

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

**Magna Silmara de Oliveira Araújo**

**FADIGA DE FIOS SUPERELÁSTICOS DE LIGA COM MEMÓRIA DE FORMA Ni-Ti  
EM REGIME DE FLEXÃO ALTERNADA: UMA ANÁLISE USANDO  
PLANEJAMENTO FATORIAL**

Campina Grande – PB

2016

**Magna Silmara de Oliveira Araújo**

**FADIGA DE FIOS SUPERELÁSTICOS DE LIGA COM MEMÓRIA DE FORMA Ni-Ti  
EM REGIME DE FLEXÃO ALTERNADA: UMA ANÁLISE USANDO  
PLANEJAMENTO FATORIAL**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais como requisito à obtenção do título de **Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais**.

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

Agência Financiadora: CAPES

Campina Grande – PB

2016

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA CENTRAL DA UFCG

- A663f      Araújo, Magna Silmara de Oliveira.  
Fadiga de fios superelásticos de liga com memória de forma NiTi em regime de reflexão alternada : uma análise usando planejamento fatorial / Magna Silmara de Oliveira Araújo. – Campina Grande, 2016.  
126 f. : il. color.
- Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Ciências e Tecnologia, 2016.  
"Orientação: Prof. Dr. Carlos José de Araújo".  
Referências.
1. Ligas com Memória de Forma. 2. Superelasticidade. 3. Fadiga. 4. Fadiga Funcional. I. Planejamento Experimental. II. Título.

CDU 669.018.2(043)

## VITAE DO CANDIDATO

- Engenharia de Materiais pela UFCG (2014).

**MAGNA SILMARA DE OLIVEIRA**

**FADIGA DE FIOS SUPERELÁSTICOS DE LIGA COM MEMÓRIA DE FORMA  
Ni-Ti EM REGIME DE FLEXÃO ALTERNADA: UMA ANÁLISE USANDO  
PLANEJAMENTO FATORIAL**

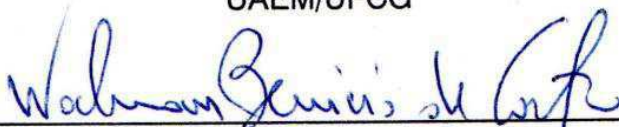
Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais como requisito parcial à obtenção do título de **Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais**.

Aprovado em: 18/08/2016



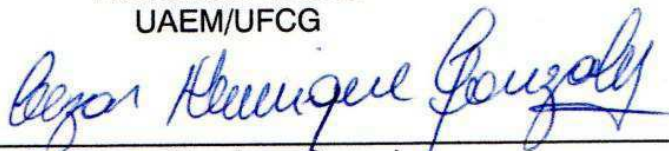
---

Dr. Carlos Jose de Araújo  
Orientador  
UAEM/UFCG



---

Dr. Walman Benício de Castro  
Examinador Interno  
UAEM/UFCG



---

Dr. Cezar Henrique Gonzalez  
Examinador Externo  
DEM/UFPE

*Dedico esta conquista àqueles que sempre estão ao meu lado, me incentivando a lutar e alcançar meus objetivos: ao meu pai (in memoriam), minha mãe, meus irmãos e meu esposo, com muito amor e gratidão!*

## AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar, a Deus por me conceder força, saúde, paciência e determinação para concluir mais uma etapa da minha vida, pois sem Ele nada é possível.

Aos meus pais Marta e Aluísio (*in memoriam*) e meus irmãos Alexsandro, Adjailson e Lígia, família que sempre me incentivou, apoiou e encorajou a buscar meus objetivos. Obrigada por acreditarem em mim!

Ao meu amado esposo Pedrinho pelo amor, incentivo, paciência, compreensão e por estar ao meu lado em todos os momentos.

Ao Prof. Dr. Carlos José de Araújo pela orientação, paciência, confiança e sugestões dadas para o desenvolvimento deste trabalho.

Ao CNPq e a CAPES pelo apoio financeiro.

Agradeço ao núcleo da UAEM pela autorização em utilizar o Laboratório Multidisciplinar de Materiais e Estruturas Ativas (LaMMEA), em especial ao coordenador Prof. Dr. Carlos José de Araújo.

Aos meus queridos amigos do LaMMEA. Em especial a Oscar, Daniella, Matheus e Paulo César, pelas inúmeras contribuições, conversas, incentivo e pela amizade conquistada.

As minhas amigas, que Deus e a vida me deram de presente, Carol, Maria Emanuela, Nayra, Iohanna, Charmênia, Belinha, Elinete e Renata, que estando perto ou longe sempre me trazem palavras de incentivo e apoio.

Enfim, a todos que de forma direta ou indireta contribuíram para que eu chegasse até aqui. Muito obrigada!

## RESUMO

As Ligas com Memória de Forma (LMF) pertencem a uma classe de ligas metálicas que possuem características funcionais únicas de Efeito Memória de Forma (EMF) e Superelasticidade (SE). As LMF do sistema Ni-Ti são as mais difundidas no mercado e podem ser encontradas em diversas aplicações que abrangem, principalmente, os campos de medicina e odontologia. No entanto, muitas destas aplicações acontecem sob solicitações cíclicas ou variáveis, o que torna imprescindível o estudo da vida em fadiga destes tipos de materiais. Diante disto, o presente trabalho tem como objetivo analisar o comportamento em fadiga de fios superelásticos de LMF Ni-Ti com seção transversal circular e retangular, submetidos a ensaios dinâmicos em modo de flexão simples (*Single Cantilever*) utilizando um equipamento de Análise Dinâmico-Mecânica (DMA - *Dynamic Mechanical Analysis*). A vida em fadiga dos fios Ni-Ti foi avaliada por meio do número de ciclos até a ruptura em função das amplitudes de deformação aplicadas durante o processo de ciclagem mecânica. Adicionalmente, a fadiga funcional foi avaliada por meio do acompanhamento da evolução da força aplicada em função do número de ciclos para diferentes amplitudes de deformação (0,7; 1,0; 1,3 e 1,6%) e níveis diferentes de frequência de carregamento (0,5 e 1,0Hz). A influência simultânea da amplitude de deformação e frequência de carregamento sob a vida em fadiga dos fios foi avaliada através de um Planejamento Fatorial. Observou-se, em geral, que a força sofre um leve aumento, de aproximadamente 5%, durante os primeiros ciclos, tendendo a se estabilizar e permanecendo praticamente constante até iniciar um decaimento devido ao processo de ruptura cíclica. Constatou-se também, através das curvas de Wöhler, que o fio de seção circular possui uma vida em fadiga superior àquela do fio de seção retangular. O Planejamento fatorial utilizado permitiu a obtenção de modelos estatísticos significativos e bem ajustados. Além disso, o número de ciclos até a fratura dos fios Ni-Ti depende de forma direta da amplitude de deformação cíclica e da frequência de ensaio, situando-se na faixa de  $10^3$  a  $10^5$  ciclos, caracterizando uma fadiga de baixo ciclo.

**Palavras-chave:** Ligas com Memória de Forma. Superelasticidade. Fadiga. Fadiga Funcional. Planejamento Experimental.



## ABSTRACT

Shape Memory Alloys (SMA) belong to a class of metallic alloys that have unique functional characteristics: Shape Memory Effect (SME) and Superelasticity (SE). The Ni-Ti SMA system are the most widespread in the market and can be found in diverse applications covering mainly medical and odontology. However, many of these applications takes place under cyclic or variables loads, which makes it necessary to study the fatigue life of these materials. Therefore, the present study aims to analyze the fatigue behavior of Ni-Ti SMA superelastic wires with circular and rectangular, cross sections subjected to dynamic tests in simple bending mode (*Single Cantilever*) using a Dynamic Mechanical Analysis (DMA) equipment. The fatigue life of the Ni-Ti wires was evaluated by the number of cycles until break as a function of applied strain amplitudes during the mechanical cycling process. In addition, functional fatigue was assessed by monitoring the evolution of the applied force on the number of cycles for different deformation amplitudes (0.7, 1.0, 1.3 and 1.6%) and different levels of frequency loading (0.5 and 1.0Hz). The simultaneous influence of strain amplitude and frequency on fatigue life of the wires was assessed through a factorial design. It was observed generally that the strength undergoes a slight increase of approximately 5% during the first cycles, tending to stabilize and remained virtually constant until starting a cyclic decay due to rupture process. It was also observed by means of Wöhler curves, that circular section wires has a higher fatigue life to that of the rectangular wires. The factorial design used allowed to obtain significant statistical models, predictive and well adjusted. Furthermore, the number of cycles to failure of the Ni-Ti wires depends directly of the cyclic strain amplitude and frequency of testing, to stand in the range  $10^3$ - $10^5$  cycles, characterizing a low cycle fatigue.

**Keywords:** Shape Memory Alloys. Superelasticity. Fatigue. Functional Fatigue. Experimental design.

## PUBLICAÇÕES

ARAÚJO, M. S. O.; SALES, P. C. S. ; MELO, O. B.; De ARAÚJO, C. J. **Avaliação do Comportamento em Fadiga de Fios de Ligas com Memória de Forma Ni-Ti em Regime de Flexão Alternada** . In: Congresso Nacional de Engenharia Mecânica (CONEM). Fortaleza- CE 2016.

ARAÚJO, M. S. O.; SALES, P. C. S. ; MELO, O. B.; De ARAÚJO, C. J. Análise Experimental do Comportamento em Fadiga de Fios Superelásticos de Ligas com Memória de Forma Ni-Ti em Flexão Simples Alternada. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos – REMAP**, 2016. Aceito para Publicação.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - “Estímulo” e a resposta associada para os materiais inteligentes mais comuns.....	23
Figura 2 - Diagrama comparativo da frequência e densidade de energia de atuação de vários materiais ativos .....	24
Figura 3 - Sistemas cristalinos observados nas LMF. ....	28
Figura 4 - Modelo simplificado da transformação martensítica. ....	29
Figura 5 - Transformação martensítica livre de tensões. ....	30
Figura 6 - Curva esquemática típica do resultado de DSC de uma liga Ni-Ti. ....	31
Figura 7 - Diagrama esquemático dos fenômenos termomecânicos apresentados pelas LMF.....	33
Figura 8 - Comportamento de tensão, deformação e temperatura em EMFS para uma típica LMF de Ni-Ti. ....	34
Figura 9 - Ilustração da visão macroscópica do EMF em uma LMF.....	35
Figura 10 - Curva tensão-deformação típica do carregamento e descarregamento de uma LMF superelástica. ....	36
Figura 11 - Representação da movimentação atômica em materiais que apresentam elasticidade Hookiana e em materiais superelásticos. ....	37
Figura 12 - Variação de As com % peso de níquel na liga Ni-Ti. ....	39
Figura 13 - Aeronave Aloha Airlines Boeing 737 em Honolulu, Hawaii, após o acidente em 28 de abril de 1988. ....	40
Figura 14 - Comportamento macroscópico de um corpo de prova solicitado por uma carga cíclica. Ensaio com controle de força e deslocamento. ....	41
Figura 15 - Fenômenos associados com efeitos transitórios da fadiga. ....	42
Figura 16 - Curvas S-N ou curvas de Wöhler padrão para alguns materiais (a) curva com limite de resistência à fadiga definido, (b) curva com limite de resistência à fadiga não definido. ....	43
Figura 17 - Intrusões e extrusões em bandas de deslizamento. ....	45
Figura 18 - (a) Representação esquemática de uma fratura típica de falha por fadiga. (Meyers & Chawla, 1999). (b) Falha por fadiga de um parafuso, em decorrência de flexão unidirecional repetida.....	46
Figura 19 - Comprimento de trinca versus o número de ciclos. A fratura é indicada por X.....	47
Figura 20 - Curva esquemática da/dN por $\Delta K$ . ....	48
Figura 21 - Classificação de fadiga em LMF e principais abordagens teóricas de fadiga funcional e fadiga estrutural.....	50

Figura 22 - Representação esquemática do equipamento para análise de DMA, modelo DMA - Q800.....	53
Figura 23 - Tipos de solicitações mais usuais em DMA.....	54
Figura 24 - Variação dos parâmetros tensão, carga, amplitude e rigidez ao longo de um ensaio de fadiga em DMA.....	55
Figura 25 - Obtenção dos corpos de prova de fios LMF Ni-Ti a partir de arcos ortodônticos.....	61
Figura 26 - Calorímetro DSC modelo Q20 da TA Instruments, com ampliação da parte interior.....	63
Figura 27 - Máquina de ensaios Instron Electropuls E10000 com detalhe para garra e o fio Ni-Ti instalado.....	63
Figura 28 - Curva tensão-deformação típica de LMF Ni-Ti superelástica testada segundo a norma ASTM F2516-14.....	64
Figura 29 - Esquema mostrando o método das tangentes para determinação das tensões de transformação de fase num ciclo de deformação superelástica.....	65
Figura 30 - DMA modelo Q800, da marca TA Instruments, com detalhe para a garra de flexão utilizada.....	66
Figura 31 - Imagens obtidas em MEV dos fios Ni-Ti superelásticos com seção transversal circular. (a) Aumento de 200x. (b) Aumento de 3000x.....	70
Figura 32 - Imagens obtidas em MEV dos fios Ni-Ti superelásticos com seção transversal retangular. (a) Aumento de 200x. (b) Aumento de 3000x.....	70
Figura 33 - Análise térmica DSC dos fios Ni-Ti superelásticos.....	71
Figura 34 - Curvas tensão-deformação dos fios Ni-Ti superelásticos. (a) Seção transversal circular. (b) Seção transversal retangular.....	73
Figura 35 - Comportamento dos fios Ni-Ti superelásticos com seção transversal circular durante ciclagem de estabilização com controle de força.....	76
Figura 36 - Comportamento dos fios Ni-Ti superelásticos com seção transversal retangular durante ciclagem de estabilização com controle de força.....	77
Figura 37 - Comportamento mecânico dos fios Ni-Ti superelásticos em regime de flexão simples alternada em controle de força. (a) seção transversal circular. (b) seção transversal retangular.....	78
Figura 38 - Evolução do comportamento em fadiga dos fios Ni-Ti superelásticos com seção transversal circular em controle de deformação imposta. (a) Frequência de 0,5Hz. (b) Frequência de 1,0Hz.....	79
Figura 39 - Evolução do comportamento em fadiga dos fios Ni-Ti superelásticos com seção transversal retangular em controle de deformação imposta. (a) Frequência de 0,5Hz. (b) Frequência de 1,0Hz.....	79
Figura 40 - Curvas de Wöhler para amplitudes de deformação 0,7; 1,0; 1,3 e 1,6%. (a) Frequência de 0,5Hz. (b) Frequência de 1Hz.....	81
Figura 41 - Distribuição de máxima tensão principal e da fração volumétrica de martensita nos fios Ni-Ti de seção circular e retangular.....	83

Figura 42 - Curvas de superfície e de nível traçadas com o modelo obtido no planejamento experimental fatorial para o fio Ni-Ti com seção transversal circular..	87
Figura 43 - Curvas de superfície e de nível para traçadas com o modelo obtido no planejamento experimental fatorial para o fio Ni-Ti com seção transversal circular..	90
Figura 44 - Análise térmica DSC dos fios Ni-Ti com seção transversal circular após a ruptura nos ensaios de fadiga com frequência de 0,5Hz. (a) Transformação de fase direta. (b) Transformação de fase inversa.....	91
Figura 45 - Análise térmica DSC dos fios Ni-Ti com seção transversal retangular após a ruptura nos ensaios de fadiga com frequência de 0,5Hz. (a) Transformação de fase direta. (b) Transformação de fase inversa. ....	91
Figura 46 - Análise térmica DSC dos fios Ni-Ti com seção transversal circular após a ruptura nos ensaios de fadiga com frequência de 1Hz. (a) Transformação de fase direta. (b) Transformação de fase inversa.....	92
Figura 47 - Análise térmica DSC dos fios Ni-Ti superelásticos com seção transversal retangular após a ruptura nos ensaios de fadiga com frequência de 1Hz. (a) Transformação de fase direta. (b) Transformação de fase inversa. ....	92
Figura 48 - Evolução das temperaturas de transformação dos fios Ni-Ti superelásticos com seção transversal circular após a ruptura com amplitudes de deformação de 0,7; 1,0; 1,3 e 1,6%. (a) Frequência de 0,5Hz. (b) Frequência de 1,0Hz.....	93
Figura 49 - Evolução das temperaturas de transformação dos fios Ni-Ti superelásticos com seção transversal retangular após a ruptura com amplitudes de deformação de 0,7; 1,0; 1,3 e 1,6%. (a) Frequência de 0,5Hz. (b) Frequência de 1,0Hz.....	93
Figura 50 - Superfícies de fratura dos fios Ni-Ti de seção transversal circular e frequência de 0,5Hz. Amplitude de deformação de (a) 1,0% (16650 ciclos); (b) 1,3% (12240 ciclos); (c) 1,6% (6480 ciclos). ....	94
Figura 51 - Superfícies de fratura dos fios Ni-Ti de seção transversal retangular e frequência de 0,5Hz. Amplitude de deformação de (a) 1,0% (15360 ciclos); (b) 1,3% (10410 ciclos); (c) 1,6% (6390 ciclos).. ....	95
Figura 52 - Superfícies de fratura dos fios Ni-Ti de seção transversal circular e frequência de 1Hz. Amplitude de deformação de (a) 1,0% (22080 ciclos); (b) 1,3% (18300 ciclos); (c) 1,6% (7920 ciclos). ....	95
Figura 53 - Superfícies de fratura dos fios Ni-Ti de seção transversal retangular e frequência de 1Hz. Amplitude de deformação de (a) 1,0% (9960 ciclos); (b) 1,3% (5640 ciclos); (c) 1,6% (6480 ciclos). ....	96

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Principais ligas que apresentam efeito memória de forma.....	26
Tabela 2 - Algumas propriedades físicas das LMF Ni-Ti.....	30
Tabela 3 - Número de ensaios, tratamentos ou combinações de alguns esquemas fatoriais completos. ....	57
Tabela 4 - Matriz de Planejamento do Experimento Fatorial 2 <sup>2</sup> . ....	58
Tabela 5 - Análise de Variância (ANOVA).....	60
Tabela 6 - Níveis das variáveis do planejamento 2 <sup>2</sup> experimentos com réplica para os fios Ni-Ti.....	68
Tabela 7 - Matriz de Planejamento experimental utilizada. ....	68
Tabela 8 - Valores de entalpias de transformação e histerese térmica para os fios Ni-Ti superelásticos. ....	72
Tabela 9 - Tensões de transformação para os fios Ni-Ti superelásticos.....	75
Tabela 10 - Matriz de planejamento fatorial 2 <sup>2</sup> com réplica e o resultado do número de ciclos até a ruptura para os fios Ni-Ti superelásticos com seção transversal circular.....	84
Tabela 11 - Estimativa das variáveis no resultado do número de ciclos até a ruptura (Nf) para o fio de seção circular. ....	85
Tabela 12 - Análise de variância (ANOVA) para o número de ciclos até a ruptura (Nf). ....	86
Tabela 13 - Matriz de planejamento fatorial 2 <sup>2</sup> com réplica e o resultado do número de ciclos até a ruptura para os fios Ni-Ti superelásticos com seção transversal retangular.....	88
Tabela 14 - Estimativa das variáveis no resultado do número de ciclos até a ruptura (Nf) para o fio de seção retangular.....	88
Tabela 15 - Análise de variância (ANOVA) para o número de ciclos até a ruptura (Nf) para os fios Ni-Ti superelásticos com seção transversal retangular.....	89

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ANOVA – Analysis of Variance (Análise de Variância)

$A_f$  – Temperatura final da transformação reversa martensita – austenita

$A_p$  – Temperatura de pico da transformação de fase reversa para formação da fase austenita ( $B19' \rightarrow B2$  ou  $R \rightarrow B2$ )

$A_s$  – Temperatura de início da transformação reversa martensita – austenita

ASTM - American Society for Testing and Materials

$B19'$  – Designação para estrutura cristalina monoclinica da martensita

$B19$  – Designação para estrutura cristalina ortorômbica da martensita

$B2$  – Designação para estrutura cristalina cúbica de corpo centrado da austenita

DMA – *Dynamic Mechanical Analysis* (Análise Dinâmico-Mecânica)

DSC – *Differential Scanning Calorimetry* (Calorimetria Diferencial de Varredura)

DTA – *Differential thermal analysis* (Análise Térmica Diferencial)

EMF – Efeito Memória de Forma

EMFR – Efeito Memória de Forma Reversível

EMFS – Efeito Memória de Forma Simples

$H_0$  – Hipótese nula de um estudo estatístico

$H_1$  – Hipótese alternativa à hipótese nula em um estudo estatístico

$H_t$  – Histerese térmica

LaMMEA – Laboratório Multidisciplinar de Materiais e Estruturas Ativas

LMF – Ligas com Memória de Forma

MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura

$M_s$  – Temperatura de início de transformação direta austenita – martensita

$M_f$  – Temperatura final da transformação direta austenita – martensita

$N$  – Número de ciclos

$N_f$  – Número de ciclos até a ruptura

NOL – Laboratório Naval Ordnance

$R$  – Designação para estrutura cristalina romboédrica da fase intermediária

RET – Resistência Elétrica

$R_f$  – Temperatura final de transformação da fase  $R$  direta (resfriamento)

$R_s$  – Temperatura inicial de transformação da fase  $R$  direta (resfriamento)

SE – Superelasticidade

SMA – Shape Memory Alloy

TI – Transformação Inversa

TMT – Transformação Martensítica Termoelástica

UAEM – Unidade Acadêmica de Engenharia Mecânica

UFCG – Universidade Federal de Campina Grande



## LISTA DE SÍMBOLOS

- $\sigma_{Af}$  – Tensão final de transformação de fase martensítica reversa  
 $\sigma_{As}$  – Tensão inicial de transformação de fase martensítica reversa  
 $\sigma_{Mf}$  – Tensão final de transformação de fase martensítica direta  
 $\sigma_{Ms}$  – Tensão inicial de transformação de fase martensítica direta  
 $\sigma_T$  – Tensão de transformação  
 $\sigma_m$  – Tensão média  
 $\sigma_{m\acute{a}x}$  – Tensão máxima  
 $\sigma_{m\acute{i}n}$  – Tensão mínima  
 $\epsilon_{m\acute{a}x}$  – Deformação máxima  
 $\epsilon_{m\acute{i}n}$  – Deformação mínima  
 $\epsilon$  – Amplitude de deformação  
 $f$  – Frequência  
 $\sigma_{RF}$  – Limite de resistência à fadiga  
 $E'$  – Módulo de armazenamento  
 $\tan \delta$  – Tangente delta  
 $\delta$  – Diferença de fase entre ondas senoidais  
 $k$  – Número de fatores de um planejamento experimental  
 $\Delta T$  – Entalpia de transformação de fase

## SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO .....	19
2	OBJETIVOS .....	22
2.1	Objetivo Geral .....	22
2.2	Objetivos Específicos .....	22
3	REVISÃO DA LITERATURA.....	23
3.1	Materiais Inteligentes .....	23
3.2	Ligas com Memória de Forma.....	25
3.3	Transformação Martensítica Termoelástica .....	27
3.3.1	<i>Efeito Memória de Forma (EMF)</i> .....	33
3.3.2	<i>Superelasticidade (SE)</i> .....	36
3.4	Ligas Ni-Ti.....	38
3.5	Fadiga em Ligas Metálicas.....	39
3.5.1	<i>Falha por Fadiga</i> .....	44
3.5.2	<i>Fadiga em LMF</i> .....	49
3.6	Análise Dinâmico-Mecânica .....	53
3.7	Planejamento Fatorial: Uma Ferramenta para Otimização de Processos ....	55
4	MATERIAIS E MÉTODOS .....	61
4.1	Fios de Ni-Ti.....	61
4.2	Caracterização Pré-fadiga.....	62
4.2.1	<i>Análise de Superfície: Microscopia Eletrônica de Varredura</i> .....	62
4.2.2	<i>Análise Térmica: Calorimetria Diferencial de Varredura</i> .....	62
4.2.3	<i>Resistência Mecânica: Ensaio de Tração</i> .....	63
4.2.4	<i>Ensaio Mecânicos Quase Estáticos via Análise Dinâmico-Mecânica</i> ..	65
4.3	Fadiga Mecânica.....	67
4.3.1	<i>Estudo da Influência Simultânea da Amplitude de Deformação e Frequência de ensaio para os fios de LMF Ni-Ti Utilizando um Planejamento Fatorial</i> .....	67
4.4	Caracterização Pós-fadiga .....	69
4.4.1	<i>Análise Térmica: Calorimetria Diferencial de Varredura</i> .....	69
4.4.2	<i>Análise de Superfície de Fratura: Microscopia Eletrônica de Varredura</i>	69
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	70
5.1	Caracterização Pré-fadiga.....	70
5.1.1	<i>Análise de Superfície: Microscopia Eletrônica de Varredura</i> .....	70

5.1.2	<i>Análise Térmica: Calorimetria Diferencial de Varredura</i> .....	71
5.1.3	<i>Resistência Mecânica: Ensaio de Tração</i> .....	73
5.1.4	<i>Ensaio Mecânico Quase Estático: Análise Dinâmico-Mecânica</i> .....	76
5.2	<i>Fadiga Mecânica</i> .....	79
5.2.1	<i>Estudo da Influência Simultânea da Amplitude de Deformação e Frequência de ensaio para os fios de LMF Ni-Ti Utilizando um Planejamento Experimental</i> .....	84
5.2.1.1	<i>Planejamento Experimental para o Fio Ni-Ti com Seção Transversal Circular (0,5 mm de diâmetro)</i> .....	84
5.2.1.2	<i>Planejamento Experimental para o Fio Ni-Ti com Seção Transversal Retangular (0,55 x 0,4mm)</i> .....	87
5.3	<i>Caracterização Pós-fadiga</i> .....	90
5.3.1	<i>Análise Térmica: Calorimetria Diferencial de Varredura</i> .....	90
5.3.2	<i>Análise de Superfícies de Fratura: Microscopia Eletrônica de Varredura</i> .....	94
6	<b>CONCLUSÕES</b> .....	98
7	<b>SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS</b> .....	100
	<b>REFERÊNCIAS</b> .....	101
	<b>APÊNDICE</b> .....	110

## 1 INTRODUÇÃO

Os avanços tecnológicos e uma compreensão mais profunda dos efeitos das técnicas de processamento e da microestrutura sobre o comportamento dos materiais tem feito com que o campo da ciência e engenharia venha melhorando radicalmente nas últimas décadas. Assim, algumas necessidades industriais e tecnológicas não podem ser supridas por materiais convencionais de engenharia ou pela modificação de algumas características dos mesmos, mas demandam o desenvolvimento de materiais avançados, alguns destes chamados materiais inteligentes.

