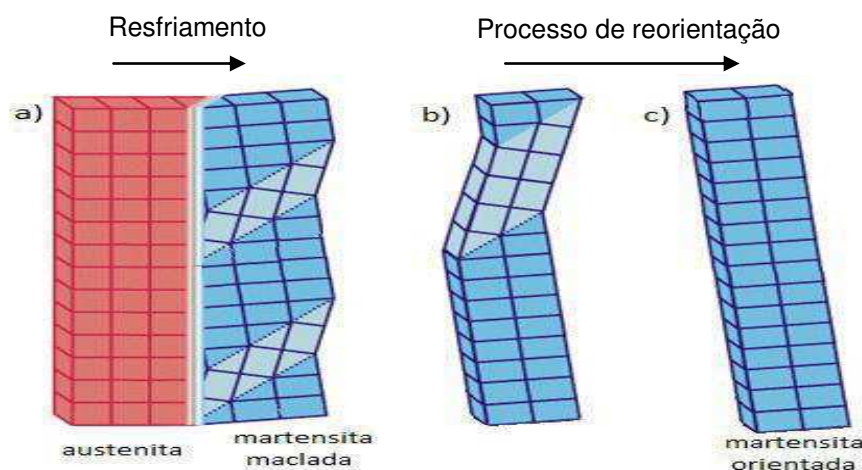
Martensitas são encontradas mais comumente na forma de pequenas placas ou lentes, que se formam sobre os denominados planos de hábito, que são as superfícies de separação entre as duas fases (Figueiredo, 2006). Os cristais martensíticos que crescem na matriz austenítica durante a TMT podem ocorrer de duas maneiras. A primeira ocorre na ausência de tensão mecânica, quando as variantes da martensita surgem sem direção preferencial nos grãos em várias direções. Este tipo de martensita é chamada de *martensita de auto-acomodação* (*self-accommodated martensite*), martensita não-orientada ou martensita maclada (*twinned martensite*). A Figura 4 mostra algumas micrografias de estruturas martensíticas macladas visualizadas em microscópio ótico para uma LMF CuAlNi. A segunda maneira ocorre na presença de tensão mecânica, quando as variantes martensíticas crescem na direção da carga aplicada e a estrutura formada é chamada de martensita orientada (*detwinned martensite*). A Figura 5 ilustra esquematicamente o processo de orientação da martensita de auto acomodação (Grassi, 2014).

**Figura 4 - Imagens de microscopias óticas da fase martensítica de auto-acomodação em uma liga CuAlNi, mostrando sua estrutura maclada, em forma de agulha, em uma matriz austenítica.**



Fonte: Bhattacharya (2003).

**Figura 5 - Representação esquemática das estruturas cristalinas da austenita e martensita: a) LMF em transformação de fase na ausência de tensão mecânica, formando martensita de autoacomodação ou maclada; b) martensita maclada sob tensão mecânica em processo de orientação; c) estrutura martensítica completamente orientada após aplicação contínua de carga mecânica.**



Fonte: Grassi (2014).

Conforme mencionado anteriormente, como resultado da TMT, algumas ligas metálicas podem restaurar sua forma original depois de serem submetidos à grandes deformações. Se isto acontece por aquecimento do material, o fenômeno é conhecido como efeito de memória de forma (EMF). Por outro lado, quando a forma é recuperada imediatamente depois da retirada da carga, sem a necessidade de aquecimento, o fenômeno é chamado superelasticidade (SE). No caso da SE, a TMT é induzida por tensão mecânica a partir da austenita, originando uma estrutura martensita orientada pela carga aplicada. Ambos os fenômenos terão suas origens e características melhor descritos nas seções a seguir.

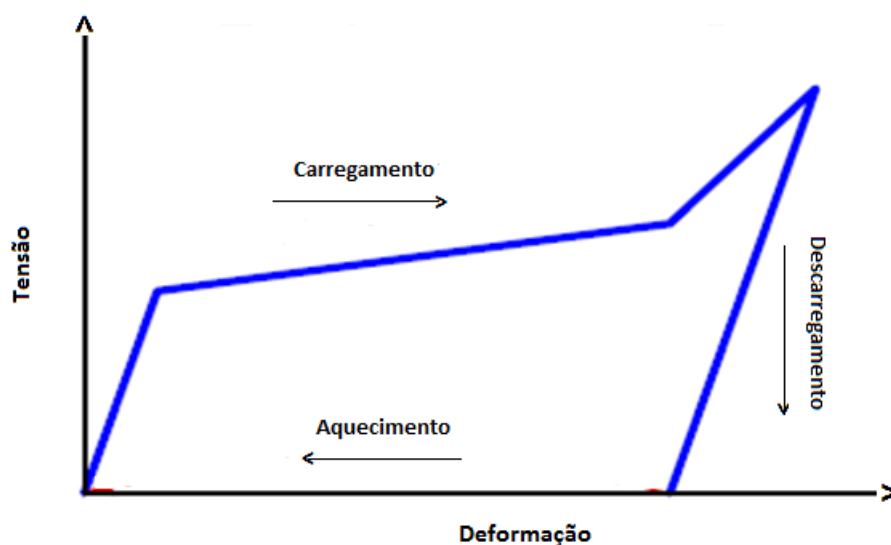
#### **4.2.2 Mecanismos do efeito memória de forma (EMF) e superelasticidade (SE)**

O fenômeno do EMF pode ocorrer de duas maneiras: efeito memória de forma simples (EMFS) e efeito memória de forma reversível (EMFR).

O EMFS é o fenômeno mais convencional, correspondente a capacidade que as LMF possuem de recuperarem uma deformação “aparentemente plástica” através de um aquecimento simples acima de uma temperatura crítica (Otsuka e Wayman, 1998). Este fenômeno está associado à transformação da fase

martensítica termoelástica para a fase austenítica. A deformação é induzida na fase martensítica, abaixo da temperatura crítica  $M_f$  em que a LMF é extremamente maleável. A deformação é recuperada com um aquecimento acima da temperatura crítica  $A_s$  em que o material inicia a mudança para a fase austenita. Na Figura 6 ilustra-se uma curva tensão x deformação típica de um ensaio de tração para uma LMF no estado martensítico. Durante a aplicação de um carregamento na LMF com uma estrutura martensítica, tem-se inicialmente uma resposta linear elástica até que uma tensão crítica seja alcançada, dando início a um processo de reorientação da martensita, que resulta em uma única variante martensítica associada a tração. Ao final da região elástica linear, a LMF passa a apresentar um comportamento plástico, correspondente ao processo de reorientação da martensita pela aplicação de carregamento. Ao descarregar a LMF, não há uma nova conversão em diversas variantes, pois esta única variante resultante da reorientação é termodinamicamente estável para temperaturas inferiores a  $M_f$ , havendo apenas uma pequena recuperação elástica. Para retornar a sua forma original, o material é aquecido até uma temperatura superior a  $A_f$  e depois resfriado para uma temperatura inicial abaixo de  $M_f$ .

Figura 6 - Ilustração do EMFS através de uma curva tensão x deformação de uma LMF.



Fonte: Adaptado de Sun *et al.* (2012).

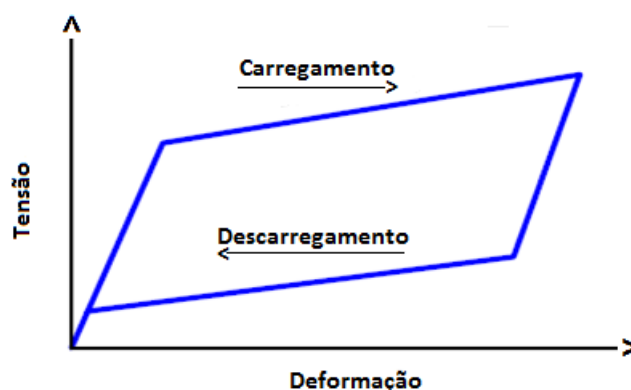


O EMFR, correspondente a um efeito memória de forma reversível, pode ser definido como o fenômeno em que há a uma mudança espontânea na forma da LMF nos dois sentidos da transformação, de austenita (mais quente) para martensita (mais fria) e vice-versa, sem que seja necessária a aplicação de tensões externas que induzam deformações, ou seja, o efeito é dependente apenas da temperatura (Queiroga *et al.*, 2006). O EMFR é menos utilizado porque exige que a LMF seja submetida a um processo de “educação” ou “treinamento” para memorização da forma em ambas as fases. Além disso, a recuperação de forma produzida por uma LMF com EMFR, dependendo do treinamento aplicado, pode chegar a apenas metade da recuperação produzida por EMFS, para um mesmo material. Esse efeito duplo é também susceptível a uma rápida deterioração ao longo de sua utilização cíclica, especialmente em altas temperaturas (Jani *et al.*, 2014).

No fenômeno de Superelasticidade (SE), a transformação de fase ocorre sem a necessidade da mudança de temperatura, mas sempre a uma temperatura acima da temperatura final de formação da estrutura austenítica ( $A_f$ ). Neste efeito, a estrutura martensítica é induzida através de um carregamento externo aplicado. Quando esse carregamento mecânico é cessado, a martensita induzida deixa de ser estável e o material volta ao seu estado austenítico. O nível de deformação, sob carregamento mecânico, que pode ser totalmente recuperado após o subsequente descarregamento pode atingir valores da ordem de até 10% para monocristais e de 6 a 8% para policristais, dependendo do tipo LMF utilizada. Na Figura 7 ilustra-se uma curva tensão x deformação de uma LMF NiTi sujeita a um carregamento e descarregamento a uma temperatura constante acima de  $A_f$ .



**Figura 7 - Ilustração da SE através de uma curva tensão x deformação de uma LMF em estado austenítico.**

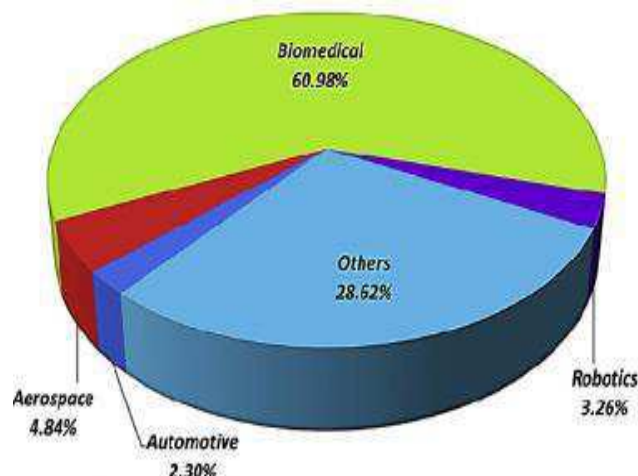


Fonte: Adaptado de Sun *et al.* (2012).

### 4.2.3 Aplicações

Devido à presença das propriedades funcionais específicas das LMF, como os fenômenos de EMFS, EMFR e SE, e a alta capacidade de amortecimento de vibrações e a variação de rigidez (módulo de elasticidade), a utilização desses materiais tem se mostrado cada vez mais como uma promissora alternativa em substituição aos materiais convencionais em aplicações de engenharia avançada. Embora esta tendência seja clara e global, ainda é pequeno o número de empresas que fabricam sistemas inteligentes incorporando LMF ou as utilizam como componente. Por outro lado, o elevado número de pesquisas e patentes confirma o rumo que o desenvolvimento de sistemas de engenharia baseados em LMF está tomando. Estima-se que o número de artigos publicados e de patentes registradas sobre LMF apresente um crescimento de 266% e 288%, respectivamente, até o ano 2019 nos EUA em relação a 2009 (Jani *et al.*, 2014). O diagrama da Figura 8 revela uma distribuição global das principais áreas de pesquisa usando LMF registradas do ano 1990 até 2013.

**Figura 8 - Distribuição global de patentes utilizando elementos de LMF registradas do ano 1990 até 2013.**



Fonte: Jani *et al.* (2014).

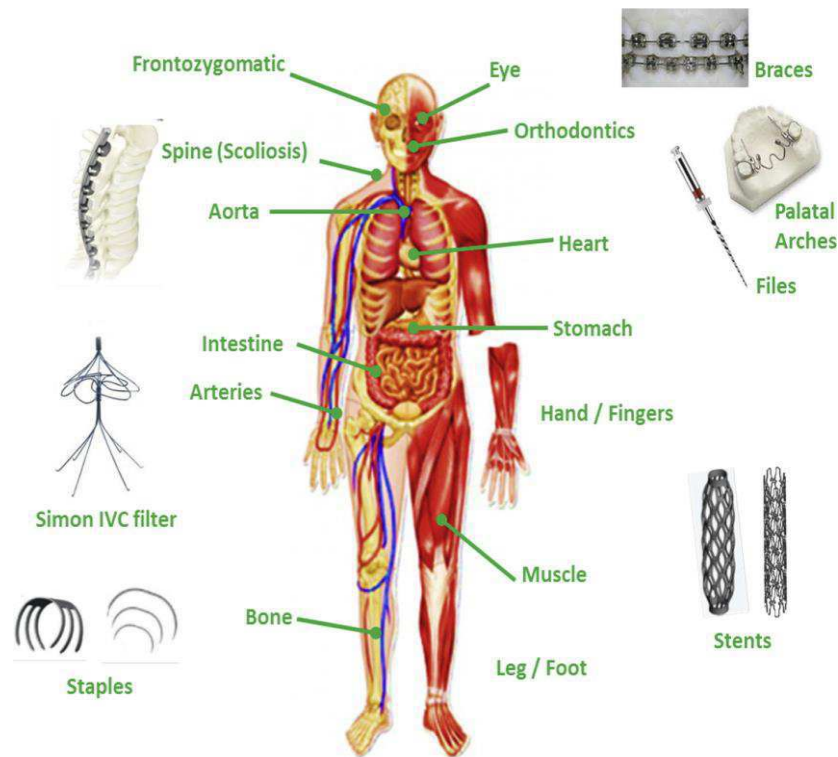
Conforme indica o diagrama, no geral a maior parte das aplicações podem ser enquadradas em quatro categorias de acordo com a função primária da LMF, podendo ser usada para gerar o movimento e ou força, ou ainda armazenar a energia de deformação (Jani *et al.*, 2014).

Nesta seção serão apresentadas as aplicações mais relevantes das LMF em especial nas áreas automobilística, aeroespacial, robótica e biomédica.

#### **4.3.2.1 Biomédica**

Na medicina e odontologia as LMF, principalmente do sistema NiTi, podem ser usadas em equipamentos e dispositivos médicos nas áreas de ortopedia, neurologia, cardiologia e radiologia intervencionista. Estas aplicações médicas e odontológicas incluem ainda a área da endodontia, cardiologia (com a fabricação de stents), pinças médicas, suturas, âncoras para a fixação do tendão ao osso, implantes, tratamentos de aneurisma, armações de óculos, fios-guia e outras. O mapeamento das aplicações biomédicas pode ser visualizado na ilustração da Figura 9.

**Figura 9 - Principais aplicações existentes para LMF no âmbito biomédico.**

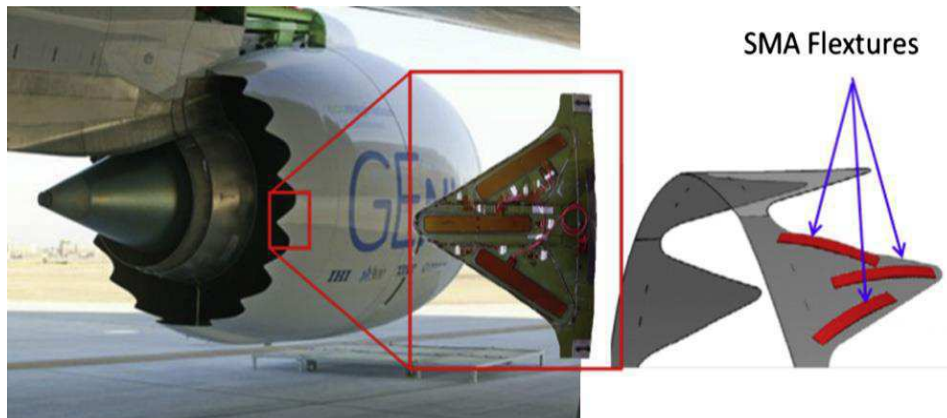


Fonte: Jani *et al.* (2014).

#### 4.2.3.2 Aeroespacial

Recentemente, pesquisadores da área aeroespacial focados no estudo de estruturas adaptativas e no aperfeiçoamento das condições de voo, desenvolveram um dispositivo aerodinâmico a partir de atuadores de LMF o qual foi instalado em uma turbina GE90-115B (para o uso comercial em uma aeronave do tipo Boeing 777-300 ER). Este dispositivo provou ser muito eficaz na redução do ruído durante a decolagem, maximizando a deflexão das ranhuras da superfície da turbina (*Chevron*) durante a decolagem, e aumentando também a eficiência de voo de cruzeiro, minimizando a deflexão do *chevron* durante o restante do voo. Na Figura 10 pode ser visualizado o modelo do dispositivo desenvolvido para um avião Boeing.

**Figura 10 - Chevron de geometria variável (VGC) baseado em LMF para uma aeronave da Boeing.**



Fonte: Oehler *et al.* (2012).

#### **4.2.3.3 Robótica**

A robótica vem sendo uma área em que a aplicação de LMF vem crescendo bastante, com interesse particular em membros para reabilitação robótica, tais como dedos, mãos e braços, além de protótipos de robôs miniaturizados. As LMF imitam muito bem o musculo humano e tendões, sendo fortes e compactas de forma a apresentar uma grande vantagem de ter o movimento de se contrair e se expandir semelhante ao musculo humano, promovendo um movimento indisponível em outros sistemas de atuação mecânicos. Um exemplo de aplicação nessa área, utilizando esses atuadores de LMF, pode ser visualizado na Figura 11.

**Figura 11 - Mão robótica acionada por fios de LMF.**

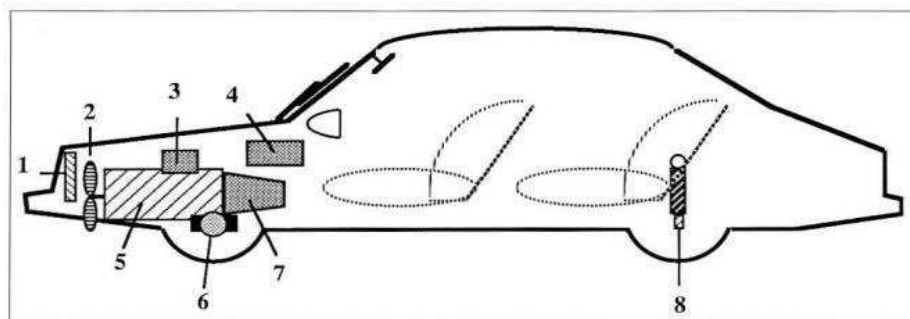


Fonte: Chee Siong *et al.* (2005).

#### 4.2.3.4 Automobilística

A indústria automobilística também tem demonstrado interesse em substituir alguns componentes clássicos por soluções baseadas em LMF. Entre as principais motivações estão a simplicidade mecânica e compacidade (possibilidade de miniaturização) permitidas pelos atuadores baseados em LMF, reduzindo a escala, peso e possivelmente custo dos componentes automotivos de forma significativa, proporcionando uma melhora de desempenho em comparação com os atuadores convencionais. Algumas áreas de aplicações reais e potenciais de LMF em veículos são indicadas na Figura 12.

**Figura 12 - Potenciais aplicações de atuadores de LMF em automóveis: (1) Radiador; (2) Embreagem; (3) Controle de combustível; (4) Controle de temperatura no ar condicionado; (5) Controle do motor; (6) Refrigeração do freio; (7) Controle de transmissão e (8) Ajuste da suspensão.**



Fonte: Stoeckel (1990).

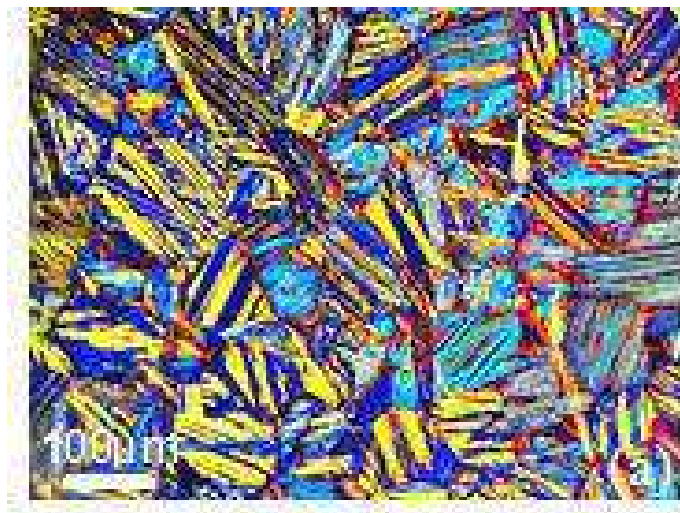
#### 4.3 LMF de CuAlNi

As principais ligas que apresentam o EMF e que são de interesse atualmente pertencem ao grupo das ligas de cobre, principalmente as ligas de base CuZn e CuAl, e também aquelas do sistema NiTi. Sabe-se que as LMF NiTi estão entre as mais estudadas e têm apresentado os melhores resultados quanto a recuperação superelástica e maior EMF. Entretanto, as ligas CuAlNi têm atraído muito interesse de cientistas e pesquisadores a fim de ser utilizada em muitas aplicações práticas, devido as suas temperaturas de transformação mais altas, facilidade de obtenção e mais baixo custo de produção. Além disso, as LMF de

CuAlNi apresentam boa capacidade amortecimento de vibrações devido às características da estrutura martensítica e da transformação de fase com o aumento da temperatura (Van Humbeeck, 2003).

Na Figura 13 é possível visualizar uma imagem de microscopia ótica de uma liga CuAlNi em seu estado inicial, a temperatura ambiente, ilustrando a microestrutura martensítica existente no interior dos grãos (Matlakhov *et al.*, 2011).

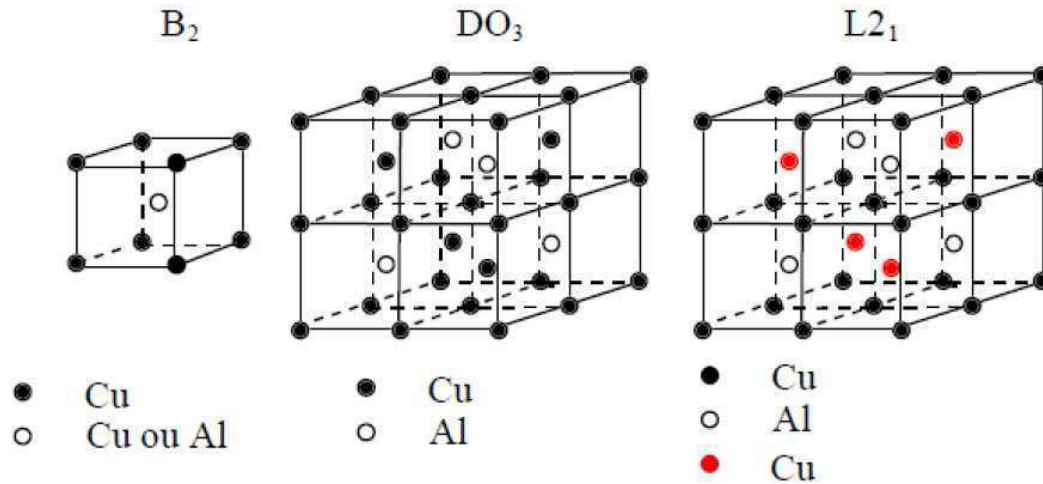
**Figura 13 - Microestrutura típica de um LMF CuAlNi (estado martensítico) a temperatura ambiente.**



Fonte: Matlakhov *et al.* (2011).

Nas ligas de base CuAl que apresentam o EMF, a fase matriz estável em alta temperatura é a fase  $\beta$ , com célula unitária cúbica de corpo centrado, desordenada. Após resfriamento rápido, a fase austenita estável, desordenada, em baixa temperatura pode apresentar três tipos de ordenação estrutural, conforme ilustrado na Figura 14. É possível existir a estrutura B2 do tipo cloreto de cério (CsCl) com a martensita representada por  $\gamma_1'$  originada da super-rede B2; estrutura L2<sub>1</sub> do tipo Cu<sub>2</sub>AlMn com martensita representada por  $\beta_2'$  originada da super-rede L2<sub>1</sub>; ou estrutura DO<sub>3</sub> do tipo Fe<sub>3</sub>Al (CFC) com martensita representada por  $\beta_1'$  originada da super-rede DO<sub>3</sub> (Azevedo, 2011).

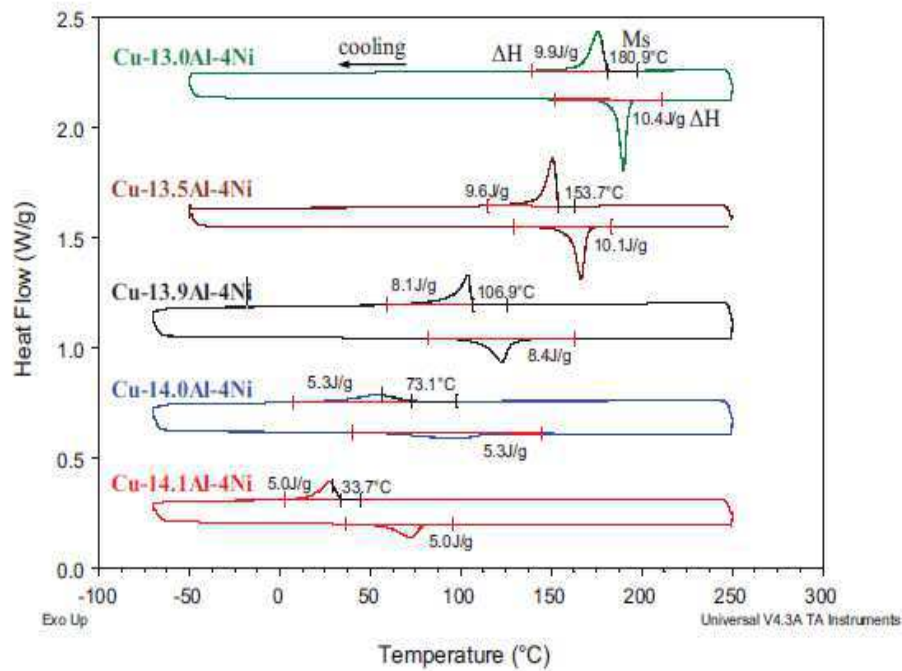
Figura 14 - Possibilidades de ordenação estrutural da fase  $\beta$  de alta temperatura.