De um modo geral, materiais inteligentes são aqueles capazes de realizar determinada função em resposta a estímulos externos. Esta característica tem despertado o interesse dos pesquisadores para diversas aplicações. (Schrooten *et al.*, 2002). Estes materiais podem agir como sensores e/ou atuadores. Como sensores convertem sinais mecânicos (tensão e deformação mecânica) em respostas não mecânicas (elétrica, térmica, magnética, etc), enquanto que como atuadores convertem sinais não mecânicos em respostas mecânicas. (Janocha, 1999; Lagoudas, 2008). As cerâmicas e os polímeros piezoelétricos, os fluidos eletroreológicos e magnetoreológicos e as ligas com memória de forma (LMF), do inglês *Shape Memory Alloys* (SMA) são exemplos de materiais inteligentes.

As LMF pertencem a uma classe de materiais metálicos especiais que apresentam a capacidade de recuperar totalmente uma deformação residual (pseudoplástica) por meio de aquecimento à determinada temperatura (efeito memória de forma - EMF). Além disso, estas mesmas LMF apresentam o fenômeno de superelasticidade (SE) em determinada faixa de temperatura, ou seja, podem sofrer grandes deformações e, após a retirada do esforço mecânico, recuperar a forma original sem que ocorra deformação plástica ou falha do material. (Otsuka & Wayman, 1998).

O EMF está associado a uma transformação martensítica termoelástica cristalograficamente reversível induzida por variação de temperatura. Neste caso, a LMF, em sua estrutura martensítica, pode ser facilmente deformada de maneira pseudoplástica. Quando aquecida à determinada temperatura, pode reverter sua estrutura martensítica para austenita e recuperar a sua forma original, caracterizando o chamado EMF. As temperaturas em que as LMF alteram sua

estrutura cristalina de maneira reversível são características de cada tipo de liga metálica, de acordo principalmente com os elementos que a compõe. (Otsuka & Shimizu, 1986; Otsuka & Wayman, 1998; Lagoudas, 2008).

O fenômeno de SE, de maneira semelhante, também está associado a uma transformação martensítica termoelástica cristalograficamente reversível, porém induzida por carregamento mecânico (tensão) a partir da fase de mais alta temperatura (austenita). Neste caso, o material recupera sua forma após a retirada da carga, sem a necessidade de aquecimento, estando associada à reversão da estrutura martensítica induzida por tensão mecânica a partir da austenita. (Otsuka & Shimizu, 1986; Otsuka & Wayman, 1998; Lagoudas, 2008).

Nas LMF estas transformações de fase martensítica ocorrem no estado sólido por meio do movimento cooperativo e homogêneo dos átomos, alterando assim a sua estrutura cristalina, mas mantendo a mesma composição química. (Lagoudas, 2008).

Dentre as LMF existentes, as mais desenvolvidas e utilizadas são as ligas do sistema Níquel-Titânio (Ni-Ti). Estas ligas apresentam grande capacidade de recuperação de deformação aparentemente plástica (cerca de 8%) e já é bastante difundida no mercado. Além disso, trata-se de um material biocompatível e de boa resistência à corrosão. (Yahia, 2000).

Na maioria das aplicações destes tipos de ligas, as propriedades de EMF e SE são utilizadas sob solicitações térmicas e/ou mecânicas cíclicas ou variáveis. Diante disto, o estudo do comportamento em fadiga deste tipo de material é primordial para garantir sua funcionalidade estrutural sob condições de trabalho. A fadiga em LMF pode ser dividida em fadiga funcional, que se refere à degradação das propriedades funcionais (EMF e SE), e fadiga estrutural, associada aos danos microestruturais do material. (Mahtabi *et al.*, 2016).

Na literatura podem ser encontrados diversos trabalhos referentes ao estudo da vida em fadiga de elementos e instrumentos de LMF, principalmente em ligas de Ni-Ti, sob diferentes condições de ensaios. (Wagner *et al.*, 2004; Figueiredo *et al.*, 2009; Saikrishna *et al.*, 2012; Lin *et al.*, 2012; Nespoli *et al.*, 2015; Chluba *et al.*, 2015; Kang & Song, 2015). No entanto, existem poucos trabalhos que avaliam o comportamento em fadiga de LMF em modo de flexão simples alternada (*Single Cantilever*), principalmente utilizando a Análise Dinâmico-Mecânica (DMA - *Dynamic*

*Mechanical Analysis*). (Araújo, 2015; Prymak *et al.*, 2004; Roy *et al.*, 2008) e uma ferramenta estatística como o planejamento fatorial.

Utilizando um equipamento de DMA é possível avaliar o comportamento termomecânico de um material, ou de componentes mecânicos miniaturizados, quando estes são submetidos a forças dinâmicas e a um programa controlado de temperatura. Nestes casos, em ensaios de corpos de prova com pequenas seções transversais, podem ser obtidos resultados muito mais precisos e confiáveis quando comparadas com as máquinas de teste padrão. Entretanto, a experiência de utilização de equipamentos não padrão para testes de fadiga é relativamente pequena, apontando a necessidade de uma melhor compreensão sobre o assunto.

Diante disto, o presente trabalho visa um maior entendimento do comportamento sob fadiga de fios de LMF Ni-Ti em estado austenítico, com seção transversal circular (0,5 mm de diâmetro) e retangular (0,55 x 0,40 mm) em modo de flexão simples alternada (*Single Cantilever*), utilizando um equipamento de DMA e planejamento fatorial.

## 2 OBJETIVOS

### 2.1 Objetivo Geral

Analisar o comportamento em fadiga de fios de LMF Ni-Ti superelásticos, de seção transversal circular e retangular, utilizando um equipamento de DMA em modo de flexão simples alternada (*Single Cantilever*) e um planejamento fatorial, variando frequência de aplicação do carregamento e amplitude de deformação cíclica.

### 2.2 Objetivos Específicos

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

- Analisar a dependência da vida em fadiga com as variáveis estudadas (frequência, amplitude e seção transversal do fio), assim como a validação dos modelos obtidos, através de um planejamento fatorial;
- Obter curvas de Wöhler, tomando como base o número de ciclos até a ruptura em função da amplitude de deformação aplicada, para uma determinada frequência de ensaio;
- Analisar o comportamento pós-fadiga da transformação térmica dos fios após ruptura via DSC;
- Avaliar o mecanismo de fratura dos fios de LMF Ni-Ti via MEV.

### 3 REVISÃO DA LITERATURA

#### 3.1 Materiais Inteligentes

Apesar do grande progresso que tem sido feito no entendimento e desenvolvimento de materiais dentro dos poucos anos passados, remanescem desafios tecnológicos exigindo materiais mais sofisticados e especializados. Diante disto, os materiais inteligentes têm recebido cada vez mais atenção por parte dos pesquisadores, devido à capacidade que os mesmos apresentam de sentir mudanças nos seus ambientes e então respondê-las de uma maneira predeterminada e, em seguida, voltar para seus estados originais quando o estímulo é removido. (Gandhi & Thompson, 1992; Rogers, 1993). Tal característica pode ser obtida através de um processamento especial, determinada composição do material, introdução de defeitos ou por modificação de sua microestrutura, de modo a adaptar-se aos diferentes níveis de estímulos de uma forma controlada. (Cao *et al.*, 1999).

Fibras óticas, cerâmicas e polímeros piezoelétricos, fluidos eletroreológicos, materiais magneto-restritivos e ligas com memória de forma (LMF) são exemplos de materiais inteligentes mais comuns. A Figura 1 apresenta o “estímulo” e a resposta associada para cada exemplo citado. (Soh *et al.*, 2012).

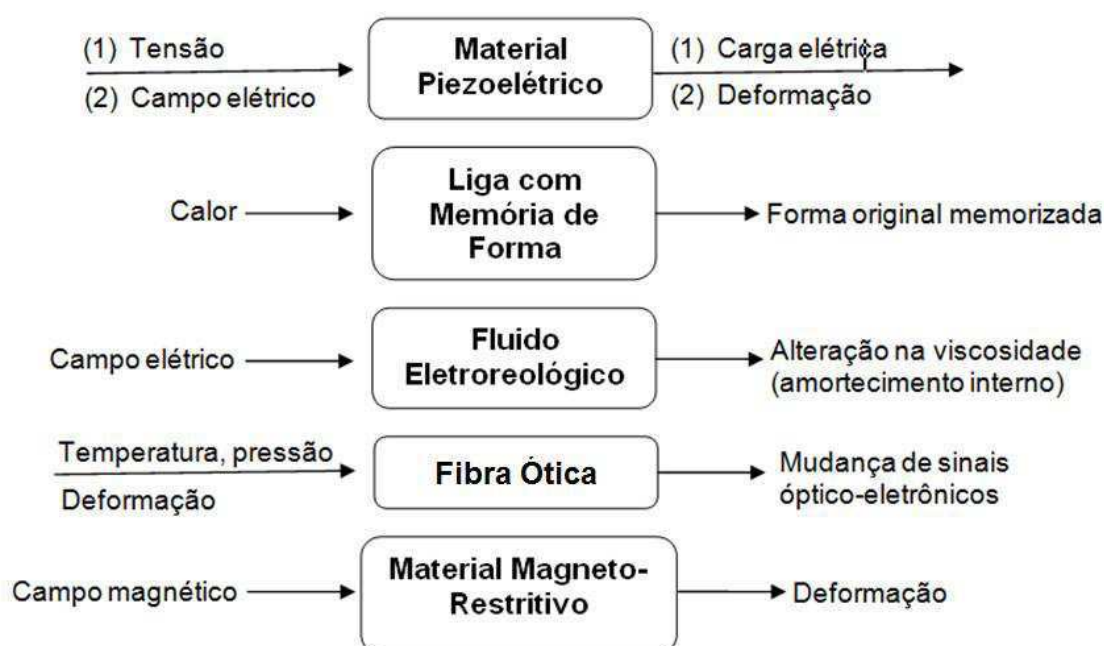


Figura 1 - “Estímulo” e a resposta associada para os materiais inteligentes mais comuns. (Soh *et al.*, 2012).



Segundo Fairweather (1998), os materiais inteligentes podem ser ativos ou passivos. O autor define materiais ativos como sendo aqueles que possuem a capacidade de modificar sua geometria ou propriedades sob a aplicação de energia elétrica, térmica ou campos magnéticos, adquirindo, assim, a capacidade intrínseca de transdução de energia. Materiais piezoelétricos e magneto-restritivos, fluidos eletroreológicos e ligas com memória de forma são exemplos de materiais inteligentes ativos, podendo ser usados como transdutores e atuadores. Já os materiais inteligentes passivos, embora inteligentes, não apresentam a capacidade inerente de transdução de energia. Fibra óptica é um exemplo de material inteligente passivo, tais materiais podem agir como sensores, mas não como atuadores ou transdutores.

Dois parâmetros importantes para os materiais ativos são a densidade de energia de atuação, que se refere à capacidade de produção de trabalho por unidade de volume, e a frequência de atuação. Um material ativo ideal teria tanto uma alta densidade de energia quanto alta frequência de atuação, porém, na prática, isto não é observado. (Lagoudas, 2008). A Figura 2 apresenta o diagrama representativo da densidade de energia e frequência de atuação para alguns materiais ativos.

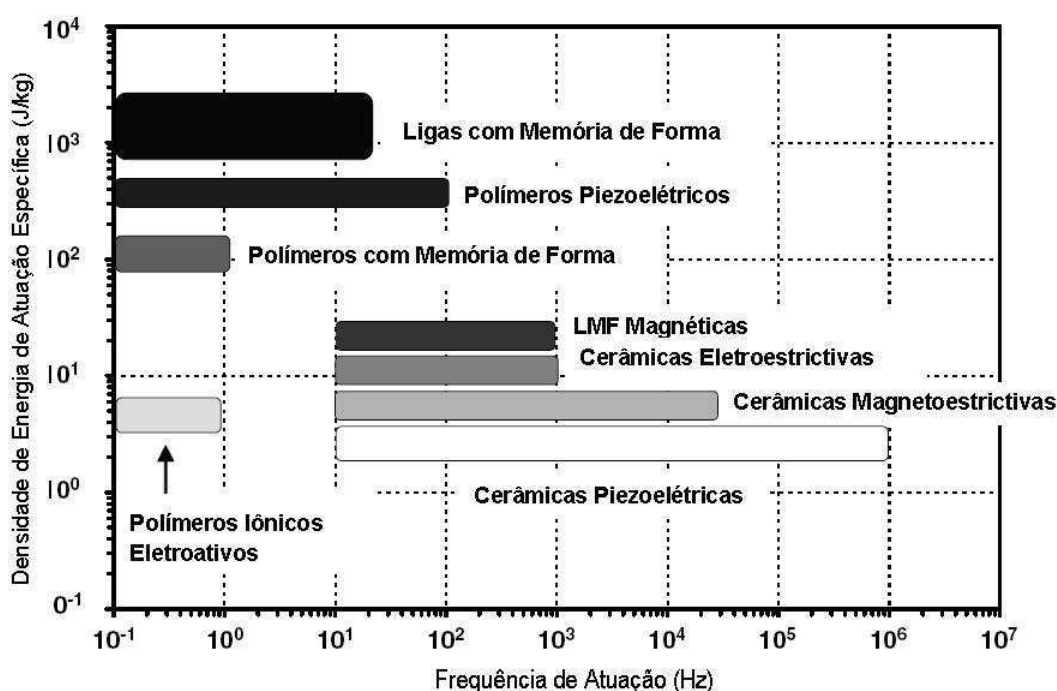


Figura 2 - Diagrama comparativo da frequência e densidade de energia de atuação de vários materiais ativos. (Lagoudas, 2008).

Podemos observar que as LMF apresentam alta densidade de energia de atuação, devido a sua capacidade de recuperar grandes deformações através de aquecimento, mesmo quando são submetidos a elevados níveis de carregamento mecânico. No entanto, as mesmas apresentam baixas frequências de resposta comparando com a maioria dos outros materiais ativos, limitada a um máximo de aproximadamente 10Hz pelo gráfico da Figura 2. Segundo Grassi (2014), essa limitação é devido à natureza térmica do fenômeno, o que limita a velocidade de atuação de acordo com fatores como massa e propriedades de transferência de calor com o ambiente e por isso, as LMF vêm sendo utilizadas principalmente como atuadores em sistemas de pequena escala.

### **3.2 Ligas com Memória de Forma**

Ligas com memória de forma (LMF) é uma classe única de ligas metálicas que exibem duas propriedades funcionais diferenciadas: o efeito memória de forma (EMF) e a superelasticidade (SE). Estes materiais apresentam a capacidade de recuperar sua forma quando submetidos a grandes deformações e a um ciclo térmico adequado, mesmo sob elevadas cargas aplicadas, resultando em elevada densidade de energia de atuação. Além disso, sob condições específicas, as LMF podem absorver e dissipar energia mecânica devido ao seu comportamento histerético quando da aplicação de cargas mecânicas cíclicas. Estas propriedades decorrem da capacidade destes materiais de apresentarem uma transformação de fase reversível, denominada de transformação martensítica termoelástica, induzida por ciclo térmico ou por aplicação de tensão mecânica. (Lagoudas, 2008).

A transformação martensítica, tal como observado no sistema Fe-C, foi estabelecida como um processo reversível apenas através de tratamentos térmico. Foi apenas em 1949 que o conceito de transformação martensítica termoelástica reversível foi introduzido através de observações experimentais da estrutura martensítica de ligas de Cu-Zn e Cu-Al, realizadas por Kurdjumov e Khandros. Posteriormente, a ocorrência de transformação martensítica termoelástica foi demonstrada em outras ligas. (Lagoudas, 2008).

Em 1963 o EMF foi encontrado em ligas de Ni-Ti quase estequiométricas, tal descoberta foi realizada por Buehler e colegas de trabalho. Enquanto investigavam materiais úteis para proteção do calor, notou-se que além de boas propriedades

mecânicas, comparáveis a metais comuns de engenharia, o material também possuía uma capacidade de recuperação da forma. Este material ficou conhecido como “NiTinol” em homenagem ao Laboratório Naval Ordnance (NOL), onde o mesmo foi descoberto. (Wei *et al.*, 1998; Otsuka & Wayman, 1998; Chernenko *et al.*, 1998).

Existem algumas ligas metálicas com memória de forma, porém para que estas possam ser comercializadas é necessário que possuam uma boa capacidade de recuperação da deformação, cerca de 8% a 10%, ou que gerem uma força significativa durante o processo de transformação de fase. Deste modo, as ligas mais comuns encontradas no mercado são o Ni-Ti, o Cu-Al-Ni e o Cu-Al-Zn. As ligas Ni-Ti são de maior potencial em aplicações comerciais, pois combinam boas propriedades mecânicas com memória de forma e biocompatibilidade. (Fernandes, 2006). As principais LMF estão apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1 - Principais ligas que apresentam efeito memória de forma. (Wu & Lin, 2000).

<b>Ligas</b>	<b>Composição</b>	<b>Faixa de temperaturas de transformação (°C)</b>	<b>Histerese térmica de transformação (°C)</b>
<b>Ag-Cd</b>	44/49 at% Cd	-190 a -50	~15
<b>Au-Cd</b>	46,5/50 at% Cd	30 a 100	~15
<b>Cu-Al-Ni</b>	12/14,5%Al 3/4,5%Ni	-140 a 100	~35
<b>Cu-Sn</b>	~15 at% Sn	-120 a 30	
<b>Cu-Zn</b>	38,5/41,5% Zn	-180 a -10	~10
<b>Cu-Zn-X (X=Si, Sn, Al)</b>	alguns % de X	-180 a 200	~10
<b>Ni-Al</b>	36/38 at% Al	-180 a 100	~10
<b>Ni-Ti</b>	49/51 at% Ni	-50 a 110	~30
<b>Fe-Pt</b>	~25 at% Pt	~-130	~4
<b>Mn-Cu</b>	5/35 at% Cu	-250 a 180	~25
<b>Fe-Mn-Si</b>	32%Mn%Si	-200 a 150	~100

As LMF têm certas características que as tornam apropriadas para determinadas aplicações, dado que são altamente adaptativas, de baixo peso, e com uma elevada razão entre a força e o peso. Podemos encontrá-las em aplicações, tais como: acoplamentos de tubos, atuadores em dispositivos elétricos, aplicações automotivas e aeroespaciais, antenas para telefones celulares, dispositivos para controle de vibrações, implantes médicos, fios e molas ortodônticas, stents, material para cateterismo, entre outras. Além disso, uma vez que estas ligas apresentam função de atuador, bem como sensor, elas são candidatas promissoras para a miniaturização de atuadores, tais como microatuadores, micromáquinas ou robôs. (Otsuka & Wayman, 1998; Ramos, 2006; Lagoudas, 2008). Uma ampla seleção de aplicações pode ser encontrada em Barbarino, 2009, Lagoudas, 2008 e Jani *et al.*, 2014.

No entanto, ainda são necessárias pesquisas intensas com o intuito de melhorar o desempenho de LMF, especialmente no que diz respeito à estabilidade e vida em fadiga destes materiais.

A confiabilidade dos dispositivos com memória de forma depende do tempo de vida dos mesmos. Diante disto, alguns parâmetros são de extrema importância quando se diz respeito ao tempo de vida de LMF, dentre estes podemos citar parâmetros de controle externo como o tempo, tensão, temperatura, deformação de transformação e o número de ciclos de transformação. Os parâmetros internos que mais influenciam as propriedades físicas e mecânicas das LMF são: o tipo da liga, a composição da liga e a estrutura cristalina, incluindo os defeitos. Tais parâmetros são controlados pelo histórico termomecânico da liga. (Paula, 2006).

### **3.3 Transformação Martensítica Termoelástica**

A transformação martensítica termoelástica (TMT) é uma transformação de fase que não ocorre através de um processo de difusão em sólidos, mas sim por meio do movimento cooperativo dos átomos. Deste modo, a concentração de átomos de soluto dissolvida na fase martensítica é igual à da “fase-mãe” (austenita). Além disso, apesar dos deslocamentos atômicos serem pequenos, em comparação com a distância interatômica, uma alteração de forma em nível macroscópico aparece associado à TMT. É neste conceito que esta transformação de fase está

intimamente relacionada com os fenômenos de EMF e SE. (Otsuka & Wayman, 1998).

Normalmente, a austenita, fase de alta temperatura, apresenta estrutura cristalina cúbica de corpo centrado (B2), enquanto a martensita, fase de temperatura mais baixa, pode ocorrer sob a forma de cristais monoclinicos (B19') ou cristais ortorrômbicos (B19). Uma fase martensítica intermediária, de estrutura romboédrica, ainda pode ocorrer nas LMF Ni-Ti, dependendo da composição, da adição de elementos de liga ternários e de tratamentos termomecânicos aplicados ao material. Esta fase intermediária, denominada de fase R, geralmente desaparece com tratamentos térmicos a altas temperaturas (superiores a 600°C) e, portanto, sua existência está associada a condições específicas. (Otsuka & Wayman, 1998; Lagoudas, 2008). A Figura 3 mostra a geometria dos sistemas cristalinos observados nas LMF.

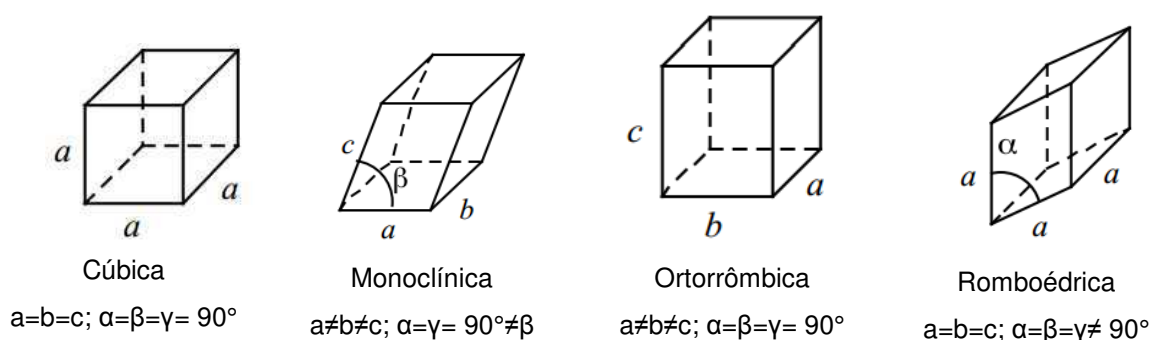


Figura 3 - Sistemas cristalinos observados nas LMF. (Barron Research Group, 2015).

Quando a temperatura é reduzida abaixo de uma temperatura crítica, se inicia a TMT, ou seja, a estrutura austenita se transforma em martensita. No entanto, se a temperatura é elevada novamente, a martensita torna-se instável e a transformação inversa (TI) ocorre, ou seja, a martensita é revertida em austenita com orientação original. Neste caso, ocorre uma TMT induzida por temperatura. (Otsuka & Wayman, 1998). Um modelo simplificado da TMT é apresentado na Figura 4.

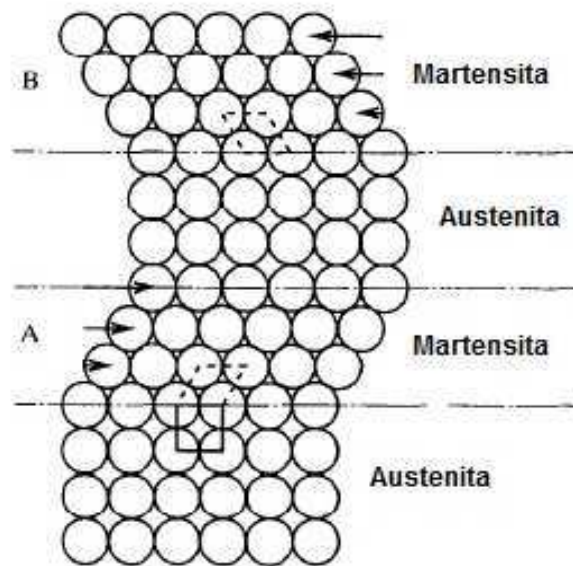


Figura 4 - Modelo simplificado da transformação martensítica. (Otsuka & Wayman, 1998).

As martensitas na região A e na região B da Figura 4 apresentam a mesma estrutura, porém, diferentes orientações, são as chamadas variantes martensíticas. A forma como estas variantes estão dispostas podem existir em duas maneiras: martensita geminada ou maclada (*twinned*), que gera uma combinação de variantes martensíticas "auto-acomodadas", sendo esta formada devido à variação de temperatura, e martensita desgeminada ou demaclada (*detwinned*), onde uma variante específica é dominante. Neste último caso a martensita é induzida por temperatura e por tensão. (Otsuka & Wayman, 1998; Lagoudas, 2008).

A fase austenita tem maior módulo de Young e comporta-se como a maioria dos metais comuns, ao mesmo tempo em que a fase martensita apresenta menor rigidez e um grande patamar em sua curva tensão-deformação. A fase que se apresentará estável em determinada LMF depende da temperatura, das cargas mecânicas aplicadas e do histórico termodinâmico do material.

A caracterização física da TMT nos permite determinar parâmetros que apresentam relação direta com o fenômeno, como por exemplo, alterações na resistência elétrica do material, deformação correspondente ao EMF, absorção ou liberação de energia durante a transformação, alteração no módulo de Young, entre outros. Podemos observar, a partir dos valores apresentados na Tabela 2, que algumas propriedades físicas como a condutividade térmica, o coeficiente de dilatação térmica, a susceptibilidade magnética e a resistividade elétrica variam

significativamente em função da fase presente para uma determinada temperatura/tensão aplicada. Isto ocorre devido às propriedades físicas estarem intimamente ligadas à estrutura cristalina da fase presente. (Otsuka & Wayman, 1998; Mihálcz, 2001; Santos, 2011; Barbarino *et al.*, 2014; Jani *et al.*, 2014).

Tabela 2 - Algumas propriedades físicas das LMF Ni-Ti. (Otsuka & Wayman, 1998).

Propriedades	Austenita (B2)	Martensita (B19')
Resistividade Elétrica ( $\Omega.m$ )	$10,0 \times 10^{-7}$	$8,0 \times 10^{-7}$
Condutividade Térmica (W/m.K)	18,0	8,6
Susceptibilidade Magnética (H/m.Kg)	$4,8 \times 10^3$	$3,1 \times 10^3$
Coefficiente de Dilatação $K^{-1}$	$11,0 \times 10^{-6}$	$6,6 \times 10^{-6}$
Calor Específico (J/Kg.K)	$3,2 \times 10^2$	
Calor Latente de Transformação (J/Kg)	$2,4 \times 10^4$	

As temperaturas e tensões críticas de transformação de fase, ou seja, os valores de temperaturas e tensões mecânicas que se inicia e termina a TMT, são as propriedades mais importantes das LMF, uma vez que elas definem o comportamento termomecânico deste material. Segundo Otsuka & Wayman, 1998, num estado livre de tensões, as LMF são caracterizadas pelas seguintes temperaturas críticas, conforme Figura 5:

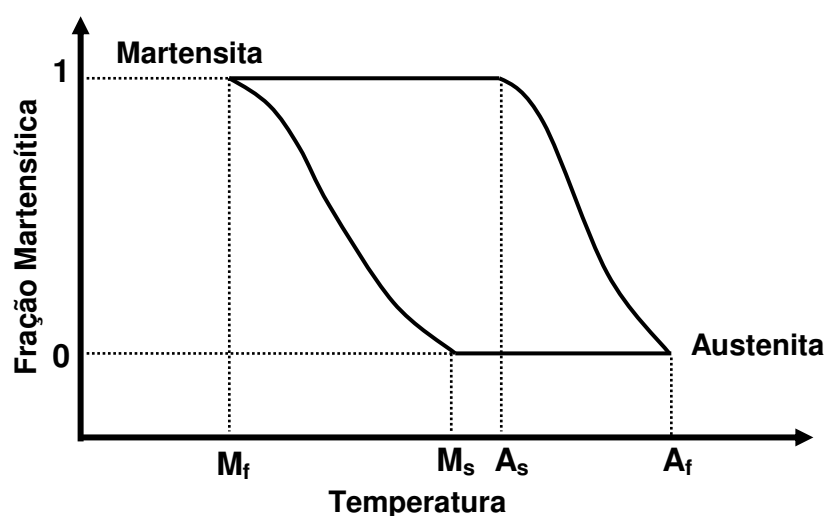


Figura 5 - Transformação martensítica livre de tensões. (Song *et al.*, 2006).

Onde:  $M_s$ : Temperatura de início da transformação direta (austenita - martensita);  $M_f$ : Temperatura de término da transformação direta;  $A_s$ : Temperatura de início da transformação inversa (martensita - austenita);  $A_f$ : Temperatura de término da transformação inversa.

Técnicas de caracterização como a calorimetria diferencial de varredura (DSC - *Differential Scanning Calorimetry*), análise dinâmico-mecânica (DMA - *Dynamic Mechanical Analysis*), análise térmica diferencial (DTA - *Differential thermal analysis*) e variação de resistência elétrica com a temperatura (RET) podem ser utilizadas para determinar as temperaturas de transformação das LMF. Dentre estas, a análise por DSC é a técnica mais comumente empregada.

A Figura 6 mostra uma curva esquemática típica do resultado de DSC de uma liga Ni-Ti e a determinação das temperaturas de transformação através das interseções das tangentes aos picos do DSC.

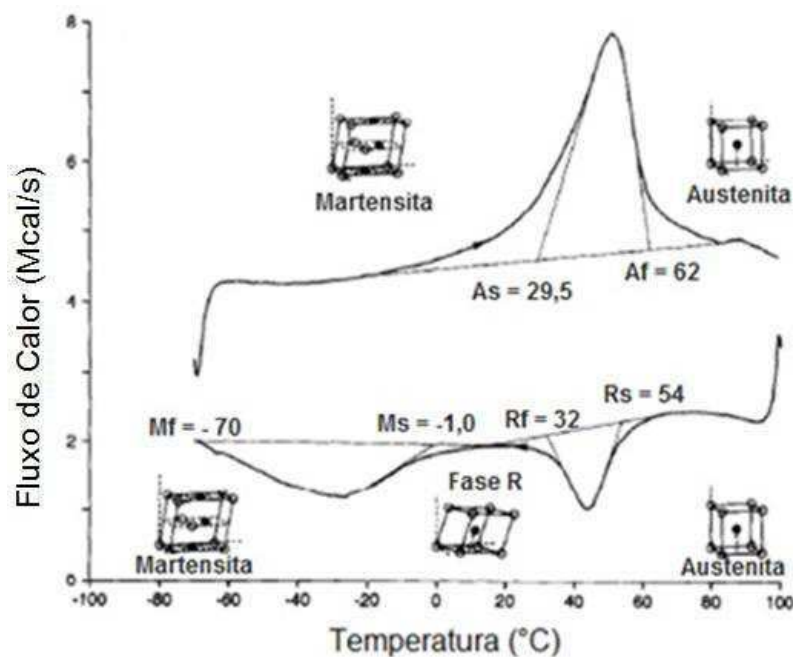


Figura 6 - Curva esquemática típica do resultado de DSC de uma liga Ni-Ti. (Shaw & Kyriakides, 1995).

Quando o material sofre transformação de fase, ele absorve ou emite uma grande quantidade de calor com uma alteração relativamente pequena da temperatura, e o DSC capta tal mudança. Ou seja, o equipamento utiliza da mudança na capacidade calorífica do material para determinar o início e fim das temperaturas de transformação. (Barbarino *et al.*, 2014).



A curva DSC apresentada na Figura 6 evidencia as transformações martensita – austenita, pela absorção de calor e as transformações austenita – fase R e fase R – martensita, pela liberação de calor, no aquecimento e no resfriamento respectivamente. Pode-se observar que o intervalo de temperatura da transformação martensítica no aquecimento é um pouco maior que a transformação no resfriamento, conseqüentemente surge o fenômeno da histerese.

A histerese é geralmente definida como a diferença entre as temperaturas nas quais o material está 50% transformado em austenita no aquecimento e 50% transformado em martensita no resfriamento. A área no interior do ciclo histerético corresponde à energia absorvida pelo material durante a transformação de fase, o que confere a LMF uma alta capacidade de amortecimento. (Buehler & Wang, 1968; Amaral, 2014).

As temperaturas de transformação podem ser modificadas por pequenas mudanças na composição das LMF e através de tratamentos térmicos, podendo assim, atender os requisitos para determinada aplicação. Grassi (2014), avaliou a influência dos parâmetros de tratamentos térmicos de recozimento (temperatura e tempo) no comportamento termomecânico de mini molas superelásticas de Ni-Ti, constatando que, através de tratamentos térmicos de recozimento, um mini componente mecânico, inicialmente projetado para trabalhar em regime superelástico, pode ser convertido em elemento atuador para trabalhar em regime de efeito de memória de forma.

Como resultado da TMT, as LMF podem experimentar três principais fenômenos termomecânicos:

- Efeito Memória de Forma Simples (EMFS): o material, depois de ser submetido a grandes deformações, recupera sua forma original após aquecimento;
- Efeito Memória de Forma Reversível (EMFR): quando o material “memoriza” duas formas, uma em cada fase cristalina;
- Superelasticidade (SE): quando a forma é recuperada imediatamente depois da retirada da carga, sem a necessidade de aquecimento.

A Figura 7 mostra o esquema de um diagrama tridimensional tensão-deformação-temperatura delineando os três fenômenos citados anteriormente. Esses fenômenos serão descritos com mais detalhes nas seções a seguir.

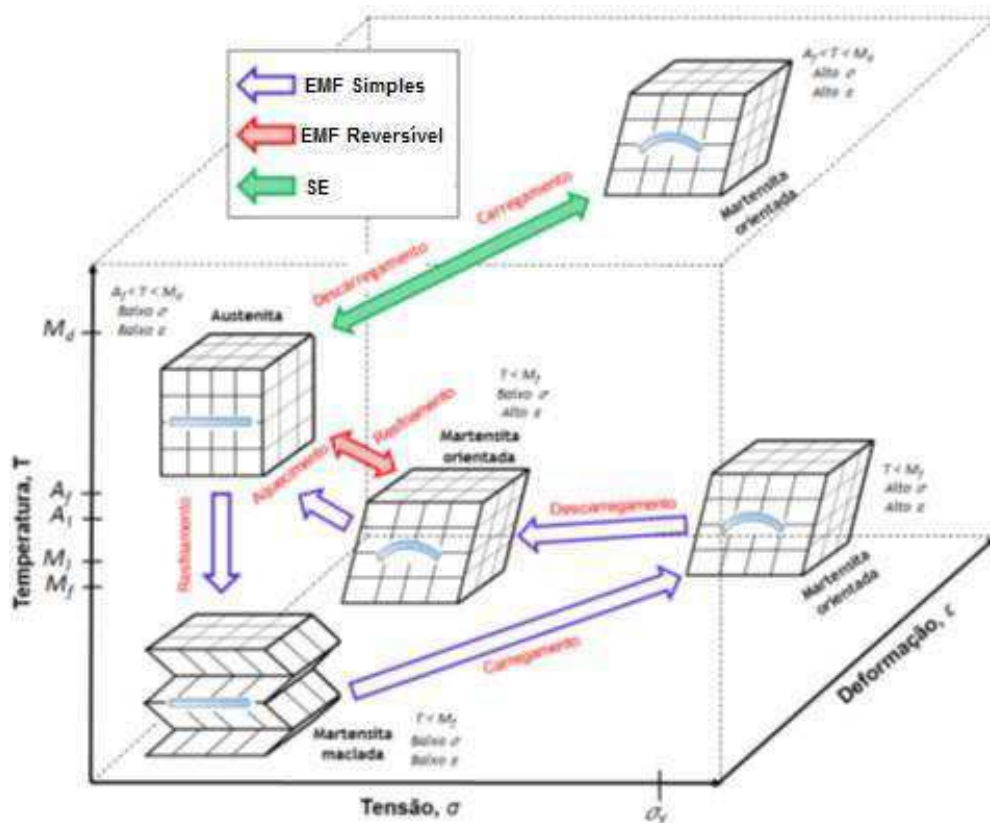


Figura 7 – Diagrama esquemático dos fenômenos termomecânicos apresentados pelas LMF. (Jani *et al.*, 2014 - adaptado).

### 3.3.1 Efeito Memória de Forma (EMF)

O Efeito Memória de Forma (EMF) ocorre quando o material é deformado, de modo aparentemente permanente, e recupera sua forma original, quando aquecido à determinada temperatura. (Lagoudas, 2008). Fisicamente, o EMF está relacionado à transformação martensítica cristalograficamente reversível e, geralmente, esta transformação é termoelástica, diferentemente das ligas a base de ferro. (Otubo *et al.*, 1997).

A natureza do EMF pode ser compreendida analisando a Figura 8, a qual apresenta os dados experimentais de tensão, deformação e temperatura para uma típica amostra de Ni-Ti testada sob carregamento uniaxial.

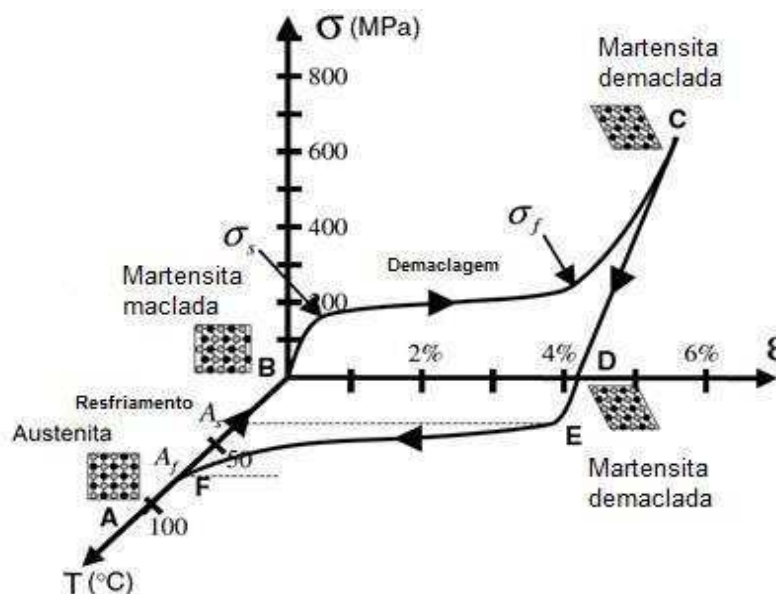


Figura 8 - Comportamento de tensão, deformação e temperatura em EMFS para uma típica LMF de Ni-Ti. (Lagoudas, 2008).

Partindo da “fase-mãe” (ponto A na Figura 8), verificamos que o resfriamento da austenita, com ausência de tensão, abaixo das temperaturas de transformação  $M_s$  e  $M_f$  resulta na formação de martensita maclada (ponto B). Quando a martensita maclada é submetida a um carregamento que excede o nível de tensão  $\sigma_s$ , o processo de reorientação é iniciado, o que implica o crescimento de certas variantes martensíticas orientadas que crescem à custa das outras variantes, resultando na martensita demaçada (ponto C). O material é então elasticamente descarregado de C para D e o estado martensítico demaçado é mantido. Sob aquecimento na ausência de tensão, a TI se inicia ao atingir a temperatura  $A_s$  (ponto E) e é completada na temperatura  $A_f$  (ponto F), acima da qual existe apenas a fase austenita. Na falta de deformação plástica permanente gerada durante a demaçoagem, a forma original da LMF é recuperada (ponto A). (Lagoudas, 2008).

A Figura 9 apresenta uma visão macroscópica do EMF numa liga Ni-Ti, onde: um fio de Ni-Ti é linear na fase austenita (1), em seguida o fio é deformado no estado martensítico à temperatura ambiente (2). No entanto, ele recupera sua forma original através da transformação inversa (3) – (5) quando aquecido a uma temperatura superior a  $A_f$ .

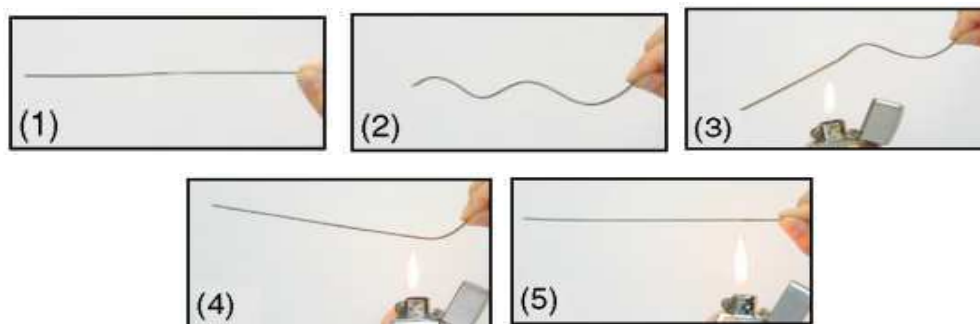


Figura 9 - Ilustração da visão macroscópica do EMF em uma LMF. (Otsuka & Kakeshita, 2002).

Conforme mencionado anteriormente, de acordo com o comportamento mecânico da liga em função do ciclo térmico, o efeito memória de forma pode ser de dois diferentes tipos:

- Efeito Memória de Forma Simples (EMFS)
- Efeito Memória de Forma Reversível (EMFR)

O primeiro refere-se a materiais com EMF como até agora discutido, ou seja, uma deformação é aplicada e em seguida, com ativação térmica, a configuração inicial é alcançada. Já o EMFR, refere-se àqueles materiais que podem "lembrar" as duas formas, de baixa e de alta temperatura, cada uma das quais pode ser recuperada à determinada temperatura, sem a necessidade de aplicar uma deformação. Devido estas características, muitos pesquisadores vêm estudando a origem e o desempenho do EMFR ao longo dos anos. (Schroeder & Wayman, 1977; Stalmans *et al.*, 1992; Yu *et al.*, 2006, Zanaboni, 2008; Barbarino *et al.*, 2014; Mohri & Nili-Ahmadabadi, 2015, Yan *et al.*, 2015).

O EMFR não é uma propriedade intrínseca a LMF como o EMFS, sendo necessário fazê-la passar por um treinamento (carga e descarga) para que adquira o EMFD, ou seja, é preciso realizar uma ciclagem através de um carregamento termomecânico específico. (Zanaboni, 2008; Lagoudas, 2008; Barbarino *et al.*, 2014). Neste caso, a LMF, ao passar por diversos ciclos termomecânicos, ocorre um processo de orientação preferencial das maclas de martensita devido à presença de defeitos na microestrutura do material a cada ciclo. Então, com determinado número de ciclos, a aplicação da carga mecânica não será mais necessária para obter maclas de martensita naquela direção, bastando apenas à mudança de temperatura.

### 3.3.2 Superelasticidade (SE)

A superelasticidade é a capacidade de um material recuperar grandes deformações além do limite elástico, ou seja, deformação aparentemente plástica (pseudoplástica). A liga de Ni-Ti, por exemplo, quando deformada em até 8% aproximadamente, além do seu limite elástico é capaz de total recuperação, já o aço inoxidável recupera apenas 0,3%. (Otubo *et al.*, 1997).

O comportamento superelástico nas LMF está associado à TMT induzida por tensão. Neste caso, a martensita demaada é obtida a partir da aplicação de uma carga mecânica suficientemente elevada para o material na fase austenita. Se a temperatura do material for superior a  $A_f$ , uma completa recuperação de forma é obtida após o descarregamento, no entanto, se o material for testado abaixo da temperatura  $A_f$ , apenas uma recuperação de forma parcial é observada. (Lagoudas, 2008). Para ilustrar o comportamento superelástico com maior detalhe consideremos a curva tensão-deformação representada na Figura 10.

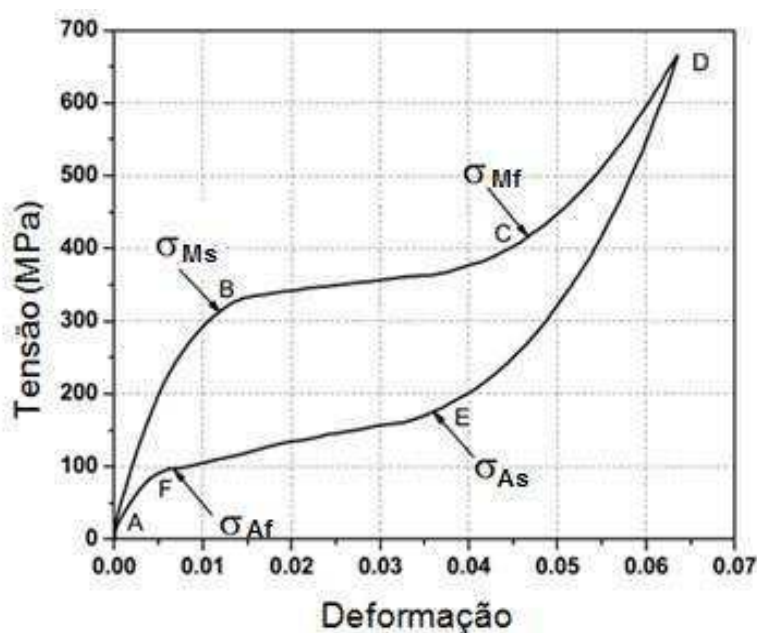


Figura 10 - Curva tensão-deformação típica do carregamento e descarregamento de uma LMF superelástica. (Lagoudas, 2008).

Quando uma carga mecânica é aplicada, a austenita sofre carregamento elástico (A  $\rightarrow$  B) e ao atingir um nível de tensão específico ( $\sigma_{Ms}$ ) se inicia a transformação martensítica, a mesma prossegue (B  $\rightarrow$  C) até que o nível de tensão

$\sigma_{Mf}$  seja atingido. O subsequente aumento na tensão não causa continuação da transformação, se refere apenas a uma deformação elástica da martensita demaclada (C  $\rightarrow$  D). Quando a tensão é liberada gradualmente, a martensita descarrega elasticamente ao longo do trajeto (D  $\rightarrow$  E). No ponto E, ao atingir o nível de tensão  $\sigma_{As}$ , a TI se inicia e a martensita começa a reverter para austenita. O fim da TI é indicado pelo ponto o qual a curva  $\sigma$ - $\epsilon$  reencontra a região elástica de austenite (ponto F, correspondendo ao nível de tensão  $\sigma_{Af}$ ), em seguida o material descarrega elasticamente até o ponto A. (Lagoudas, 2008).

Na Figura 11 podemos observar a comparação dos movimentos atômicos em resposta à aplicação de tensão em um sistema elástico Hookiano tradicional e em um material superelástico.

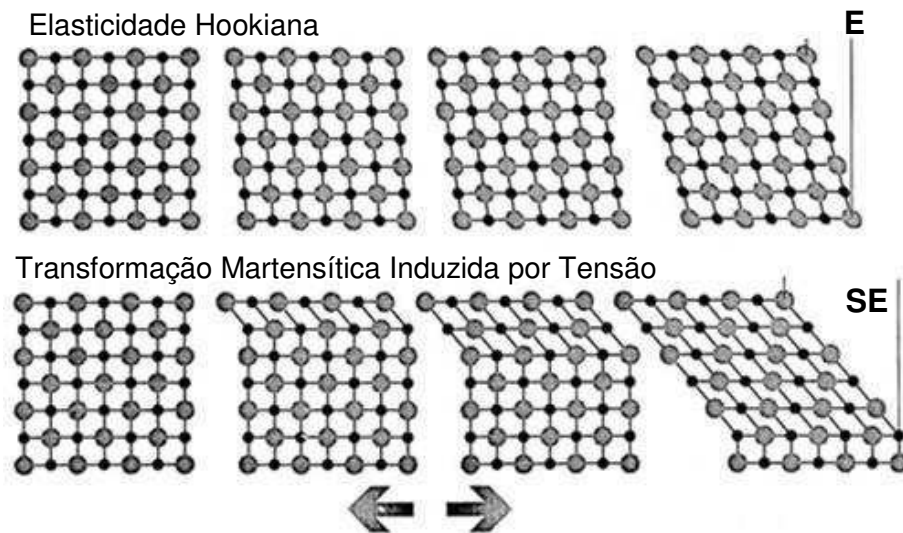


Figura 11 - Representação da movimentação atômica em materiais que apresentam elasticidade Hookiana e em materiais superelásticos. (Stöckel & Yu, 1991).