Fonte: Azevedo (2011).

Alguns problemas são encontrados nas LMF de CuAlNi, entre eles estão à degradação do EMF, dependendo do carregamento mecânico, de ciclos térmicos e da estabilização da fase martensita em ligas que se transformam acima da temperatura ambiente. O EMF destas ligas é capaz de existir para composições específicas, com cerca de 11 a 14 % (em peso) para o alumínio e de 3 a 5 % (em peso) para o níquel. A partir desta perspectiva, a quantidade de Al nestas ligas tem uma influência considerável sobre a estrutura e as propriedades do material. A Figura 15 permite visualizar um número de curvas DSC selecionadas para LMF CuXAl4Ni com conteúdo de Al variando na faixa de X = 13,0-14,1, revelando a influência da variação do teor de Al nas temperaturas de transformação de fase (Chang, 2011). Verifica-se que para a composição fixa com 4% em peso de Ni, o aumento da quantidade de Al diminui as temperaturas e entalpias de transformação.

Figura 15 - Curvas de DSC para LMF CuXAl4Ni (% em peso) com diferentes quantidades de Al.



Fonte: Chang (2011).

#### 4.4 Capacidade de amortecimento

O amortecimento corresponde à capacidade que um material possui em dissipar energia de deformação durante uma vibração mecânica (Anilchandra e Surappa, 2012). Esta propriedade é considerada de extrema importância nos materiais tornando-se, por vezes, uma vantagem adicional quando presente em aplicações específicas.

Com o desenvolvimento da indústria moderna, ligas com alta capacidade de amortecimento e de alta resistência são bastante necessárias. Ligas com memória de forma normalmente podem alcançar valores de capacidade de amortecimento específico da ordem de 40% (Shahinpoor e Schneider, 2008). Essa capacidade de amortecimento demonstrada durante a transformação de fase das LMF é decorrente de três fatores principais, sendo observada a contribuição transiente, relativa a cinética da mudança de fase e fortemente dependente de variáveis externas como taxa de variação da temperatura, frequência e amplitude de oscilação; a contribuição

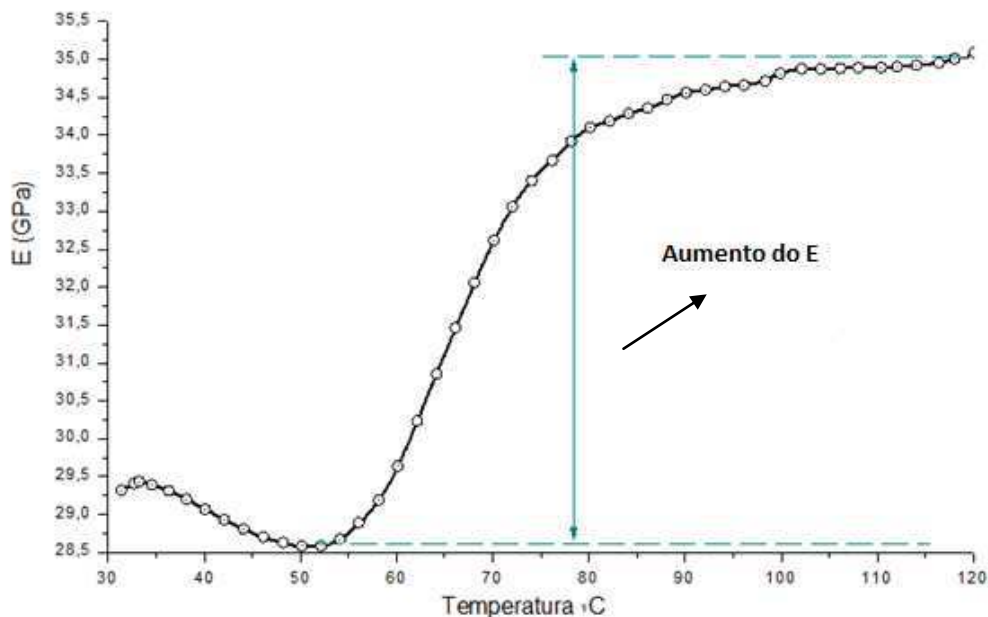


referente aos mecanismos de transformação de fase, movimento entre interfaces austenita-martensita e martensita-martensita, e da contribuição de atrito interno de cada fase, que é fortemente dependente das características microestruturais, como a presença de lacunas, discordâncias e número de interfaces (Otsuka e Wayman, 1998; Chen *et al.*, 2009). Isto significa que para aplicações onde o material é submetido a movimentos vibracionais a uma temperatura constante, uma LMF totalmente martensítica oferece melhor estabilidade em relação à capacidade de amortecimento. No caso de aplicações em que o material tenha alto impacto com baixa frequência, a região onde ocorre a transição entre as fases martensita e austenita pode ser interessante, desde que a martensita também seja induzida por tensão (Van Humbeeck e Stalmans, 1998).

As LMF em geral podem ser classificadas entre os materiais metálicos com alta capacidade de amortecimento, os quais são denominados na literatura de *hidamets – High Damping Metals* (Vandeurzen *et al.*, 1981). Essa elevada capacidade de amortecimento é atribuída a mobilidade da interface martensita/austenita e contornos de maclas apresentados por essas LMF. As LMF de base NiTi possuem alta capacidade de amortecimento durante a transformação de fase e na fase martensítica, ao passo que sua fase austenítica manifesta uma dissipação de energia bem mais baixa (Lu *et al.*, 2003).

Considerando que a capacidade de amortecimento das LMF está intimamente relacionada ao movimento histérico das interfaces entre as fases em função da temperatura, a maioria das propriedades físicas e mecânicas, tais como o módulo de elasticidade, resistividade elétrica, condutividade térmica e coeficiente de expansão térmica também variam entre estas duas fases. Assim, a estrutura da fase austenita é relativamente mais rígida e por isso apresenta um valor do módulo de elasticidade maior, já a estrutura da fase martensita possui módulo menor, isto é, pode ser facilmente deformada pela aplicação de uma força externa (Jiao *et al.*, 2010). Na Figura 16 está apresentado o comportamento do módulo de elasticidade em função da temperatura para um compósito polimérico reforçado com fibra de carbono (CFRP) e fios NiTi testado no modo tração, na qual se observa um aumento do módulo de elasticidade na faixa de temperatura onde ocorre a transformação de fase dos fios NiTi.

Figura 16 - Comportamento do módulo de elasticidade em função da temperatura para um compósito CFRP-NiTi testado em modo de tração.

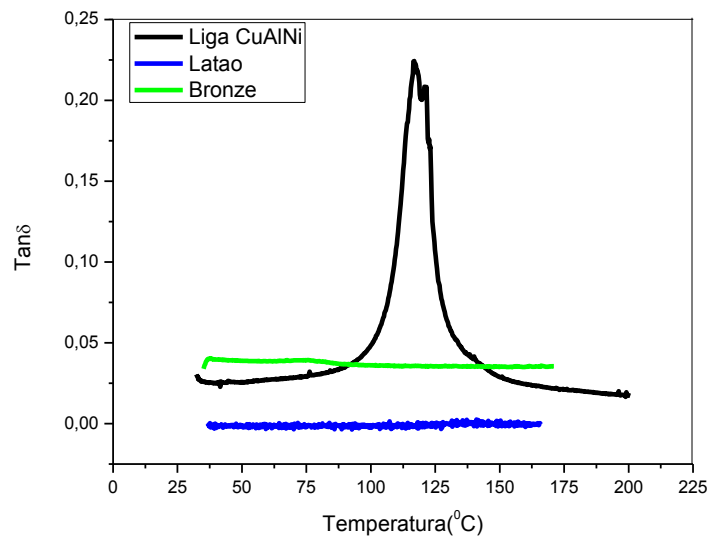


Fonte: Vilar (2010).

A capacidade de amortecimento dos materiais pode ser quantificada através de análises dinâmico-mecânicas (DMA). Por estas técnicas, o comportamento das LMF pode ser estudado utilizando diferentes amplitudes e frequências de oscilação, assim como diferentes faixas de temperatura.

Na Figura 17 verifica-se um resultado de ensaio DMA em LMF realizado em diferentes amostras de ligas metálicas: LMF de CuAlNi, o bronze e o latão. Foi utilizada uma taxa de aquecimento de 5°C/min, com frequência de oscilação de 1Hz e amplitude de deflexão de 5µm em modo de flexão simples (*single cantilever*). A tangente do ângulo de defasagem ( $\tan\delta$ ) entre a excitação (tensão) e a resposta (deformação) é proporcional a capacidade de amortecimento do material.

**Figura 17 - Capacidade de amortecimento em função da temperatura durante o aquecimento para uma LMF CuAlNi comparativamente ao latão e ao bronze.**



Fonte: Autoria própria.

Analisando a Figura 17 é possível observar o aparecimento de um pronunciado pico de amortecimento na região de transformação da LMF CuAlNi, enquanto os metais clássicos latão e bronze apresentam comportamento diferente, de estabilidade com a temperatura, e baixos valores de amortecimento. Em temperaturas mais altas, após a transformação de fase da liga de CuAlNi, observa-se o decréscimo em sua capacidade de amortecimento devido ao desaparecimento entre as interfaces das fases martensita e austenita. Este resultado representa uma importante contribuição sobre o estudo da capacidade de amortecimento e que pode ser usado para justificar o uso desses materiais avançados para aplicações de alta tecnologia, em que é necessário o controle de vibrações mecânicas de componentes de máquinas e equipamentos, como, por exemplo, em mancais de bucha.

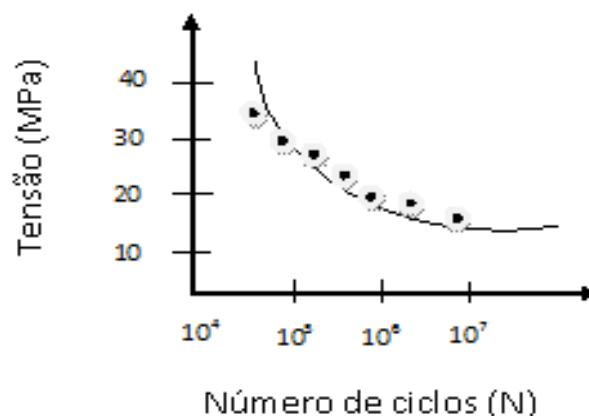
## 4.5 Fadiga em metais

A literatura especializada tem mostrado que, dentre as distintas causas de falha de componentes mecânicos, a mais comum é devida à fadiga do material. Do número total de falhas, as provocadas por fadiga perfazem de 50% a 90%, sendo na maioria das vezes falhas que ocorrem de forma inesperada, repentinamente, portanto bastante perigosas. A fadiga é uma redução gradual da capacidade de carga do componente, pela ruptura lenta do material, consequência do avanço quase infinitesimal das fissuras que se formam no seu interior. Este crescimento ocorre devido a flutuação do estado de tensões. As cargas variáveis, sejam cíclicas ou não, fazem com que, ao menos em alguns pontos, ocorram deformações plásticas também variáveis com o tempo. Estas deformações levam o material a uma deterioração progressiva, dando origem à trinca, a qual cresce até atingir um tamanho crítico, suficiente para a ruptura final (Rosa, 2002).

Os primeiros estudos com relação ao comportamento de materiais metálicos expostos a esforços cíclicos foram feitos por Wöhler em 1860, trabalhando com eixos de trens que estavam sujeitos a flexão rotativa. Wöhler foi o primeiro que apontou para a importância da amplitude das tensões cíclicas sobre a vida em fadiga, bem como para o efeito de pequenos raios de concordância no fundo de entalhes, que levam a uma falha prematura. A partir destes estudos iniciais o problema da fadiga passou a ser estudado de uma forma exaustiva, por pesquisadores de todo o mundo, através de ensaios realizados com os mais diversos tipos de corpos de prova e de carregamento.

Na Figura 18 está apresentada uma ilustração de um diagrama de Wöhler (curvas S – N), correspondente a uma curva típica de um ensaio de fadiga e correlaciona a amplitude de tensão ( $\sigma_a$ ), que é a metade da diferença algébrica entre as tensões máxima ( $\sigma_{max}$ ) e mínima ( $\sigma_{min}$ ), com o número de ciclos associado a falha ( $N_f$ ). Este tipo de curva tornou-se a forma padrão para caracterizar o comportamento em fadiga dos materiais submetidos a solicitações alternadas, sob a forma de corpos de provas lisos.

Figura 18 - Esquema ilustrativo de uma Curva de Wohler típica.



Fonte: Autoria própria.

Uma falha por fadiga ocorre dentro de uma gama bastante ampla de ciclos de carga, desde valores da ordem de 10 ciclos até mais de  $10^7$  ou  $10^8$  ciclos. É lógico que o número de ciclos que o componente resiste depende do nível da sollicitação, pois com uma maior carga dinâmica tem-se uma vida baixa, sensivelmente reduzida quando comparada com uma situação onde a sollicitação cíclica é menor, o que leva a uma maior vida.

Cerca de 80 a 90% das falhas que ocorrem em componentes e/ou estruturas são causadas por fadiga afetando qualquer componente que se movimenta e/ou que esteja sob sollicitação cíclica, tais como em automóveis, aviões (principalmente as asas e a junção dessas com a fuselagem) em pleno vôo, pontes sob a ação da passagem de veículos, navios em alto mar sob o impacto das ondas e etc.

Quando as sollicitações são originadas por carregamentos mecânicos (tensões ou deformações), a fadiga é dita fadiga mecânica, ocorrendo fratura sob tensões inferiores tanto à tensão de escoamento do material. Sob variações cíclicas de temperatura, o fenômeno denomina-se fadiga térmica e sob combinação dos dois efeitos, fadiga termomecânica.

De maneira geral, a falha por fadiga sempre tem início com uma pequena trinca, que pode estar presente no material desde a sua fabricação ou desenvolver-se ao longo do tempo devido às deformações cíclicas ao redor de concentradores de

tensões. O processo de falha por fadiga, após a fase inicial de interação entre discordâncias, pode ser dividido em três estágios: Estágio I – nucleação da trinca (iniciação); Estágio II – crescimento estável da trinca (propagação); Estágio III - falha final rápida, que ocorre quando a superfície remanescente da seção transversal não é mais capaz de suportar a carga aplicada (fratura por sobrecarga de tração) ou quando o valor da tensão na região da ponta da trinca atinge o valor da intensidade de tensão crítica do material (tenacidade à fratura). Na Figura 19 essa sequência é resumida sob a forma de um diagrama em blocos. Tanto a existência quanto a extensão desses estágios dependem das condições de aplicação de carga, da geometria da peça, da presença e dimensões de defeitos preexistentes, assim como das propriedades mecânicas do material (Figueiredo, 2006).

**Figura 19 - Processo de fadiga tipicamente observado nos materiais metálicos em geral.**



Fonte: Grassi (2014).

A aparência da superfície de uma fratura por fadiga frequentemente reflete aspectos da propagação no Estágio II. É comum a presença de marcas típicas, tanto em escala macroscópica (marcas de praia e marcas de catraca) quanto microscópica (estrias). A Figura 20 ilustra um exemplo clássico desse tipo de fratura no qual os corpos de prova foram submetidos a diferentes tipos de solicitações, como tração e torção, respectivamente, sendo possível identificar em ambos os casos o ponto de início da trinca, geralmente com uma inclinação próxima a 45°, a região de propagação da trinca, caracterizada por marcas de praia (visíveis a olho nu) e a região da fratura final.

**Figura 20 - Aspecto macroscópico de uma ruptura por fadiga, indicando o ponto de início da trinca, sua propagação e ruptura fina sob carregamento de tração e torção, respectivamente.**



Fonte: MOIA (2001).

De maneira geral, o comportamento em fadiga, conhecido também como “vida em fadiga”, que corresponde a uma abordagem mais clássica, leva em consideração o número total de ciclos até a falha, partindo de um material sem trincas, quando este é submetido a tensões ou deformações cíclicas de amplitude controlada. Com os resultados, são construídas curvas  $\sigma_a-N_f$  (ou S-N), no caso de processo com controle de amplitude de tensão, e  $\epsilon_a-N_f$ , no caso de processo com controle de amplitude de deformação. A vida em fadiga obtida desta forma incorpora o número de ciclos para iniciar e para propagar uma trinca dominante até que ocorra a falha final, podendo seu processo ser classificado de duas formas: fadiga de alto ciclo ou de baixo ciclo.

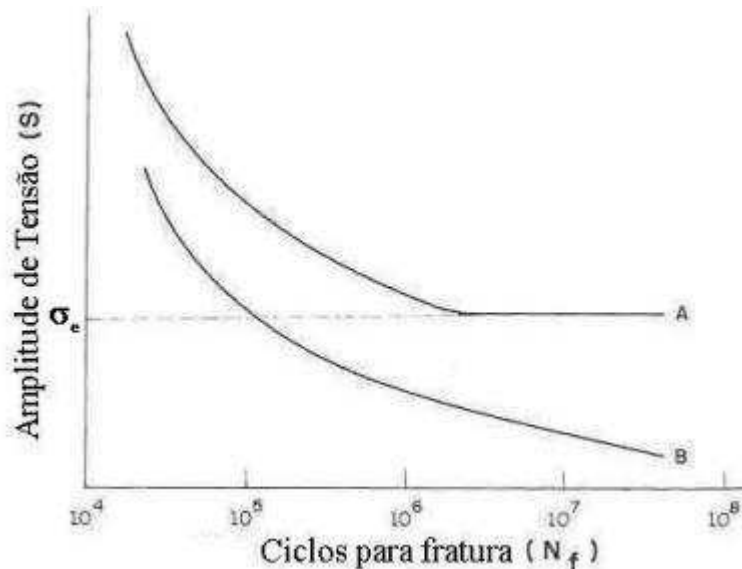
A fadiga de alto ciclo é aquela na qual a sollicitação mecânica é de baixa intensidade, portanto o número de ciclos para ruptura ( $N_f$ ) é grande, usualmente excedendo múltiplos de  $10^3$  ciclos, e o material sofre deformação macroscópica apenas elástica. Os resultados nesse caso geralmente são apresentados como tensão convencional máxima ( $\sigma_{Máx}$ ) em função do número de ciclos ( $N_f$ ), utilizando uma escala logarítmica para o número de ciclos. A tensão é registrada em escala linear ou logarítmica.

A curva S-N está relacionada, principalmente, com falhas em fadiga para altos números de ciclos ( $N_f > 10^5$  ciclos). Nestas condições, as deformações elásticas que ocorrem no material, são muito maiores do que as deformações plásticas, pois a tensão aplicada é geralmente menor do que o limite de escoamento

do material. Para tensões mais elevadas, onde a deformação plástica tem domínio sobre a deformação elástica, o processo é denominado fadiga de baixo ciclo ( $N_f < 10^4$  ciclos). Para esta região, os ensaios são realizados com controle de deformação, pois a deformação plástica que ocorre torna difícil a interpretação dos resultados em termos de tensão (Dieter, 1988).

No caso dos metais ferrosos, especialmente os aços, existe uma tensão limite, denominada limite de fadiga, abaixo da qual não há rompimento do material. Para materiais não-ferrosos, principalmente o alumínio, o limite de fadiga ocorre para uma vida muito longa ( $N_f > 10^8$  ciclos), ou seja, a curva S-N decresce continuamente com a diminuição da tensão. Portanto, define-se a resistência a fadiga como sendo a tensão na qual o material rompe a um determinado número de ciclos. A curva S-N está ilustrada na Figura 21.

**Figura 21 – Esquematização de curvas de fadiga típicas. Na curva A observa-se a existência do limite a fadiga ( $\sigma_e$ ), abaixo do qual pode ser aplicada uma tensão por um número infinito de ciclos; na curva B este limite não é observado e esta representa materiais como alumínio e alguns aços de alta resistência.**



Fonte: Salerno (2003).

O limite de fadiga para os metais ferrosos é atribuído ao aprisionamento de linhas de discordâncias pelos átomos de carbono e nitrogênio, causado pelo envelhecimento por deformação. As linhas de discordância produzem deslizamento entre os planos cristalográficos e são subsequentemente presas pela migração dos



átomos de carbono durante o envelhecimento, tendo, portanto, seu movimento restringido. O limite de fadiga depende do acabamento superficial, tamanho do corpo de prova, tipo de carregamento, temperatura, ambiente, tensão média e concentrações de tensões (Rosa, 2002).

Os conceitos aqui apresentados sucintamente estão, há muito tempo, bem estabelecidos, podendo ser encontrados na literatura clássica, bem como em artigos de revisão, como em Broek (1986); Dowling (1999); Suresh (2003); e Schijve (2003).

#### **4.5.1 Fadiga em LMF**

Muitas vezes, as LMF's são utilizadas em aplicações que exigem uma alta resistência a solicitações de inúmeros ciclos térmicos sem que isso comprometa as propriedades do efeito de memória de forma estável e reduzam sua vida útil levando o material a fadiga e conseqüentemente a fratura. A partir de tal ponto de vista, várias investigações foram realizadas sobre as propriedades de fadiga em LMF de NiTi, CuZnAl, CuAlNi e de CuAlMn. Alguns destes estudos podem ser encontrados na literatura específica, bem como em artigos de revisão, tais como Otsuka & Wayman (1998); Calhoun *et al.* (2014); Nikulin *et al.* (2013); Roy *et al.* (2008) e Figueiredo (2006).

Quando uma LMF, bem como outros materiais, está sujeita a deformações cíclicas geralmente são introduzidos na sua estrutura micro fissuras que podem levar a uma fadiga gradual e eventualmente à fratura do material.

Sabe-se que existem três diferentes tipos de fadiga que são importantes para LMF's. A primeira é a falha habitual devido à fratura causada pelas deformações ou tensões cíclicas a uma temperatura constante. A segunda é a alteração das propriedades do material, tais como as temperaturas de transformação e histerese térmica devido aos ciclos térmicos de transformação. E, por fim, o terceiro que relaciona a degradação do EMF ou SE por causa da ciclagem mecânica ou térmica. Embora todos os três modos de fadiga sejam importantes, este trabalho se limitará ao estudo da falha habitual devido à fratura sob tensões ou deformações em regime cíclico em diferentes temperaturas mantidas constantes.

O primeiro relato sobre estudo de fadiga em LMF parece ser de Rachinger em 1957. Foi realizado um único teste com uma liga monocristalina de CuAlNi em flexão com os limites de deformação de superfície de  $\pm 2\%$  e encontrou-se uma vida de fadiga 53.000 ciclos. O autor comentou que, sob essas condições, a maioria dos materiais falhariam em 50 ciclos ou menos.

Nos mais variados âmbitos das aplicações desses materiais, o comportamento em fadiga é um fator preponderante no projeto e execução de dispositivos, sobretudo em aplicações cujo regime de trabalho é dinâmico. Nesses casos, o estudo da vida em fadiga é primordial para garantir não somente as funções estruturais do material, mas também a funcionalidade do elemento ativo sob as condições de trabalho.

É possível encontrar na literatura trabalhos a respeito da vida em fadiga de elementos de LMF em varias condições de ensaio, como estudos da vida em fadiga torcional em instrumentos endodônticos rotatórios de vários fabricantes, verificando a influencia do design e acabamento superficial (Tripi *et al.*, 2006; Larsen *et al.*, 2009); influência de tratamentos térmicos na fadiga termomecânica (Li *et al.*, 2009); comportamento cíclico a varias frequências e amplitudes sob controle de deformação (Branco *et al.*, 2012). Mas, apesar de toda esta gama de informações, varias questões ainda não estão bem respondidas e o fenômeno de fadiga permanece como um dos aspectos menos compreendidos do comportamento desses materiais funcionais.

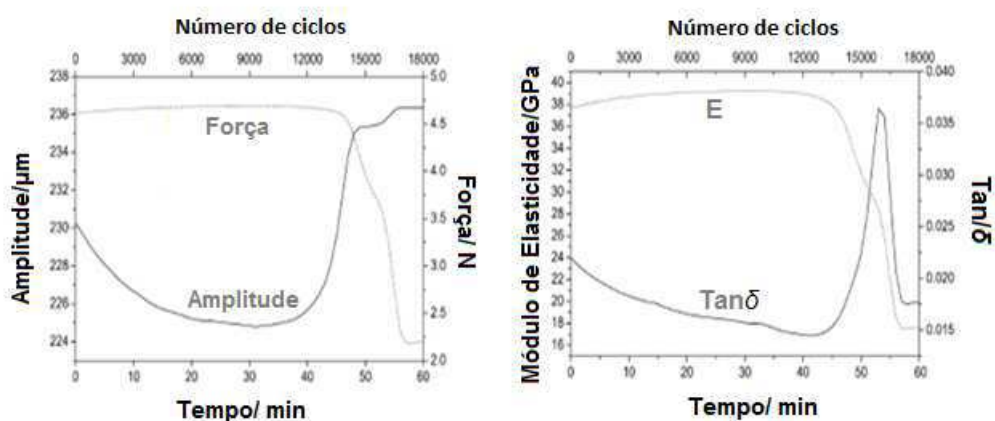
Em geral a vida em fadiga das LMF pode ser avaliada da mesma forma que para os materiais clássicos de engenharia, ou seja, pelo numero de ciclos em que ocorre a ruptura sob um dado valor de tensão mecânica, geralmente bem abaixo da tensão máxima suportada pelo material em um ensaio de tração quase estático. Além do numero de ciclos, a vida em fadiga estrutural depende de inúmeros outros fatores, como: valor de tensão aplicada, acabamento superficial, presença de concentradores de tensão, entre outros (Souza, 2005).