Em materiais que apresentam deformação elástica Hookiana, as ligações atômicas geralmente “alongam” aproximadamente 0,5% antes do início da deformação plástica. Em materiais superelásticos, quando determinado valor de tensão é atingido, a estrutura austenítica transforma-se em martensita e à medida que a magnitude da deformação é elevada, a quantidade de martensita na estrutura também aumenta até tornar-se totalmente martensita. (Pelton *et al.*, 2000). Portanto, observa-se que as ligas metálicas superelásticas apresentam deformação recuperável muito maior do que a deformação elástica dos metais convencionais.

### 3.4 Ligas Ni-Ti

Das LMF com composições conhecidas, as ligas de níquel-titânio têm sido as mais estudadas e utilizadas em aplicações comerciais. Estas ligas exibem forte EMFS, EMFD e comportamento superelástico sob determinadas condições, o que torna este material ideal para uma variedade de aplicações. Além disso, apresentam boas propriedades mecânicas, resistência à corrosão e biocompatibilidade. (Lagoudas, 2008).

Conforme mencionado anteriormente, em ligas Ni-Ti, o EMF e a SE estão associados à transformação martensítica termoelástica que pode ocorrer de duas formas: através da transformação da austenita em fase martensita (B19') ou através da transformação da austenita em fase R e, em seguida, a transformação da fase R em fase B19'. Esses fenômenos são sensíveis á estrutura da austenita e, portanto fatores como o teor de Ni, envelhecimento, tratamentos termomecânicos e a adição de elementos de liga que afetam a estrutura são importantes para controlar o comportamento da LMF. (Otsuka & Wayman, 1998). Estudos mostraram que a adição de elementos de liga como o Cobalto (Co), o Ferro (Fe) ou o Cromo (Cr) no sistema Ni-Ti causa grande diminuição nas temperaturas de transformação. (Shaw & Kyriakides, 1995; Krishnan *et al.*, 1974).

As ligas Ni-Ti superelásticas são ricas em Ni e neste caso, a austenita encontra-se estável a temperatura ambiente. Já as ligas com memória de forma são ricas em Ti ou apresentam composição equiatômica e a austenita apresenta-se estável somente acima da temperatura ambiente.

Diante disto, as temperaturas de transformação podem ser alteradas pela mudança de composição da liga Ni-Ti. A temperatura  $A_s$  pode variar de  $-50^{\circ}\text{C}$  a  $166^{\circ}\text{C}$  por meio da mudança na fração de níquel de 54,5% para 56,5% do peso total, como mostrado na Figura 12. (Turner, 2000).

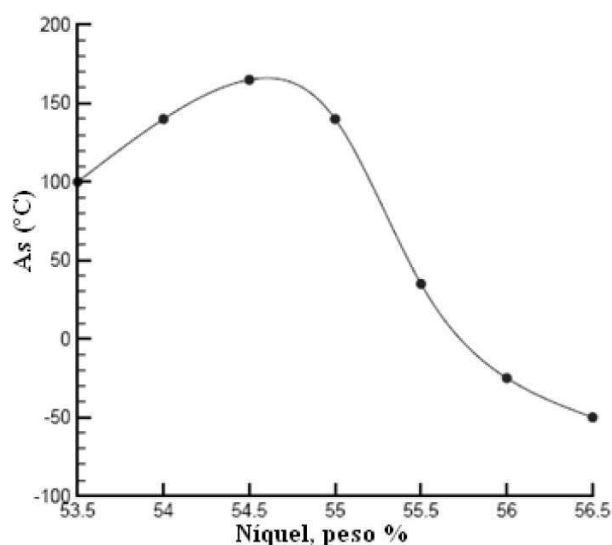


Figura 12 - Variação de As com % peso de níquel na liga Ni-Ti. (Turner, 2000).

Tipicamente, as ligas Ni-Ti contém 49-57% de níquel. A composição ideal para estas ligas só pode variar entre 38% e 50% de titânio em peso, pois só esta variação de composição possui características de memória de forma. (Barbarino *et al.*, 2014).

A utilização destas ligas abrange desde aplicações tecnológicas como atuadores, conectores elétricos, indústria eletrônica, bem como aplicações na área médica e odontológica com implantes dentários, arcos e molas ortodônticas, arames de fixação de ossos, entre outros. (Miyazaki, 1996).

### 3.5 Fadiga em Ligas Metálicas

A integridade estrutural foi e ainda tem sido um obstáculo no desenvolvimento industrial, suas consequências puderam ser vistas durante o desenvolvimento da indústria mecânica, no século XIX. A revolução industrial, particularmente o desenvolvimento do transporte ferroviário, foi afetada inicialmente por certo número de acidentes graves, como a de Versalhes em 1842, onde a ruptura de um eixo causou a morte de 60 pessoas, aproximando-se do número de mortos dos dois acidentes de avião Comet que ocorreram em 1954. (Bathias & Pineau, 2010).

Outro exemplo foi o acidente com o voo Aloha Airlines em 1988, que envolveu um Boeing 737. O dano foi realmente sério, como podemos observar na



Figura 13, onde mais de 1/4 da fuselagem imediatamente após a porta dianteira sucumbiu em pleno voo. Neste caso, todos os passageiros estavam com seus cintos afivelados e permaneceram a bordo até o pouso, porém, a comissária C.B. Lansing foi arremessada para fora da aeronave. Constatou-se que o acidente foi causado pela formação de fissuras devido à fadiga e à corrosão. Como resultado, o senado americano se envolveu e aumentou os recursos para inspecionar e reavaliar os programas de acompanhamento de manutenção das aeronaves. (Wanhill, 2002; Bathias & Pineau, 2010).



Figura 13 - Aeronave Aloha Airlines Boeing 737 em Honolulu, Hawaii, após o acidente em 28 de abril de 1988. (Bathias & Pineau, 2010).

Estudos mostram que danos em estruturas metálicas ou partes de máquinas durante condições regulares de funcionamento são mais frequentes devido à falha por fadiga, por isso o volume de trabalhos e artigos sobre esse tipo de dano aumenta cada vez mais. (Bathias & Pineau, 2010).

Fadiga, tal como é entendida pela tecnologia dos materiais, é um processo em que danos estruturais e funcionais se acumulam no material devido à aplicação repetitiva de cargas. Tal condição ocorre em estruturas submetidas a tensões dinâmicas e oscilantes, como pontes, componentes de máquinas, aeronaves, etc., podendo levá-las a falha. Neste caso, é possível que a falha ocorra em um nível de tensão consideravelmente inferior ao limite de resistência à tração ou ao limite de escoamento para uma carga estática, assim, uma análise de tensão convencional

pode conduzir a uma presunção de segurança que não faz existir. (Van Vlack, 1964; Meyers & Chawla, 1999; Callister, 2000; Suresh, 2004; Roylance, 2008).

As cargas variáveis fazem com que, ao menos em alguns pontos, tenhamos 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).

Em relação ao comportamento macroscópico do material, é necessário levar em consideração o tipo de controle usado no ensaio de fadiga, se controle de carga (tensão), ou se controle de deslocamento (deformação). Neste caso, o efeito do tipo de controle no ensaio é muito mais importante do que no caso do ensaio estático de tração. A Figura 14 mostra, esquematicamente, o comportamento macroscópico de um corpo de prova solicitado por uma carga cíclica.

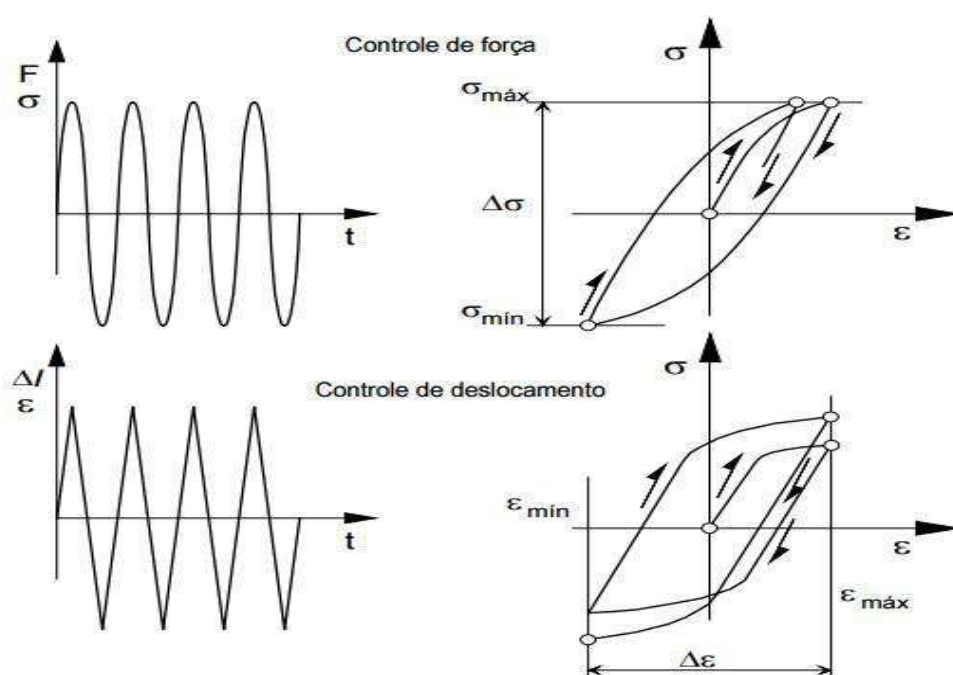


Figura 14 - Comportamento macroscópico de um corpo de prova solicitado por uma carga cíclica. Ensaio com controle de força e deslocamento. (Rosa, 2002).

Para um corpo de prova sendo testado com controle de tensão, assumindo que a área da seção transversal permaneça constante, a tensão cíclica varia entre os limites de  $\sigma_{\min}$  e  $\sigma_{\max}$ , diretamente relacionados com os valores de  $F_{\min}$  e  $F_{\max}$  utilizados no ensaio. A deformação do material é livre, controlada apenas pela sua resposta mecânica às tensões cíclicas aplicadas. (Meyers & Chawla, 1999; Rosa,

2002). No caso de um ensaio com controle de deformação, a deformação oscila ciclicamente entre  $\epsilon_{\min}$  e  $\epsilon_{\max}$ , enquanto que a tensão pode variar livremente, dependendo apenas da resposta cíclica do material. Neste último, a forma da curva  $\epsilon(t)$  geralmente não é senoidal, sendo preferida uma onda triangular, o que proporciona uma velocidade de deformação constante. (Rosa, 2002).

Alguns materiais sob carregamento cíclico apresentam efeito de encruamento cíclico, enquanto outros apresentam o efeito de amolecimento cíclico, como mostrado na Figura 15. Devido a estes efeitos, um comportamento inicialmente elástico pode se transformar, após um número de ciclos suficientes, em um comportamento plástico. Assim, para solicitações cíclicas, a tensão limite de escoamento, obtido em um ensaio estático de tração, possui pouco significado, já que o material pode encruar ou amolecer ao longo da vida. (Rosa, 2002).

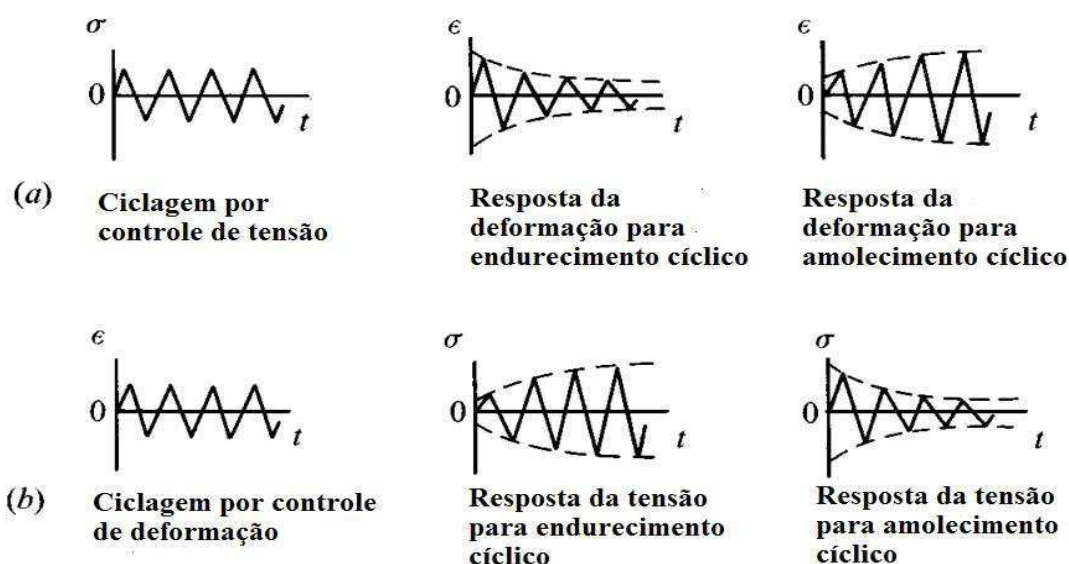


Figura 15 - Fenômenos associados com efeitos transitórios da fadiga. (Suresh, 2004).

No caso de ciclagem por controle de tensão, os fenômenos de endurecimento cíclico ou de amolecimento cíclico do material são refletidos por uma redução ou um aumento, respectivamente, na amplitude de deformação (Figura 15a). De modo semelhante, sob controle de deformação, o endurecimento cíclico ou o amolecimento cíclico do material provoca um aumento ou uma diminuição, respectivamente, na amplitude de tensão (Figura 15b). Após um período de ciclagem, as respectivas amplitudes de deformação e tensão se estabilizam. (Suresh, 2004).

Acredita-se que o primeiro estudo da vida em fadiga em metais foi realizado por volta de 1829 pelo engenheiro de minas alemão W.A.J. Albert, ao realizar repetidos testes de carregamento em cadeias de elevação feitas de ferro. Albert observou que a fadiga não estava associada a uma sobrecarga acidental, porém, era dependente da carga e do número de repetições dos ciclos de carregamento. (Suresh, 2004). No entanto, August Wöhler, um técnico no sistema ferroviário alemão, foi o primeiro a realizar investigações sistemáticas sobre fadiga. (Rosa, 2002; Norton, 2004; Suresh, 2004; Roylance, 2008; Bathias & Pineau, 2010).

Wöhler publicou em 1870 suas descobertas, as quais mostravam o número de ciclos de tensão variantes no tempo, como os motivadores do colapso, propondo assim, o diagrama S-N de amplitude de tensão ou variação de tensão versus o número de ciclos até a falha. Além disso, também descobriu a existência de uma tensão limite de resistência à fadiga, ensaiando, em laboratório, eixos até a falha sob carregamento alternado (Meyers & Chawla, 1999; Norton, 2004; Suresh, 2004; Manson & Halford, 2006). Portanto, o comportamento em fadiga dos materiais geralmente é avaliado em termo de curvas S-N, no caso de processo com controle de força, e  $\epsilon$ -N, no caso de processo com controle de deslocamento. A Figura 16 mostra diagramas S-N ou Curvas de Wöhler padrão que caracteriza o comportamento dos materiais submetidos a solicitações alternadas. Milhões de ciclos podem ser necessários para provocar a falha em níveis de carga mais baixos, de modo que o eixo das abscissas é normalmente esboçado em escala logarítmica.

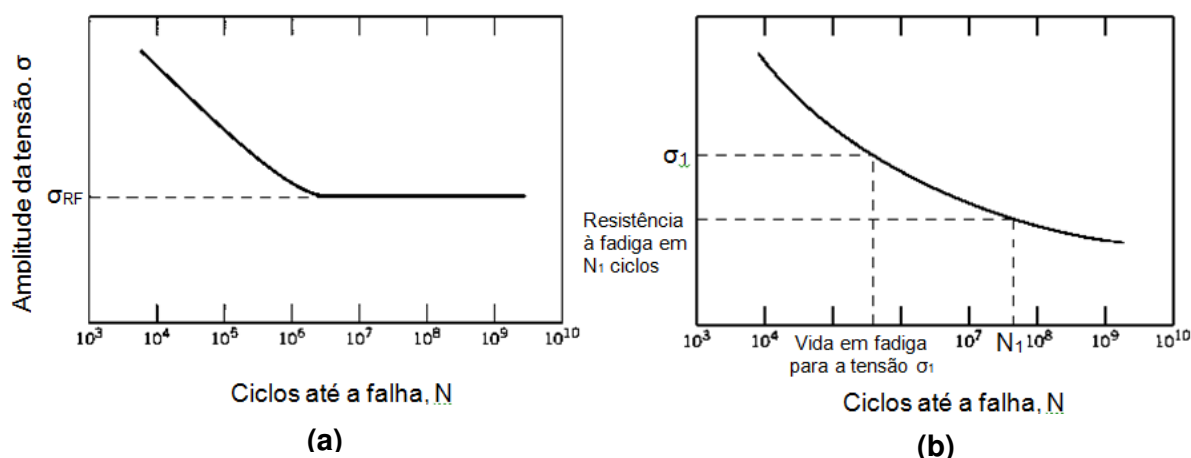


Figura 16 - Curvas S-N ou curvas de Wöhler padrão para alguns materiais (a) curva com limite de resistência à fadiga definido, (b) curva com limite de resistência à fadiga não definido. (Callister, 2000).

A Figura 16a é um exemplo de curva S-N típica de aço-carbono, ligas de Ti, ligas de Mo, dos ferrosos em geral, entre outras. Neste caso, existe um limite de tensão tal que, para valores abaixo desse limite, o material nunca sofrerá ruptura por fadiga. Este limite de tensão é conhecido como limite de resistência à fadiga ( $\sigma_{RF}$ ) e a curva S-N, nesse ponto, toma a forma de um patamar horizontal. (Meyers & Chawla, 1999; Moia, 2001; Rosa, 2002; Roylance, 2008).

Já a Figura 16b apresenta exemplo de curva S-N para o grupo dos materiais não ferrosos em geral, como por exemplo, alumínio e cobre. Pode-se observar que este tipo de curva não apresenta limite de resistência à fadiga definido, já que a tensão decresce continuamente com o número de ciclos de aplicação de carga. Neste caso, a resposta da fadiga é especificada como uma resistência à fadiga, que é definida como sendo o nível de tensão no qual a falha irá ocorrer para um dado número específico de ciclos (por exemplo,  $10^7$  ciclos). (Meyers & Chawla, 1999; Moia, 2001; Rosa, 2002). Diante disto, a fadiga pode ser de baixo ciclo ou de alto ciclo. Na fadiga de alto ciclo o número de ciclos até a fratura ultrapassa uma faixa de  $10^4$  a  $10^5$  ciclos, com tensão nominal atuante predominantemente elástica. Enquanto, na fadiga de baixo ciclo, a fratura geralmente ocorre em menos de  $10^4$  a  $10^5$  ciclos e na presença de tensão e deformação predominantemente plásticas. (Moia, 2001).

Infelizmente, existe sempre uma dispersão considerável nos dados de fadiga, isto é, uma variação no valor de N medido para vários corpos de prova testados sob mesmo nível de tensão. Isso pode levar a incertezas de projeto significativas quando a vida em fadiga e/ou o limite de resistência à fadiga (ou resistência à fadiga) estiverem sendo considerados. O espalhamento nos resultados é uma consequência da sensibilidade da fadiga a uma variedade de parâmetros do ensaio e do material que são impossíveis de serem controlados de maneira precisa. Esses parâmetros incluem a fabricação do corpo de prova, além da preparação da superfície, de variáveis metalúrgicas, o alinhamento do corpo de prova no equipamento, tensão média e a frequência dos testes. (Callister, 2000).

### 3.5.1 Falha por Fadiga

A falha por fadiga inicia-se com a formação de bandas de escorregamento persistentes, causadas pela movimentação de discordâncias no reticulado cristalino

em pequenas distâncias, levando a formação de intrusões, extrusões ou locais para a nucleação de trincas, por acumularem grande deformação plástica. (Meyers & Chawla, 1999). A Figura 17 mostra, esquematicamente, formação de intrusões e extrusões em fadiga.

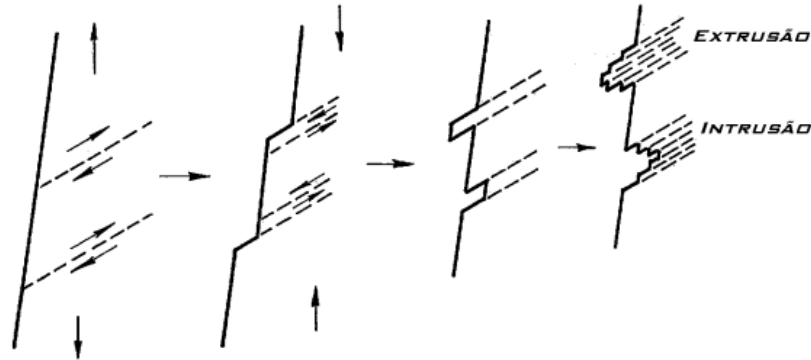


Figura 17 - Intrusões e extrusões em bandas de deslizamento. (Meyers & Chawla, 1999).

Segundo Shigley (2005), a fratura de uma falha por fadiga segue três estágios de desenvolvimento:

- Estágio I: corresponde ao início de uma ou mais microtrincas, causadas por deformação plástica cíclica seguida de propagação cristalográfica estendendo-se por dois a cinco grãos relativamente à origem. Neste estágio as trincas não são normalmente discerníveis a olho nu;
- Estágio II: compreende a progressão de micro a macrotrincas, formando superfícies de fratura com platôs paralelos, separados por sulcos também paralelos. Tais platôs são normalmente lisos e normais na direção da máxima tensão de tração. Essas superfícies podem ser onduladas e escuras e ter bandas leves conhecidas como “marcas de praia” ou “marcas de concha de ostra”. Durante o carregamento cíclico, tais superfícies fissuradas abrem e fecham, roçando-se umas nas outras, e a aparência das marcas de praia depende das mudanças no nível e na frequência do carregamento, bem como da natureza corrosiva do meio;
- Estágio III: ocorre no ciclo de carga final, quando o material remanescente não pode suportar as cargas, resultando em fratura rápida e repentina.

Portanto, a ruptura por fadiga está relacionada com o fato de, ao invés de se ter um comportamento elástico ideal e reversível do material ter-se deformação plástica não uniforme. Essas deformações não reversíveis se localizam ao longo dos

planos de escorregamento, nos contornos de grãos e ao redor de irregularidades de superfície devidas a defeitos geométricos ou de composição. (Van Vlack, 1964).

A falha por fadiga pode ser facilmente reconhecida através da observação da superfície de fratura do material. A Figura 18 representa a superfície de fratura característica da falha por fadiga.

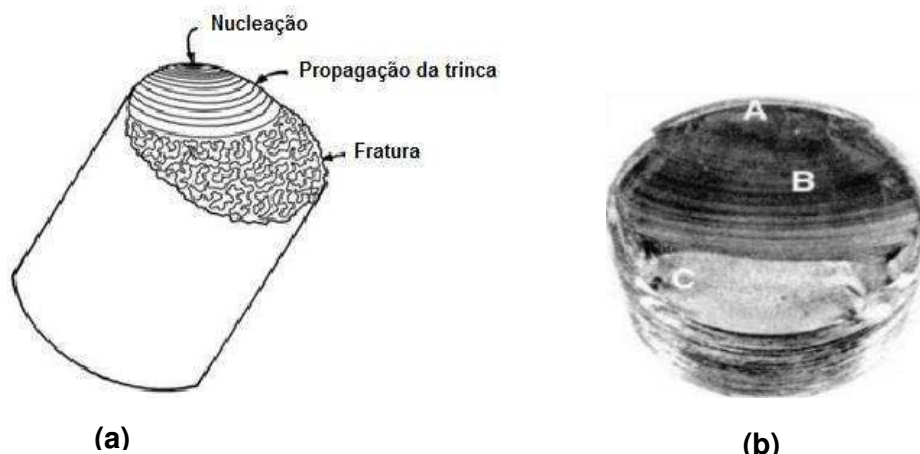


Figura 18 - (a) Representação esquemática de uma fratura típica de falha por fadiga. (Meyers & Chawla, 1999). (b) Falha por fadiga de um parafuso, em decorrência de flexão unidirecional repetida. A falha começou na raiz da rosca em A, propagou-se através da maior parte da seção transversal mostrada, como evidenciado pelas “marcas de praia” em B, antes da falha final por fratura em C. (Shigley, 2005).

Na Figura 18 observam-se claramente os três estágios da fratura por fadiga, mencionados anteriormente: iniciação de trincas, geralmente na superfície; propagação de trincas por fadiga; e uma região de fratura repentina, onde o comprimento da fissura excede um comprimento crítico.