Como ainda não existem normas técnicas que regulem os testes de fadiga em ciclagem termomecânica de componentes finos, como fios de diâmetro inferior a 1 mm, a utilização de diferentes métodos e equipamentos para análise faz com que os resultados obtidos sejam algumas vezes difíceis de comparar. Atualmente os

equipamentos mais utilizados neste tipo de análise são máquinas do tipo flexão alternada e do tipo universal. Um grande problema verificado na utilização desses equipamentos de ensaio normalizados para ensaios de fadiga é a dificuldade para testar amostras com pequenas seções transversais, como por exemplo lâminas e fios com uma espessura inferior a 1 mm. Um equipamento diferente, disponível comercialmente, e que pode ser utilizado para análise de testes de fadiga é o Analisador Dinâmico Mecânico (DMA), permitindo a obtenção de resultados muito mais precisos e confiáveis quando comparados com as máquinas de teste padrão em testes de amostras de pequenas seções transversais.

A vida em fadiga de fios ortodônticos de NiTi para cargas de flexão aplicadas em um equipamento DMA foi estudada por Prymak et al. (2004). Estes autores constataram que as propriedades mecânicas do fio (módulo de elasticidade e amortecimento) sofrem alterações discretas durante a maior parte do carregamento cíclico, até atingir o processo de início da fratura. Na Figura 22 é possível visualizar os resultados obtidos neste trabalho, revelando que a falha ocorre entre 14000 e 15000 ciclos.

**Figura 22 - Resultado de DMA de um fio de NiTi com controle de carga aplicada.**



Fonte: Prymak et al. (2004).

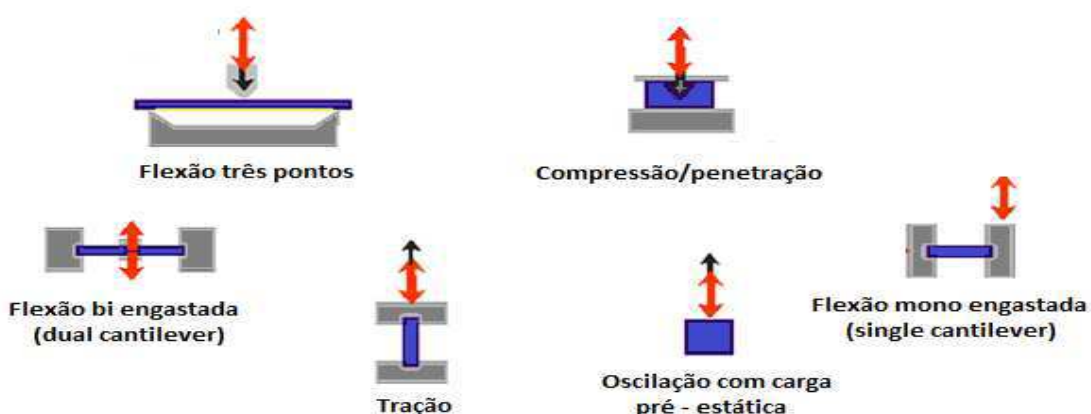
Entretanto, a experiência de utilização de equipamentos não-padronizados para testes de fadiga é relativamente pequena, apontando a necessidade de uma melhor compreensão sobre o assunto.

## 4.6 Análise dinâmico mecânica (DMA)

A análise dinâmico-mecânica (DMA) é uma técnica muito utilizada para o estudo e caracterização de materiais poliméricos, permitindo a determinação quantitativa das propriedades mecânicas de uma amostra ao submetê-la a uma carga oscilante, com uma dada frequência e variação de temperatura durante um tempo determinado.

De uma forma geral, os equipamentos de DMA comerciais trabalham aplicando carregamento mecânico oscilatório em vários tipos de sollicitação, sendo os mais empregados tração, flexão e compressão. A escolha do modo mais adequado deve se respaldar, primeiramente, na tentativa de se reproduzir em laboratório a mesma forma de sollicitação presente na situação real. Em alguns casos, devido à dificuldade de se produzir corpos de prova com a forma e o tamanho apropriados para o ensaio, pode-se alterar o modo de sollicitação. Considerando-se que essas alterações podem afetar as propriedades dos materiais, o modo de sollicitação deve ser sempre indicado com os resultados. A Figura 23 permite visualizar os principais modos de sollicitação possíveis em um equipamento de DMA.

Figura 23 - Tipos de sollicitações mais usuais em um equipamento de DMA.



Fonte: Autoria própria.

Para a realização de análises com DMA, alguns parâmetros devem ser levados em consideração, como temperatura, frequência e amplitude máxima do deslocamento ou deformação (ou força ou tensão). Normalmente, dois desses parâmetros são mantidos fixos, enquanto que o terceiro pode ser variado em uma

determinada faixa, de acordo com o interesse do estudo. Os principais testes são realizados com varredura de temperatura, o que permite determinar as temperaturas nas quais ocorrem alguns fenômenos de relaxação, associados a alterações drásticas nas propriedades visco-elásticas; ou com varredura de frequência, podendo-se obter o espectro de relaxação do material, a partir do qual se determinam todas as funções visco-elásticas, sem a necessidade de experimentos adicionais.

Em ambos os casos, é aconselhável, inicialmente, um estudo para a escolha da amplitude da deformação (ou da tensão). Um valor muito baixo da deformação, por exemplo, pode tornar difícil a quantificação da resposta da amostra, aumentando muito a relação ruído/sinal. Por outro lado, uma grande deformação pode provocar deslocamento na amostra que ultrapasse sua região de viscoelasticidade linear, deformando-a plasticamente, o que deve ser obrigatoriamente evitado.

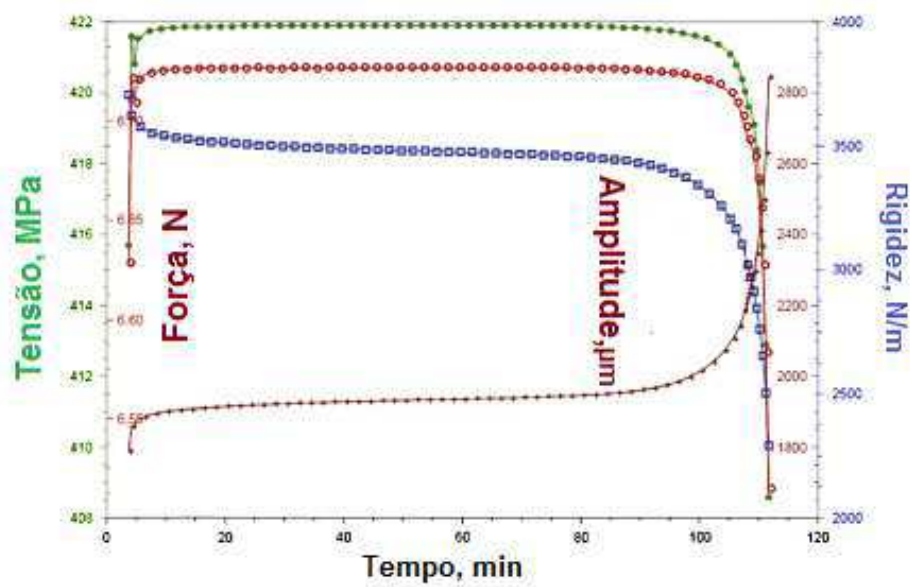
Os tipos de materiais que podem ser analisados por essa técnica, incluem polímeros termoplásticos, termorrígidos, compósitos, elastômeros, cerâmicas e metais. Um material para o qual essa técnica vem ganhando uma especial aplicação são as ligas com efeito de memória de forma, devido às suas propriedades apresentarem uma forte sensibilidade à temperatura.

Através do uso do DMA é possível caracterizar o comportamento mecânico de um material quando este é submetido a forças dinâmicas (frequência – carga oscilante) e a um programa controlado de temperatura. Com isso, é possível obter além das temperaturas de transição, informações quantitativas e qualitativas sobre as propriedades mecânicas dos materiais, tais como: módulo complexo e seus componentes (armazenamento ( $E'$ ) e perda ( $E''$ )), amortecimento, rigidez, módulo de Young e de cisalhamento, além de dados sobre a vida em fadiga (TA Instruments, 2008).

Os resultados obtidos num ensaio de DMA se encontram na parte inicial da curva de tensão-deformação, já que as deformações causadas são normalmente muito pequenas em relação às dimensões do material. Outra vantagem do DMA para o estudo de LMF é que se trata de uma técnica não destrutiva e portanto permite que as amostras sejam reanalisadas ou utilizadas em outras técnicas.

Na Figura 24 verifica-se um resultado de um ensaio de fadiga no DMA onde é possível monitorar as alterações dos parâmetros (tensão, carga, amplitude e rigidez) diretamente ao longo do teste. O controle dos parâmetros durante os testes permite detectar erros, sendo possível corrigir as falhas, o que é especialmente importante para os testes de longa duração.

**Figura 24 - Variação de parâmetros (de tensão, de carga, de amplitude e rigidez) em um ensaio de fadiga no DMA.**



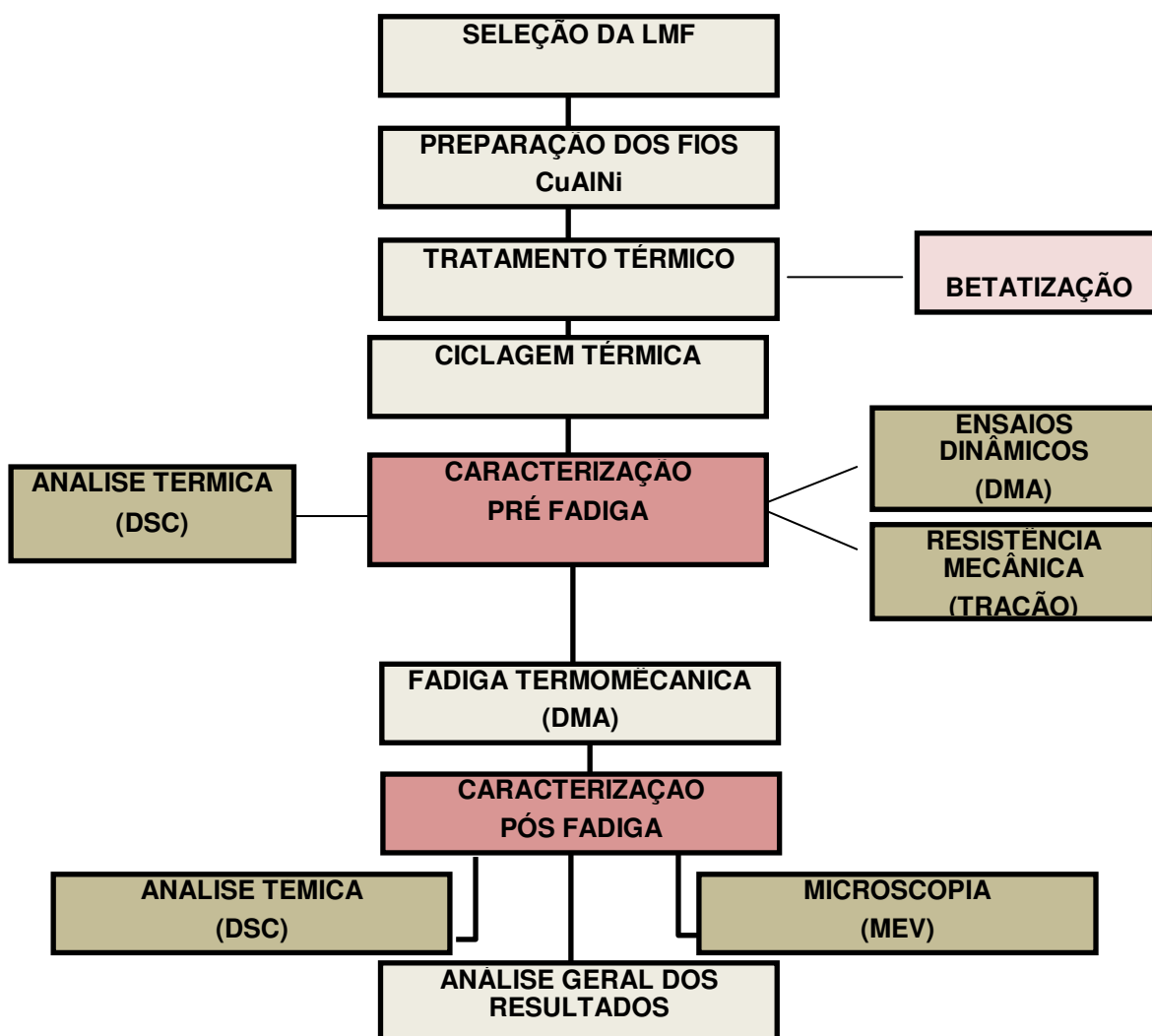
Fonte: Nikulin *et al.* (2013).

## 5 MATERIAIS E MÉTODOS

### 5.1 Fluxograma de desenvolvimento da pesquisa

Todo o desenvolvimento deste trabalho foi realizado no Laboratório Multidisciplinar de Materiais e Estruturas Ativas (LaMMEA) da Unidade Acadêmica de Engenharia Mecânica (UAEM) da UFCG. A metodologia experimental empregada encontra-se resumida no fluxograma da Figura 25.

Figura 25 - Sequência metodológica empregada neste estudo.



Fonte: Autoria Própria.

## 5.2 Seleção da LMF

As LMF CuAlNi constituem o tipo de material que mais tem produzido trabalhos acadêmicos depois das ligas de NiTi, devido principalmente a sua possibilidade de transformação em temperaturas mais elevadas, superiores a 100 °C. Como neste trabalho buscava-se estudar uma LMF de base cobre com temperaturas de transformação de fase reversa (aquecimento) superiores a temperatura de 50 °C, foi adquirida uma bobina de fio comercial de CuAlNi proveniente da empresa francesa *Nimesis*. Este fio tem composição nominal de Cu-13,5%Al-4%Ni (% peso) e diâmetro de 0,65 mm.

Segundo o fornecedor, a principal aplicação destes fios se dá na produção de atuadores térmicos ou elétricos, conectores, válvulas de segurança térmica, sensores e outras (Nimesis, 2014). Na Figura 26 é possível visualizar uma sequência de imagens da bobina de fios de LMF CuAlNi em seu estado original, como recebido.

**Figura 26- Sequência fotográfica dos fios de LMF CuAlNi.**



Fonte: Autoria própria.



### 5.3. Preparação dos fios de CuAlNi

Visando a obtenção de amostras para as etapas de caracterização térmica e termomecânica dos fios CuAlNi foi utilizada uma máquina de corte de precisão, com disco de corte diamantado, para seccionar o fio e obter amostras com o comprimento final de 30 mm. As amostras obtidas foram extraídas das regiões mais retilíneas do fio, com o objetivo de minimizar interferências da curvatura nos resultados. Na Figura 27 verifica-se a imagem de um corpo de prova típico extraído da bobina de fios LMF CuAlNi.

**Figura 27- Fotografia da amostra de fio LMF CuAlNi conforme utilizada neste trabalho.**



Fonte: Autoria Própria.

### 5.4 Tratamento Térmico

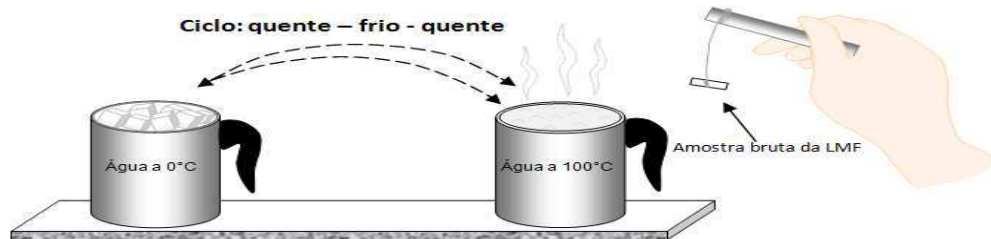
Nesta etapa as amostras de fio CuAlNi foram submetidas a um tratamento térmico de betatização a 850°C por 20 minutos, seguido de têmpera em água à temperatura ambiente, para obter a transformação martensítica reversível, que origina os fenômenos de EMF.

### 5.5 Ciclagem Térmica

Em seguida, para realização da caracterização térmica e termomecânica, as amostras de fios LMF foram submetidas a sucessivos ciclos térmicos de aquecimento-resfriamento-aquecimento entre 0°C e 100°C para garantir a

estabilização das propriedades térmicas de transformação (temperaturas e histerese). Esse processo de ciclagem é ilustrado na Figura 28.

**Figura 28 - Esquema ilustrativo do procedimento de ciclagem térmica usado para estabilizar o fio LMF CuAlNi.**



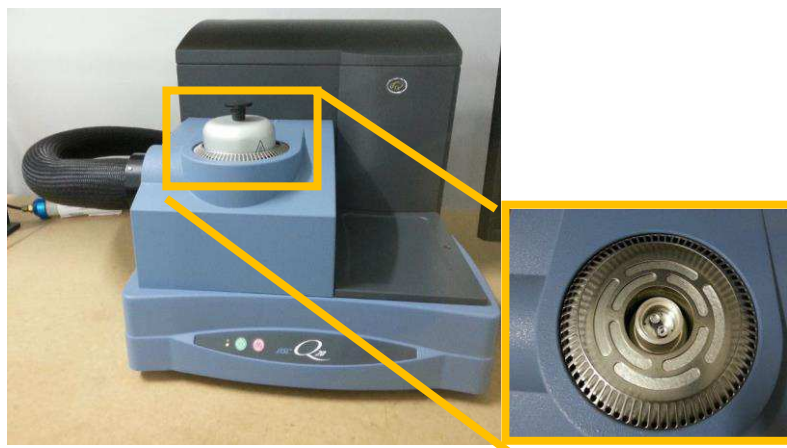
Fonte: Autoria Própria.

## 5.6 Caracterização pré fadiga

### 5.6.1 Térmica: calorimetria diferencial de varredura (DSC)

Para a medição das temperaturas de transformação de fase ( $A_S$ ,  $A_F$ ,  $M_S$ ,  $M_F$ ) e das entalpias de transformação típicas das LMF foi utilizada a técnica de Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC). Nesse caso, foi empregado o método do cruzamento das tangentes nos picos exotérmicos (resfriamento) e endotérmicos (aquecimento) para obter as temperaturas de transformação de fase. A energia envolvida no processo foi determinada a partir da integração das áreas internas aos picos de transformação. Já a histerese térmica foi obtida pela diferença entre as temperaturas de pico de transformação. Para uma melhor precisão, estas propriedades foram traçadas utilizando o próprio programa do equipamento DSC Q20 (Universal Analysis), da marca TA Instruments. O equipamento DSC pode ser visualizado na Figura 29.

**Figura 29 - Calorímetro DSC modelo Q20 da TA Instruments, com ampliação do porta amostras.**



Fonte: Autoria Própria.

### **5.6.2 Termomecânica: análise dinâmico mecânica (DMA)**

Os ensaios dinâmicos foram realizados utilizando um equipamento DMA modelo Q800, também da marca TA Instruments. Este equipamento permite determinar a capacidade de amortecimento, representada pela tangente do ângulo de fase ( $Tan \delta$ ) e o módulo de elasticidade, relacionado à rigidez do material, ambos em função do aquecimento (temperatura).

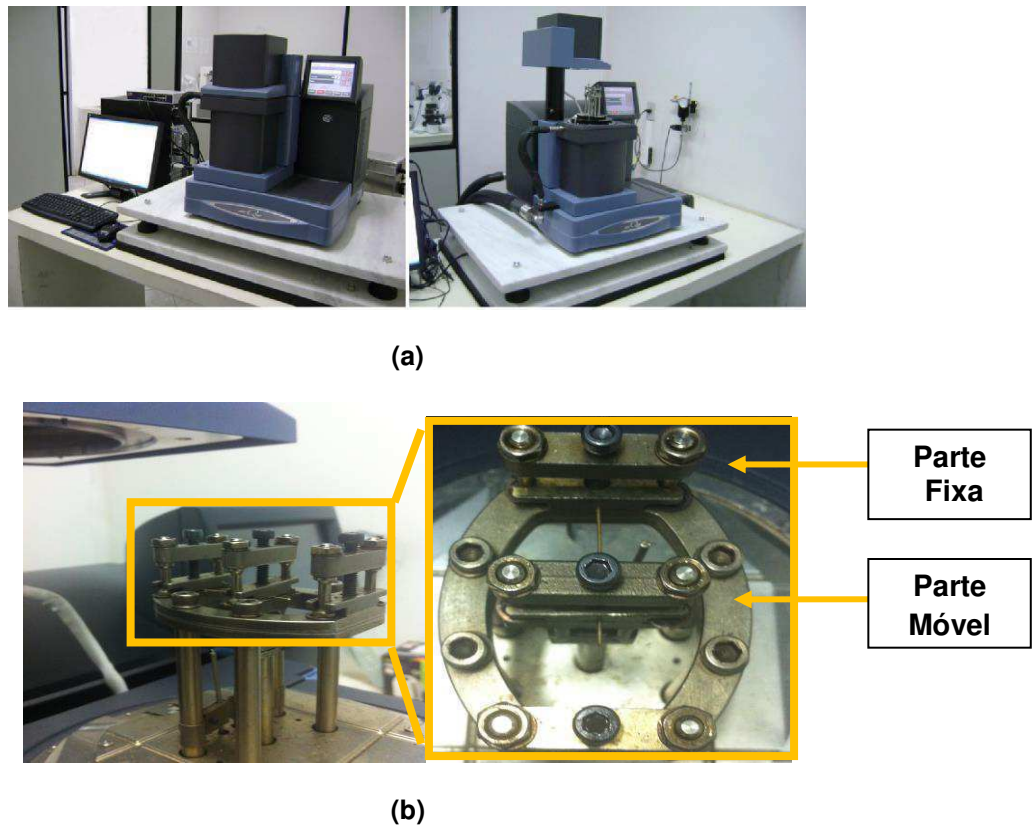
Segundo estudo realizado por Silva (2009), para LMF NiTi, os parâmetros otimizados para a realização dos ensaios dinâmicos nestes materiais metálicos em modo de flexão simples (*single cantilever*) são: frequência de 1 Hz, taxa de aquecimento de 5 °C/min e amplitude de oscilação de 5 µm. Com o objetivo de verificar esta recomendação e analisar a influência da variação desses parâmetros nas propriedades de amortecimento e rigidez dos fios de LMF CuAlNi estudados, foram selecionados os seguintes valores de frequência (1, 2, 5 e 10 Hz), taxa de aquecimento (2, 5, 10, 15 e 20 °C/min) e amplitude de deslocamento (2, 5, 10, 15 e 20 µm), para um ensaio do tipo rampa de temperatura, com faixa de temperatura variando de 35 °C até 180 °C, no modo flexão com viga simplesmente engastada (*single cantilever*).

Após a varredura de parâmetros, foram realizados ensaios para verificar a transformação martensítica direta e inversa nos fios LMF. Os parâmetros utilizados nesse caso foram: frequência de 1 Hz, taxa de aquecimento de 5 °C/min e amplitude de deslocamento de 10 µm, com rampa de temperatura partindo de 200°C com resfriamento até 35°C e posterior aquecimento até 200°C.

Para todas as análises envolvendo o DMA foram realizados ensaios somente no sentido do aquecimento devido, a dificuldade de obtenção do nitrogênio líquido durante a execução dos experimentos.

A sequência fotográfica da Figura 30 mostra a montagem do DMA Q800 e da garra de flexão utilizada neste trabalho.

**Figura 30 - Analisador dinâmico mecânico (DMA) utilizado. (a) Visão geral do equipamento. (b) Garra de flexão utilizada.**



Fonte: Autoria própria.

### 5.6.3 Resistência mecânica: ensaios de tração

Os ensaios mecânicos de tração monotônica (estáticos) foram conduzidos empregando-se a máquina de ensaios eletrodinâmica Instron, modelo Electropuls E10000 mostrada na Figura 31 juntamente com o detalhe do fio CuAlNi instalado entre as garras de fixação.

**Figura 31- Máquina de ensaios Instron Electropuls E10000. (a) Vista geral da máquina de ensaios. (b) Detalhe da garra e do fio CuAlNi instalado.**



(a)



(b)

Fonte: Autoria própria.

Para os ensaios de tração os fios CuAlNi foram fixados nas garras com o auxílio de placas de aço obtidas a partir de lâminas de serra comerciais, formando uma espécie de sanduíche. Os ensaios quase estáticos de tração axial nos fios foram realizados com o intuito de determinar os níveis de deformação mecânica que serão usados no estudo da vida em fadiga.

Assim sendo, foram preparados 2 corpos-de-prova a partir dos fios de CuAlNi com comprimento útil de aproximadamente 100 mm. As amostras de fio foram tracionadas até a ruptura.

## 5.7 Fadiga termomecânica

Considerando que o DMA é um equipamento que funciona sob a ação de cargas cíclicas, utilizando o mesmo método descrito na seção 5.6.2 foi analisada a vida em fadiga dos fios de CuAlNi. Ensaio preliminares com o equipamento foram realizados com o objetivo de determinar os melhores parâmetros de análise. As temperaturas de teste foram fixadas em 30 °C, 90 °C e 150 °C, correspondente as três regiões típicas desses materiais (martensita, mistura de fases e austenita, respectivamente).

A partir do resultado do ensaio de tração simples foram escolhidos quatro valores de amplitude de deflexão, correspondentes a 1000, 1500, 2000 e 2500 µm, a serem aplicadas aos fios CuAlNi em modo de flexão simples utilizando uma frequência constante de 1 Hz.