Vários fatores podem acelerar o início de trincas, incluindo-se as tensões residuais de tração, a ciclagem térmica, os meios corrosivos e a ciclagem de alta frequência. A razão e a direção da propagação de uma trinca de fadiga são controladas primeiramente por tensões localizadas e pela estrutura do material nessa trinca. No entanto, com a formação da trinca, outros fatores podem exercer influência significativa, tais como o meio ambiente, a temperatura e a frequência. (Shigley, 2005).

No passado, o enfoque nos estudos de fadiga restringia-se aos processos de danos e formação de trincas. A partir da década de 60 o interesse foi deslocado para os processos de crescimento de trincas, devido à constatação de que: (Strohaecker, 1999; Rosa, 2002).

A) o crescimento de trincas por fadiga não se dá de maneira catastrófica (há crescimento subcrítico) e as mesmas podem até serem imobilizadas em certas circunstâncias,

B) foi observado que, normalmente, as trincas são formadas muito cedo na vida em fadiga de um material, ou seja, a nucleação de trincas pode ocupar apenas um pequeno período da vida em fadiga do material.

A Figura 19 mostra, esquematicamente, o registro de propagação de trinca de três corpos-de-prova, com pré-trincas iguais, submetidos a diferentes níveis de tensão cíclica.

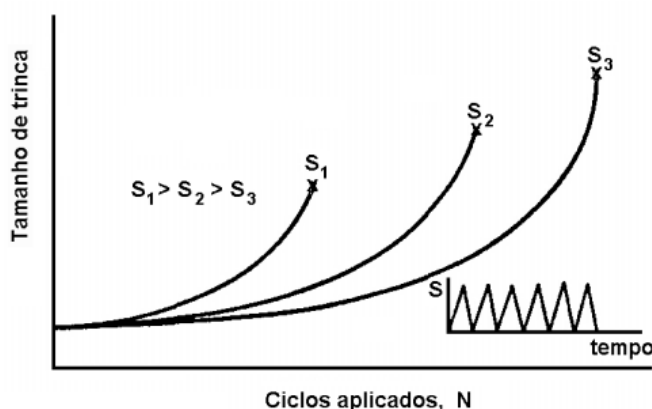


Figura 19 - Comprimento de trinca versus o número de ciclos. A fratura é indicada por X. (Strohaecker, 1999).

Observando a Figura 19, verifica-se que: para a tensão mais elevada, a velocidade de crescimento de trinca é a maior e a vida em fadiga, conseqüentemente, é menor. Desta forma, o corpo de prova submetido ao maior carregamento suporta um número de ciclos consideravelmente menor, isto é, virá a romper em menor tempo. Assim sendo, a vida em fadiga depende: do tamanho da trinca pré-existente, da magnitude de carregamento e da resistência à fratura final do material. (Strohaecker, 1999).

Paris & Erdogan (1963), relacionaram a taxa de propagação de uma trinca por fadiga com o fator de intensidade de tensões segundo a Equação (1):

$$da/dN = C \Delta K^m \quad (1)$$



Onde:

$\Delta K$ : variação do fator de intensidade de tensões [ $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ ]

a: comprimento da trinca [mm]

N: número de ciclos

C: constante

m: expoente da Lei de Paris

Quando se traça os resultados de taxa de crescimento de uma trinca por fadiga ( $da/dN$ ) pelo gradiente de fator de intensidade de tensões alternado ( $\Delta K$ ) em um gráfico log x log, o comportamento normalmente apresentado pelos metais é aquele esquematizado na Figura 20.

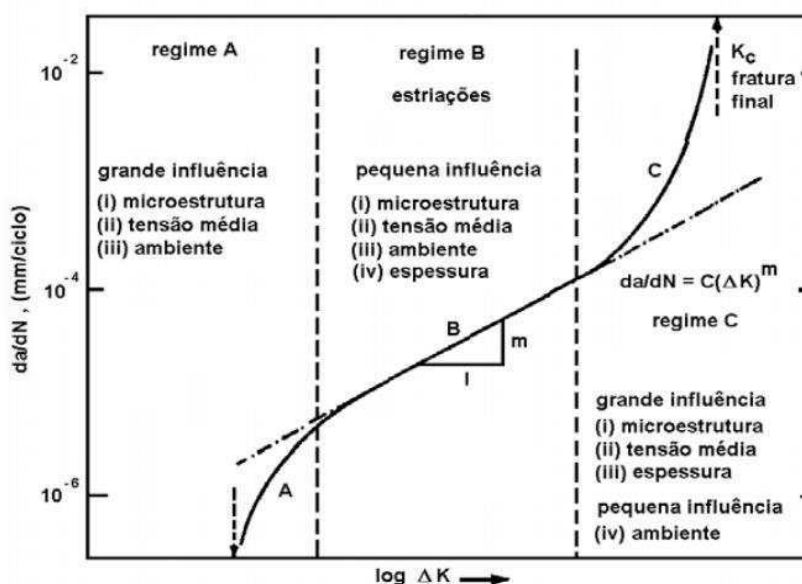


Figura 20 - Curva esquemática  $da/dN$  por  $\Delta K$ . (Strohaecker, 1999).

A partir da Figura 20, verificam-se três regiões distintas, sendo que a Lei de Paris e Erdogan é válida apenas para a região intermediária de crescimento de trinca, ou seja, para a região B. A região A, com velocidade de propagação de trinca superestimada pela Lei de Paris e Erdogan caracteriza-se pela existência de um limite inferior de  $\Delta K$  para o qual não há propagação de trinca ou esta propagação dá-se a uma taxa não detectável para fins práticos. A região C, de propagação instável da trinca, tende a apresentar mecanismos estáticos de fratura (clivagem e/ou

coalescência de microcavidades) sendo a velocidade de propagação subestimada pela Lei de Paris. (Strohaecker, 1999; Meyers & Chawla, 1999).

De acordo com Norton (2004), a taxa de crescimento de uma trinca é muito pequena, da ordem de  $10^{-7}$  a  $10^{-3}$  mm por ciclos, mas depois de um grande número de ciclos este valor torna-se significativo.

Portanto, como visto, o comportamento em fadiga é, normalmente, abordado através de duas metodologias diferentes: *vida em fadiga* e *tolerância ao dano*. A metodologia utilizada neste trabalho é a da *vida em fadiga*, a qual é baseada no conceito de número total de ciclos até a ruptura ( $N_f$ ) a partir do material sem entalhe, quando o mesmo é submetido a amplitudes de tensões ou deformações cíclicas controladas, obtendo, assim, curvas S-N ou  $\epsilon$ -N. A vida em fadiga obtida desta forma envolve o número de ciclos para nuclelar e propagar uma trinca dominante até que ocorra a falha final.

A metodologia de *tolerância ao dano* utiliza as leis de crescimento de trinca da Mecânica da Fratura, considerando a existência de trincas pré-existentes no material. Desta forma, busca-se estimar o número de ciclos para propagar uma trinca dominante até um comprimento crítico.

### 3.5.2 Fadiga em LMF

Um dos principais problemas que podem afetar as propriedades físicas e mecânicas de LMF é a fadiga, em particular quando exposto ao superaquecimento e sobrecarga por longos períodos de tempo, principalmente em aplicações dinâmicas. Em geral, o desempenho e o comportamento em fadiga de LMF dependem do processamento do material, incluindo o tratamento térmico, o tipo e as condições de aplicação de carga, os ciclos de transformação alcançados, entre outros. (Lagoudas, 2008; Barbarino *et al.*, 2014).

Na maioria de suas aplicações, este material é submetido a solicitações térmicas e/ou mecânicas cíclicas ou variáveis, podendo sofrer fadiga. Segundo Eggeler *et al.* (2004), a fadiga em LMF pode ser classificada em fadiga funcional e fadiga estrutural, termo este já usado por Van Humbeeck & Stalmans, (1998). A fadiga funcional refere-se à degradação das propriedades funcionais do material como consequência do carregamento cíclico, tais como diminuição da energia dissipada, mudanças nas temperaturas de transformação, e redução ou perda do

EMF ou SE. A fadiga estrutural está associada ao dano microestrutural que se acumula durante o carregamento cíclico e, eventualmente, leva a falha por fadiga, ou seja, refere-se ao processo convencional de fadiga. Há uma necessidade de compreender como microestruturas podem ser otimizadas para fornecer uma boa resistência à fadiga. (Eggeler *et al.*, 2004). A Figura 21 descreve a classificação de fadiga em LMF em duas categorias: fadiga estrutural e fadiga funcional.

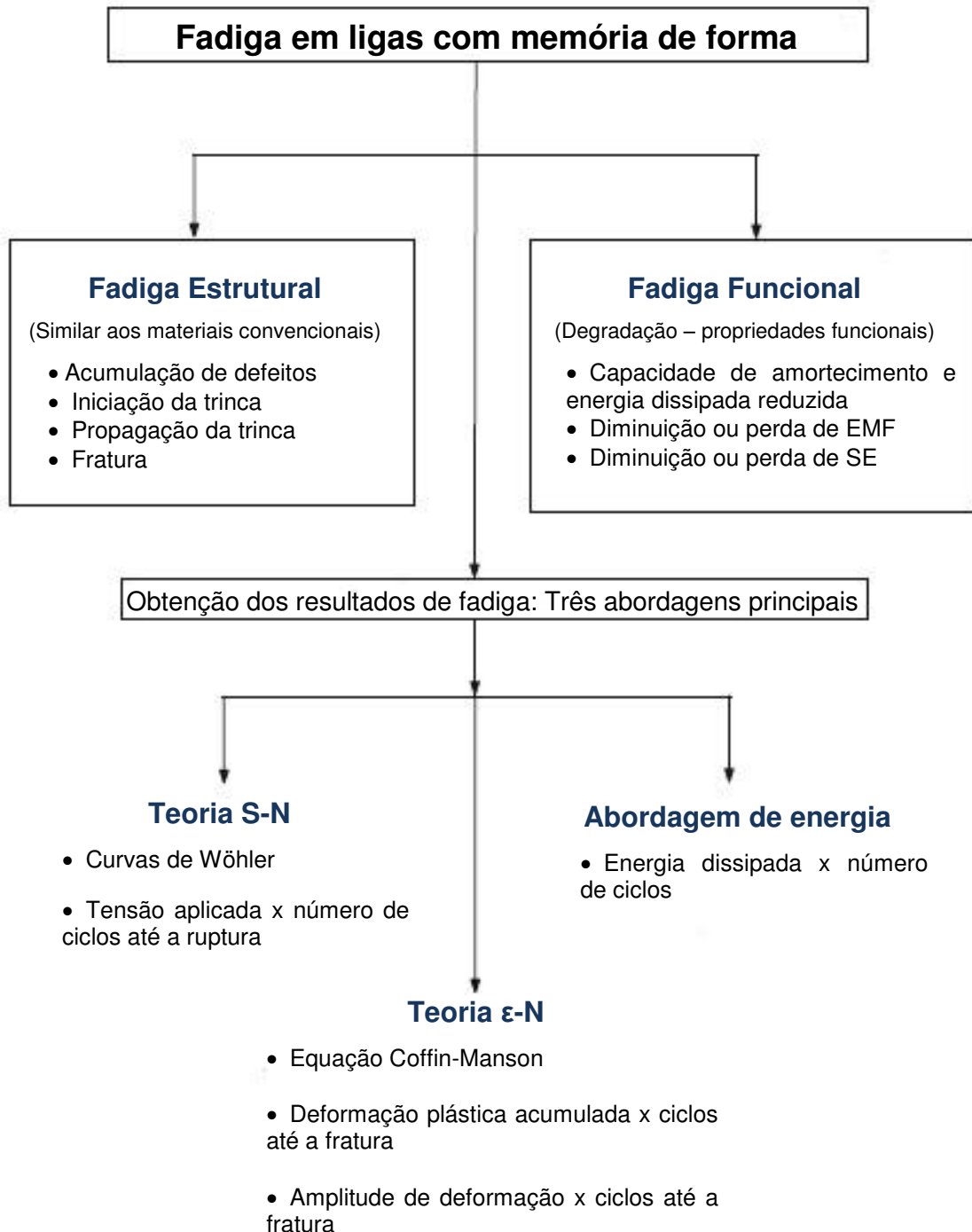


Figura 21 - Classificação de fadiga em LMF e principais abordagens teóricas de fadiga funcional e fadiga estrutural. (Rao *et al.*, 2015).

O acúmulo de defeitos e mudanças estruturais, tais como as mudanças no ordenamento da fase austenítica ou martensítica, ou a formação de outros tipos de martensita dão origem à fadiga nas LMF. A presença de inclusões, baixa qualidade superficial e segregação de impurezas para os contornos de grão, também são alguns dos fatores que acarretam uma baixa resistência à fadiga dessas ligas. Além disso, o tamanho de grão exerce uma importante influência: ligas com grãos finos têm uma maior resistência à fadiga que as ligas com grãos grosseiros. Todos os tipos de mudança terão influência sobre as temperaturas de transformação, a histerese, a reprodutibilidade do EMF e o número de ciclos até a fratura. (Van Humbeeck & Stalmans, 1998; Dias, 2005).

A fadiga em LMF é um campo de pesquisa fascinante e há a necessidade de mais pesquisa nesta área. O estudo da vida em fadiga de ligas de Ni-Ti tem sido realizado principalmente através de ensaios de flexão rotativa (Miyazaki *et al.*, 1999; Kim, 2002; Sawaguchi *et al.*, 2003; Wagner *et al.*, 2004; Eggeler *et al.*, 2004, Neelakantan *et al.*, 2013; Brandão, 2013; Ickert, 2014), apresentando poucos registros na literatura de ensaios através de DMA. (Prymak *et al.*, 2004; Roy *et al.*, 2008; Nespoli *et al.*, 2015).

Miyazaki *et al.* (1999), avaliou a vida em fadiga de ligas Ni-Ti e ligas Ni-Ti-Cu utilizando testes de flexão rotativa, com rotação fixada em 400 rpm. Os ensaios foram realizados a diferentes temperaturas e sob controle de amplitude de deformação. Verificou-se que a vida em fadiga, em geral, diminuiu com o aumento da temperatura de ensaio e que o modo de deformação e tensão aplicada durante os testes são fatores que afetaram a fadiga das ligas estudadas. No entanto, neste caso, a liga Ni-Ti apresentou maior vida em fadiga do que a liga Ni-Ti-Cu.

Prymak *et al.* (2004), analisou a resistência à fadiga de fios ortodônticos de Ni-Ti e Ni-Ti-Cu usando um equipamento DMA, quando submetidos a carregamento mecânico de flexão e fluidos que simulam a cavidade intra-oral. Fios de aço inoxidável foram utilizados para comparação. O estudo constatou que os fios de Ni-Ti e Ni-Ti-Cu apresentaram vida em fadiga menor que os fios de aço inoxidável e que os tempos de vida foram menores para os fios Ni-Ti quando imersos em fluidos como água, ácido cítrico, saliva, solução de Na-Cl do que no ar ambiente. Além disso, os fios Ni-Ti apresentaram maior vida em fadiga que os fios Ni-Ti-Cu testados ao ar. No entanto, após serem imersos nos fluidos os fios Ni-Ti e Ni-Ti-Cu apresentaram tempo de vida aproximadamente da mesma ordem de magnitude. Os

autores verificaram também que as propriedades mecânicas dos fios permaneceram praticamente constantes até a ruptura.

A fadiga estrutural de LMF Ni-Ti superelásticas foi investigada também por Wagner *et al.*, 2004. Estes autores estudaram a influência do diâmetro do fio e velocidade de rotação sobre o comportamento em fadiga em experimentos de flexão rotativa. Foi mostrado que a vida em fadiga é independente do diâmetro do fio e da velocidade de rotação quando os experimentos de fadiga por flexão rotativa são conduzidos a uma temperatura constante e num banho de óleo de silicone, ou a baixas velocidades de rotação no ar.

Ramos (2012) estudou o comportamento em fadiga funcional e estrutural de fios Ni-Ti de seção transversal circular e quadrada através de ensaios mecânicos de tração controlados por tensão mecânica. O autor constatou, através de curvas de Wöhler, que o fio de seção circular possui uma vida útil maior que o fio de seção quadrada, em virtude deste último apresentar cantos que, mesmo arredondados, podem funcionar como concentradores de tensão. Adicionalmente, notou-se que as características funcionais dos dois fios dependem de forma direta da tensão de tração e da frequência de ensaio. Foi observado, em geral, que a energia dissipada (área do laço superelástico) diminui com o aumento dos picos de tensão e de frequência de carregamento, enquanto que a deformação acumulada, a deformação superelástica, e as tensões de transformação aumentam.

Araújo (2015) avaliou a vida em fadiga de fios de LMF Cu-Al-Ni também utilizando um equipamento DMA. Os ensaios foram realizados sob controle de amplitude de deformação para três temperaturas distintas. Segundo a autora, 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. Adicionalmente, neste caso, os resultados de vida em fadiga para a LMF Cu-Al-Ni mostraram um alto caráter dispersivo, diferentemente daqueles observados na literatura para o Ni-Ti.

Figueiredo *et al.* (2009), estudaram o comportamento em fadiga de baixo ciclo de fios de Ni-Ti submetidos a ensaios de flexão rotativa controlada por deformação; Rothbarth (2006), avaliou a resistência à fadiga cíclica de instrumentos rotatórios de Ni-Ti de diferentes características geométricas antes e após o uso, utilizando um dispositivo que permitia o instrumento girar livremente, reproduzindo uma instrumentação rotatória num canal dentário curvo.

### 3.6 Análise Dinâmico-Mecânica

A Análise Dinâmico- Mecânica (DMA – *Dynamic Mechanical Analysis*) é uma técnica que estuda o comportamento dos materiais sob cargas dinâmicas, ou seja, mede as propriedades mecânicas de materiais como uma função do tempo, temperatura e frequência. (Menard, 1999; Silva *et al.*, 2011). Diante disto, o DMA é uma ferramenta muito importante na caracterização de materiais, principalmente os polímeros e as LMF, uma vez que estes materiais apresentam forte dependência da temperatura e frequência de aplicação de carregamento mecânico. (Silva, 2009).

De um modo geral, esta técnica consiste em aplicar uma tensão ou deformação mecânica oscilatória, normalmente senoidal, de baixa amplitude a um sólido ou líquido viscoso, medindo-se a deformação sofrida por este ou a tensão resultante, respectivamente, sob variação de frequência ou de temperatura. (Wetton, 1986). A Figura 22 apresenta os principais componentes de um equipamento para análise de DMA.

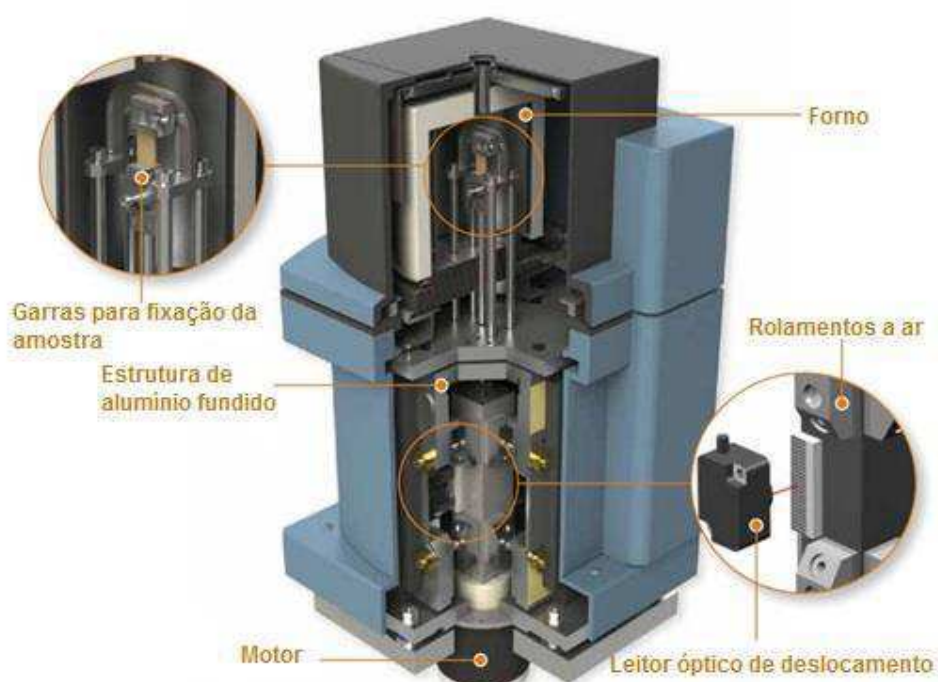


Figura 22 - Representação esquemática do equipamento para análise de DMA, modelo DMA - Q800. (TA instruments, 2010).

Observa-se que o equipamento para realização do ensaio de DMA é composto basicamente por: motor de acionamento, o qual fornece a força de

deformação senoidal ao material; o sistema de apoio e orientação do eixo, que transfere a força do motor de acionamento para os suportes que prendem a amostra; o sensor de deslocamento, responsável pela medição da deformação sofrida pela amostra (amplitude de oscilação) sob a força aplicada; e o sistema de controle de temperatura, formado pelo forno e os suportes de amostras. (Foreman & Reed, 2015).

O carregamento mecânico oscilatório em equipamentos de DMA comerciais pode ser de diversos tipos, como tração, flexão e compressão. A escolha do modo mais adequado deve se basear, primeiramente, na tentativa de se reproduzir em laboratório a mesma forma de sollicitação presente na situação real. A Figura 23 mostra os principais modos de sollicitação em um equipamento de DMA.

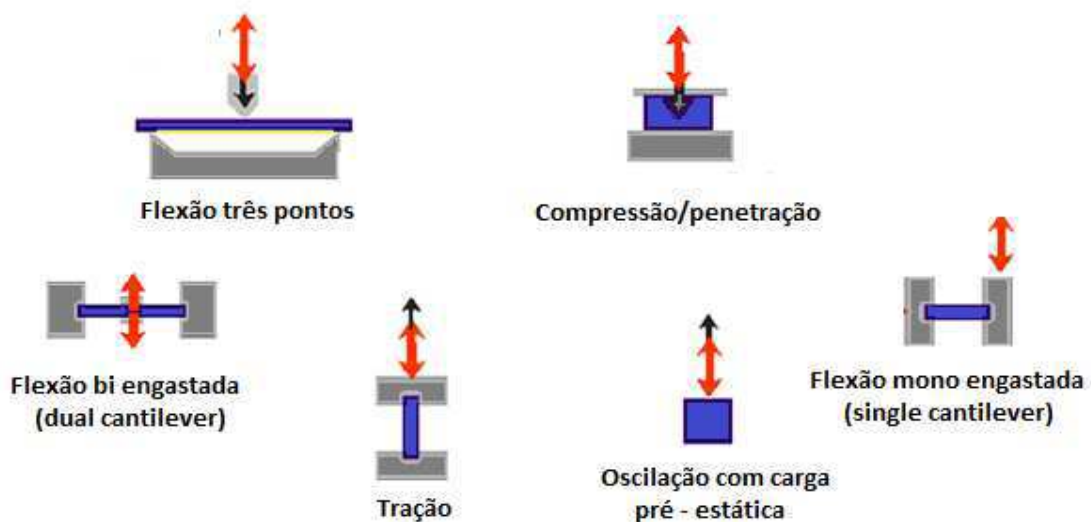


Figura 23 - Tipos de sollicitações mais usuais em DMA. (Araújo, 2015).

A análise por DMA difere daquela geralmente realizada em outros equipamentos comuns de testes mecânicos em dois importantes aspectos. Em primeiro lugar, equipamentos de teste de tração comuns focam apenas no componente elástico, porém em muitas aplicações o componente inelástico ou viscoso é crítico. É o componente viscoso que determina propriedades tais como resistência ao impacto. Em segundo lugar, equipamentos de teste de tração comuns trabalham principalmente fora da faixa viscoelástica linear, enquanto o DMA atua principalmente nesta faixa e é, portanto, mais sensível à estrutura da amostra. (TA instruments, 2010).

O equipamento de DMA mede as propriedades viscoelásticas dos materiais utilizando testes oscilatórios transitórios ou dinâmicos. O teste mais comum é o oscilatório dinâmico, onde uma tensão (ou deformação) senoidal é aplicada ao material resultando numa deformação (ou tensão) também senoidal, a qual é medida. A diferença de fase entre as duas ondas senoidais ( $\delta$ ) também é medida. (TA instruments, 2010).

Os resultados obtidos num ensaio de DMA nos permitem analisar as temperaturas de transição de fases dos materiais através da variação da curva  $E'$  (módulo de armazenamento) ou surgimento de picos em  $\tan \delta$ , por exemplo. Bem como, obter informações qualitativas e quantitativas sobre diversas outras propriedades mecânicas, tais como: módulo de Young, módulo de cisalhamento, amortecimento, rigidez e vida em fadiga dos materiais. Além disso, é possível acompanhar a evolução de parâmetros durante o ensaio como, por exemplo, tensão, força, deslocamento, deformação, amplitude, rigidez, entre outros. Na Figura 24 é mostrado o resultado de um ensaio de fadiga utilizando DMA e permitindo monitorar as mudanças dos parâmetros (tensão, carga, amplitude e rigidez) ao longo do teste.