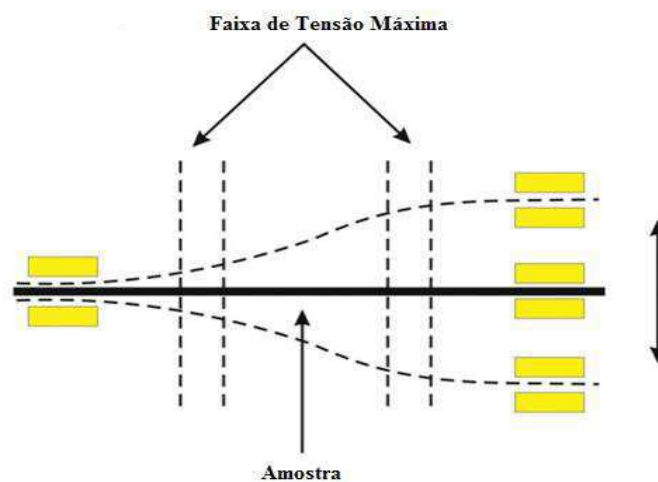
Para a realização dos ensaios, foram preparados 3 corpos de prova a partir dos fios de LMF CuAlNi para cada condição de ensaio, com comprimento útil de aproximadamente 17,5 mm, de modo a permitir uma análise estatística mínima. Os resultados obtidos foram expostos através de curvas de Wohler (ou curva S-N), revelando a evolução do número de ciclos em função do nível da amplitude de deformação aplicada e permitindo determinar a fadiga estrutural dos fios CuAlNi.

Conforme mencionado anteriormente, o modo de solitação utilizado neste trabalho foi a flexão em modo de viga simplesmente engastada (*single cantilever*). Nesta modalidade uma das extremidades do fio CuAlNi permanece fixa e a outra

móvel. Na extremidade da parte móvel é imposta uma força ou deslocamento oscilatório com a frequência prescrita (permitindo obter o número de ciclos) e medindo o comportamento do material em função da oscilação, com a temperatura mantida constante.

A Figura 32 ilustra a fixação da amostra para a garra de flexão simples e a distribuição das principais zonas de tensão máxima.

**Figura 32 - Localização das principais zonas de tensão no modo de flexão simples.**



Fonte: Adaptado de Nikulin *et al.* (2013).

## 5.8 Caracterização pós fadiga

Conforme mencionado anteriormente, neste trabalho houve a preocupação de realizar uma caracterização após a falha completa dos fios de CuAlNi, visando avaliar a influência do processo de ciclagem sobre a transformação de fase, bem como estabelecer o modo de ruptura. Portanto, nesta fase foram usadas duas técnicas: análise térmica em DSC e microscopia eletrônica de varredura (MEV).

### **5.8.1 Térmica: calorimetria diferencial de varredura (DSC)**

Nesta etapa, a caracterização térmica foi realizada nas mesmas condições descritas na seção 5.6.1, agora para os fios após os ensaios de fadiga.

### **5.8.2 Fratura: Microscopia eletrônica de varredura (MEV)**

As superfícies de fratura dos fios CuAlNi provenientes dos ensaios de fadiga foram examinadas em um microscópio eletrônico de varredura modelo VEGA 3 XMH, marca Tescan, para ampliações de 100, 200 e 500x.



## **6 RESULTADOS E DISCUSSÕES**

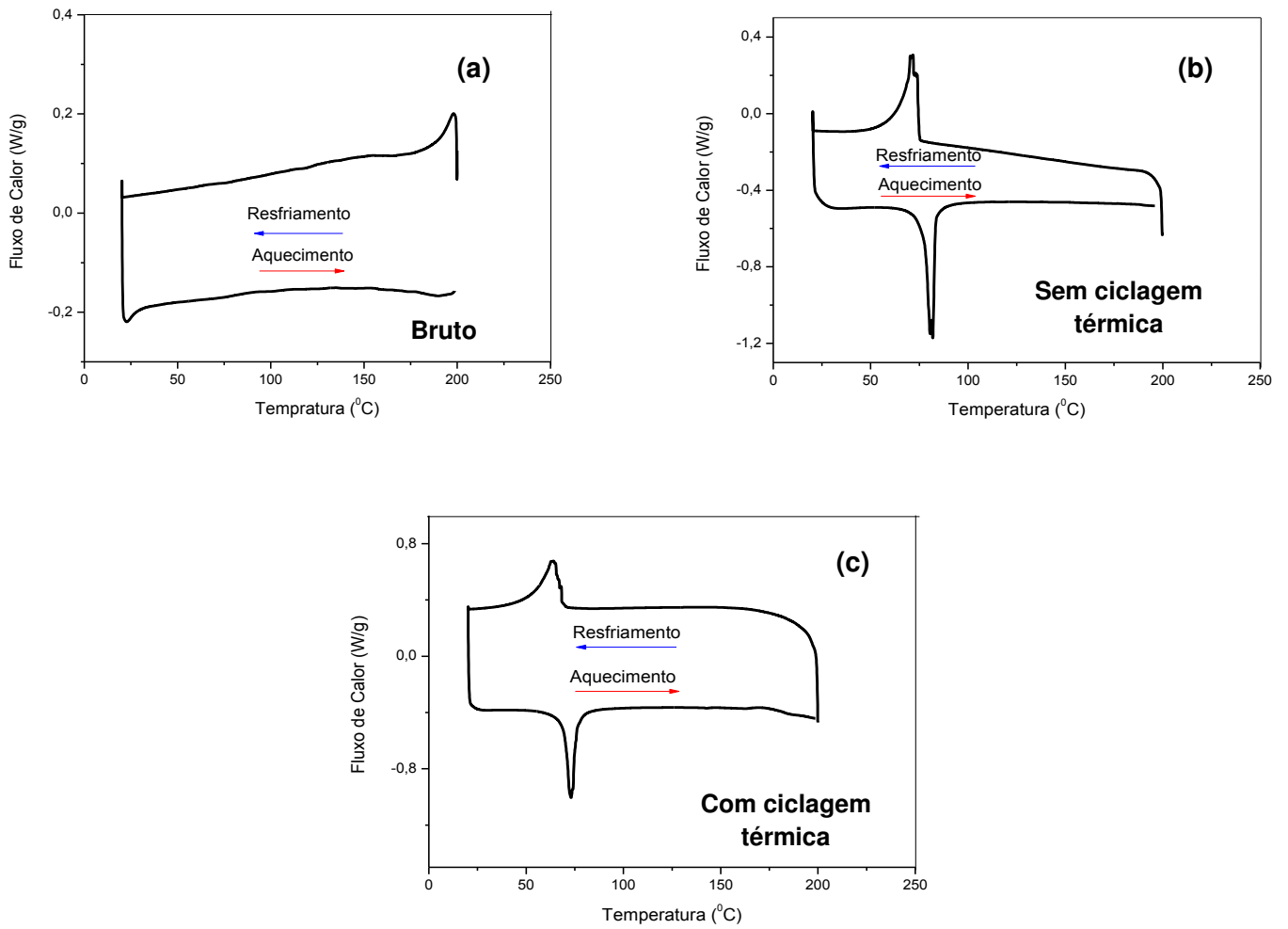
### **6.1 Térmica: calorimetria diferencial de varredura (DSC)**

#### **6.1.1 Temperaturas de transformação de fase, entalpias de transformação e histerese térmica**

Nesta análise foram realizados ciclos térmicos nos fios CuAlNi monitorando a variação do fluxo de calor em função da temperatura em três estados diferentes (conforme recebido, sem ciclagem térmica e com ciclagem térmica após tratamento térmico de betatização seguido de têmpera em água). Os resultados obtidos estão apresentados na Figura 33.

A partir das curvas de DSC foram extraídas além das temperaturas de transformação de fase, a histerese térmica e as entalpias de transformação de fase para todos os casos estudados. Os resultados obtidos estão resumidos na Tabela 1.

**Figura 33 - Análise DSC para os fios CuAlNi em diferentes estados: (a) Como recebido (bruto), (b) Betatizado sem ciclagem térmica e (c) Betatizado com ciclagem térmica.**



Fonte: Autoria própria.

**Tabela 1- Valores das temperaturas de transformação de fase, entalpias de transformação e histerese térmica para todos os casos estudados.**

Fios CuAlNi	Temperaturas de Transformação de Fase (°C)				Entalpia de Transformação (J/g)		Histerese Térmica (°C)
	M <sub>S</sub>	M <sub>F</sub>	A <sub>S</sub>	A <sub>F</sub>	Direta	Inversa	
<b>Bruto</b>	--	--	--	--	--	--	--
<b>Sem estabilização</b>	74,3	61,8	75,2	83,6	7,3	6,5	10,9
<b>Com estabilização</b>	68,3	56,7	69,8	75,3	6,0	5,9	9,0

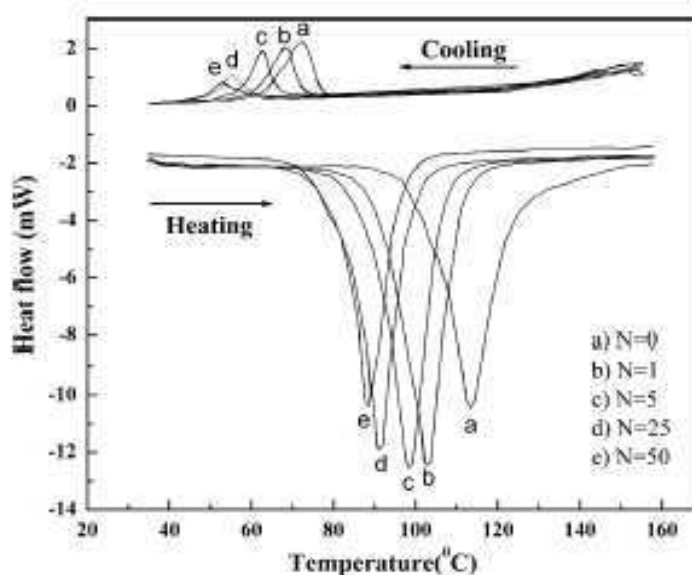
Fonte: Autoria própria.

A partir dos resultados obtidos em DSC observa-se que o fio CuAlNi na condição como recebido (Figura 33a) não apresentou nenhum indicio de picos de transformação. Isto pode ser atribuído ao processo de conformação usado durante a fabricação, responsável pelo encruamento do fio devido a introdução de discordâncias, que são capazes de inibir o aparecimento da transformação de fase martensítica termoelástica (Nakata et al., 1985; Otsuka e Wayman, 1998). Além disso, sabe-se que as LMF de base cobre, diferentemente daquelas do sistema NiTi, precisam ser submetidas a um aquecimento até a região da fase  $\beta$  (betatização) com subsequente têmpera para originar a transformação de fase responsável pelos fenômenos de EMF e SE (Otsuka e Wayman, 1998). Nos fios CuAlNi estudados, sem e com estabilização térmica após tratamento de betatização seguido de têmpera, é possível observar a transformação martensítica direta e inversa, indicada pela presença dos picos de energia nas curvas de resfriamento e aquecimento (Figuras 33b e 33c). Verifica-se que no fio CuAlNi que foi submetido ao processo de estabilização térmica ocorreu um deslocamento das temperaturas de transformação para valores ligeiramente mais baixos (redução de aproximadamente 6°C), além de uma diminuição na intensidade dos picos que se refletem nos valores de entalpia de transformação. Isto provavelmente ocorreu como um efeito da ciclagem térmica, que pode levar a uma diminuição das temperaturas de transformação devido a um aumento da densidade de discordâncias originadas pela própria transformação de

fase conforme se aumenta o número de ciclos térmicos (Nakata *et al.*, 1985; Tadaki, 1999).

Os efeitos da ciclagem térmica nas características de transformação de LMF têm sido extensivamente investigados ao longo dos anos (Lin *et al.*, 1995; Uchil *et al.*, 2002a; He *et al.*, 2006; Pereira *et al.*, 2006; Pattabi *et al.*, 2007). Entretanto, ainda são limitadas as informações em relação as LMF de CuAlNi. Porém, devido à analogia dos mecanismos, pode-se fazer um paralelo com as LMF de NiTi e avaliar a influência da ciclagem térmica em sua estrutura e propriedades. As curvas de DSC apresentadas no trabalho de Pattabi *et al.* (2007) e mostradas na Figura 34, ilustram este fenômeno mais claramente.

**Figura 34 - Análise DSC de uma LMF NiTi submetida a um número crescente de ciclos térmicos.**



Fonte: Pattabi *et al.* (2007).

Em relação aos resultados obtidos para a histerese térmica, os valores encontram-se variando de 9 a 10,9 °C (diferença entre as temperaturas de pico) o que está em concordância com a literatura (Otsuka *et al.*, 1974; Recarte *et al.*, 2002). Sabe-se que este comportamento está intimamente relacionado à facilidade de movimento entre as interfaces cristalográficas durante a transformação de fase

(Otsuka e Wayman, 1998). Assim, menores valores de histerese indicam uma mobilidade maior entre as interfaces cristalinas. Os valores de entalpia de transformação variando de 5,9 a 7,5 J/g estão também em acordo com a literatura, conforme se pode verificar comparando os resultados obtidos neste trabalho com aqueles apresentados na Figura 15 (Chang, 2011). Naquela figura, observa-se que uma diminuição nas temperaturas de transformação está correlacionada a uma redução nas energias de transformação, conforme também foi observado neste trabalho (Tabela 1).

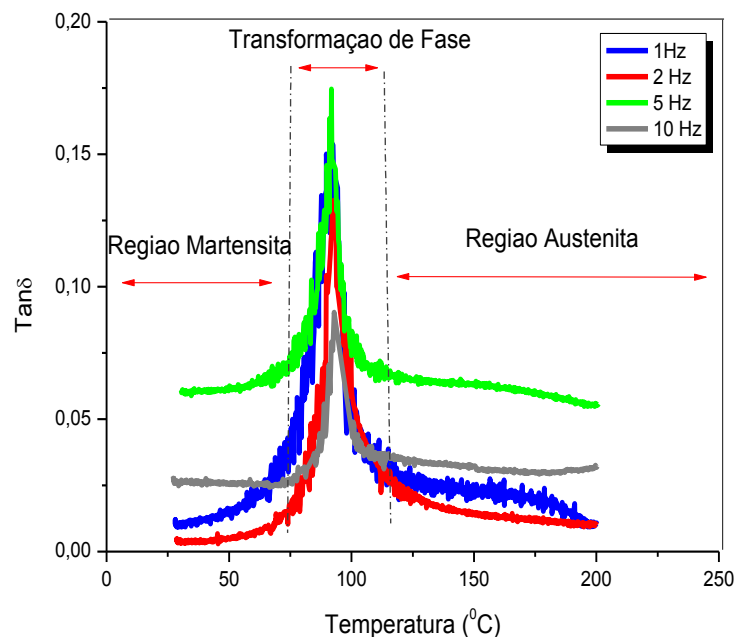
## **6.1.2 Termomecânica: Análise Dinâmico Mecânica (DMA)**

### **6.1.2.1 Otimização dos parâmetros para os ensaios dinâmicos**

Para avaliar a capacidade de amortecimento e variação do módulo de elasticidade do fio de LMF CuAlNi foi realizada uma sequência de ensaios dinâmicos sendo o primeiro parâmetro analisado a frequência de excitação. A Figura 35 mostra a influência da frequência de excitação na capacidade de amortecimento ( $\tan \delta$ ) para um ensaio com amplitude de deflexão de 5  $\mu\text{m}$  e taxa de aquecimento de 5  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . Foi observado um comportamento típico de uma LMF inicialmente no estado martensítico em resposta ao aumento de temperatura em um DMA. A curva pode ser dividida em três regiões bem distintas: um primeiro patamar de amortecimento, correspondente à fase martensita; um pico de amortecimento bastante pronunciado durante a transformação de fase; e um segundo patamar de amortecimento, com valor ligeiramente diferente do primeiro, correspondente à fase austenita. Diferentemente do que se observa em LMF do sistema NiTi, o amortecimento da fase martensítica não foi claramente superior ao da fase austenítica, além do comportamento de amortecimento não ter apresentado uma relação clara com a frequência. A Figura 36 permite uma comparação com a resposta de uma LMF NiTi, cujo amortecimento na região martensítica é claramente superior ao da região austenítica, ambos sendo independentes da frequência de excitação.

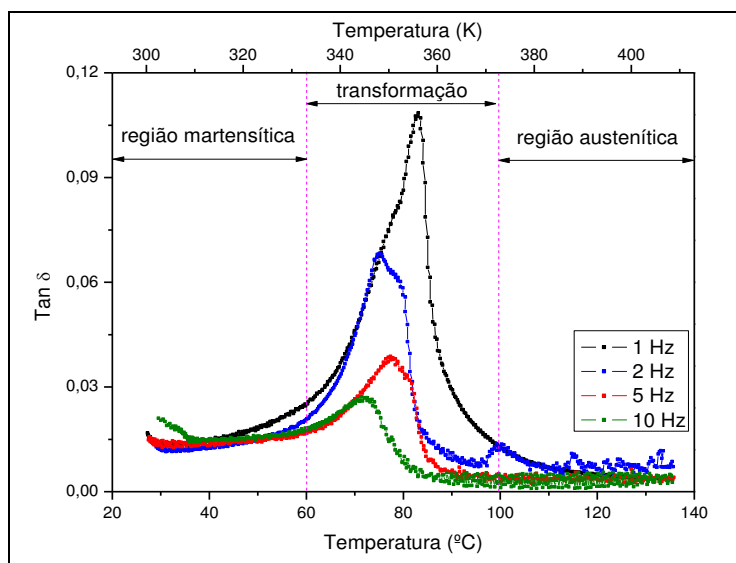
No entanto, observa-se que variando a frequência de 1 a 10 Hz para uma rampa de temperatura é possível observar que a variação da frequência não altera a posição dos picos, como ocorre nas LMF NiTi (Figura 36), mas afeta a intensidade dos picos, indicando assim uma possível diminuição da capacidade de amortecimento da LMF CuAlNi (Nespoli, 2013; Van Humbeeck, 2003). Uma comparação entre as Figuras 35 e 36 permite constatar que a LMF CuAlNi possui um comportamento de amortecimento mais disperso em função da frequência do que as LMF NiTi.

**Figura 35 - Comportamento da capacidade de amortecimento com a variação da frequência (de 1 a 10 Hz) em função da temperatura para o fio de LMF de CuAlNi.**



Fonte: Autoria própria.

**Figura 36 - Comportamento da capacidade de amortecimento com a variação da frequência (de 1 a 10 Hz) em função da temperatura para uma LMF de NiTi.**



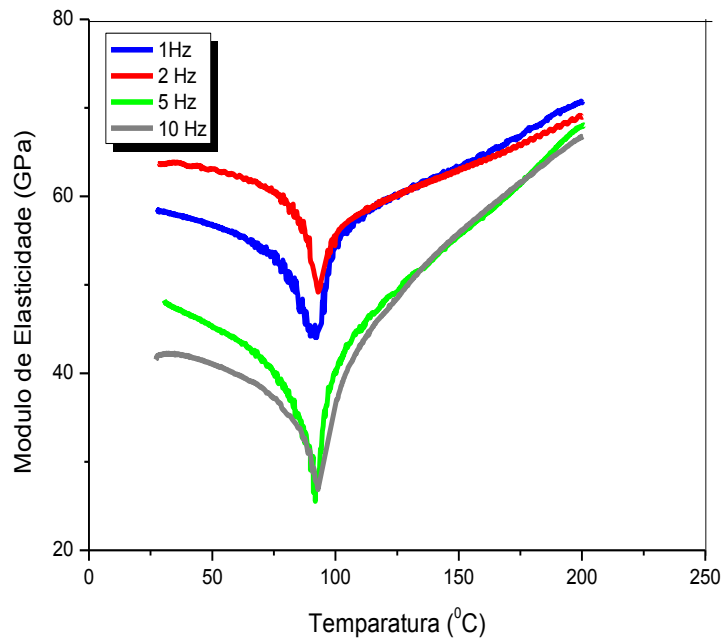
Fonte: SILVA (2009).

A transição de fase também pode ser visivelmente identificada nas curvas da Figura 37, na qual é possível verificar o comportamento do módulo de elasticidade ( $E$ ) em função da temperatura. Qualitativamente, a partir dos resultados percebe-se uma diminuição inicial de módulo durante o aquecimento em estado martensítico seguida de um aumento considerável ao longo da transformação de fase. Esse aumento do módulo de elasticidade com a temperatura indica um acréscimo na rigidez do material, ou seja, há uma menor dissipação de energia pela estrutura correspondente a altas temperaturas (austenita).

No estado martensítico, a aproximadamente 25 °C, verificou-se uma forte dependência do módulo com a frequência de excitação, a ponto do valor variar de aproximadamente 60 GPa a 1 Hz para 40 GPa a 10 Hz. A redução de módulo observada com o aquecimento, da ordem de 15 GPa, entre 25 °C e 90 °C pode ser atribuída ao aumento da mobilidade das interfaces de variantes martensíticas até uma temperatura próxima à  $A_s$  (75 °C). Essa diminuição de módulo com o aquecimento na faixa de temperatura entre  $M_F$  e  $A_s$  parece ser específico das LMF de base cobre, já que foi observado também por Pereira et al (2013) e geralmente é

bastante discreta ou não é verificada em LMF do sistema NiTi, como é possível observar nos resultados dos trabalhos de Holanda *et al.* (2014) e de Vilar (2010).

**Figura 37-** Comportamento do módulo de elasticidade ( $E$ ) com a variação da frequência (de 1 a 10 Hz) em função da temperatura para o fio de LMF CuAlNi.



Fonte: Autoria própria.

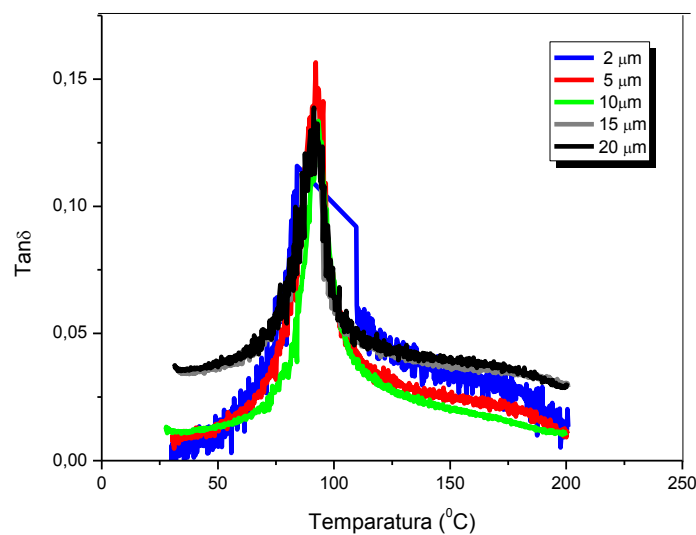
Ainda na Figura 37, após a redução de módulo na região martensítica, verifica-se um forte aumento entre 90 °C e 200 °C, tendendo para um valor de 70 GPa independentemente da frequência de excitação. O maior aumento de módulo ocorre para as frequências de 5 Hz e 10 Hz, correspondendo a aproximadamente 40 GPa ( $E_{máx} - E_{min}$ ). Essa variação importante de módulo, que corresponde a uma variação de rigidez do material, pode ser usada para o controle de vibrações em sistemas mecânicos, como demonstrado no trabalho de Holanda *et al.* (2014).

Foi analisada também a influência da amplitude de oscilação (deslocamento imposto na extremidade do fio montado em flexão simples) nos ensaios dinâmicos, os quais foram realizados com frequência de excitação fixada em 1 Hz e taxa de aquecimento constante de 5 °C/min. As deflexões aplicadas na extremidade do fio CuAlNi variaram entre 2 e 20  $\mu\text{m}$  e os resultados obtidos são mostrados na Figura 38. Constatou-se que amplitudes muito baixas levam a um sinal de resposta com



ruído elevado, os quais fornecem valores de amortecimento imprecisos, como pode ser verificado no valor de  $\text{Tan } \delta$  durante a transformação de fase na curva usando amplitude de 2  $\mu\text{m}$ . Para amplitudes iguais ou superiores a 10  $\mu\text{m}$ , a resposta do fio LMF CuAlNi se mostrou estável, não sendo, portanto, necessário exercer mais força sobre o material, minimizando sua possível fadiga.

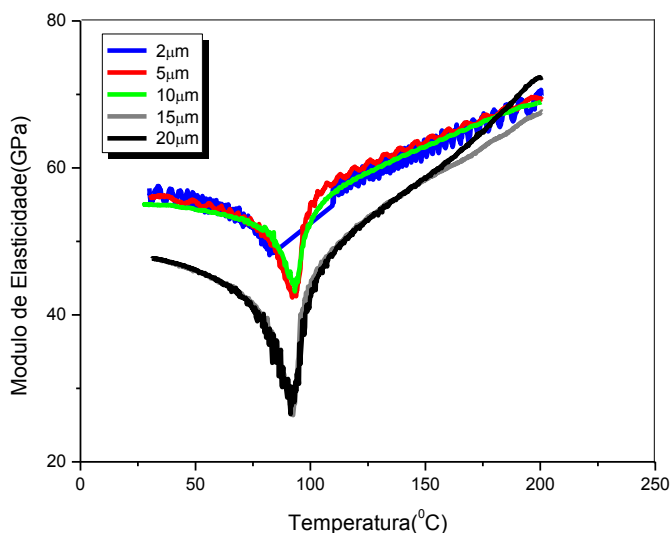
**Figura 38 - Comportamento da capacidade de amortecimento em função da temperatura para diferentes amplitudes de oscilação variando (de 1 a 20  $\mu\text{m}$ ) aplicadas ao fio LMF CuAlNi.**



Fonte: Autoria própria.

Em relação ao comportamento do módulo de elasticidade com a variação da amplitude de deslocamento, mostrado na Figura 39, verificou-se que de uma forma geral ocorreu um aumento no módulo durante a transformação de fase, entre  $A_s$  e  $A_F$ , indicando assim uma menor dissipação de energia pela estrutura do material tornando-o mais rígido. Observa-se também que para amplitudes superiores a 10  $\mu\text{m}$  foram obtidos os maiores valores de módulo, que tendem a atingir 70 GPa como no caso anterior (Figura 37).

**Figura 39 - Comportamento do módulo de elasticidade ( $E$ ) em função da temperatura para diferentes valores da amplitude de oscilação (de 1 a 20  $\mu\text{m}$ ) aplicada ao fio LMF CuAlNi.**



Fonte: Autoria própria.

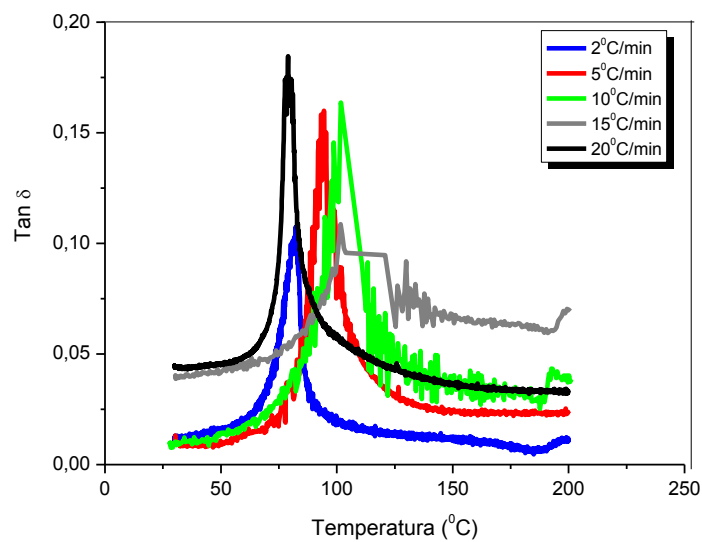
Em relação as propriedade de amortecimento com a variação da taxa de aquecimento, a Figura 40 permite verificar os resultados obtidos nos ensaios dinâmicos com frequência de excitação fixada em 1 Hz e amplitude de deflexão de 5  $\mu\text{m}$  e taxas de aquecimento variando de 2 a 20  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . Observa-se que o aumento na taxa de aquecimento, no geral, altera a posição dos picos de amortecimento para regiões de mais altas temperaturas. Taxas acima de 10  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  resultam em picos de  $Tan \delta$  mais pronunciados com sinais de resposta mais ruidosos, com exceção da taxa de 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . De acordo com a literatura, quando a taxa de aquecimento é reduzida para a LMF de NiTi os valores de  $Tan \delta$  sofrem uma diminuição dos picos de transformação (Chang e Wu, 2008; Silva, 2009) e este mesmo comportamento pode ser observado também para os fios de CuAlNi.

Vilar (2010) verificou também que a taxa de aquecimento é o parâmetro de maior relevância quando se deseja avaliar as temperaturas de transformação de fase de amostras de LMF a partir de curvas oriundas de DMA. Isto ocorre devido à presença de um gradiente de temperatura na amostra devido tanto a sua massa quanto da condutividade térmica das garras do equipamento, que também são metálicos. Assim, para garantir que a amostra se encontrará na temperatura

indicada pelo termopar do equipamento é importante utilizar as menores taxas de aquecimento possíveis.

Levando em conta esta recomendação, concluiu-se que a taxa de aquecimento de 5 °C/min leva a ensaios relativamente rápidos e ao mesmo tempo curvas características de amortecimento mais representativas.

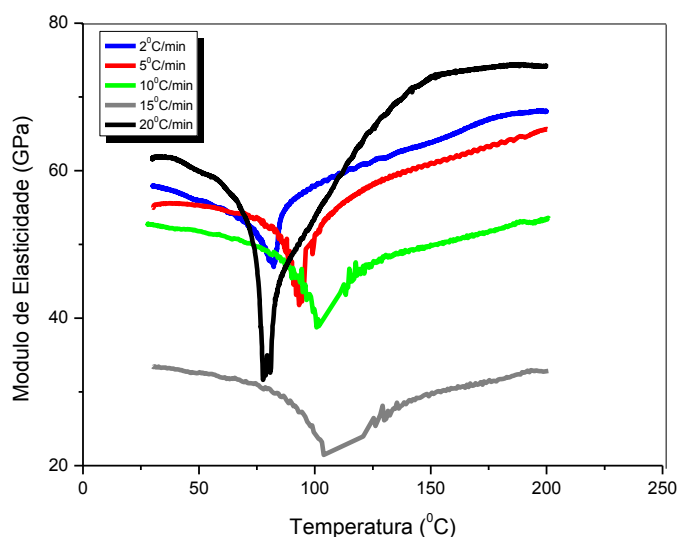
**Figura 40 - Comportamento da capacidade de amortecimento em função da temperatura para diferentes valores da taxa de aquecimento (de 2º a 20º C) para o fio de LMF CuAlNi.**



Fonte: Autoria própria.

De acordo com as curvas da Figura 41 percebe-se que o comportamento do aumento do módulo de elasticidade com a temperatura também é bastante disperso para as diferentes taxas de aquecimento empregadas.

**Figura 41- Comportamento do módulo de elasticidade (E) em função da temperatura para diferentes valores da taxa de aquecimento (de 2º a 20º C/min) para o fio de LMF CuAlNi.**



Fonte: Autoria própria.

A partir desta análise inicial constata-se que não existem valores de amortecimento específicos para o fio de LMF CuAlNi, de maneira que a variação de parâmetros como frequência, taxa de aquecimento e o mais importante a amplitude podem influenciar de forma significativa na capacidade de amortecimento medida para esses materiais. Em todo o caso pode-se afirmar que os fios da LMF CuAlNi mostram uma alta capacidade de amortecimento durante a transformação de fase, de pelo menos uma ordem de magnitude maior do que aquela observada em materiais metálicos convencionais, além de uma aumento significativo de rigidez (módulo de elasticidade).

### 6.1.2.2 Transformação direta

Mesmo com a limitação de falta de nitrogênio líquido e na tentativa de verificar a transformação martensítica direta (austenita – martensita, no resfriamento) e inversa (martensita – austenita, no aquecimento) nos fios de LMF CuAlNi, foi realizado um ensaio no DMA do tipo rampa de temperatura com resfriamento a partir de 200 °C até 60 °C e posterior aquecimento até 200°C para completar um ciclo térmico. O resultado deste ensaio pode ser verificado na Figura 42, revelando a presença do pico de transformação martensítica inversa (aquecimento), quase bem definido.

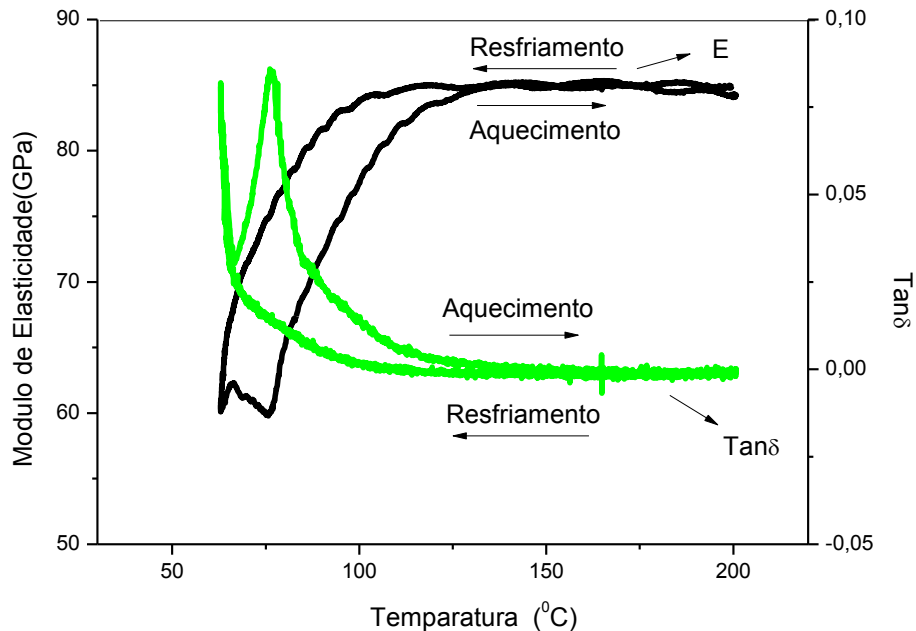
Nesse resultado fica evidente também que o resfriamento até apenas 60 °C, devido à falta de nitrogênio líquido para uso no equipamento DMA, não foi suficiente para completar a transformação de fase direta (da austenita para a martensita) de modo que o pico de  $Tan\delta$  no resfriamento não foi completamente formado. Porém, a intensidade desse pico corresponde a um valor médio para o amortecimento durante a transformação de fase, da ordem de 0,1 e que tende a zero na fase austenítica de alta temperatura, o que está compatível com a literatura (Silva, 2009; Otsuka e Wayman, 1998).

Do ponto de vista das aplicações, as investigações sobre os fatores que influenciam a capacidade de amortecimento são de extrema importância tendo em vista que segundo a literatura alguns fatores externos como efeitos da temperatura, de taxa de variação da temperatura, frequência, amplitude e tensão podem influenciar significativamente a capacidade de amortecimento desses materiais (Graczykowski *et al.*, 2010; Cai *et al.*, 2005).

Em relação variação do módulo de elasticidade em função da temperatura percebe-se que na temperatura de 200 °C o módulo de elasticidade do fio CuAlNi é de aproximadamente 85 GPa. Durante o resfriamento e posterior aquecimento observa-se uma variação de módulo de aproximadamente 25 GPa entre as fases de mistura (martensita e austenita) e austenita. Como a temperatura de transformação  $M_F$  do fio LMF medida em DSC é de aproximadamente 62°C (Tabela 1), o resfriamento até apenas 60°C não foi suficiente para levar o material completamente

para a fase martensita em DMA, resultando em uma menor variação de módulo de elasticidade devido a uma transformação incompleta.

**Figura 42 - Capacidade de amortecimento e variação do módulo de elasticidade em função da temperatura para o fio de CuAlNi estudado.**

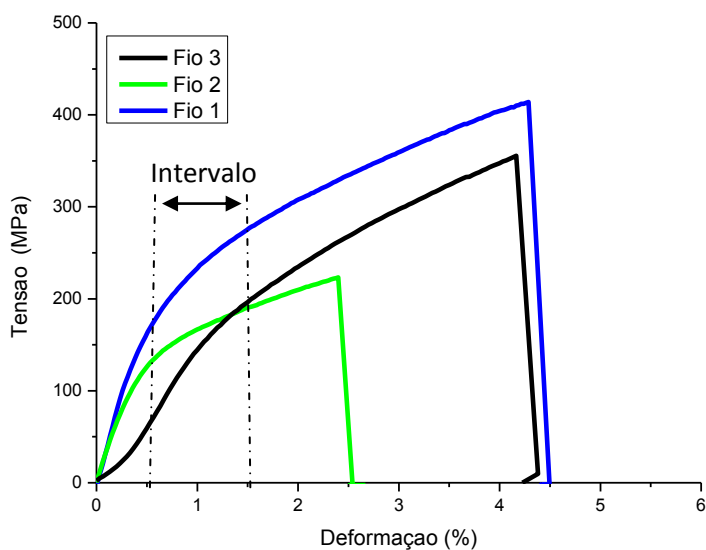


Fonte: Autoria própria.

## 6.2 Resistência mecânica: ensaio de tração

Através das curvas tensão x deformação resultantes de ensaios monotônicos de tração nos fios de CuAlNi na temperatura ambiente, de aproximadamente 27°C, determinou-se os níveis de deformação mecânica a serem usados nas análises de vida em fadiga. Os resultados de três ensaios até a falha completa dos fios (ruptura) estão mostrados na Figura 43. Constata-se, uma vez mais, que existe grande dispersão do comportamento dos fios retirados da bobina da Figura 26.

**Figura 43 - Curva tensão x deformação para o ensaio monotônico de tração nos fios de LMF CuAlNi usados neste estudo da vida em fadiga.**



Fonte: Autoria própria.

A partir dos resultados pode-se observar que as curvas são caracterizadas por uma primeira região linear com deformações situadas entre 0,5% e 1,0%, seguida de uma suave mudança de inclinação à medida que prossegue a deformação até os fios atingirem a ruptura final. Considerando a região inicial da curva, que está relacionada à deformação elástica na fase martensita, foram selecionados quatro níveis de deformação para a realização dos ensaios de fadiga (0,6%, 0,9%, 1,2% e 1,5%) no DMA. Estes níveis de deformação correspondem a valores de amplitudes de deflexão na extremidade dos fios de 1000, 1500, 2000 e 2500  $\mu\text{m}$ , definidos na seção 5.7. Ainda através das curvas da Figura 43 é possível observar a presença de uma região, entre 0 e 0,5%, que corresponde à elasticidade da martensita de auto-acomodação (Perkins, 1975; Otsuka e Wayman, 1998; Pereira *et al.*, 2006; Matlahkova *et al.*, 2008; Pereira *et al.*, 2009). O limite de ruptura dos fios situa-se entre 200 MPa e 400 MPa, com uma deformação máxima da ordem de 4,5 %. Essa resposta mecânica do material corresponde a um comportamento que pode ser considerado frágil, principalmente para uma LMF.

Convém mencionar que o processo de fratura neste tipo de LMF martensítica (na temperatura ambiente) do sistema CuAlNi é complexo, pois envolve, além de deformação elástica com pouca participação de deformação plástica do material. Assim, muitas vezes os valores obtidos nos ensaios não são compatíveis com a literatura, ressaltando que estes são apenas uma referência, uma vez que algumas das propriedades são altamente dependentes das condições do material e dos parâmetros de ensaio.

### **6.3 Fadiga termomecânica**

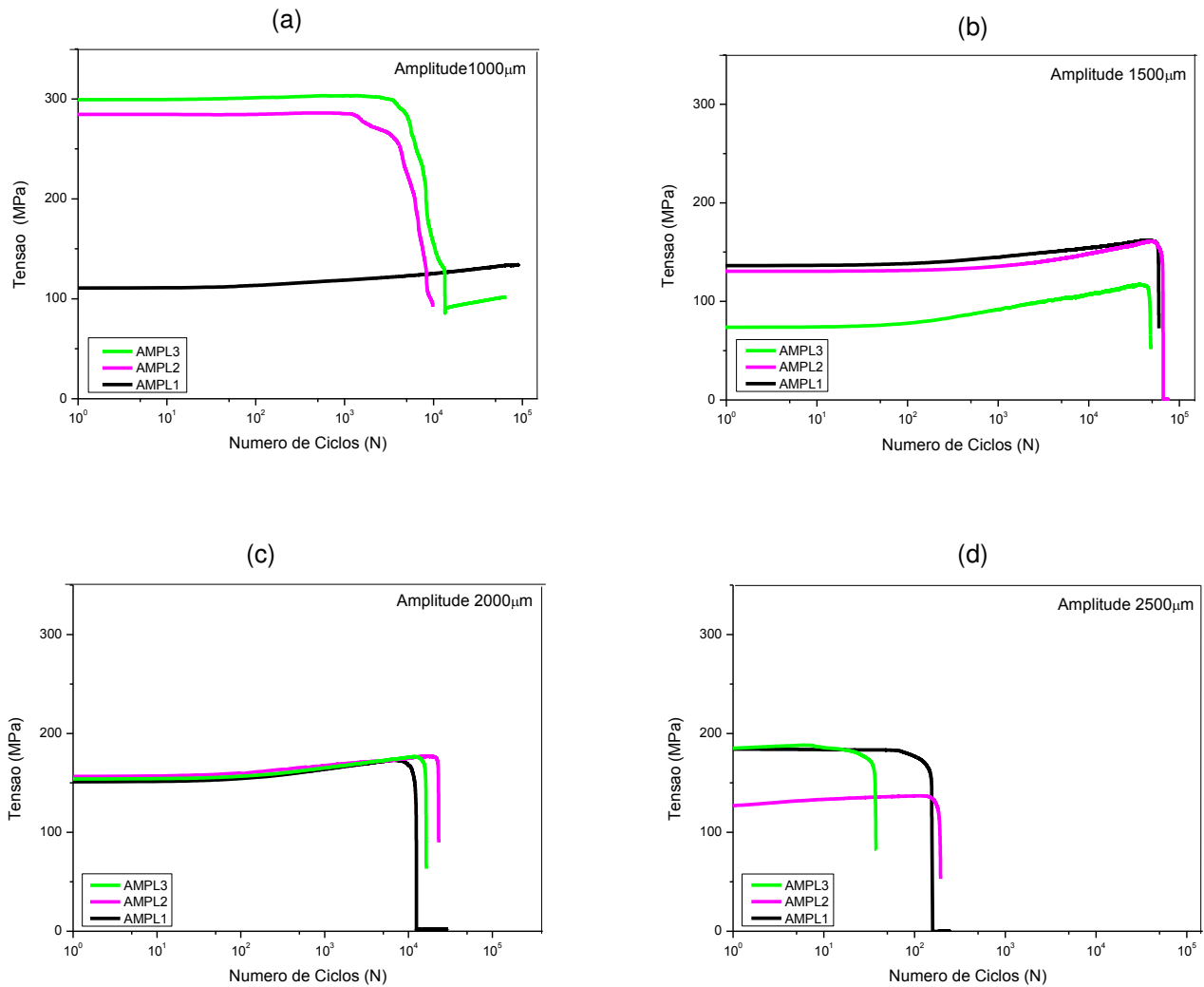
A partir dos ensaios de fadiga usando o DMA foram levantadas as curvas tensão x número de ciclos para cada condição de ensaio utilizada. O valor da tensão medida é calculado pelo DMA com base na força para impor o deslocamento (deformação) prescrito na extremidade do fio (Figura 32). Destacando a degradação funcional dos fios, serão apresentados nesta seção os resultados correspondentes, a influência da variação da amplitude de deformação e da temperatura no que diz respeito à fadiga estrutural, traduzida pela evolução do número de ciclos até a ruptura em função da deformação imposta em cada ensaio, através das curvas de Wohler. O conjunto de Figuras 44, 45 e 46 respectivamente, mostram o comportamento dos fios CuAlNi submetidos aos ensaios de fadiga para todos os casos estudados. Este conjunto de resultados permite constatar o alto grau de dispersão do comportamento destes fios CuAlNi, já evidenciado em outras seções deste estudo.

Na Figura 44 verifica-se as curvas de tensão x número de ciclos que mostram a evolução quanto à vida em fadiga dos fios de LMF CuAlNi na temperatura de 30 °C (fase martensita estável) com variação da amplitude de 1000 a 2500µm (0,6% a 1,5%). Para cada condição de deformação imposta e temperatura foram realizados três ensaios evidenciando a evolução qualitativa da vida em fadiga à medida que se acumulavam os números de ciclos.

De uma forma geral, verifica-se que a tensão permanece constante ou sofre um leve aumento antes de iniciar um decaimento indicativo do início do processo de ruptura cíclica.



**Figura 44 - Evolução do comportamento dos fios CuAlNi para o ensaio de fadiga a temperatura de 30°C com variação da amplitude de 1000 (0,6%) a 2500µm (1,5%).**



Fonte: Autoria própria

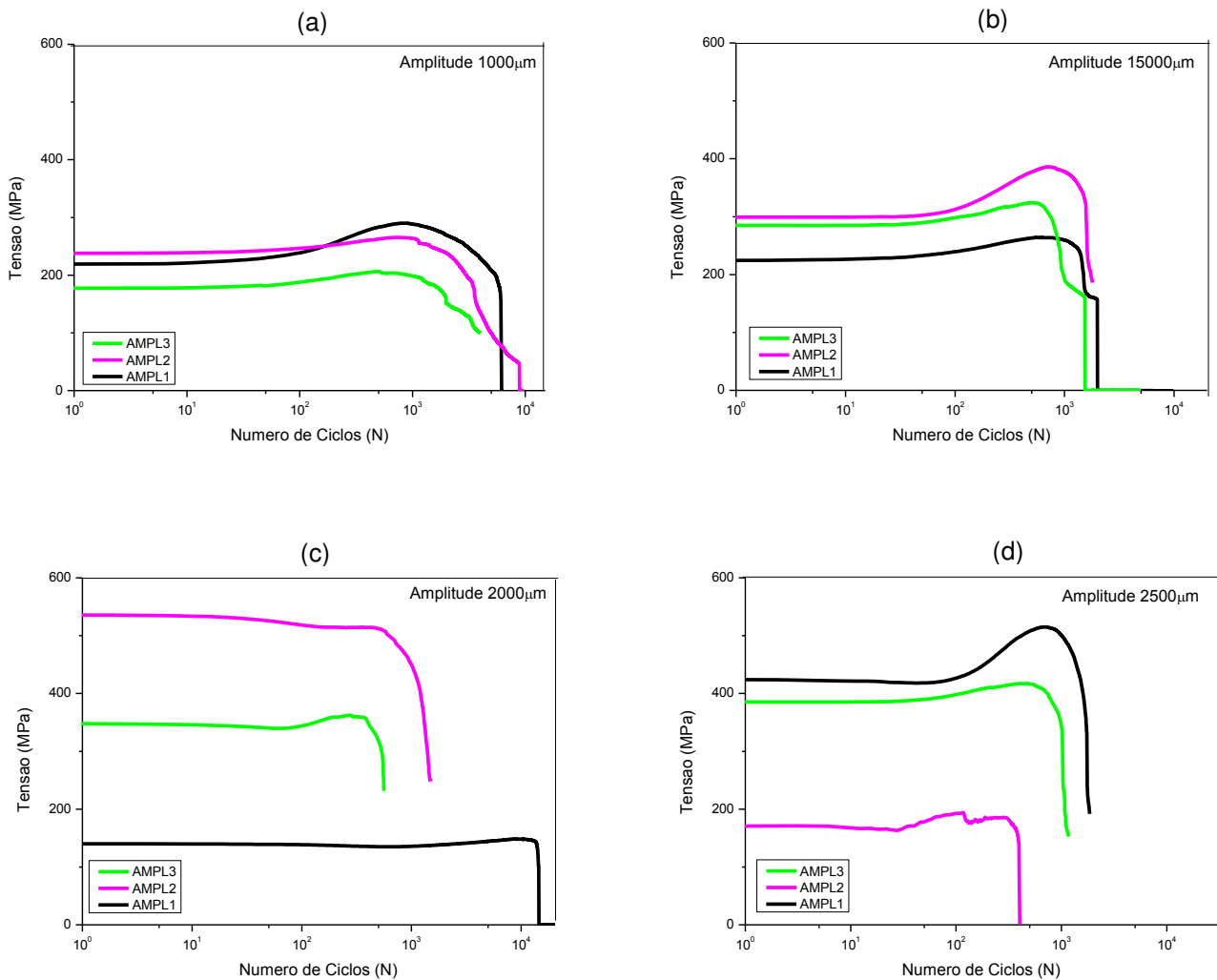
A Figura 44(a) permite identificar também o alto grau de dispersão dos fios CuAlNi, já que a tensão correspondente a 0,6 % variou entre 110 MPa e 300 MPa. Para esse nível de deformação, a Figura 43 indicava uma tensão variando entre 70 e 180 MPa. Para uma deformação máxima de 1,5 %, esperavam-se valores de tensão variando entre 180 MPa e 280 MPa, compatível no limite inferior com os valores da Figura 43.

De forma semelhante aos fios de CuAlNi analisados na temperatura de 30 °C, na Figura 45 é possível avaliar a evolução do comportamento de tensão x

número de ciclos para a temperatura de 90 °C, correspondente ao comportamento bifásico do fio em ensaio de DMA (austenita – martensita). As curvas também estão apresentadas destacando os três ensaios realizados e evidenciando a evolução qualitativa da tensão necessária para produzir a amplitude de deslocamento imposto (deformação) à medida que se acumulavam os números de ciclos. Na maioria dos casos, verifica-se o aumento da tensão antes do decaimento indicativo do início do processo de ruptura. Esse aumento de tensão para impor uma determinada deformação que é mantida constante ao longo da ciclagem indica que ocorre um endurecimento cíclico no fio de CuAlNi.

Para essa temperatura, correspondente ao estado misto martensita – austenita, também é possível constatar o alto grau de dispersão do comportamento do fio CuAlNi revelado pelos valores de tensão das Figuras 45(c) e 45(d). Esta dispersão pode estar relacionada também a qualidade do acabamento superficial recebido pelos fios, que influencia tanto na proporção de fases encontrada quanto no número de ciclos de vida final. Verifica-se também que os valores de tensão necessários para impor as amplitudes de deflexão pré estabelecidas variam entre 200 MPa a 400 MPa, sendo mais altos que aqueles verificados para a temperatura de 30 °C (martensita), observado na Figura 44.