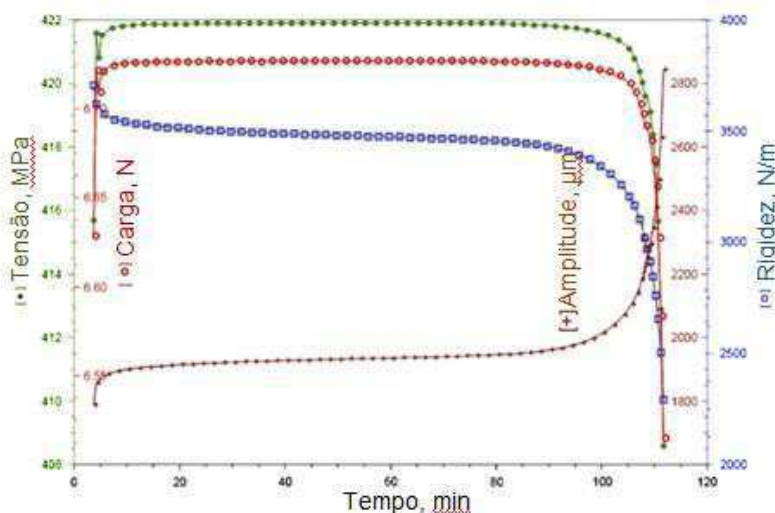


Figura 24 - Variação dos parâmetros tensão, carga, amplitude e rigidez ao longo de um ensaio de fadiga em DMA. (Nikulín *et al.*, 2013).

### 3.7 Planejamento Fatorial: Uma Ferramenta para Otimização de Processos

Normalmente, a estatística é lembrada quando se estudam fenômenos governados por grandes quantidades de informações. Porém, a análise de dados



não é a atividade estatística mais importante, e sim o planejamento dos experimentos em que esses dados devem ser obtidos. Quando isso não é realizado apropriadamente, o resultado muitas vezes é uma quantidade muito grande de números estéreis, da qual estatístico algum conseguiria extrair quaisquer conclusões. (Barros Neto *et al.*, 2001).

A possibilidade de obtenção de grande quantidade de dados numéricos tem crescido em todos os campos da ciência devido ao desenvolvimento de novas técnicas e instrumentação, permitindo assim, a aquisição de respostas de forma mais rápida. Neste contexto, a realização de um planejamento experimental através da aplicação de ferramentas estatísticas é de fundamental importância, principalmente para explorar e entender uma gama crescente de dados e informações originadas de um sistema. (Beebe & Kowalski, 1987).

O planejamento fatorial, também denominado de planejamento experimental, baseado nos fundamentos estatísticos, é considerado uma ferramenta poderosa para se chegar às condições otimizadas de um processo, desenvolvimento da formulação de produtos dentro das especificações desejadas ou simplesmente para avaliar os efeitos ou impactos que os fatores e as interações entre estes fatores têm nas respostas desejadas. (Rodrigues & lemma, 2009). A essência de um bom planejamento consiste em projetar um experimento de forma que ele seja capaz de fornecer exatamente o tipo de informação que procuramos. Para isso precisamos saber, em primeiro lugar, o que é mesmo que estamos procurando. Dependendo do que ele queira, algumas técnicas serão mais vantajosas, enquanto outras serão simplesmente inócuas. (Barros Neto *et al.*, 2001).

Na Técnica de Planejamento Fatorial as variáveis independentes ou preditoras são chamadas de fatores, as quais influenciam as variáveis dependentes, denominadas respostas. Os valores assumidos por cada fator são chamados de níveis, que são fixados a priori segundo o interesse do pesquisador, tais fatores podem ser quantitativos ou qualitativos. Se todas as combinações possíveis, entre todos os níveis de cada fator, estão presentes, o esquema fatorial é dito completo. Em outros casos temos um esquema fatorial incompleto. (Box *et al.*, 2005, Rodrigues & lemma, 2009).

Denominado por  $K$  o número de fatores em estudo, cada qual com  $N$  níveis, denota-se um esquema fatorial completo por  $N^K$ . O número de ensaios cresce exponencialmente, o que dificulta a utilização de esquemas completos para 6 ou

mais fatores com 2 níveis e para 4 ou mais fatores com 3 níveis, conforme Tabela 3. Portanto, quando o número de fatores estudados cresce muito, aumentando rapidamente o número de experimentos, é aconselhável fazer planejamento fatorial fracionados, selecionando uma parcela mais significativa do planejamento. (Rodrigues & lemma, 2009). Esta seção dá ênfase ao planejamento experimental do tipo fatorial completo  $2^2$ , uma vez que o mesmo foi utilizado na metodologia deste trabalho.

Tabela 3 - Número de ensaios, tratamentos ou combinações de alguns esquemas fatoriais completos. (Rodrigues & lemma, 2009).

Níveis	Fatores							
	k = 2	k = 3	k = 4	k = 5	k = 6	k = 7	...	k = K
<b>2</b>	$2^2 = 4$	$2^3 = 8$	$2^4 = 16$	$2^5 = 32$	$2^6 = 64$	$2^7 = 128$	...	$2^k$
<b>3</b>	$3^2 = 9$	$3^3 = 27$	$3^4 = 81$	$3^5 = 243$	$3^6 = 729$	$3^7 = 2187$	...	$3^k$
...	...	...	...	...	...	...	...	...
<b>N</b>	$N^2$	$N^3$	$N^4$	$N^5$	$N^6$	$N^7$	...	$N^k$

Um tipo de planejamento fatorial bastante comum, que utiliza apenas dois níveis para cada fator, é conhecido como  $2^k$ , onde a base 2 representa o número de níveis estudados e k representa o número de fatores. Segundo Box *et al.* (2005), as principais vantagens do planejamento fatorial  $2^k$  são as seguintes:

- Requer relativamente poucos ensaios por fator estudado;
- A interpretação das observações produzidas pode ser realizada, em grande parte, usando o bom senso, a aritmética elementar e gráficos computacionais;
- Quando os fatores são quantitativos, se não for possível explorar uma região muito ampla do espaço fatorial, o método geralmente determina uma direção promissora para novos experimentos;
- São úteis para determinar quais fatores são mais importantes para o processo ou fenômeno.

Esse tipo de planejamento permite o estudo de diversos fatores com um número reduzido de experimentos e é geralmente utilizado nos estágios iniciais da pesquisa. Nesse caso, como há somente dois níveis para análise de cada fator, assume-se que a variável de resposta apresente comportamento linear entre esses níveis. (Button, 2012). Outros tipos de planejamentos experimentais, tais como

fatorial com réplica, fatorial com pontos centrais, fracionários e quadráticos, também podem ser encontrados na literatura. (Rodrigues & Lemma, 2009).

Para o desenvolvimento do planejamento fatorial utiliza-se a matriz de planejamento, que se refere a uma tabela com combinações de todos os fatores e níveis utilizados. No modelo fatorial  $2^k$  os níveis são classificados como superior e inferior, representados por (+1) e (-1), respectivamente. Neste trabalho, por exemplo, dois fatores foram selecionados ( $k = 2$ ): amplitude de deformação e frequência de ensaio; e dois níveis para cada fator: 0,7% (-1) e 1,3% (+1); 0,5 Hz (-1) e 1 Hz (+1), respectivamente.

Segundo Montgomery (1991), organizando o experimento em matriz de planejamento é possível verificar se: a resposta é alterada significativamente quando muda o nível do fator A; a resposta é alterada significativamente quando muda o nível do fator B; a interação dos fatores (coluna x linha) altera significativamente a resposta. A Tabela 4 apresenta um esquema representativo de uma matriz de planejamento para o experimento fatorial  $2^2$ , por exemplo. É importante ressaltar que a ordem de realização do teste é definida aleatoriamente.

Tabela 4 - Matriz de Planejamento do Experimento Fatorial  $2^2$ . (Montgomery, 1991 - adaptado).

N Teste	Fatores de controle		Interação	Ordem do Teste	Resposta ( $y_i$ )
	A	B	(A x B)		
1	-1	-1	+1	4	$y_1$
2	+1	-1	-1	3	$y_2$
3	-1	+1	-1	1	$y_3$
4	+1	+1	+1	2	$y_4$

Segundo Montgomery (1991), o modelo estatístico do experimento fatorial  $2^2$  é dado pela Equação (2).

$$y_{ijk} = \mu + \sigma_i + \beta_j + (\sigma\beta_{ij}) + \varepsilon_{ijk} \quad (2)$$

Onde:

$\mu$  é a média dos resultados;

$\sigma_i$  é o efeito principal do fator A;

$\beta_j$  é o efeito principal do fator B;

$(\sigma\beta_{ij})$  é o efeito de interação entre os fatores A e B;

$\varepsilon_{ijk}$  é o erro experimental.

Existem alguns métodos de análise estatística no planejamento experimental que são utilizados para otimização de processos. Neste sentido, o método mais utilizado para avaliar se um modelo construído é adequado ao sistema em avaliação é a análise de variância (ANOVA). (Barros Neto *et al.*, 2001). De forma geral, a ANOVA visa verificar diferenças entre médias obtidas e se os fatores exercem influência sobre alguma variável dependente, ou seja, demonstrar quais são os fatores que realmente produzem efeitos (principais ou de interação) significativos nas respostas de um sistema. (Galdámez, 2002; Montgomery, 2008).

A ANOVA tem como princípio um teste de hipótese. A hipótese nula ( $H_0$ ) assume que os efeitos observados nos experimentos em um conjunto de dados são devidos unicamente aos fatores não controlados, esta hipótese é tida, inicialmente, como verdadeira. Assim, o objetivo da ANOVA é de provar que a hipótese nula está errada, ou seja, que os efeitos observados são devido a causas conhecidas e controladas, sendo assim, provar que a hipótese  $H_1$  é verdadeira. Deste modo, esta técnica valida ou não o ajuste de um modelo obtido. (Banzatto & Kronka, 2006).

Os resultados da ANOVA são geralmente apresentados em uma tabela, conforme a Tabela 5. As colunas incluem as fontes de variação, a soma dos quadrados, os graus de liberdade, os quadrados da média e a estatística do teste F.

Tabela 5 - Análise de Variância (ANOVA). (De Castro, 2015).

<b>FONTE DE VARIACÃO</b>	<b>Soma dos Quadrados (S.Q)</b>	<b>Graus de Liberdade (G.L)</b>	<b>Quadrado da Média (Q.M)</b>	<b>Teste F</b>
<b>Regressão</b>	S.Q <sub>R</sub>	(p-1)	S.Q <sub>R</sub> / (p-1)	Q.M <sub>R</sub> / Q.M <sub>Res</sub>
<b>Resíduos</b>	S.Q <sub>Res.</sub>	(n-p)	S.Q <sub>Res</sub> / (n-p)	1
<b>Falta de Ajuste</b>	S.Q <sub>F.A</sub>	(m-p)	S.Q <sub>F.A</sub> / (m-p)	Q.M <sub>F.A</sub> / Q.M <sub>Res</sub>
<b>Erro Puro</b>	S.Q <sub>E.P</sub>	(n-m)	S.Q <sub>E.P</sub> / (n-m)	Q.M <sub>E.P</sub> / Q.M <sub>Res</sub>
<b>Total</b>	S.Q <sub>Total</sub>	(n-1)	-	-
<b>R<sup>2</sup> (Coeficiente de Correlação)</b>	$R^2 = \left( \frac{S.Q_{TOTAL} - S.Q_{Res}}{S.Q_{TOTAL}} \right) \times 100$		-	-

p: Número de coeficientes do modelo, n: Número de experimentos, m: Número de experimentos únicos.

O teste F consiste no seguinte: calculando o valor de F para a variável em questão, busca-se em tabelas de distribuição F os valores de  $F_{Tabelado}$ , estes valores são disponíveis nos níveis de 1, 5 e 10% de rejeição. Compara-se, então, o valor de  $F_{Calculado}$  e  $F_{Tabelado}$ . Se  $F_{calc} \geq F_{tab}$ , o teste é significativo no nível testado e o modelo obtido pelo planejamento experimental está bem ajustado. Entretanto, se  $F_{calc} \leq F_{tab}$ , o teste não é significativo no nível testado e o modelo obtido é rejeitado.

Os conceitos aqui apresentados sucintamente já são bem estabelecidos, podendo ser encontrados na literatura em Box *et al.*, 1978, Barros Neto *et al.*, 2001, Galdámez, 2002, Montgomery, 2008, Rodrigues & lemma, 2009, Costa & Almeida, 2011.

## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

Todas as atividades desenvolvidas neste trabalho foram realizadas nas instalações do Laboratório Multidisciplinar de Materiais e Estruturas Ativas (LaMMEA), da Unidade Acadêmica de Engenharia Mecânica (UAEM) da Universidade Federal de Campina Grande (UFCG). Para um melhor entendimento, a metodologia experimental adotada encontra-se resumida em um fluxograma apresentado no Apêndice A. Conforme indica o fluxograma, para este estudo a metodologia foi dividida em três etapas: caracterização pré-fadiga, fadiga mecânica e caracterização pós-fadiga, conforme seções a seguir.

### 4.1 Fios de Ni-Ti

Para a realização deste trabalho foram utilizados fios de Ni-Ti provenientes de arcos ortodônticos superelásticos, de seção transversal circular (0,5mm de diâmetro) e retangular (0,55 x 0,40mm), no estado como recebidos. Estes arcos são distribuídos em mercado nacional pela empresa Dental Morelli (São Paulo, SP).

Os corpos de prova (CP) foram extraídos das regiões mais retilíneas dos arcos ortodônticos, com o objetivo de minimizar interferências da curvatura nos resultados (Prymak *et al.*, 2004). Cada arco gerou dois CP's com aproximadamente 30 mm de comprimento cada um, conforme é possível visualizar na Figura 25. Esta forma de obtenção de CP's também foi utilizada por Ramos, 2012.

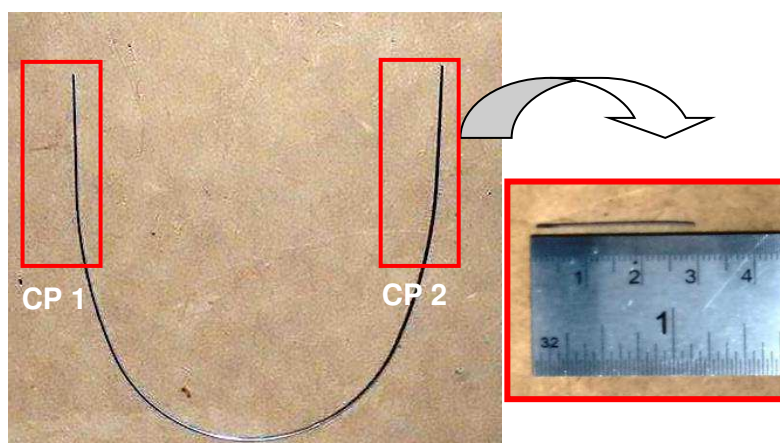


Figura 25 - Obtenção dos corpos de prova de fios LMF Ni-Ti a partir de arcos ortodônticos. (Autoria Própria).

## 4.2 Caracterização Pré-fadiga

### 4.2.1 *Análise de Superfície: Microscopia Eletrônica de Varredura*

A observação da qualidade superficial dos fios LMF Ni-Ti (como recebidos) foi realizada por meio de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). O equipamento utilizado foi um Microscópio Eletrônico de Varredura modelo Vega3, da marca Tescan.

Esta técnica foi utilizada com o propósito de verificar a qualidade superficial dos fios estudados, uma vez que, dentre outros fatores, os defeitos superficiais podem afetar a vida em fadiga dos materiais.

### 4.2.2 *Análise Térmica: Calorimetria Diferencial de Varredura*

Quando se trabalha com LMF é de fundamental importância conhecer as temperaturas de transformação de fase ( $A_s$ ,  $A_f$ ,  $M_s$ ,  $M_f$  e da fase R, caso ocorra), uma vez que estas temperaturas influenciam o comportamento termomecânico das mesmas. Para obtenção das temperaturas e entalpias de transformação dos fios LMF Ni-Ti foi utilizada a técnica de Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC - *Differential Scanning Calorimetry*). Esta técnica permite medir a quantidade de calor absorvido ou liberado durante a transformação de fase da LMF, resultando em picos exotérmicos durante o resfriamento e picos endotérmicos durante o aquecimento de uma amostra de LMF. Neste caso, as temperaturas de transformação foram obtidas aplicando o método de cruzamento das tangentes a esses picos, conforme mostrado anteriormente na Figura 6. A energia envolvida no processo foi determinada a partir da integração das áreas internas aos picos de transformação; e 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, o Universal Analysis.

O equipamento utilizado foi um calorímetro DSC modelo Q20, da marca TA Instruments. Os ensaios foram realizados em uma faixa de temperatura de  $-60^{\circ}\text{C}$  a  $100^{\circ}\text{C}$ , com taxas de aquecimento e resfriamento fixadas em  $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . O equipamento DSC utilizado é mostrado na Figura 26.

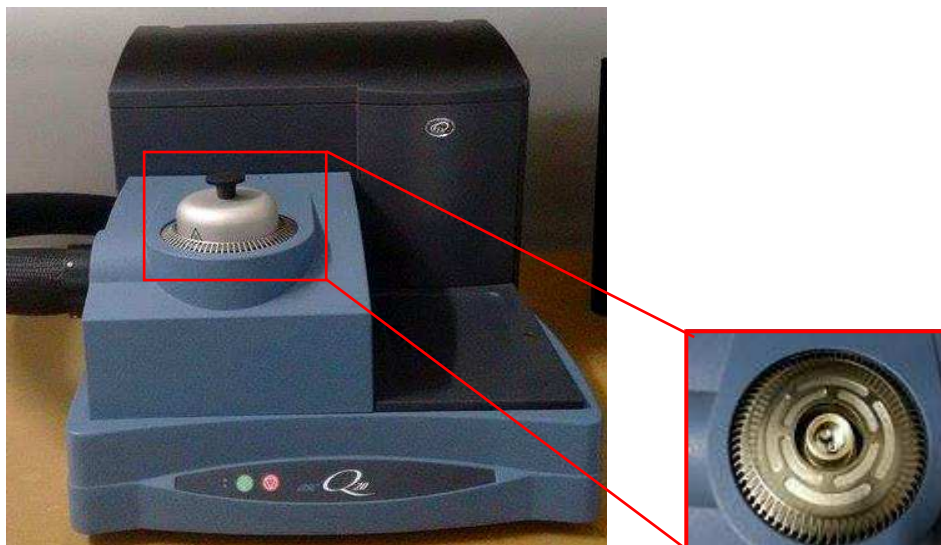


Figura 26 - Calorímetro DSC modelo Q20 da TA Instruments, com ampliação da parte interior. (Autoria Própria).

#### 4.2.3 Resistência Mecânica: Ensaios de Tração

Os ensaios mecânicos de tração monotônica (estáticos) foram realizados para auxiliar na escolha dos níveis de deformação a serem empregados no estudo da vida em fadiga. Na Figura 27 é possível visualizar a máquina de tração juntamente com o detalhe do fio Ni-Ti instalado entre as garras de fixação.

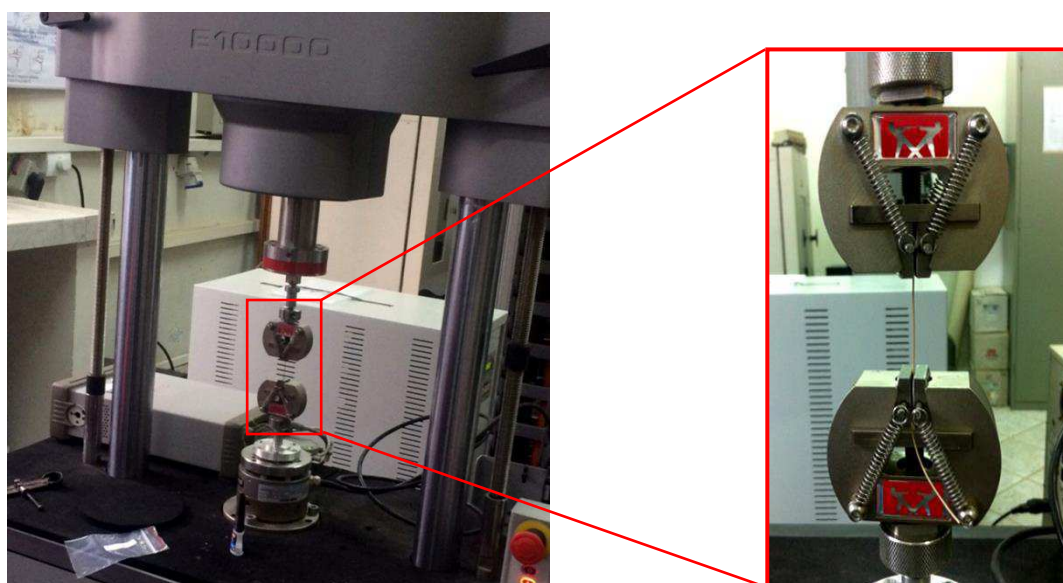


Figura 27 - Máquina de ensaios Instron Electropuls E10000 com detalhe para garra e o fio Ni-Ti instalado. (Autoria Própria).



Neste caso, utilizou-se a máquina de ensaios eletrodinâmica Instron, modelo Electropuls E10000, equipada com uma célula de carga de 10 kN. Os ensaios foram realizados nos fios Ni-Ti com comprimento útil de aproximadamente 30 mm, no estado como recebidos, à temperatura ambiente de  $25 \pm 2$  °C segundo a norma ASTM F2516-14, que trata dos testes de tração em fios de LMF superelásticas. O ensaio consiste em submeter o fio a um primeiro ciclo de carregamento até 6% de deformação seguido de um descarregamento até um nível de tensão de 7 MPa, ambos os trechos com taxa máxima predefinida segundo a seção transversal do fio. No presente trabalho foi utilizada a taxa de 1,2 mm/min para o primeiro ciclo, seguido pelo segundo ciclo até a ruptura com taxa mais rápida, de 12 mm/min.

A partir da curva tensão-deformação resultante deste ensaio é possível obter propriedades estabelecidas pela norma ASTM F2516-14, como a tensão de patamar superior (UPS – *Upper Plateau Strength*), a tensão de patamar inferior (LPS – *Lower Plateau Strength*), o alongamento residual ( $El_r$  – *Residual elongation*) e o alongamento total ( $El_u$  – *Ultimate elongation*). Com os valores obtidos das tensões dos patamares superior e inferior, pode-se calcular a histerese em tensão do material. Na Figura 28 é possível verificar a ilustração de uma típica curva tensão-deformação de uma liga Ni-Ti em regime superelástico com a aplicação da norma ASTM F2516-14.

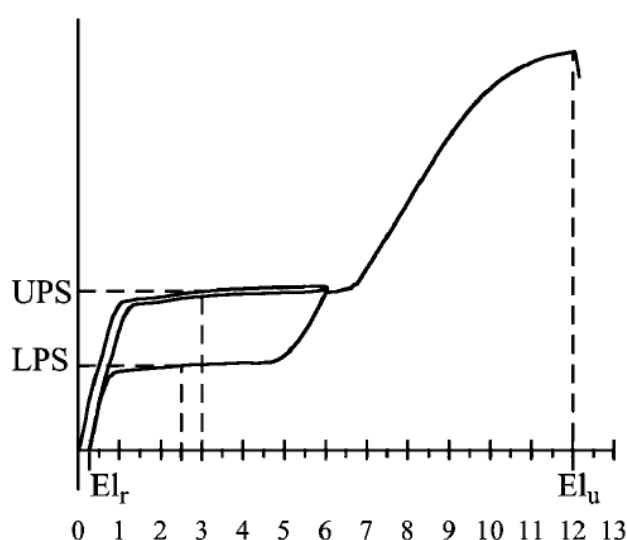


Figura 28 - Curva tensão-deformação típica de LMF Ni-Ti superelástica testada segundo a norma ASTM F2516-14. (ASTM F2516-14, 2015).

O método das tangentes também foi aplicado às curvas tensão-deformação resultante dos ensaios de tração com o intuito de determinar as tensões de transformação ( $\sigma_{Ms}$ ,  $\sigma_{Mf}$ ,  $\sigma_{As}$  e  $\sigma_{Af}$ ). Neste contexto, traçam-se tangentes a partir dos pontos de início e fim das regiões de transformação de fase, como esquematizado na Figura 29.