**Figura 45 - Evolução do comportamento dos fios CuAlNi para o ensaio de fadiga a temperatura de 90 °C com variação da amplitude de 1000 (0,6%) a 2500  $\mu\text{m}$  (1,5%).**



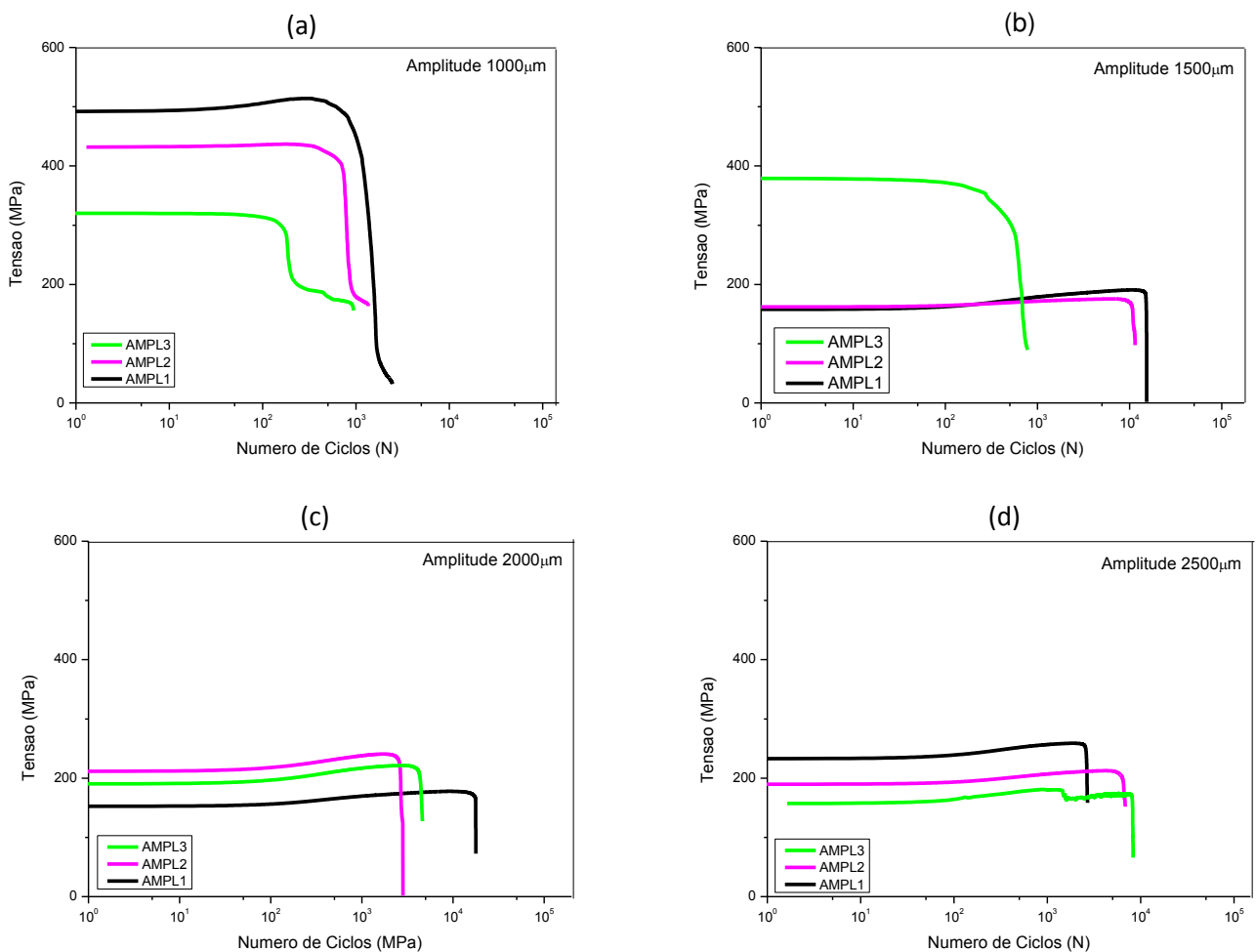
Fonte: Autoria própria

Semelhantemente aos dois casos anteriores, na Figura 46 é possível verificar a evolução do comportamento de tensão x número de ciclos, desta vez para a temperatura de 150 °C, correspondente à temperatura para a qual o fio de LMF se apresenta totalmente na fase austenita. As curvas também estão apresentadas destacando os três ensaios realizados e evidenciando a evolução do comportamento da tensão necessária para impor uma determinada amplitude de deformação constante à medida que se acumulam os ciclos. Mais uma vez, a característica dispersiva desses fios CuAlNi ficam evidentes pelas variações dos valores de tensão. Por exemplo, nos 3 ensaios para impor a amplitude prescrita de 1000  $\mu\text{m}$

(0,6 %), a tensão varia entre 300 MPa e 500 MPa. Essa dispersão pode ser atribuída ao caráter frágil desses fios já revelado pelo ensaio de tração mostrado na Figura 43, assim como a alguns outros fatores externos como acabamento superficial e formato das trincas.

Também para essa temperatura, ficou evidenciado o endurecimento cíclico do fio CuAlNi traduzido pelo aumento da tensão durante a ciclagem.

**Figura 46 - Evolução do comportamento dos fios CuAlNi para o ensaio de fadiga a temperatura de 150 °C com variação da amplitude de 1000 (0,6%) a 2500  $\mu\text{m}$  (1,5%).**



Fonte: Autoria própria

De maneira geral, as curvas obtidas nos ensaios de fadiga sugerem a ocorrência de alguns comportamentos que podem ser ressaltados:

1. Os fios de LMF CuAlNi apresentaram comportamento altamente dispersivo;
2. Os fios testados apresentaram curvas de evolução cíclica com diferentes aspectos e valores de tensão, porém tendem a obedecer um mesmo comportamento geral;
3. O comportamento dos fios analisados em temperaturas superiores a ambiente (90 °C e 150 °C) mostraram um significativo aumento nos valores de tensões para a maioria dos testes realizados e, em geral, estes foram mais pronunciados quando utilizadas amplitudes de deflexão maiores (2000 e 2500  $\mu\text{m}$ );
4. Para amplitudes de 2500  $\mu\text{m}$  notou-se uma discreta diminuição no número de ciclos (N) até a falha, o que já era esperado tendo em vista que quanto maior a solicitação mecânica menor é o tempo de vida esperado do material.

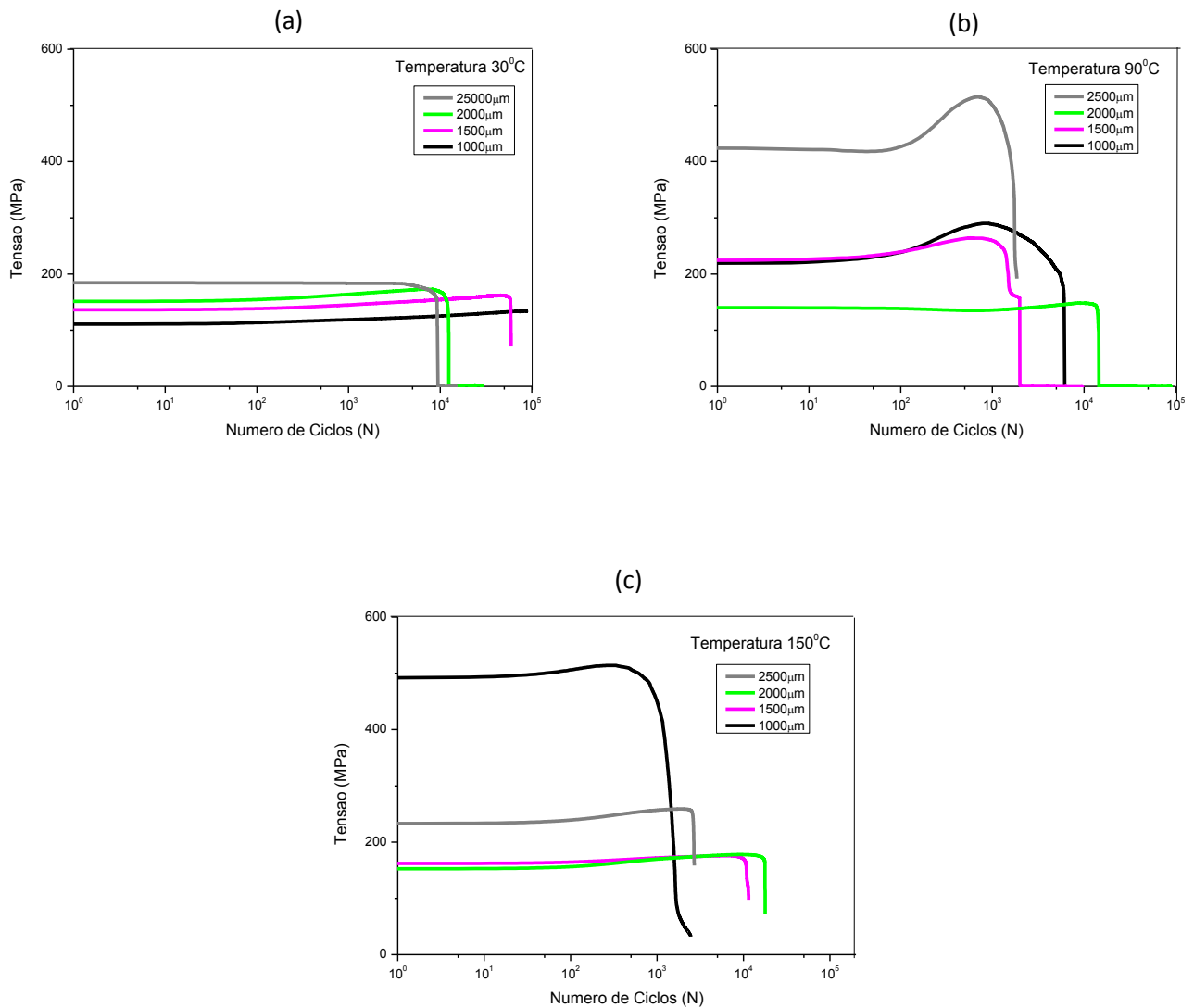
A partir do conjunto de curvas das Figuras 44, 45 e 46 que representam a evolução do comportamento dos fios de CuAlNi submetidos aos ensaios de fadiga, foram traçadas curvas que mostram a influencia da amplitude de deformação para as diferentes temperaturas de ensaio, no que diz respeito a *fadiga estrutural* desses fios a partir do numero de ciclos até a ruptura em função da tensão imposta em cada ensaio.

### **6.3.1 Influência da amplitude**

Nesta seção analisa-se a evolução da tensão necessária para impor as amplitudes de deslocamento (ou deformações) prescritas em função do número de ciclos. Os resultados são organizados de uma forma diferente da seção anterior.

No conjunto de curvas da Figura 47 são apresentados os resultados representativos sobre a evolução da vida em fadiga do fio de LMF CuAlNi nas temperaturas de 30, 90 e 150 °C, para os diferentes níveis de amplitude estudadas (1000,1500, 2000 e 2500  $\mu\text{m}$ ).

**Figura 47- Influência da variação da amplitude na evolução da vida em fadiga do fio de CuAlNi nas temperaturas de (a) 30°C, (b) 90°C e (c) 150°C respectivamente.**



Fonte: Autoria própria.

De acordo com os resultados, e conforme mencionado anteriormente, é possível observar que em todos os casos ocorre um endurecimento cíclico do fio de CuAlNi durante os ciclos iniciais do ensaio, tendendo rapidamente à saturação, a partir da qual a tensão permaneceu praticamente constante até perto da falha. O decaimento da tensão nos estágios finais indica o início da formação de trincas (Figueiredo, 2006).

Quando são utilizados valores de amplitude mais baixas, como 1000 e 1500  $\mu\text{m}$  que correspondem a 0,6 e 0,9% de deformação, respectivamente, percebe-se, com o acréscimo na temperatura, que o valor da tensão aumenta antes de atingir uma estabilização. Vale ressaltar que durante este processo de estabilização ocorre a introdução de defeitos permanentes na microestrutura, criando um estado de tensão interna residual e com isso facilitando a formação das variantes martensíticas quando a LMF é tensionada (Lagoudas, 2008). Mecanicamente, isto significa que com o passar do tempo serão necessários valores cada vez menores de energia para que a transformação de fase ocorra, até que um valor de saturação/estabilização seja atingido.

Para amplitudes de 2000 e 2500  $\mu\text{m}$  (1,2 e 1,5 % de deformação, respectivamente) verifica-se uma significativa diferença na posição das curvas à medida que a temperatura aumenta, reduzindo em geral o tempo de vida em fadiga do fio. Este fato parece indicar que o aumento de temperatura é capaz de alterar o comportamento do material, reduzindo a vida em fadiga do fio em uma proporção maior do que quando analisado em temperaturas mais baixas. Tal interpretação parece consistente com a literatura, uma vez que, na faixa de grandes deformações, tanto para materiais de comportamento convencional quanto para LMF, o aumento da temperatura do ensaio em geral diminui a vida em fadiga, tão mais fortemente quanto maior for esse aumento (Tobushi *et al.*, 2000; Wagner *et al.*, 2004).

No caso da Figura 47(b) observa-se que, aparentemente, a presença simultânea da fase austenita e martensita (temperatura 90°C) não influenciou de forma significativa a vida em fadiga do fio de CuAlNi. O comportamento foi semelhante em estado austenítico, para a temperatura de 150 °C (Figura 47(c)), com vidas em fadiga entre  $10^3$  e  $10^4$  ciclos.

A influência da amplitude do componente de tensão elástica desenvolvida na superfície de fios NiTi submetidos à ciclos de deformação foi estudada por Tobushi *et al* (2000) e mais recentemente por Sawaguchi *et al.* (2003). Por meio de testes de fadiga em flexão-rotação, esses autores verificaram que o número de ciclos até à falha de fios NiTi superelásticos é inferior a  $10^4$ , quando a amplitude de tensão em tração é maior do que 1,0 %. Para as deformações abaixo de 0,8 %, a vida em fadiga aumenta fortemente, atingindo  $10^6$ - $10^7$  ciclos. Uma longa vida em fadiga

também foi encontrada por Prymak *et al.* (2004) em fios ortodônticos de NiTi submetidos a pequenas deformações de flexão aplicadas em um analisador dinâmico mecânico (DMA). Os mesmos autores descobriram que as propriedades mecânicas do fio permanecem praticamente inalteradas durante a deformação cíclica até fratura. Este resultado é suportado pelas observações de Van Humbeeck (1999) em tração-compressão cíclica em uma LMF NiTi.

#### **6.4 Caracterização pós-fadiga**

A caracterização dos fios de LMF CuAlNi após rompimento por fadiga foi realizada por meio de análise térmica em DSC e por imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV), tanto da superfície de fratura como de seções longitudinais dos fios rompidos.

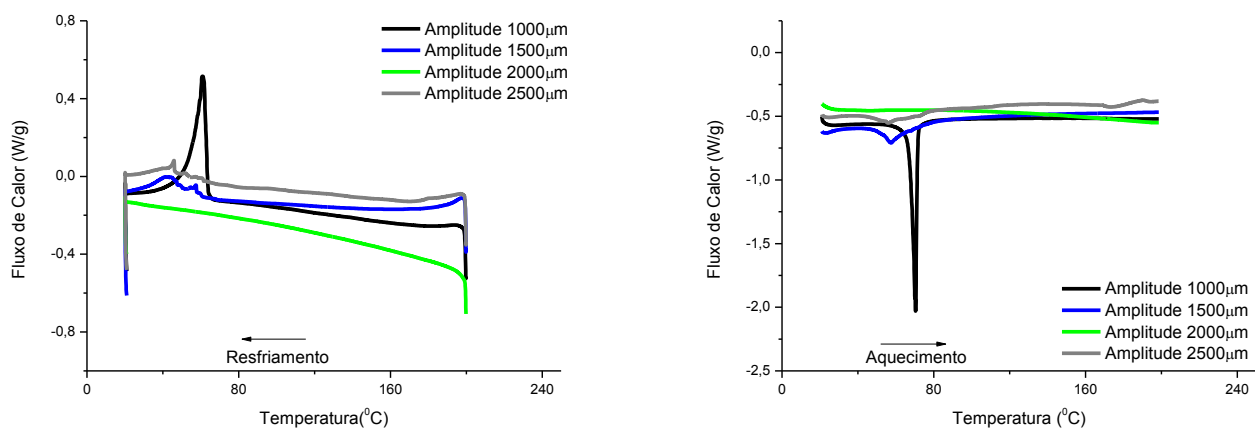
Tentou-se, ao final, correlacionar as características observadas no conjunto de imagens com as curvas de vida em fadiga (tensão x número de ciclos) dos diversos fios (seção 6.3), visando identificar características microscópicas compatíveis com o comportamento mecânico observado.

##### **6.4.1 Temperaturas de transformação**

As Figuras 48, 49 e 50 permitem verificar os aspectos dos picos de transformação dos fios CuAlNi rompidos durante os ensaios de fadiga para os quatro níveis de amplitude (1000, 1500, 2000 e 2500  $\mu\text{m}$ ) nas temperaturas de 30, 90 e 150  $^{\circ}\text{C}$ . A partir destes termogramas foi possível construir as Tabelas 2, 3 e 4 que sumarizam as propriedades térmicas associadas a transformação de fase dos fios rompidos.



**Figura 48 - Curvas DSC dos fios de CuAlNi rompido sob diferentes níveis de amplitude de deformação, na temperatura de 30 °C.**



Fonte: Autoria própria.

**Tabela 2 - Valores das temperaturas de transformação de fase, entalpias de transformação e histerese térmica dos fios de CuAlNi rompido a 30°C.**

TEMPERATURA DE TRANSFORMAÇÃO DE FASE (°C)				
AMPLITUDE (μm)	M <sub>S</sub>	M <sub>F</sub>	A <sub>S</sub>	A <sub>F</sub>
AMPL 1000	63,7	56,8	68,8	71,3
AMPL 1500	57,9	40,6	52,5	65,3
AMPL 2000	-	-	-	-
AMPL 2500	46,2	44,4	53,5	59,8

	HISTERESE TÉRMICA (°C)	ENTALPIAS DE TRANSFORMAÇÃO (J/g)	
		Direta (resfriamento)	Inversa (aquecimento)
AMPL 1000	9,3	8,1	6,7
AMPL 1500	13,4	3,9	4,4
AMPL 2000	-	-	-
AMPL 2500	9,9	0,08	0,3

Fonte: Autoria própria.

A partir destes resultados é possível constatar que, de uma maneira geral, com o aumento da amplitude, em praticamente todos os casos (Figura 48, Tabela 2) ocorre um deslocamento das temperaturas de transformação para valores mais baixos em relação aos fios novos, estabilizados (Figura 33, Tabela 1). Por exemplo, a temperatura  $M_s$ , decresce de 63,7 °C para 46,2 °C quando a amplitude aumenta de 1000 para 2500  $\mu\text{m}$ , uma diminuição 17,5°C (Tabela 2). Percebe-se também, que tanto os picos endotérmicos (aquecimento) quanto os picos exotérmicos (resfriamento) sofrem um alargamento com o aumento da amplitude. Isto pode ser esperado uma vez que a martensita de auto-acomodação original é plasticamente deformada e não mais participará da transformação induzida termicamente, fazendo com que a entalpia de transformação seja significativamente afetada devido ao processo de fadiga. Estes alargamentos dos picos resultam em uma diminuição das entalpias de transformação nos fios rompidos. Segundo De Araújo *et al.* (2001), o alargamento dos picos pode ser atribuído a grande quantidade de defeitos microestruturais associados a deformação plástica introduzida durante o processo de fadiga até a ruptura.

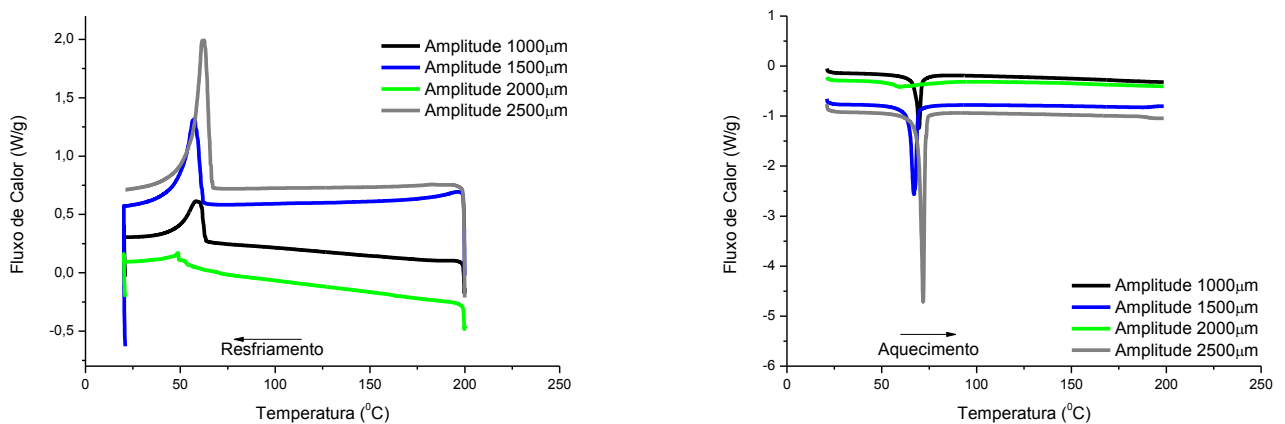
Qualitativamente, observa-se que os picos de transformação tornam-se mais agudos apenas para o caso dos fios rompidos na amplitude de 1000  $\mu\text{m}$  (0,6 %), que corresponde a uma deformação na região elástica da martensita de auto-acomodação (Figura 44). Nesse caso, as entalpias de transformação são praticamente as mesmas do fio estabilizado original, indicando que a fadiga dentro do limite elástico praticamente não altera a transformação de fase dos fios CuAlNi. Esse resultado é semelhante aquele encontrado por De Araújo *et al.* (2001) quando do estudo térmico de fios de uma LMF NiTiCu rompidos em regime de fadiga do efeito memória de forma devido a ciclagem térmica com carga constante (peso), para baixas cargas, inferiores a 100 MPa.

Em relação à histerese térmica, que segundo Otsuka e Wayman (1998) está intimamente relacionada à facilidade de movimento entre as interfaces cristalográficas durante a transformação de fase, percebe-se uma pequena variação em relação ao fio novo, que foi da ordem de 10 °C (Tabela 1). Para os fios rompidos os valores aumentam ligeiramente após a fadiga, variando de 9,3 a 13,4 °C.

Com respeito a entalpia de transformação, verificou-se que os valores tanto da transformação direta quanto da inversa sofreram uma forte diminuição com o aumento da amplitude. Considerando que a entalpia é calculada como a área abaixo dos picos de transformação e representa uma quantidade de energia liberada ou consumida em forma de calor durante a transformação, acredita-se que o fato das curvas sofrerem um alargamento dos picos favoreceu para tal redução de seus valores. Segundo a literatura reporta, os valores típicos de entalpia de transformação de fase em LMF de CuAlNi estão entre 7 J/g e 9 J/g (Otsuka e Wayman, 1998).

Um comportamento semelhante foi observado para os ensaios realizados com os fios de CuAlNi rompidos na temperatura 90 °C conforme pode ser verificado na Figura 49. Na Tabela 3 estão apresentados os valores obtidos para as temperaturas de transformação de fase, entalpias de transformação e histerese térmica dos fios de CuAlNi rompidos a 90°C.

**Figura 49 - Curvas DSC dos fios de CuAlNi rompidos sob diferentes níveis de amplitude de deformação, na temperatura de 90°C.**



Fonte: Autoria própria.

**Tabela 2 - Valores das temperaturas de transformação de fase, entalpia de transformação e histerese térmica dos fios de CuAlNi rompidos a 90°C.**

<b>TEMPERATURA DE TRANSFORMAÇÃO DE FASE (°C)</b>				
<b>AMPLITUDE (µm)</b>	<b>M<sub>S</sub></b>	<b>M<sub>F</sub></b>	<b>A<sub>S</sub></b>	<b>A<sub>F</sub></b>
AMPL1000	62,4	50,8	67,8	67,7
AMPL1500	61,0	52,0	64,5	68,8
AMPL2000	49,2	47,0	54,6	69,2
AMPL2500	65,9	57,4	69,5	72,9

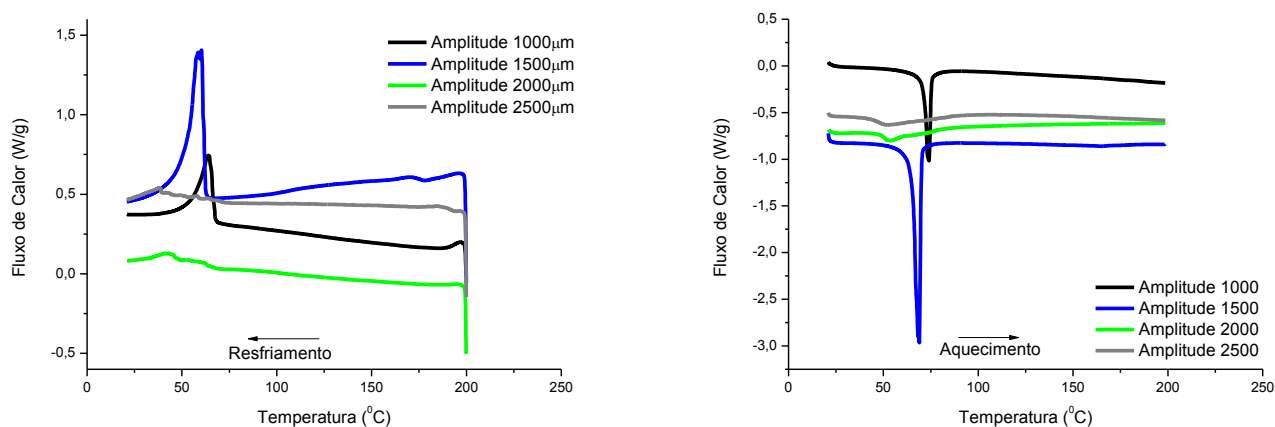
	<b>HISTERESE TÉRMICA (°C)</b>	<b>ENTALPIA DE TRANSFORMAÇÃO (J/g)</b>	
		<b>Direta (resfriamento)</b>	<b>Reversa (aquecimento)</b>
		AMPL1000	10,6
AMPL1500	9,5	5,9	5,7
AMPL2000	10,8	1,2	2,0
AMPL2500	9,0	6,8	6,9

Fonte: Autoria própria.

De acordo com os resultados da Tabela 3, é possível observar que para as amplitudes entre 1000 e 2000 µm, as temperaturas de transformação em geral diminuem com o aumento da solicitação (amplitude), sendo obtidos picos de transformação mais bem definidos e mais estreitos e uma histerese térmica estreita com valores em torno de 10 °C, além de entalpias de transformação que tendem a diminuir com o aumento da amplitude. Semelhantemente ao caso anterior (Figura 49), para a amplitude de 2000 µm observa-se que praticamente não é mais perceptível a presença dos picos de transformação indicando para uma grande quantidade de defeitos microestruturais introduzidos durante o processo de fadiga.

Através das análises dos termogramas da Figura 50 e da Tabela 4 que apresentam os valores obtidos para as temperaturas de transformação de fase, entalpias de transformação e histerese térmica dos fios de CuAlNi rompidos a 150 °C, observa-se que o comportamento das curvas DSC seguiu a mesma tendência dos casos estudados anteriormente, confirmando assim, a influencia da variação da amplitude nas propriedades térmicas do material rompido.

**Figura 50 - Curvas DSC dos fios de CuAlNi rompido sob diferentes níveis de amplitude de deformação, na temperatura de 150°C.**



Fonte: Autoria própria

**Tabela 3 - Valores das temperaturas de transformação de fase, entalpia de transformação e histerese térmica dos fios de CuAlNi rompido a 150 °C.**

TEMPERATURA DE TRANSFORMAÇÃO DE FASE (°C)				
AMPLITUDE (μm)	M <sub>S</sub>	M <sub>F</sub>	A <sub>S</sub>	A <sub>F</sub>
AMPL1000	66,7	57,2	71,6	75,3
AMPL1500	61,5	57,4	65,5	69,9
AMPL2000	47,1	40,2	49,2	54,9
AMPL2500	-	-	42,3	70,8

	HISTERESE TÉRMICA (°C)	ENTALPIA DE TRANSFORMAÇÃO (J/g)	
		Direta (resfriamento)	Reversa (aquecimento)
AMPL1000	9,4	6,0	5,9
AMPL1500	8,3	7,0	7,1
AMPL2000	9,6	0,7	1,0
AMPL2500	-	6,8	2,6

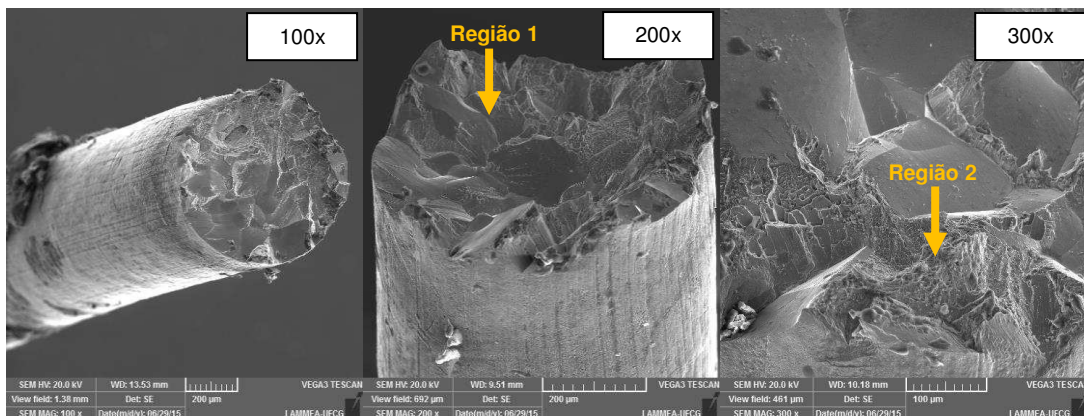
Fonte: Autoria própria.

## 6.4.2 Fratura: Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

### 6.4.2.1 Superfícies de fratura por tração

As superfícies de fratura obtidas nos ensaios de tração dos fios de CuAlNi podem ser visualizadas nas imagens da Figura 51. Revela-se um padrão de fratura frágil do ponto de vista “macroscópico” (aumento de 100x e 200x) com a presença de duas regiões nas superfícies de fratura, sinalizadas pelas setas em destaque. A região 1 apresenta uma aparência lisa, onde são observadas descamações, sem sinais de deformação plástica, indicando que a ruptura ocorreu de forma repentina no sentido do centro para as laterais do corpos de prova. Na região 2 (aumento de 300x), pode ser observada uma aparência mais grosseira com a formação de estrias e diferentes inclinações nas bordas, que corresponde ao estágio final do processo de fratura, quando a seção transversal já não é mais capaz de suportar a tensão aplicada e ocorre a ruptura final do fio.

**Figura 51 - Imagens da superfície do fio de CuAlNi rompido no teste de tração monotônica. Aumentos de 100x, 200x e 300x.**

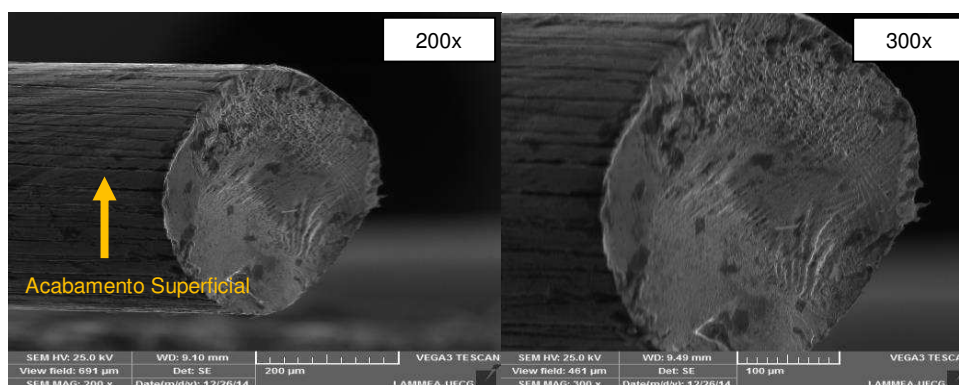


Fonte: Autoria própria.

#### 6.4.2.2 Superfícies de fratura por fadiga

Após serem solicitados mecanicamente até a ruptura em diferentes amplitudes de deformação, os fios de LMF CuAlNi foram analisados em MEV. As imagens foram capturadas com aumentos de 200x e 300x para melhor avaliar a superfície de fratura do material no estado de pós-fadiga, conforme mostrado na Figura 52.

**Figura 52 - Imagens da superfície do fio de CuAlNi rompido a 2500  $\mu\text{m}$  e 150  $^{\circ}\text{C}$  com aumento de 200x e 300x.**



Fonte: Autoria própria.

Através da observação da superfície de um dos fios de CuAlNi foi possível identificar a presença de ranhuras com uma orientação longitudinal e que podem ser oriundas do processo de fabricação do fio. Pelas micrografias também é possível avaliar qualitativamente o nível de acabamento que o fio possui, apresentando maior densidade, profundidade e extensão de riscos e outros defeitos. Como tal característica parece geral, tendo sido encontrada em diversas regiões de segmentos diferentes do fio, pode influenciar o comportamento mecânico sob fadiga, reduzindo o número de ciclos para ruptura dos fios. As imagens com ampliação de (300x) mostram o padrão final de fratura do tipo frágil, sem a presença de uma deformação plástica significativa.

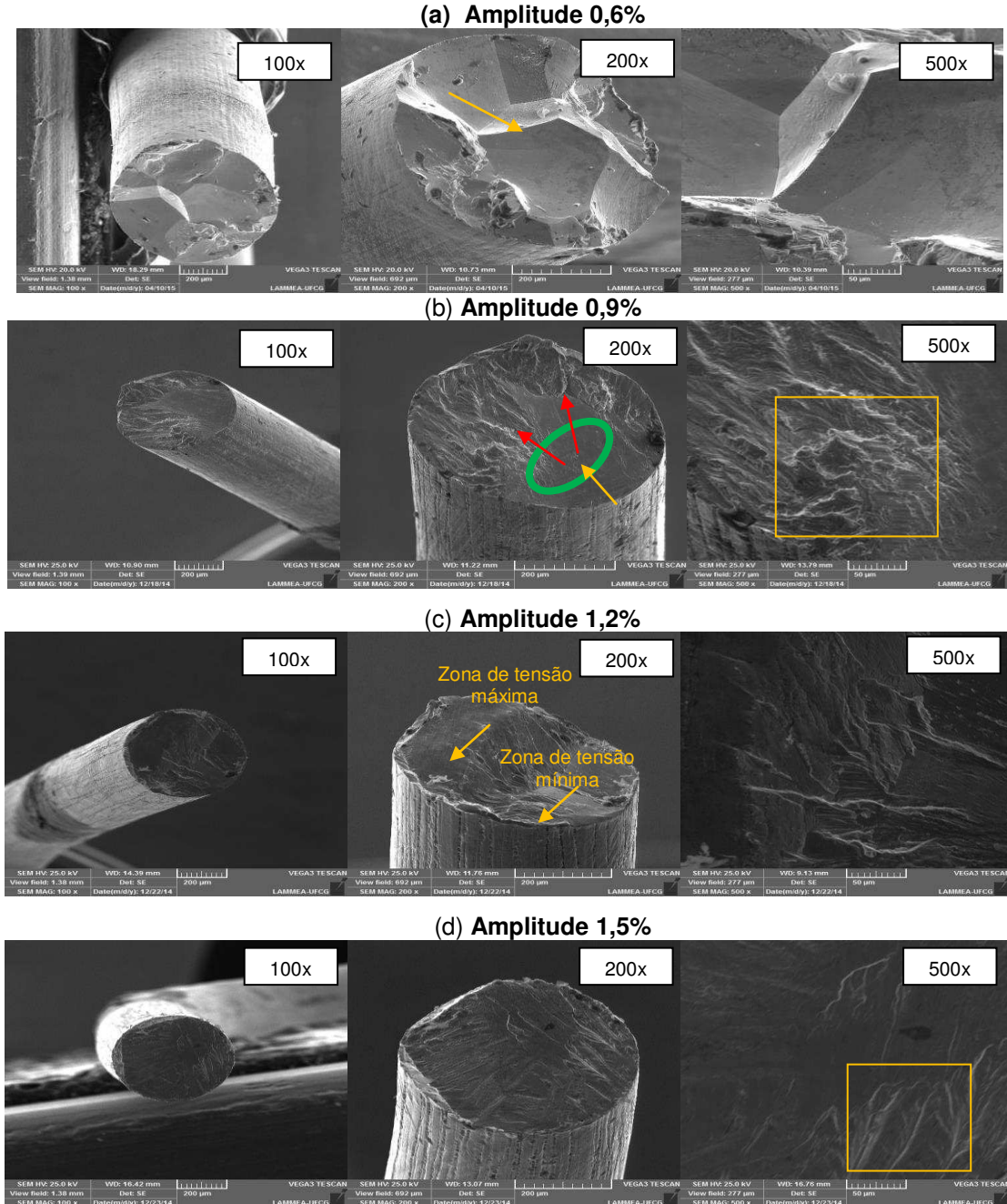
A seguir são apresentadas as imagens ao MEV, das superfícies de fratura, seções longitudinais e superfícies dos fios rompidos para todos os casos estudados. Todos os aumentos citados referem-se aos correspondentes valores originais.



### 6.4.2.3 Ruptura na temperatura de 30°C (estado martensítico)

A Figura 53 mostra as imagens das superfícies de fratura obtidas com os fios de CuAlNi rompidos sob amplitudes de 0,6%, 0,9%, 1,2% e 1,5% na temperatura de 30 °C e seus respectivos números de ciclos.

Figura 53 - Imagens de MEV dos fios CuAlNi submetidos ao ensaio de fadiga no DMA com amplitude 0,6%, 0,9%, 1,2% e 1,5% na temperatura de 30 °C.



Fonte: Autoria própria



De uma maneira geral, a sequência de superfícies de fratura dos fios CuAlNi submetidos ao ensaio de fadiga no DMA a temperatura de 30 °C revela uma superfície de fratura que, como esperado, diminui proporcionalmente à área total da superfície de fadiga com o aumento da amplitude (solicitação) sob a qual se deu o ensaio (Broek, 1986). É possível notar, ainda, que o aspecto das superfícies dos fios em geral parece próximo do padrão dos materiais ditos frágeis com a ausência de sinais de deformação plástica considerável na superfície do material.

A Figura 53(a) mostra uma superfície de fratura frágil com a presença de descamação, craqueamento e micro estrias menores.

Na Figura 53(b) (200x) pode ser visualizado os três estágios de propagação da trinca de fadiga no fio, onde a seta laranja aponta para o local em que a trinca teve o seu início, o círculo em verde mostra a zona de propagação estável e as setas vermelhas indicam a zona de propagação instável de fratura final.

Na Figura 53(c) (200x) pode ser visualizado, pela indicação das setas amarelas, as zonas de maiores tensões que dão origem a deformação plástica através dos movimentos dos planos de deslizamento. Observa-se que as regiões com saliências correspondem às zonas de tensões máximas e as zonas de tensões mínimas podem ser observadas através das reentrâncias, surgindo assim a fissura nesse local depois de repetidas saliências e reentrâncias oriundas das flexões alternadas. A rápida nucleação dessas fissuras de fadiga exige um grande número de ciclos de tensão elevada, a fim de que as rachaduras macroscópicas possam se desenvolver e propagar, levando à ruptura rápida e definitiva do material (Bahia et al, 2006).

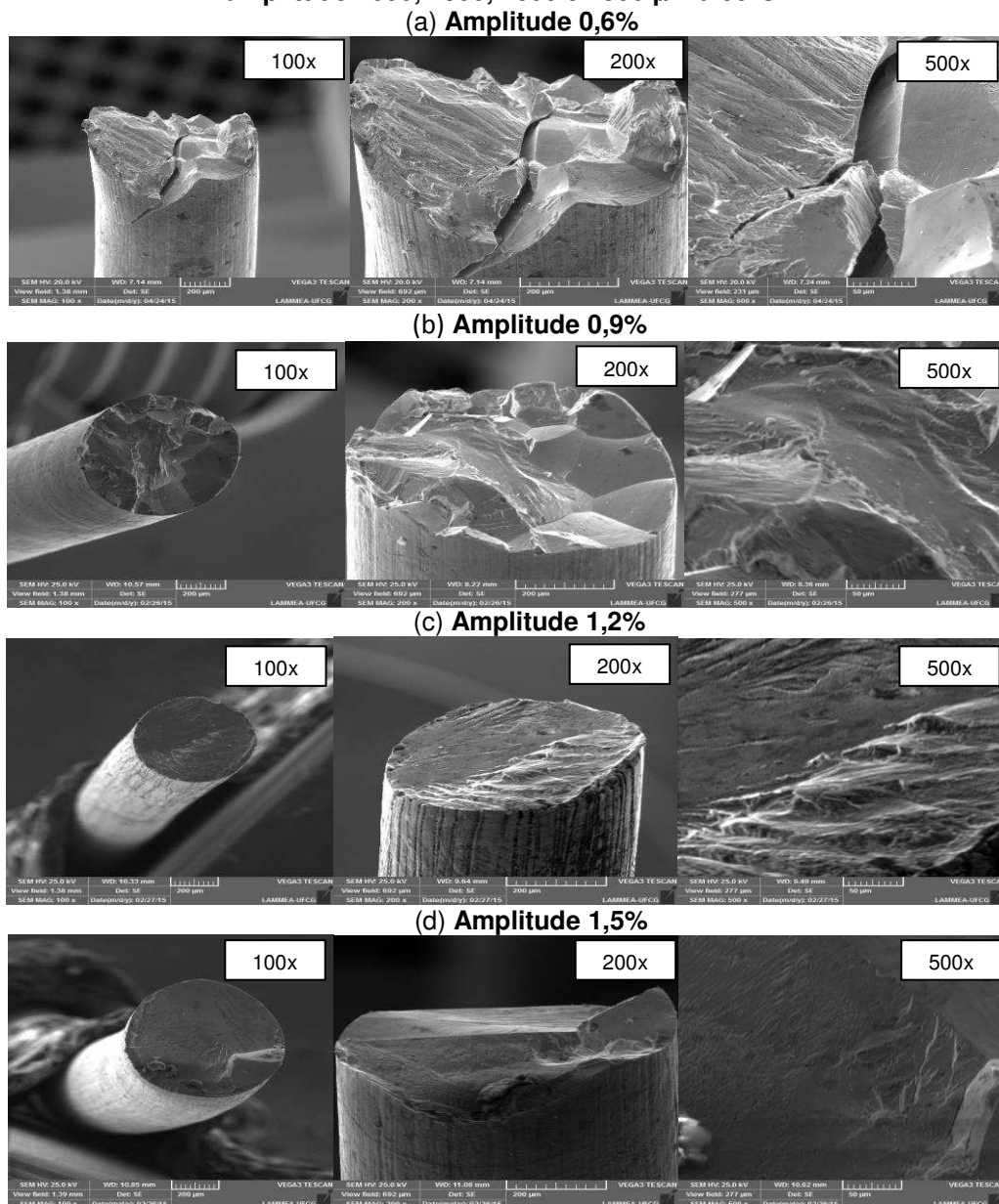
Com o aumento de 500x (Figura 53d), observa-se uma superfície de fratura com a presença de estrias de fadiga (apontadas pelo quadrado em amarelo), com algumas regiões com aspecto de amassamento devido ao processo de propagação da trinca. No entanto, as características das estrias parecem variar com o nível de amplitude com que os fios foram ensaiados.

Assim percebe-se que apesar das vidas em fadiga serem diferentes entre os fios analisados para este grupo de temperatura, as morfologias das fraturas foram semelhantes, embora não tenha sido possível comparar as formas das trincas para tempos iguais de ensaios.

### 6.2.2.4 Ruptura na temperatura de 90 °C (estado misto)

Na Figura 54 é possível visualizar as imagens das superfícies de fratura obtidas após os ensaios de fadiga realizados com os fios de CuAlNi, sob amplitudes de deformação de 0,6%, 0,9%, 1,2% e 1,5% a temperatura de 90 °C e seus respectivos números de ciclos.

Figura 54 - Imagens de MEV dos fios CuAlNi submetidos ao ensaio de fadiga no DMA com amplitude 1000, 1500, 2000 e 2500  $\mu\text{m}$  a 90°C.



Fonte: Autoria própria.

As superfícies dos fios rompidos durante o ensaio de fadiga na temperatura de 90 °C demonstram certa semelhança ao grupo de fios analisados anteriormente, rompidos na temperatura ambiente. Vale salientar que nesse caso os fios foram analisados a uma temperatura onde supostamente ocorre um comportamento de mistura de fases (bifásico).

Nas Figuras 54(a) e (b) pode ser observado que existem vários planos de ruptura na superfície da fratura, indicando que a fratura ocorreu de forma repentina. A superfície de fratura dos fios após os testes de fadiga a 90 °C tem topografia plana, sem estrias macro, mas com muitas rachaduras secundárias, delaminações e a presença de micro estrias na área local.

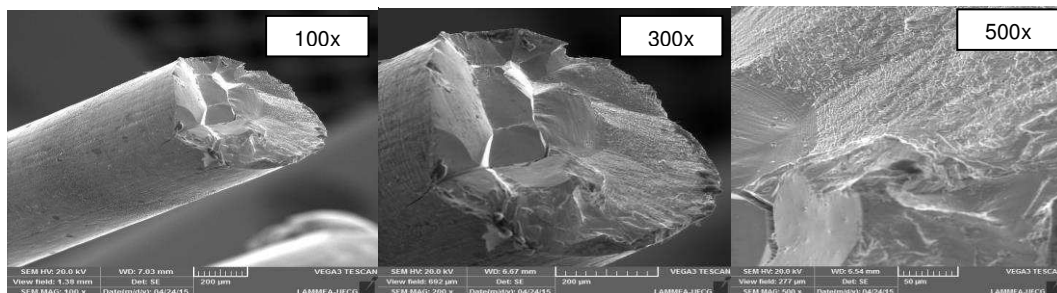
Nas superfícies rompidas mostradas na Figura 54(c) e (d) pode-se constatar que as estrias dos fios rompidos com amplitudes maiores, de 2000 e 2500  $\mu\text{m}$  (1,2% e 1,5% de deformação), respectivamente, são mais bem definidas do que aquelas dos fios rompidos sob 1000  $\mu\text{m}$  (0,6% de deformação), revelando que o aumento da solicitação imposta ao fio CuAlNi muda o caráter da estrutura de propagação da trinca assim como da área de propagação.

#### **6.2.2.5 Ruptura na temperatura de 150°C (estado austenítico)**

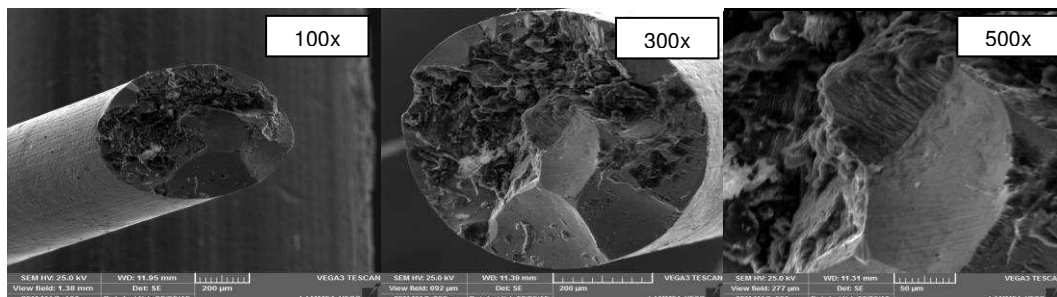
Na Figura 55 observa-se as imagens das superfícies de fratura obtidas com os fios CuAlNi submetidos aos ensaios de fadiga realizados sob amplitudes de deformação de 0,6%, 0,9%, 1,2% e 1,5% na temperatura de 150 °C e seus respectivos números de ciclos.

**Figura 55 - Imagens de MEV dos fios CuAlNi submetidos ao ensaio de fadiga no DMA com amplitude de 1000, 1500, 2000 e 2500  $\mu\text{m}$  na temperatura de 150  $^{\circ}\text{C}$ .**

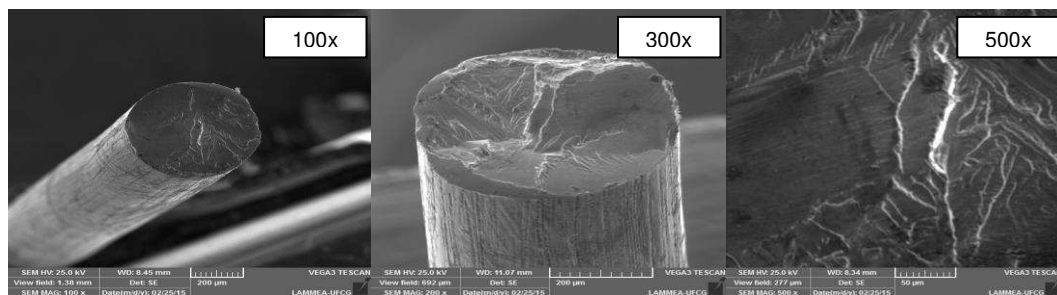
**(a) Amplitude 0,6%**



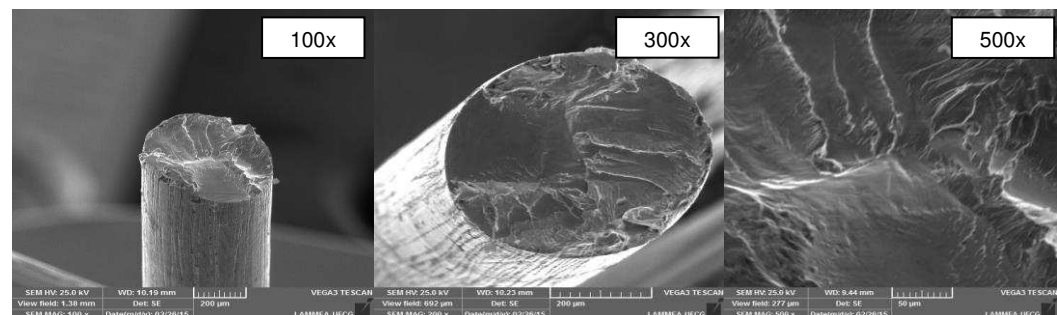
**(b) Amplitude 0,9%**



**(c) Amplitude 1,2%**



**(d) Amplitude 1,5%**



Fonte: Autoria própria.

No geral, a análise das superfícies de fratura dos fios após a fadiga permitiram identificar características comuns de todas as amostras e revelaram que:

- as fissuras de fadiga se iniciaram na periferia em todos os fios, a partir do topo e da parte inferior, perto das garras móvel e fixa (a uma distância de 1-3 mm das extremidades);

- as áreas de fadiga diminuem com o aumento da amplitude de deformação, em todos os fios, com aspecto semelhante entre si e próximo do padrão dos materiais frágeis;

- ocorre um decréscimo entre as áreas de fadiga para as três temperaturas estudadas, sob mesma amplitude;

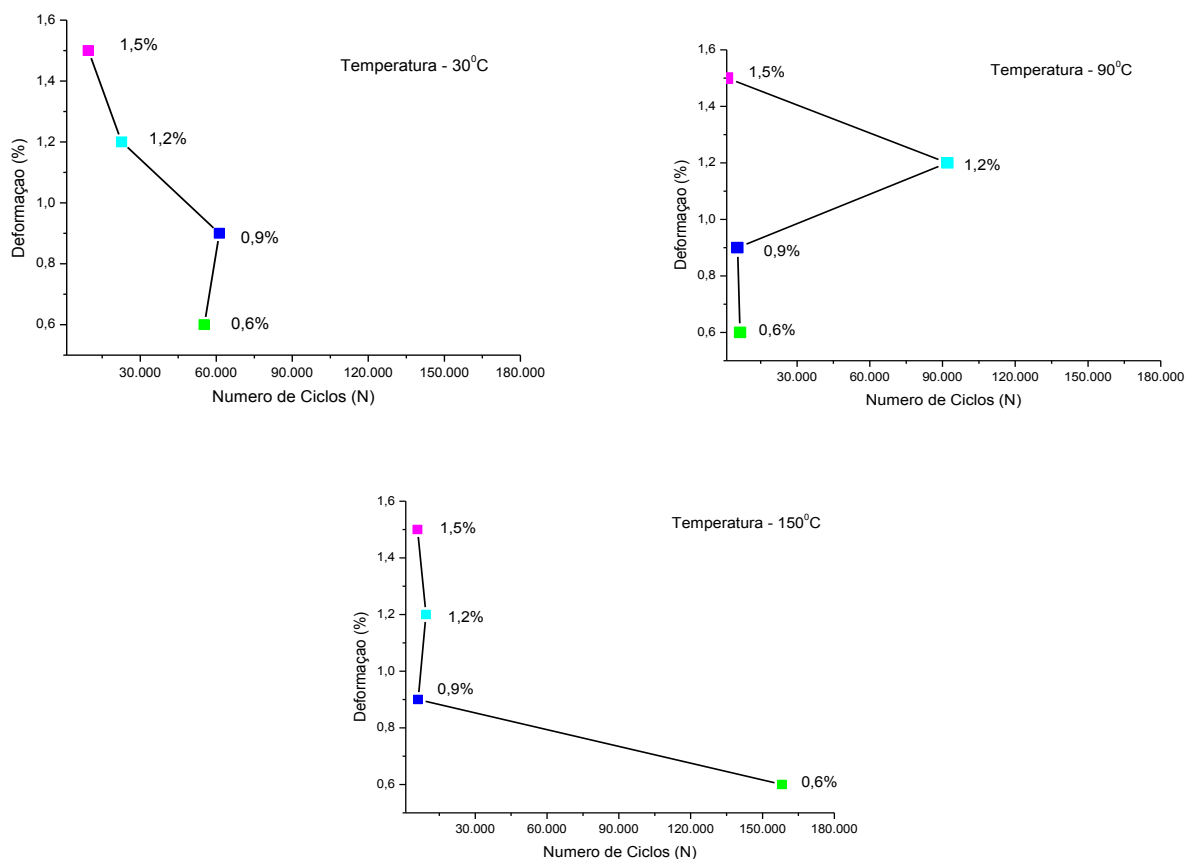
- foi verificada a presença de estrias de fadiga em praticamente todos os casos, tão melhor definidas quanto maior é a amplitude (deformação) (menor dependência da microestrutura).