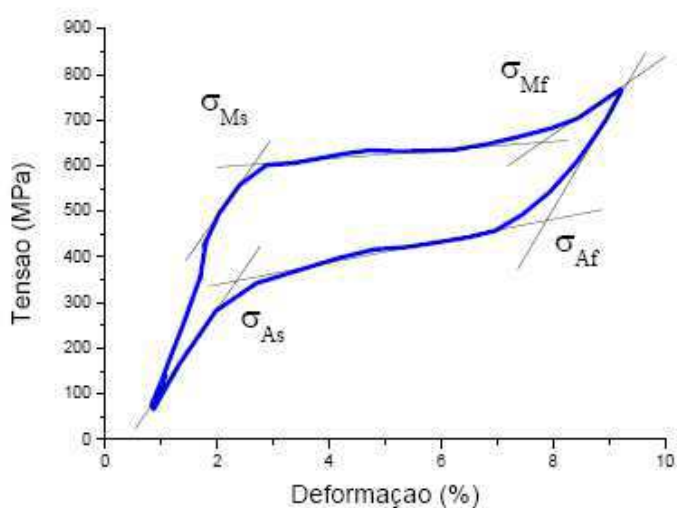


Figura 29 - Esquema mostrando o método das tangentes para determinação das tensões de transformação de fase num ciclo de deformação superelástica. (Ramos, 2012).

#### 4.2.4 Ensaios Mecânicos Quase Estáticos via Análise Dinâmico-Mecânica

Os fios LMF Ni-Ti de seção transversal circular e retangular foram submetidos também a ensaios mecânicos quase estáticos utilizando um equipamento de DMA modelo Q800, da marca TA Instruments. Os ensaios foram realizados no modo flexão simples alternada em viga simplesmente engastada (*Single Cantilever*). Neste ensaio, uma das extremidades do fio Ni-Ti permanece fixa (engastada) e a outra móvel. Desta forma, é possível monitorar os deslocamentos e/ou deformações em função da força aplicada. O comprimento útil dos CP's utilizados foi de aproximadamente 17 mm.

A Figura 30 apresenta o equipamento de DMA juntamente com o detalhe da fixação do CP nas garras de flexão utilizada nos ensaios quase estáticos.

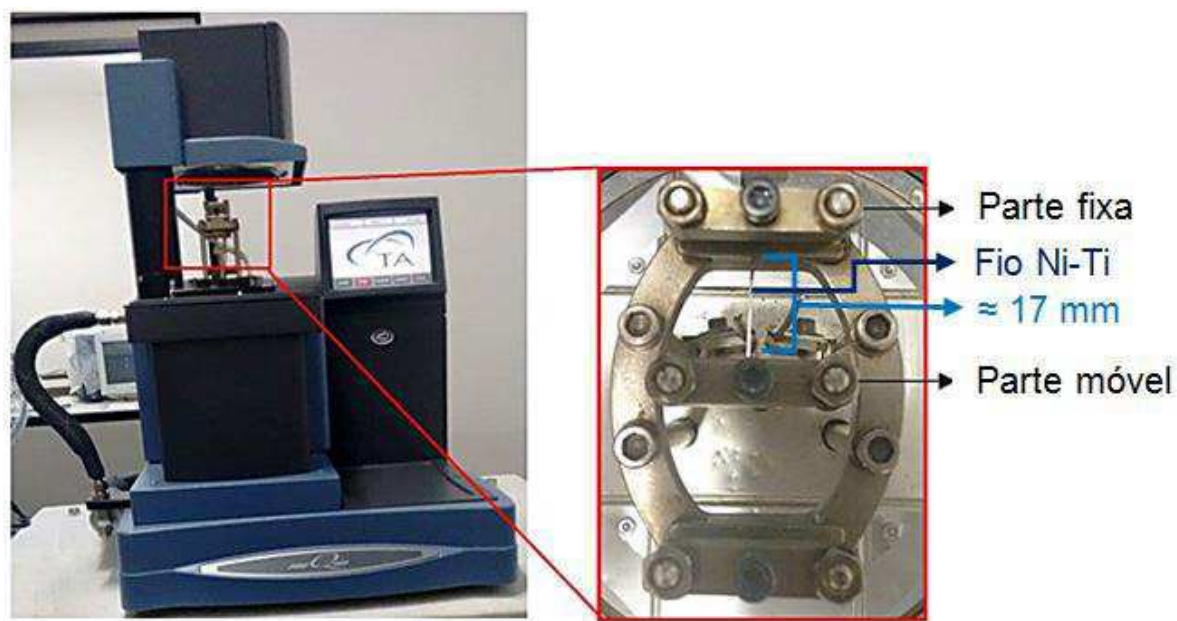


Figura 30 - DMA modelo Q800, da marca TA Instruments, com detalhe para a garra de flexão utilizada. (Autoria Própria).

Inicialmente, os fios Ni-Ti foram submetidos a um treinamento cíclico, a fim de estabilizar o comportamento superelástico do material. Cada treinamento foi realizado isotermicamente a uma temperatura de 35°C, para garantir que a ciclagem fosse realizada no estado superelástico, ou seja, na fase austenítica para ambos os fios (seção circular e retangular). Foram realizados 30 ciclos mecânicos de carregamento e descarregamento com controle de força de  $\pm 2,5\text{N}$  e taxa de carregamento de 5 N/min.

Após o procedimento inicial de estabilização, foram realizados ensaios quase estáticos para análise da resposta mecânica dos fios submetidos a rampas de força oscilando de  $\pm 0,57\text{N}$ ;  $\pm 0,87\text{N}$ ;  $\pm 1,25\text{N}$ ;  $\pm 1,69\text{N}$  para o fio de seção circular e  $\pm 0,70\text{N}$ ;  $\pm 1,10\text{N}$ ;  $\pm 1,50\text{N}$ ;  $\pm 1,98\text{N}$  para o fio de seção retangular. Estas forças foram escolhidas por levarem exatamente as deformações utilizadas nos ensaios de fadiga (0,7; 1,0; 1,3 e 1,6%, respectivamente). Cada rampa de força foi realizada com período de  $4\text{ min}^{-1}$  ( $T = 4\text{ min}^{-1}$ ).

### 4.3 Fadiga Mecânica

Uma vez que a análise usando um equipamento de DMA permite o estudo do comportamento dos materiais sob cargas cíclicas, é possível utilizá-lo no estudo da vida em fadiga de fios de LMF Ni-Ti.

Os testes de fadiga foram realizados utilizando um DMA modelo Q800, da marca TA Instruments, no modo flexão simples alternada em viga simplesmente engastada (*Single Cantilever*), conforme mostrado anteriormente na Figura 34. Na extremidade da parte móvel é imposta uma deformação oscilatória com determinada amplitude e frequência prescrita a uma temperatura constante.

Através da análise dos resultados obtidos nos ensaios mecânicos de tração, DSC e testes preliminares utilizando o DMA em regime quase estático, foram escolhidos os seguintes parâmetros para os ensaios de fadiga: amplitudes de deformação de 0,7; 1,0; 1,3 e 1,6%, frequências constantes de 1 e 0,5Hz e temperatura de 35°C.

Para cada condição de ensaio, foram utilizados 3 CP's de fios de LMF Ni-Ti superelásticos, com seção transversal circular e retangular, totalizando 48 CP's. A partir dos resultados obtidos, foram construídas curvas de Wöhler revelando a evolução do número de ciclos até a ruptura em função do nível da amplitude de deformação aplicada, permitindo determinar a fadiga estrutural dos fios Ni-Ti. Além disso, analisou-se a fadiga funcional dos fios por meio do acompanhamento da evolução da força aplicada para produzir a amplitude de deformação em função do número de ciclos. Devido a elevada sensibilidade e precisão do equipamento de DMA, um aumento dessa força denota um endurecimento cíclico do material enquanto a sua diminuição denota o início de propagação de trincas que leva a falha do corpo de prova.

#### 4.3.1 *Estudo da Influência Simultânea da Amplitude de Deformação e Frequência de ensaio para os fios de LMF Ni-Ti Utilizando um Planejamento Fatorial*

A técnica de planejamento experimental, juntamente com a análise de superfície de resposta, foi utilizada para avaliar a influência simultânea da amplitude de deformação e frequência de ensaio nos fios Ni-Ti de seção transversal circular e retangular sobre a vida em fadiga dos mesmos.

Foram realizados dois planejamentos experimentais: um para os fios Ni-Ti com seção transversal circular e outro para os fios com seção transversal retangular. Optou-se por um modelo linear do tipo  $2^2$  experimentos com réplica (para estimar o erro da metodologia), totalizando 8 experimentos para cada planejamento, com um nível de significância estatística de 5%.

Neste caso, as variáveis independentes avaliadas foram amplitude de deformação ( $\epsilon$ ) e a frequência de ensaios ( $f$ ), com os níveis especificados conforme Tabela 6.

Tabela 6 - Níveis das variáveis do planejamento  $2^2$  experimentos com réplica para os fios Ni-Ti. (Autoria Própria).

Variáveis	Nível (-1)	Nível (+1)
$\epsilon$ . Amplitude de deformação (%)	0,7	1,3
f. Frequência (Hz)	0,5	1,0

A variável dependente (resposta) avaliada foi o número de ciclos até a ruptura. A ordem de realização dos experimentos foi definida aleatoriamente e depois os resultados foram reorganizados segundo a matriz de planejamento da Tabela 7 para efeito de análise, a fim de não “viciar” os resultados.

Tabela 7 - Matriz de Planejamento experimental utilizada. (Autoria Própria).

Ensaio	Fatores de controle	
	Amplitude de deformação (%)	Frequência (Hz)
1	0,7 (-1)	0,5 (-1)
2	1,3 (+1)	0,5 (-1)
3	0,7 (-1)	1,0 (+1)
4	1,3 (+1)	1,0 (+1)
5	0,7 (-1)	0,5 (-1)
6	1,3 (+1)	0,5 (-1)
7	0,7 (-1)	1,0 (+1)
8	1,3 (+1)	1,0 (+1)

A análise dos efeitos das variáveis individualmente e de interação entre elas foi feita utilizando o programa STATISTICA 7. Além disso, a validação do modelo proposto, a partir da análise dos efeitos e da interação entre eles, foi realizada através da análise de variância ANOVA. Estes resultados também podem ser obtidos através de cálculos estatísticos, os quais estão apresentados nos Apêndices B e C.

#### **4.4 Caracterização Pós-fadiga**

Após a falha completa dos fios Ni-Ti, utilizou-se as técnicas de DSC e MEV visando avaliar a influência do processo de ciclagem sobre a transformação de fase, bem como estabelecer o modo de ruptura.

##### *4.4.1 Análise Térmica: Calorimetria Diferencial de Varredura*

Nesta etapa, a caracterização térmica via DSC foi realizada nos fios Ni-Ti após os ensaios de fadiga, nas mesmas condições descritas na seção 4.2.2.

##### *4.4.2 Análise de Superfície de Fratura: Microscopia Eletrônica de Varredura*

As superfícies de fratura dos fios Ni-Ti após os ensaios de fadiga foram examinadas em um Microscópio Eletrônico de Varredura, modelo Vega3, marca Tescan.

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1 Caracterização Pré-fadiga

#### 5.1.1 Análise de Superfície: Microscopia Eletrônica de Varredura

As superfícies dos fios LMF Ni-Ti, no estado como recebidos, foram avaliadas quanto ao acabamento superficial por meio de imagens obtidas MEV, com aumentos de 200x e 3000x. As imagens obtidas estão apresentadas nas Figuras 31 e 32.

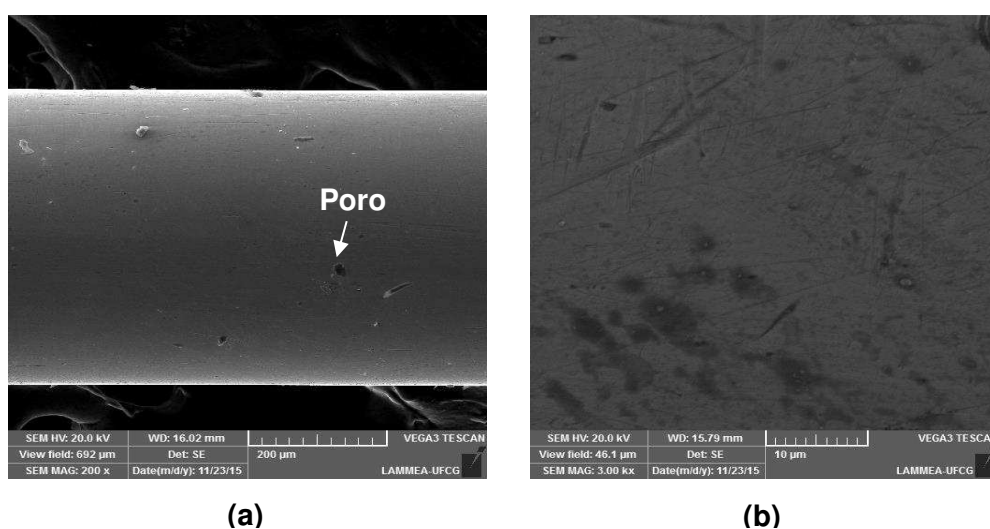


Figura 31 - Imagens obtidas em MEV dos fios Ni-Ti superelásticos com seção transversal circular. (a) Aumento de 200x. (b) Aumento de 3000x. (Autoria Própria).

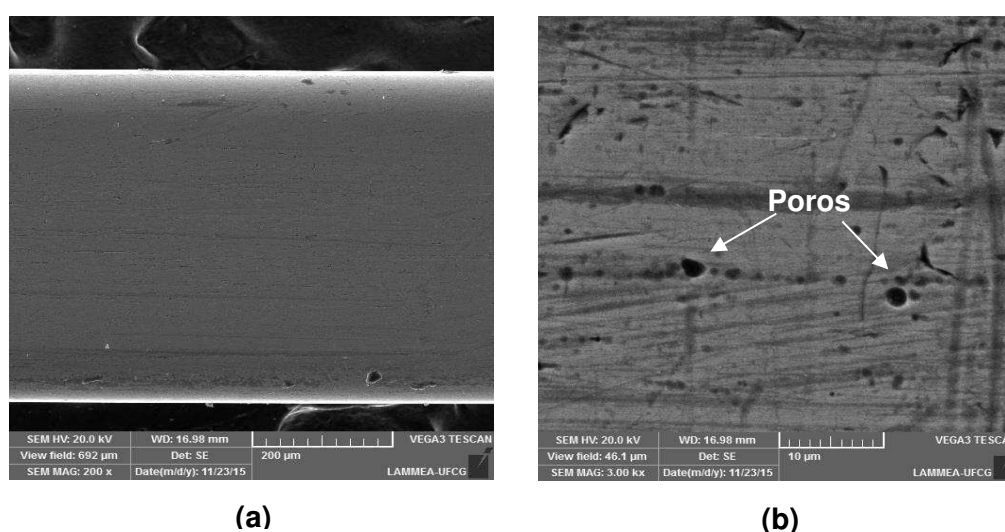


Figura 32 – Imagens obtidas em MEV dos fios Ni-Ti superelásticos com seção transversal retangular. (a) Aumento de 200x. (b) Aumento de 3000x. (Autoria Própria).

A partir das imagens obtidas por MEV, observa-se a presença de ranhuras, principalmente com orientação longitudinal, e pequenos poros em ambos os fios Ni-Ti, com maior incidência nos fios com seção transversal retangular. Tais defeitos superficiais podem ser oriundos do processo de fabricação por trefilação dos fios, podendo afetar a vida em fadiga dos mesmos, diminuindo o número de ciclos até a ruptura.

### 5.1.2 Análise Térmica: Calorimetria Diferencial de Varredura

Nesta etapa foram realizados ciclos térmicos nos fios Ni-Ti, no estado como recebidos, monitorando a variação do fluxo de calor em função da temperatura. A partir das curvas de DSC obtidas foi possível determinar as temperaturas críticas de transformação de fase,  $R_s$ ,  $R_f$ ,  $A_s$  e  $A_f$ , assim como as temperaturas de pico da transformação,  $R_p$  e  $A_p$ , conforme apresentado na Figura 33.

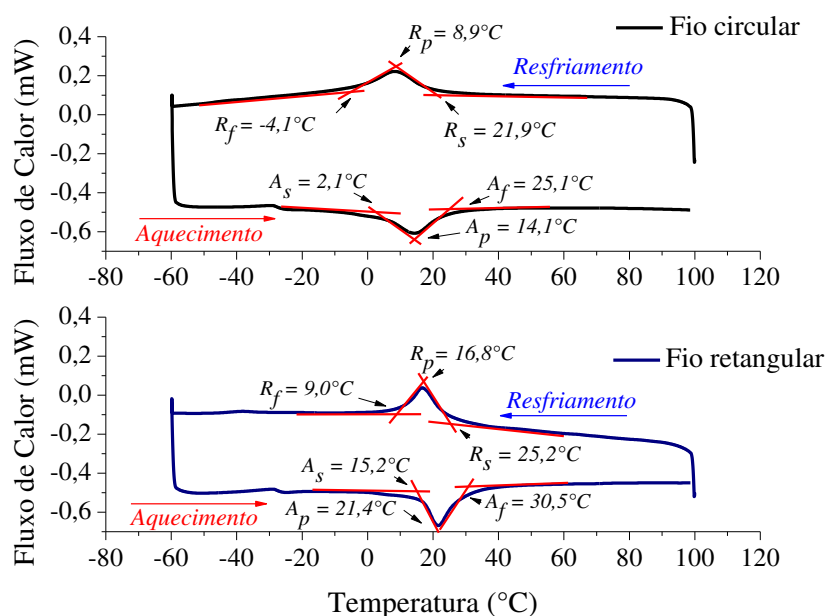


Figura 33 - Análise térmica DSC dos fios Ni-Ti superelásticos. (Autoria Própria).

Além das temperaturas de transformação de fase, foram obtidos os valores de histerese térmica ( $H_t$ ) e as entalpias de transformação ( $\Delta H$ ) para todos os casos estudados. Os resultados estão resumidos na Tabela 8.



Tabela 8 - Valores de entalpias de transformação e histerese térmica para os fios Ni-Ti superelásticos. (Autoria Própria).

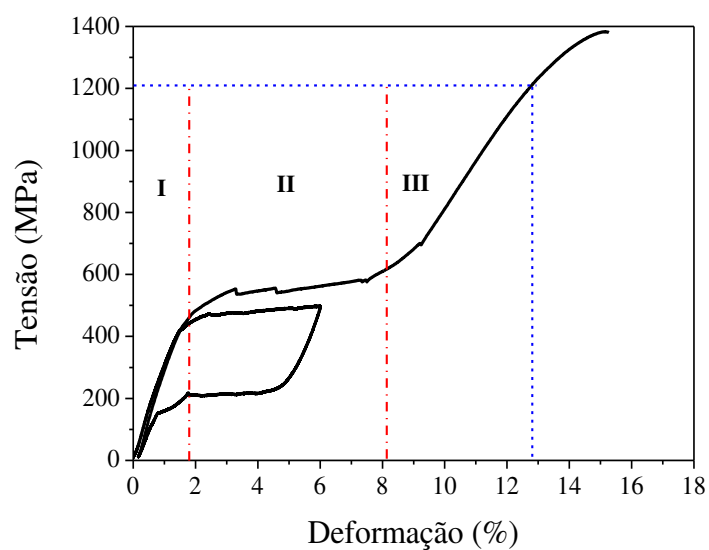
Fios Ni-Ti	$\Delta H(\text{J/g})$		Ht (°C) (A <sub>p</sub> - R <sub>p</sub> )
	Resfriamento (A → R)	Aquecimento (R → A)	
<b>Seção Circular</b>	3,3	2,9	5,2
<b>Seção Retangular</b>	3,8	3,9	4,6

Observa-se que os fios Ni-Ti, tanto com seção transversal circular como retangular, apresentam os picos característicos da transformação martensítica direta (resfriamento) e reversa (aquecimento). Além disso, verifica-se que os mesmos apresentam a fase austenita estável a partir de aproximadamente 25,1°C para o fio de seção transversal circular e 30,5 °C para o fio de seção transversal retangular. Esses valores são indicativos da presença de superelasticidade na temperatura ambiente de trabalho dos fios, uma vez que os mesmos são provenientes de arcos ortodônticos, para os quais a temperatura bucal normalmente está situada numa faixa de 36 a 37,5°C.

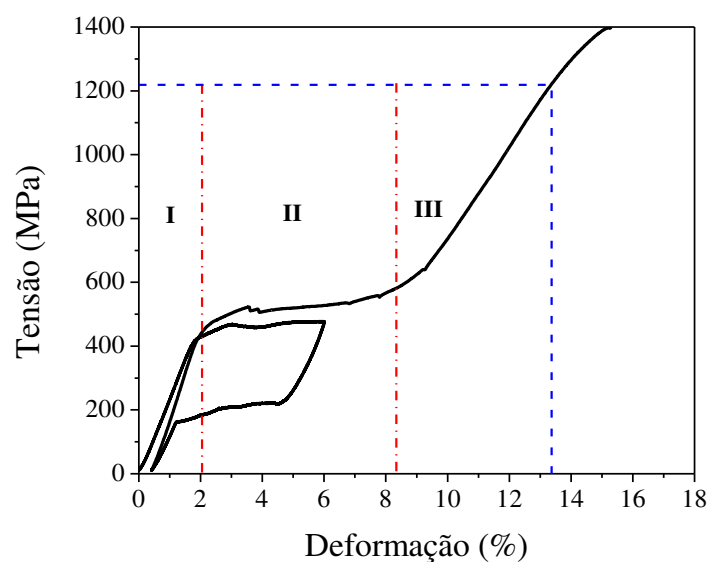
De acordo com a Tabela 8, verifica-se que ambos os fios apresentaram histerese térmica estreita, limitada a 5,2°C para o fio de seção circular e 4,6°C para o fio de seção retangular. Os valores reduzidos de histerese térmica e das entalpias de transformação apresentados na Tabela 8 indicam que as transformações de fase observadas são na verdade transformações intermediárias, ou seja, envolvem a formação da martensita conhecida por fase R, tendo em vista que a transformação desta fase leva a reduzida histerese térmica e libera pouca energia quando comparada com a transformação martensítica completa e sua reversão, que apresentam valores de entalpias geralmente situados entre 19 e 32 J/g. (Otsuka & Wayman, 1998; Grassi, 2014).

### 5.1.3 Resistência Mecânica: Ensaio de Tração

Para efeito de caracterização mecânica e seleção dos níveis de deformação a serem utilizados nos ensaios de fadiga usando o equipamento de DMA, os fios Ni-Ti foram submetidos a ensaios de tração quase estáticos baseados na norma ASTM F2516-14. As curvas tensão-deformação obtidas podem ser observadas na Figura 34.



(a)



(b)

Figura 34 - Curvas tensão-deformação dos fios Ni-Ti superelásticos. (a) Seção transversal circular. (b) Seção transversal retangular. (Autoria Própria).

As curvas apresentadas na Figura 34 permitem definir três regiões distintas, correspondentes a diferentes estágios do material até a ruptura:

*Região I:* os fios Ni-Ti, no estado austenítico, apresentam uma deformação elástica praticamente linear até aproximadamente 2%. Nesse estágio, ao cessar o carregamento mecânico, os fios retornam ao ponto de deformação quase nula seguindo uma trajetória também linear;

*Região II:* observa-se o início da transformação da fase austenita em martensita induzida por tensão mecânica. Este fenômeno é caracterizado por um patamar que tem início em aproximadamente 500 MPa estendendo-se até 550 MPa, com quase 8% de deformação. Percebe-se que durante a transformação de fase o material sofre grandes deformações (cerca de 8%) com pouca variação de tensão. Ao cessar o carregamento nesta região, os fios voltarão ao ponto de deformação quase nula seguindo um caminho elástico não linear (laço histerético). Este é o fenômeno denominado superelasticidade, que pode ser visualizado no laço tensão – deformação inicial, até 6%. Essa é uma das vantagens do uso de LMF sobre os materiais clássicos em aplicações ortodônticas, por exemplo, as quais exigem grandes deslocamentos com um carregamento mecânico lento e progressivo, aproximadamente constante. (Barbarino, 2009; Fercec *et al.*, 2014);

*Região III:* nessa última região os fios apresentam microestrutura 100% martensítica, induzida por tensão mecânica. Neste caso, a martensita apresenta deformação elástica linear até aproximadamente 1200 MPa, para uma faixa situada entre 10 e 13% de deformação. A partir deste ponto a deformação passa a ser plástica, até a ruptura.

De uma maneira global, não se observa na Figura 34 qualquer anomalias ou desvios nas curvas de superelasticidade que possam ser associadas à deformação oriundas da fase R, conforme observado algumas vezes na literatura (Otsuka & Wayman, 1998).

Foi constatado que ambos os fios Ni-Ti superelásticos, de seção transversal circular e retangular, apresentaram limite de ruptura da ordem de 1400 MPa com deformação total recuperável entre 6 e 8%, enquanto ligas metálicas clássicas apresentam deformação elástica limitada a apenas 0,2% (Callister, 2000).