## **6.5 Vida em fadiga: curvas de Wohler**

Através da construção das curvas deformação x número de ciclos, foi possível quantificar a fadiga estrutural dos fios de LMF CuAlNi, traduzida em número de ciclos até a ruptura, para determinada deformação e temperatura de ensaio. Vale salientar que cada ponto na curva da Figura 56 corresponde a média de ciclos até a ruptura realizados em três ensaios para cada condição estudada. Porém, neste caso, pretendeu-se apenas ressaltar as tendências observadas, sem preocupação com um tratamento estatístico dos dados.

A Figura 56 revela as curvas de Wohler para os fios de CuAlNi nas temperaturas de 30, 90 e 150 °C variando-se a deformação prescrita em 0,6%, 0,9%, 1,2% e 1,5%.

**Figura 56 - Curvas de Wohler para quatro valores de deformação 0,6%, 0,9%, 1,2% e 1,5% nas temperaturas de 30, 90 e 150 °C.**



Fonte: Autoria própria

De acordo com as curvas da Figura 56, mais uma vez fica evidente o caráter dispersivo das propriedades dos fios CuAlNi. Mesmo assim, no estado martensítico (30 °C) verificou-se que os maiores valores de vida em fadiga (acima de 50.000 ciclos) são obtidos quando são impostos níveis de deformações mais baixos (0,6% e 0,9%).

Na grande maioria dos ensaios, a ruptura ocorreu na região próxima as garras, em acordo com as regiões de tensão máxima previstas na Figura 32.

Observa-se também que a influencia da variação da amplitude na vida em fadiga dos fios obedeceu a um padrão de comportamento apenas para os ensaios a 30 °C sendo possível atribuir uma dependência direta da vida em fadiga estrutural com a amplitude de ensaio para esta condição.

## 7 SÍNTESE DOS RESULTADOS

A partir do estudo realizado sobre o comportamento dinâmico e a fadiga termomecânica de fios de uma LMF CuAlNi foram obtidos os seguintes resultados principais:

- após os ensaios dinâmicos foi possível determinar os parâmetros considerados ideais para avaliar as propriedades de amortecimento e rigidez dos fios LMF CuAlNi em modo de flexão alternada simples (*single cantilever*), que correspondem a frequência de 1 Hz, taxa de aquecimento de 5 °C/min e amplitude de deslocamento de 10 µm;

- a partir do ensaio monotônico de tração foi possível determinar a região (elástica ou plástica) correspondentes aos níveis de deformação mecânica a serem usados no estudo de vida em fadiga (0,6%, 0,9%, 1,2% e 1,5%);

- em tração uniaxial, o fio CuAlNi apresentou uma tensão máxima de aproximadamente 400 MPa e uma deformação total em torno de 4,5 % que inclui deformação elástica linear e a região de deformação plástica;

- com relação ao estudo da fadiga termomecânica foi observado que os fios de CuAlNi, apresentaram comportamento bastante disperso, em geral correspondendo ao regime de vida de baixo ciclo, inferior a  $10^5$  ciclos;

- os fios ensaiados apresentaram evolução da tensão x números de ciclos com diferentes aspectos e valores absolutos de tensão, porém qualitativamente as curvas apresentaram um mesmo comportamento de endurecimento cíclico;

- o comportamento dos fios analisados em temperaturas superiores a ambiente (90 °C e 150 °C) mostrou um significativo aumento nos valores de tensão para todos os casos estudados, geralmente sendo mais pronunciado quando utilizadas amplitudes maiores (2000 e 2500 µm);

- para amplitudes de 2500 µm, correspondente a uma deformação máxima de 1,5% de uma ensaio de tração, notou-se uma discreta diminuição no número de ciclos (N) até a ruptura, o que já era esperado tendo em vista que quanto maior a solicitação menor o tempo de vida do material;

- constatou-se que as temperaturas de transformação dos fios rompidos após os ensaios de fadiga sofreram uma diminuição juntamente com um alargamento dos picos à medida que a amplitude foi aumentada, levando também a uma redução das entalpias de transformação;

- a partir das análises de imagens em MEV foi possível constatar que as fissuras encontradas nas superfícies de fratura se iniciaram na periferia de todos os fios, a partir do topo e da parte inferior, em regiões mais próximas das garras móveis e fixas (a uma distância de 1 a 3 mm das extremidades);

- as áreas de fadiga diminuíram com o aumento da amplitude de deformação, em todos os fios, com aspecto semelhante entre si e próximo do padrão dos materiais frágeis;

- ocorreu um decréscimo entre as áreas de fadiga para as três temperaturas estudadas, sob mesma amplitude;

- foi verificada a presença de estrias de fadiga em praticamente todos os casos, tão melhor definidas quanto maior a deformação (menor dependência da microestrutura);

- as curvas de Wohler comprovaram que, no geral, a vida em fadiga diminuiu com o aumento da amplitude (deformação) imposta aos fios.



## 8 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Neste trabalho foram estudadas as características dinâmicas referentes ao comportamento do amortecimento e módulo de elasticidade, além da fadiga termomecânica de fios LMF CuAlNi, utilizando um Analisador Dinâmico Mecânico (DMA).

De acordo com os resultados obtidos foi possível identificar tanto os parâmetros considerados ótimos para a avaliação da capacidade de amortecimento e rigidez dos fios LMF CuAlNi correspondentes a frequência de 1 Hz, amplitude de oscilação de 10  $\mu\text{m}$  e taxa de aquecimento máxima de 5  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , quanto o tempo de vida em fadiga destes fios submetidos a variação da amplitude de deformação para três temperaturas distintas.

Os valores determinados neste trabalho podem ser comparados aos encontrados na literatura para LMF do sistema NiTi, e podendo indicar uma importante alternativa de uso visto que LMF do sistema CuAlNi possuem maior facilidade de obtenção e menor custo de fabricação. Porém, tanto o estudo do comportamento dinâmico quanto da vida em fadiga, revelaram o alto caráter dispersivo da resposta destes fios de LMF CuAlNi, diferentemente daqueles observados na literatura para o NiTi. Essa excessiva dispersão de comportamento pode estar associada ao caráter frágil da resposta mecânica dos fios, mesmo em estado martensítico, não suportando deformações quase estáticas superiores a 4%. Essa fragilidade levou a uma vida de baixo ciclo dos fios CuAlNi estudados neste trabalho, inferior a  $10^5$  ciclos, mesmo para o caso mais favorável, correspondente a uma deformação elástica (0,6 %) no estado martensítico (30  $^{\circ}\text{C}$ ).

## 9 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Com base nos resultados e conclusões obtidos neste trabalho, podem ser apontadas as seguintes contribuições para trabalhos futuros:

- Aplicar mais uma frequência de ensaio e verificar se existe influencia de forma direta na vida em fadiga estrutural nos fios de LMF CuAlNi;
- Estudar mais especificamente os danos causados pela ciclagem mecânica na microestrutura do material sob diferentes amplitudes e frequências de ensaio;
- Acompanhar as alterações na rigidez do material quando submetidos aos diferentes tipos de carregamentos sob variação da amplitude (deformação);
- Realizar os mesmos tipos de ensaios trabalhados aqui, mas agora em fios com outros formatos de seção transversal e que apresentem superelasticidade.

## 10 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ANILCHANDRA, A.R., SURAPPA, M.K. Microstructure and damping behaviour of consolidated magnesium chips. **Materials Science and Engineering**, v. 542, p. 94 – 103, 2012.

ARAÚJO, S. S., GRASSI, E. N. D., DE ARAÚJO, C. J. Estudo do Comportamento Termomecânico de uma Liga Ni-Ti com Memória de Forma Usando Análise Dinâmico-Mecânica (DMA). **Anais do 22nd International Congress of Mechanical Engineering (COBEM)**, Ribeirão Preto – SP, 2013.

AZEVEDO, M. R. D. Estudo do sistema de ligas Cu-Al passíveis do efeito memória de forma. **Monografia - Universidade Federal Rural do Semi-Árido**. Mossoró – RN, 2011.

BROEK, D. Elementary Engineering Fracture Mechanics, **Dordrecht: Martinus Nijhoff Publishers**, 4. ed. p. 501, 1986.

CHIAVERINNI, V. Metalurgia do pó: técnica e produtos. **Associação Brasileira de Metalurgia de Materiais**, p.326, 2001.

CAI, W., LIU X. L., ZHAO, L. C. Damping behavior of TiNi-based shape memory alloys, **Materials Science and Engineering**, v. 394, p. 78-82, 2005.

CASTILHO, W. S. Caracterização termomecânica de Compósitos híbridos com Memória de forma. **Dissertação de mestrado - em sistemas mecatrônicos. Departamento de engenharia mecânica**, Brasília- DF, p.6, 2008.

CAVALCANTI, A. J. de S. T. Obtenção e caracterização de ligas Cu-Al-Nb com Memória de forma visando aplicações em sistemas de proteção contra sobrecargas elétricas. **Relatório Técnico Final do Bolsista ITI-1 – Universidade Federal de Campina Grande**, Campina Grande – PB, 2007.

CHANG, S.H. Influence of chemical composition on the damping characteristics of Cu–Al–Ni shape memory alloys. **Materials Chemistry and Physics**, v. 125, p. 358-363, 2011.

CHANG, S. H., WU, S. K. Effect of cooling rate on transformation temperature measurements of Ti<sub>50</sub>Ni<sub>50</sub> alloy by differential scanning calorimetry and dynamic mechanical analysis. **Materials Characterization**, v. 59, p. 987- 990, 2008.

CALHOUN, C., WHEELER, R., BAXEVANIS, T., LAGOUDAS, D.C. Actuation fatigue life prediction of shape memory alloys under the constant-stress loading condition. **ScienceDirect**, article in press, 2014.

CHEE SIONG, L., YOKOI, H., ARAI, T. New shape memory alloy actuator: design and application in the prosthetic hand. **In: 27th Annual International Conference of**

**the Engineering in Medicine and Biology Society (IEEE-EMBS 2005)**. Shanghai, China; p. 6900–3, 2005

CHEN, Y., JYANG, H. C., LIU, S. W., RONG, L. J., ZHAO, X. Q., 2009. “**Damping capacity of TiNi-based shape memory alloys**”. *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 482, p. 151-154.

DE ARAÚJO, C. J., GOMES, A. A. C., SILVA, J. A., CAVALCANTI, A. J. T., GONZALEZ, C. H. Fabrication of shape memory alloys using the plasma skull push pull process, **Journal of Materials Processing Technology**, v. 209, p. 3657-3664, 2009.

DE ARAUJO, C.J.; MORIN, M.; GUENIN, G. Martensitic transformation in Ti-Ni-Cu shape memory wires broken by thermal cycling under constant load. **J. Phys.** IV France. EDP Sciences, Les Ulis. pp. 8-375, 2001.

DIETER, G.E. *Mechanical Metallurgy*, **McGraw-Hill Book Company (UK) Limited**, p. 751, 1988.

DOWLING, N.E. *Mechanical Behavior of Materials*, **Prentice-Hall**, 2.ed., p. 830, 1999.

EWALDS, H.L.; WANHILL, R.J.H., 1993. *Fracture Mechanics*, **Arnold DUM** Edition, 304p.

FIGUEIREDO, A.M.G. Caracterização da Fadiga Mecânica de baixo ciclo em ligas Superelásticas de NiTi. **Tese de doutorado - Universidade Federal de Minas Gerais**. Belo Horizonte – BH, 2006.

GAMA, J. L. L. Transformação de fase em ligas de cobre com memória de forma. **Tese Doutorado - Universidade Federal de Pernambuco**, Recife – PE, 2003.

GRACZYKOWSKI B., BISKUPSKI, P., MROZ, B., MIELCAREK, S., SAN, J. J., NÓ, M.L. 2010. “**Elastic properties of Cu–Al–Ni shape memory alloys studied by dynamic mechanical analysis**”. *Smart Materials and Structures*, Vol. 19, pp.1-8.

GRASSI, E. N. D. Comportamento Termomecânico de Minimolas Superelásticas de NiTi: Influência de Tratamentos Térmicos. **Dissertação de Mestrado - Universidade Federal de Campina Grande**, Campina Grande - PB, 2014.

HE, X.M.; ZHAO, L.Z.; WANG, X.M.; ZHANG, R.F.; LI, M.S. Transformation behaviour with thermal cycling in Ti50Ni43Cu7 shape memory alloy. **Materials Science and Engineering**. v. 427. p. 327–330, 2006.

HOLANDA, S. A., SILVA, A. A., DE ARAÚJO, C. J., DE AQUINO, A. S. Study of the Complex Stiffness of a Vibratory Mechanical System with Shape Memory Alloy Coil Spring Actuator . **Shock and Vibration**, Article ID 162781, 11 pages, 2014.

JANI, J. M., LEARY, M., SUBIC, A., GIBSON, M. A. A review of shape memory alloy

research, applications and opportunities. **Materials and Design**, v. 56. p.1078 - 1113, 2014.

JIAO, Y.Q., WEN, Y.H., LIA, N., HE, J.Q., TENG, J. Effect of solution treatment on damping capacity and shape memory effect of a CuAlMn alloy, **Journal of Alloys and Compounds**, v. 491, p. 627–630, 2010.

KARAGOZ, Z. C. CANBAY, A. Relationship between transformation temperatures and alloying elements in Cu–Al–Ni shape memory alloys. **J Therm Anal Calorim**, DOI 10.1007/s10973-013-3145-9, 2013.

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

LARSEN, C.M., WATANABE .I, GLICKMAN G.N., HE, J. Cyclic fatigue analysis of a new generation of nickel titanium rotary instruments. **J Endod**, v. 35, p.401-03, 2009.

LIN, G.M.; LAI, J.K.L.; CHUNG C.Y. Thermal cycling effects in Cu-Zn-Al shape memory alloy by positron lifetime measurements. **Scripta Metallurgica et Materialia**.v. 32. n. 11. p. 1865-1869, 1995.

LU, X. L., CAI, W., ZHAO, L. C., Damping behavior of a Ti<sub>44</sub>Ni<sub>47</sub>Nb<sub>9</sub> shape memory alloy. **Journal of Materials Science Letters**, v. 22, p. 1243-1245, 2003.

MATLAKHOV, A. N., BRAGA, F. DE O., MATLAKHOVA L., A., DE ARAUJO, C. J. Estrutura e propriedades de uma liga policristalina Cu-Al-Ni obtida por fusão a plasma e submetida à deformação por compressão. **In 12º Seminário de Metais Não-ferrosos**, São Paulo, 2011.

MATLAKHOVA, L. A.; PEREIRA, E.C., MATLAKHOVA, A.N., MONTEIRO, S.N., TOLEDO, R. Mechanical behavior and fracture characterization of a monocrystalline Cu–Al–Ni subjected to thermal cycling treatments under load. **Materials Characterization**, p.1630-1637, 2008.

MENARD, K.P., **Dynamic Mechanical Analysis - A practical introduction**. CRC Press, Florida, USA, , 2007.

MOIA, D. G. Previsão da vida em fadiga de materiais metálicos Parte I: Estudo Preliminar da vida em fadiga do aço ABNT1016 recozido. **Relatório final - Departamento de Mecânica, Faculdade de Engenharia Industrial**, 2001.

MOMODA, L. A., The future of engineering materials: multifunction for performance-tailored structures. **In: The Bridge, Linking Engineering and Society. National Academy of Sciences**. v.34, n. 4, Washington, USA, 2004.

NAKATA, Y., TADAKI, T., SHIMIZU, K. Trans. Japan. **Inst. Metals**. v. 26. p. 646, 1985.

NESPOLI, A., PASSARETTI, F., VILLA E. “Phase transition and mechanical damping properties: A DMTA study of NiTiCu shape memory alloys”. *Intermetallics*, Vol. 32, pp. 394 - 400.

NIKULIN, S.A., MARKELOV, V.A., GUSEV, A.Y. , NECHAYKINA, T.A., ROZHNOV, A.B., ROGACHEV, S.O., ZADOROZHNYI, M.Y. Low-cycle fatigue tests of zirconium alloys using a dynamic mechanical analyzer. **International Journal of Fatigue**, v. 48, p. 187–191, 2013.

OEHLER, S.D., HARTL, D.J., LOPEZ, R., MALAK, R.J., LAGOUDAS, D.C., Design optimization and uncertainty analysis of SMA morphing structures. **Smart Mater Struct**, v. 21, p. 094016, 2012.

OTSUKA K., NAKAI K., SHIMIZU K.. **Scripta Metall.** v.8 p. 913,1974.

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

OTSUKA, K., KAKESHITA ,T. Science and Technology of Shape-Memory Alloys: New Developments, **Mrs Bulletin**, 2002.

PATTABI, M., RAMAKRISHNA, K., MAHESH, K. K. Effect of thermal cycling on the shape memory transformation behavior of NiTi alloy: Powder X-ray diffraction study. **Materials Science and Engineering** , v. 448. p. 33–38, 2007.

PEREIRA, E.C.; MATLAKHOV, A.N.; ARAÚJO, C.J.; MATLAKHOVA, L.A. Mechanical Behavior of the Polycrystalline Cu-13.7%Al-4%Ni Alloy. **International Conference on Advanced Materials**. Rio de Janeiro. v.1. p.1-,12009.

PEREIRA, E.C.; MATLAKHOVA, L.A.; MATLAKHOV, A.N.; RODRIGUÉZ, R.J.S., CASTILLÓ, T.E., MONTEIRO, S. Tratamento Termo-Cíclico Sob Carga da Liga Monocristalina Cu-Al-Ni. In: **61º Congresso Anual da ABM**. Rio de Janeiro, RJ, p. 2987-2995, 2006.

PEREIRA, F. F. R., COUTINHO, M. G. F., MIRANDA, B. M., DE ARAÚJO, C. J..Study of a Cu-Al-Mn Shape Memory Alloy Produced by Plasma Melting Followed by Injection Molding. **MRS Proceedings**, v. 1611, p. 25-30, 2014.

PERKINS, J. Shape Memory Effects in Alloys. In: **Proceedings of the International Symposium on Shape Memory Effects and Applications**. Toronto-Ontário, Canada. p. 470,1975.

PRYMAK, O., KLOCKE, A., NIEKE, B. K., EPPLE, M.,. Fatigue of orthodontic nickel–titanium (NiTi) wires in different fluids under constant mechanical Stress. **Materials Science and Engineering**, v. 378, p. 110-114, 2004.

QUEIROGA, S.L.M.; ARAÚJO, C.J.; GOMES, A.A.C. Comportamento termomecânico de uma liga Cu-Al-Ni com efeito de memória de forma. **In: 61º Congresso Anual da ABM**. Rio de Janeiro, RJ, p. 2951-2959, 2006.

RECARTE, V.; PÉREZ-SÁEZ, R.B.; BOCANEGRA, E.H.; NÓ, M.L.; SAN JUAN, J. **Metall Mater Trans**, Vol. 33, p. 2581 2002.

ROY, D., BURAVALLA, V., MANGALGIRI, ALLEGAVI, P.D, S., RAMAMURTY, U. 2008. “**Mechanical characterization of NiTi SMA wires using a dynamic mechanical analyzer**”. *Materials Science and Engineering*, v. 494, p.429–435.

ROSA, E. Análise de Resistência Mecânica - **Mecânica da Fratura e Fadiga**, UFSC, 2002.

SAUD, S. N., HAMZAH, E., ABUBAKAR, T., AND FARAHANY, S. Structure-Property Relationship of Cu-Al-Ni-Fe Shape Memory Alloys in Different Quenching Media. **Journal of materials engineering and performance**, 2013.

SALERMO, G. Influência da deformação média na previsão de vida em fadiga de baixo ciclo da liga AA7175-T1. **Projeto de iniciação científica** - Departamento de Engenharia Mecânica – FEI, p. 7, 2003.

SAWAGUSHI T, KAUSTRATER G, YAWNY A, WAGNER M, EGGELER G. Crack initiation and propagation in 50.9 at. pct Ni–Ti pseudoelastic shape memory wires in bending-rotation fatigue. **Metall Mater Trans**, v. 34, p.2847– 60, 2003.

SILVA, N. J. Estudo do Comportamento Termomecânico de uma Liga Ni-Ti com Memória de Forma Usando Análise Dinâmico-Mecânica (DMA). **Dissertação de mestrado - Universidade Federal de Campina Grande**, Campina Grande PB, Brasil, 2009.

SUN L. A, HUANG, W.M., DING, Z., ZHAO, Y., WANG, C.C., PURNAWALI, H., TANG, C. Stimulus-responsive shape memory materials: A review, **Materials and Design**, v. 33, p.577– 640, 2012.

SURESH, S. **Fatigue of Materials**. 2. ed., Cambridge University Press , p. 679, 2003.

SHAW, J. A., KYRIAKIDES, S. Thermomechanical Aspects of NiTi, **Journal of the Mechanics and Physics of Solids**, v. 43, n. 8, p. 1243 –1281, 1995.

SHAHINPOOR, M., SCHNEIDER, H.J. **Intelligent Materials**, Edited by M. Shahinpoor and H.J. Schneider, RSC Publishing, Cambridge, England, 2008.

SCHIJVE, J. Fatigue os structures and materials. In the 20<sup>th</sup> century and the state of the art, **International Journal of Fatigue**, v.25, pp.679-702, 2003.

STOECKEL, D. Shape memory actuators for automotive applications. **Materials Design Journal**, v. 11, p. 302–307, 1990.

TA INSTRUMENTS., 2008. **Thermal analysis**, Utah, USA, pp. 104.

TADAKI, T. **Cu-based shape memory alloys**. In: Otsuka, K.; Wayman, C. M, editors. **Shape Memory Materials**. Cambridge: University Press. p. 97-116, 1999.

TELO, G. J. da C. Estudo de um atuador baseado em ligas com memória de forma. **Dissertação - Departamento de Engenharia Civil - Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa**, Lisboa, 2014.

TRIFI, T.R, BONACCORSO, A., CONDORELLI, G.G Cyclic fatigue of different nickeltitanium endodontic rotary instruments. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Endod**. v. 102, p.106-14, 2006.

TOBUSHI, H.; NAKAHARA, T., SHIMENO, Y., HASHIMOTO, T. Low-cycle fatigue of NiTi shape memory alloy and formulation of fatigue life, *Trans. ASME Journal of Engineering Materials and Technology*, v.112, p.186-191, 2000.

TOBUSHI H, HACHISUKA T, YAMADA S, LIN P. Rotating-bending fatigue of a TiNi shape memory alloy wire. **Mech Mater**, v. 26, p.35–42, 1997.

UCHIL, J. KUMARA, G.K., MAHESH, K.K. Efeito termo-cíclico na estabilidade da fase R em uma liga com memória de Ti-Ni. **Materials Science and Engineering**, v. 332. p. 25-28, 2002a..

UCHIL, J.; MAHESH, K.K.; KUMARA, K.G. Electrical resistivity and strain recovery studies on the effect of thermal cycling under constant stress on R-phase. **Physica**, v. 324. p. 419 – 428, 2002b.

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

VILAR, Z. T., 2010. “**Critical Analysis on the Use of a Dynamic-Mechanical Analyzer (DMA) for the Study of Shape Memory Alloys**” (*In Portuguese*). Final Paper, Federal University of Campina Grande, Campina Grande – PB.

VILAR, Z. T.,. Compósitos Poliméricos Reforçados com Fibras de Carbono (CFRP) Incorporando Fios Atuadores de NiTi com Memória de Forma: Caracterização Termomecânica Usando Análise Mecânica dinâmica (DMA). **Tese de Doutorado - Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Campina Grande**, Campina Grande –PB, 2013.

VAN HUMBEECK, J., Damping capacity of thermoelastic martensite in shape memory alloys. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 355, p. 58-64, 2003.



VAN HUMBEECK, J., STALMANS, R. Characteristics of shape memory alloys. In: Otsuka K, Wayman CM, editors. **Shape Memory Materials**. Cambridge: University, Press. pp.149-183, 1998.

WAGNER, M., SAWAGUCCHI, T.; KAUSTRATER, G.; HOFFKEN, D.; EGGELER, G. Structural fatigue of pseudoelastic NiTi shape memory wires. **Materials Science and Engineering**. v.378, p.105-109, 2004.