Adicionalmente, verifica-se que após a deformação superelástica inicial de 6%, seguida de descarregamento mecânico, o fio de seção transversal retangular apresentou uma pequena deformação residual, relativamente maior que o fio de

seção circular, porém inferior a 0,4%. Isto ocorre devido ao fato da temperatura de transformação  $A_f$  dos fios estarem próximas da temperatura de ensaio, que é da ordem de 25°C (enquanto  $A_f$  é de 25,1°C para o fio de seção circular e de 30,5°C para o fio de seção retangular). Assim sendo, pode existir alguma fração de martensita mínima (fase R, nesse caso) nos fios, originando alguma deformação residual.

Aplicou-se o método das tangentes (conforme Figura 29) às curvas da Figura 34 para determinar as tensões de transformação dos fios Ni-Ti. Os valores obtidos estão apresentados na Tabela 9.

Tabela 9 - Tensões de transformação para os fios Ni-Ti superelásticos. (Autoria Própria).

<b>Fios Ni-Ti</b>	<b><math>\sigma_{As}</math> (MPa)</b>	<b><math>\sigma_{Af}</math> (MPa)</b>	<b><math>\sigma_{Mf}</math> (MPa)</b>	<b><math>\sigma_{Ms}</math> (MPa)</b>	<b>Histerese de Tensão (MPa)</b>
<b>Seção circular</b>	196	226	500	466	250
<b>Seção retangular</b>	168	220	480	459	250

A partir da Tabela 9, verifica-se que os fios Ni-Ti de seção transversal retangular apresentaram tensões de transformação levemente menores que os fios de seção transversal circular. Dentre outros fatores, isto provavelmente ocorre devido à geometria da trefila utilizada na fabricação dos fios de seção retangular, a qual induz uma maior quantidade de discordâncias na estrutura do material levando a maiores níveis de tensões internas nestes fios. Assim, são necessários menores valores de tensões para que ocorram as transformações de fase em comparação com o fio de seção circular.

Com base nos ensaios de tração, os níveis de amplitude de deformação foram selecionados de modo que os testes de fadiga fossem realizados sem ultrapassar a região de deformação elástica linear da austenita (região I da Figura 34) levando, assim, potencialmente a uma fadiga de alto ciclo. Então, foram selecionados quatro níveis de deformação para realização dos ensaios de fadiga nos fios Ni-Ti em DMA: 0,7; 1,0; 1,3 e 1,6%.

#### 5.1.4 Ensaios Mecânicos Quase Estáticos: Análise Dinâmico-Mecânica

Os fios LMF Ni-Ti, com seção transversal circular e retangular, foram inicialmente submetidos a ensaios mecânicos quase estáticos em regime de flexão simples utilizando o equipamento de DMA em controle de força imposta ( $\pm 2,5\text{N}$ ), para verificação de estabilidade cíclica em um número reduzido de ciclos ( $N = 30$ ). Nas Figuras 35 e 36 verifica-se o comportamento da força imposta em função da deformação resultante nos fios durante a ciclagem mecânica de estabilização, destacando o primeiro e o último ciclo.

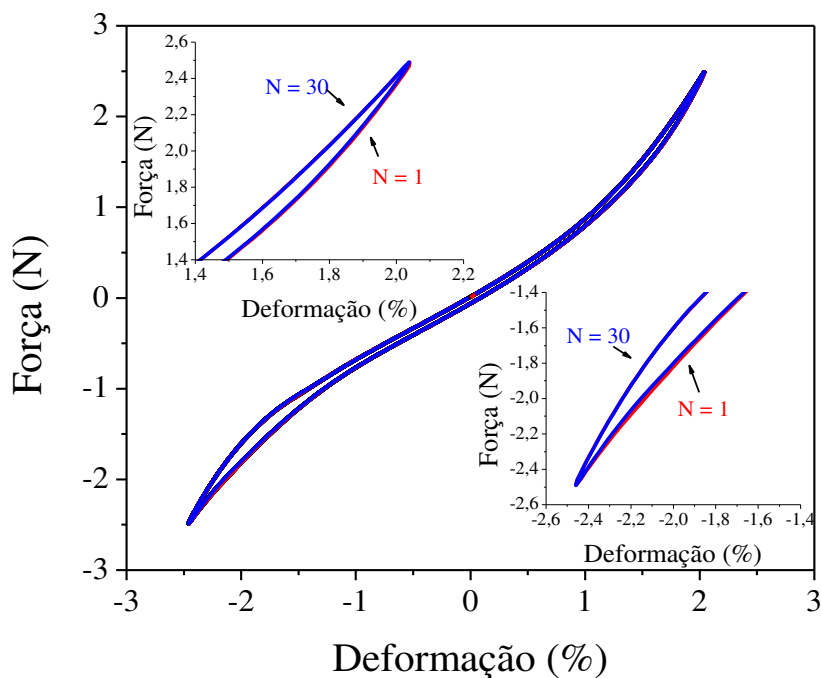


Figura 35 - Comportamento dos fios Ni-Ti superelásticos com seção transversal circular durante ciclagem de estabilização com controle de força. (Autoria Própria).

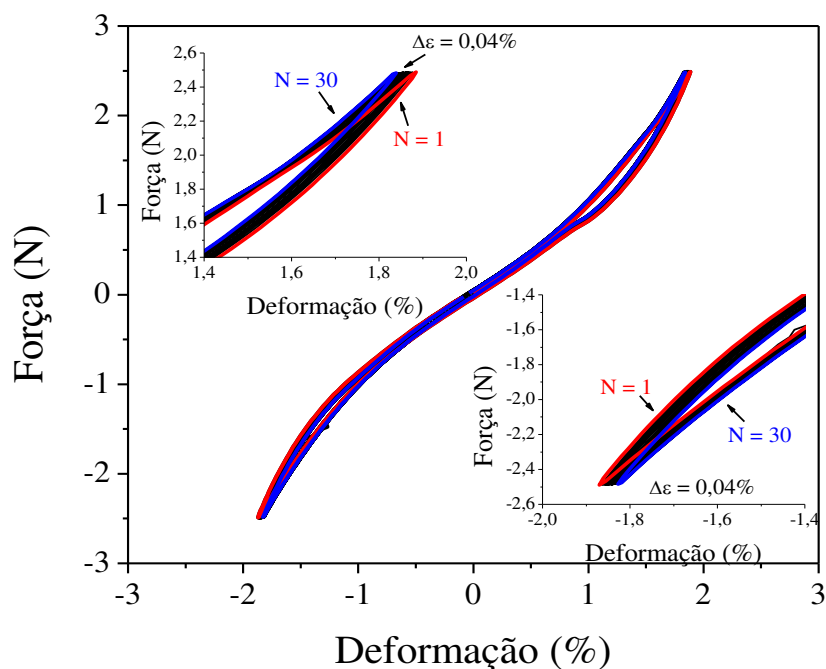
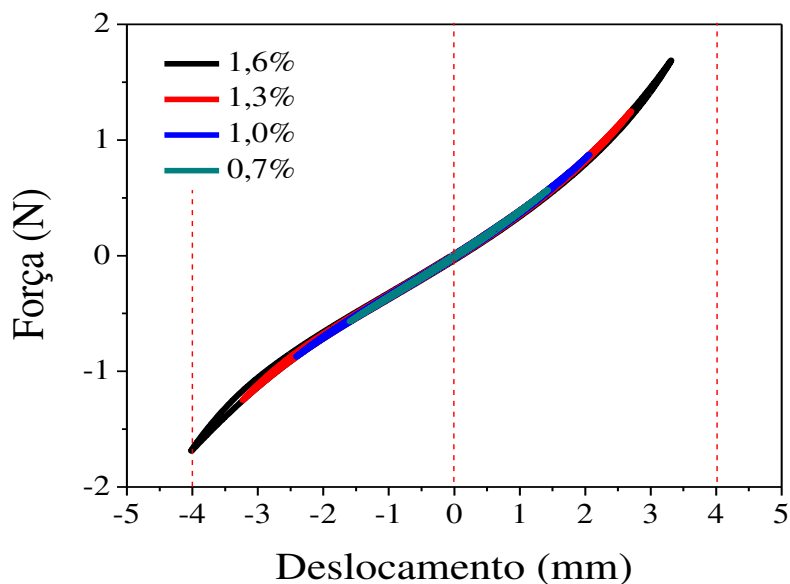


Figura 36 - Comportamento dos fios Ni-Ti superelásticos com seção transversal retangular durante ciclagem de estabilização com controle de força. (Autoria Própria).

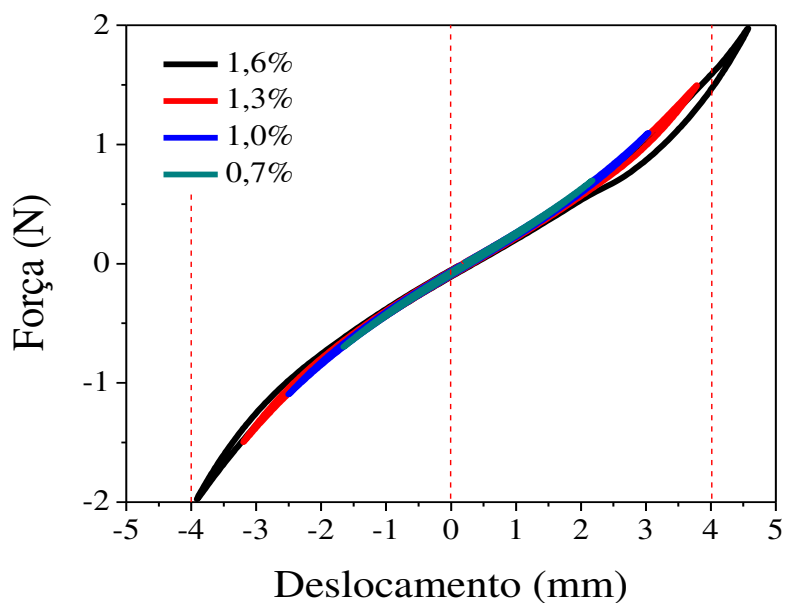
Verifica-se que, para um mesmo nível de força aplicada, os fios de seção transversal circular apresentaram maiores valores de deformação que os fios de seção transversal retangular. Além disso, nos fios de seção retangular, ocorre uma leve redução na deformação máxima (da ordem de 0,4%) atingida nos níveis de força prescritos ( $\pm 2,5\text{N}$ ), conforme se aumenta a quantidade de ciclos realizados, indicando um endurecimento cíclico desse fio. Já nos fios de seção circular essa variação de deformação não é perceptível, indicando uma melhor estabilidade cíclica sem endurecimento aparente para um número reduzido de ciclos ( $N = 30$ ).

Após o processo de estabilização dos fios, e a partir da análise das curvas das Figuras 35 e 36, foram realizados ensaios quase estáticos à temperatura constante de  $35^{\circ}\text{C}$ . Os fios Ni-Ti foram submetidos a rampas de força de  $\pm 0,57\text{N}$ ;  $\pm 0,87\text{N}$ ;  $\pm 1,25\text{N}$ ;  $\pm 1,69\text{N}$  para o fio de seção circular e  $\pm 0,70\text{N}$ ;  $\pm 1,10\text{N}$ ;  $\pm 1,50\text{N}$ ;  $\pm 1,98\text{N}$  para o fio de seção retangular. Como mencionado anteriormente na seção 4.2.4, estas forças foram escolhidas por levarem exatamente as deformações máximas estabelecidas para os ensaios de fadiga (0,7; 1,0; 1,3 e 1,6%, respectivamente). O comportamento obtido pode ser observado na Figura 37, que

revela a força em função dos deslocamentos obtidos para cada nível de deformação máxima imposta.



(a)



(b)

Figura 37 - Comportamento mecânico dos fios Ni-Ti superelásticos em regime de flexão simples alternada em controle de força. (a) seção transversal circular. (b) seção transversal retangular. (Autoria Própria).

Observa-se, a partir da Figura 37, uma ligeira assimetria nas curvas obtidas para ambos os fios (seção transversal circular e retangular) entre a imposição de um carregamento para cima (níveis de força positivos) e para baixo (níveis de força

negativo). Essa assimetria ocorre de maneira inversa para os dois fios, de seção circular e retangular, e está provavelmente relacionada a não uniformidade do processo de trefilação dos fios.

## 5.2 Fadiga Mecânica

A fadiga funcional dos fios Ni-Ti foi avaliada através do levantamento de curvas de força aplicada para impor a amplitude de deformação desejada *versus* número de ciclos até a ruptura, para cada condição de ensaio estudada, correspondente a 2 níveis de frequência de oscilação (0,5Hz e 1,0Hz). Os resultados obtidos podem ser avaliados nas Figuras 38 e 39.

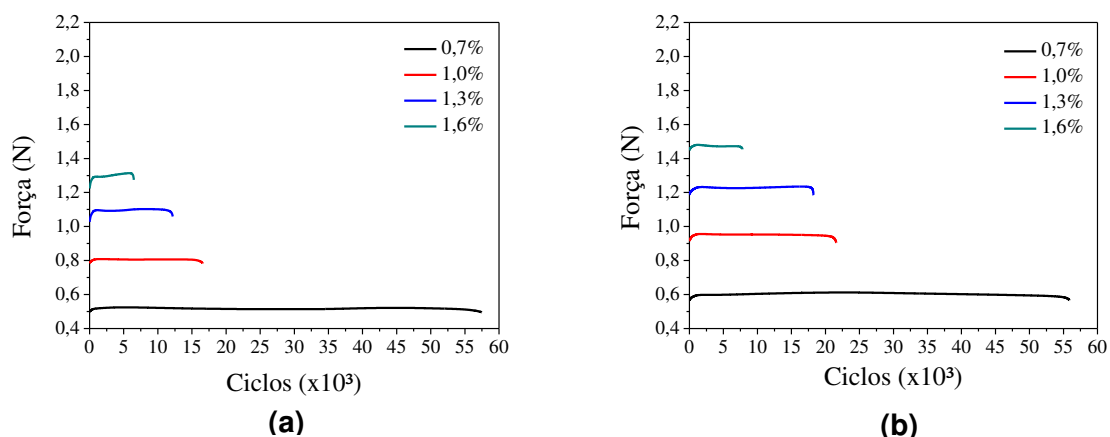


Figura 38 - Evolução do comportamento em fadiga dos fios Ni-Ti superelásticos com seção transversal circular em controle de deformação imposta. (a) Frequência de 0,5Hz. (b) Frequência de 1,0Hz. (Autoria Própria).

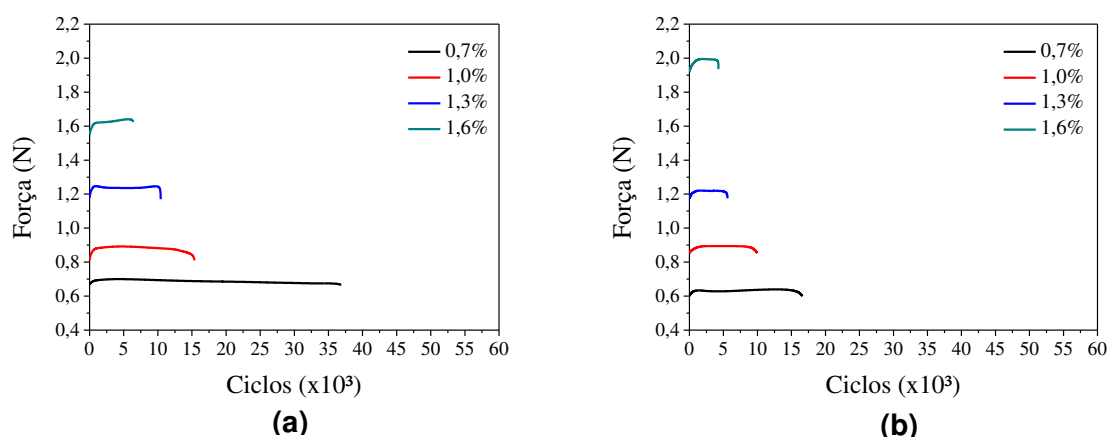


Figura 39 - Evolução do comportamento em fadiga dos fios Ni-Ti superelásticos com seção transversal retangular em controle de deformação imposta. (a) Frequência de 0,5Hz. (b) Frequência de 1,0Hz. (Autoria Própria).



De uma forma geral, observa-se que a força necessária para impor as deformações prescritas aumenta em aproximadamente 5% durante os primeiros ciclos, devido ao processo de encruamento (endurecimento cíclico) gerado pelo acúmulo de defeitos durante a ciclagem mecânica. Em seguida, essa força se estabiliza e permanece praticamente constante até iniciar um decaimento indicativo do início do processo de ruptura cíclica. Além disso, verifica-se, em todos os casos estudados, que o nível do patamar de força aumenta à medida que a amplitude de deformação imposta nos ensaios aumenta.

Em testes cíclicos por controle de deformação a força aplicada sobre o corpo de prova pode variar, devido ao efeito de encruamento ou amolecimento cíclico, sendo, no entanto, esta variação mais acentuada nos primeiros 20% da vida, atingindo a partir daí um regime mais estável. (Rosa, 2002).

Adicionalmente, para os fios de seção transversal circular o patamar de força apresenta um leve aumento à medida que a frequência de ensaio aumenta (Figuras 38a e 38b). No entanto, nos fios com seção transversal retangular a influência da frequência de ensaio sob o patamar de força apresentou-se de forma dispersa. Ou seja, para uma amplitude de deformação de 1,6%, por exemplo, a força é de aproximadamente 2N quando a frequência é de 1Hz e 1,6N quando a frequência é de 0,5Hz. Já para uma amplitude de 1,0%, o patamar de força nas frequências de 1Hz e 0,5Hz são aproximadamente iguais (Figuras 39a e 39b).

Para frequência de 0,5 Hz, a força necessária para gerar uma mesma deformação é ligeiramente maior nos fios de seção retangular em comparação com os fios de seção circular. Nos casos em que a frequência foi de 1Hz, a força para gerar uma mesma deformação é aproximadamente igual nos fios de seção circular e retangular, exceto no caso da amplitude de deformação de 1,6%, para o qual a força é de aproximadamente 2N para os fios de seção retangular, enquanto que nos fios de seção circular é de aproximadamente 1,5N.

A partir dos dados obtidos nos ensaios cíclicos no DMA foram traçadas curvas de Wöhler para os fios Ni-Ti de seção circular e retangular, com o intuito de quantificar a fadiga estrutural destes fios em modo de flexão simples alternada, revelando o comportamento da vida em fadiga em função das amplitudes de deformação aplicadas, para frequências de 0,5 e 1Hz. Os resultados de vida em fadiga podem ser avaliados na Figura 40.

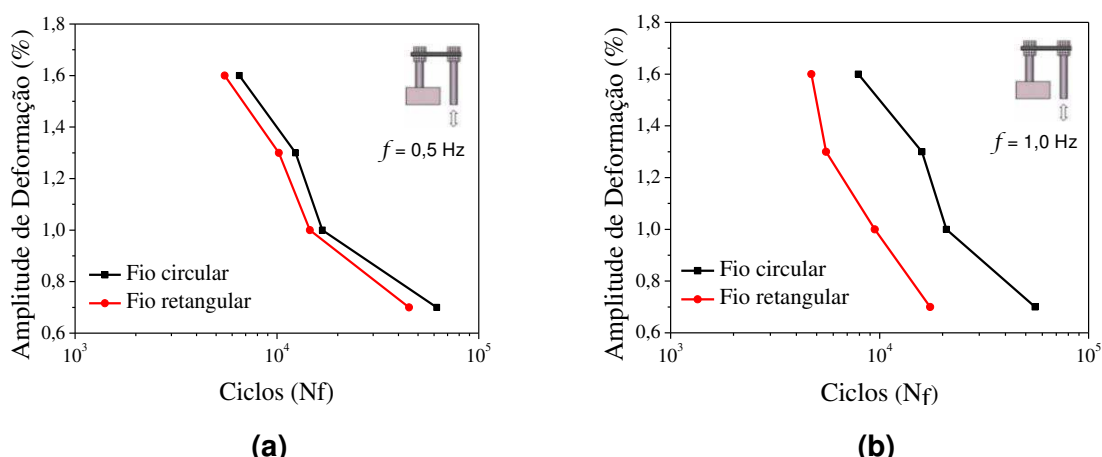


Figura 40 - Curvas de Wöhler para amplitudes de deformação 0,7; 1,0; 1,3 e 1,6%. (a) Frequência de 0,5Hz. (b) Frequência de 1Hz. (Autoria Própria).

Verifica-se, em geral, que os fios de seção transversal circular apresentaram maior vida em fadiga estrutural em comparação com os fios de seção transversal retangular. Esta observação corrobora com os resultados de Ramos (2012), apesar de o autor ter realizado ensaios de fadiga numa máquina de ensaio de tração e por controle de tensão mecânica.

Para uma amplitude de deformação de 1,0% e frequência de 1Hz, por exemplo, o fio com seção circular apresentou números de ciclos até a ruptura ( $N_f$ ) de aproximadamente 22000 ciclos, enquanto o fio de seção retangular, para esta mesma amplitude de deformação, suportou aproximadamente 10000 ciclos. Esta diferença ocorre provavelmente em virtude do fio de seção retangular apresentar uma maior quantidade de defeitos superficiais (ranhuras e poros), conforme evidenciado nas análises de MEV (Figuras 31 e 32), além de cantos, que mesmo ligeiramente arredondados, podem atuar como concentradores de tensão.

Além disso, nota-se que essa diferença entre a vida em fadiga dos fios com seção circular e retangular é mais evidente em frequências mais elevadas. Para uma amplitude de 1,3%, por exemplo, o fio circular apresenta  $N_f$  de aproximadamente 12500 ciclos a mais que o fio retangular no caso de frequência de 1Hz, enquanto com frequência de 0,5Hz, o fio circular apresenta vida em fadiga de aproximadamente 2000 ciclos a mais que o fio retangular para esta mesma amplitude de deformação.

É possível observar também, em todos os casos estudados, a influência direta da amplitude de deformação imposta nos ensaios, já que quanto maior a amplitude de deformação menor é o número de ciclos até a fratura ( $N_f$ ).

A influência das frequências de ensaio na vida em fadiga estrutural nos fios com seção transversal circular, não obedecem a um padrão (Figura 40). Uma vez que, se poderia esperar que em maiores frequências a vida útil cairia em virtude de um pequeno aquecimento do fio, apresentando em frequências mais altas, um menor número de ciclos até a ruptura se comparado a frequências mais baixas sob as mesmas condições de carregamento (Ozbulut & Hurlebaus, 2010). Neste caso, apenas para a amplitude de 0,7% que o fio de seção circular com frequência de 0,5Hz apresentou maior número de ciclos até a ruptura que o fio circular a uma frequência de 1Hz, para as demais amplitudes de deformação estudadas (1,0; 1,3 e 1,6%), o fio submetido a uma frequência de 1Hz apresentou maior vida em fadiga (número de ciclos até a ruptura) do que aqueles submetidos a uma frequência de 0,5Hz. No entanto, De Oliveira *et al.* (2012) mostraram que os fios Ni-Ti analisados neste trabalho apenas sofrem efeito considerável de auto aquecimento em frequências superiores a 4Hz e, portanto o efeito deste fenômeno é minimizado neste trabalho. Já nos fios com seção transversal retangular, o aumento da frequência, em geral, diminui o  $N_f$  dos fios Ni-Ti.

Os fios Ni-Ti superelásticos com seções transversais circulares submetidos a uma amplitude de deformação de 0,7% e frequência de 0,5Hz apresentaram a maior vida em fadiga dentre os casos estudados. No geral, para ambos os fios Ni-Ti, constatou-se um fenômeno de fadiga de baixo ciclo ( $10^3 < N_f < 10^5$ ), contrariamente ao que se poderia esperar pelo fato das solicitações mecânicas não terem ultrapassado o limite de 2% de deformação (limite elástico, Figura 34).

Prymak *et al.* (2004) também obteve uma vida em fadiga da ordem de  $10^5$  ciclos em fios ortodônticos de Ni-Ti sob pequenas deformações de flexão (240  $\mu\text{m}$  de deflexão) e frequência de 5Hz, utilizando um equipamento de DMA. Os mesmos autores verificaram que as propriedades mecânicas dos fios (força e módulo de elasticidade) permaneceram praticamente inalteradas durante a deformação cíclica até fratura.

Em todos os casos estudados, verificou-se que a fratura dos corpos de prova nos ensaios de fadiga sempre ocorria na garra móvel. Assim, para validar esses resultados foram realizadas simulações numéricas usando o método dos

elementos finitos com o intuito de verificar as regiões de máxima tensão em testes cíclicos de flexão alternada em modo de viga simplesmente engastada (*Single Cantilever*). As análises numéricas foram realizadas usando o programa comercial ANSYS Mechanical 16, onde discretizou-se o modelo CAD dos fios com elementos finitos e utilizou-se de um modelo constitutivo de material pseudoelástico já implementado no programa (Auricchio, 2001). As análises revelam a distribuição de máxima tensão principal e da fração volumétrica de martensita nos fios de seção circular e retangular, conforme mostrado na Figura 41.

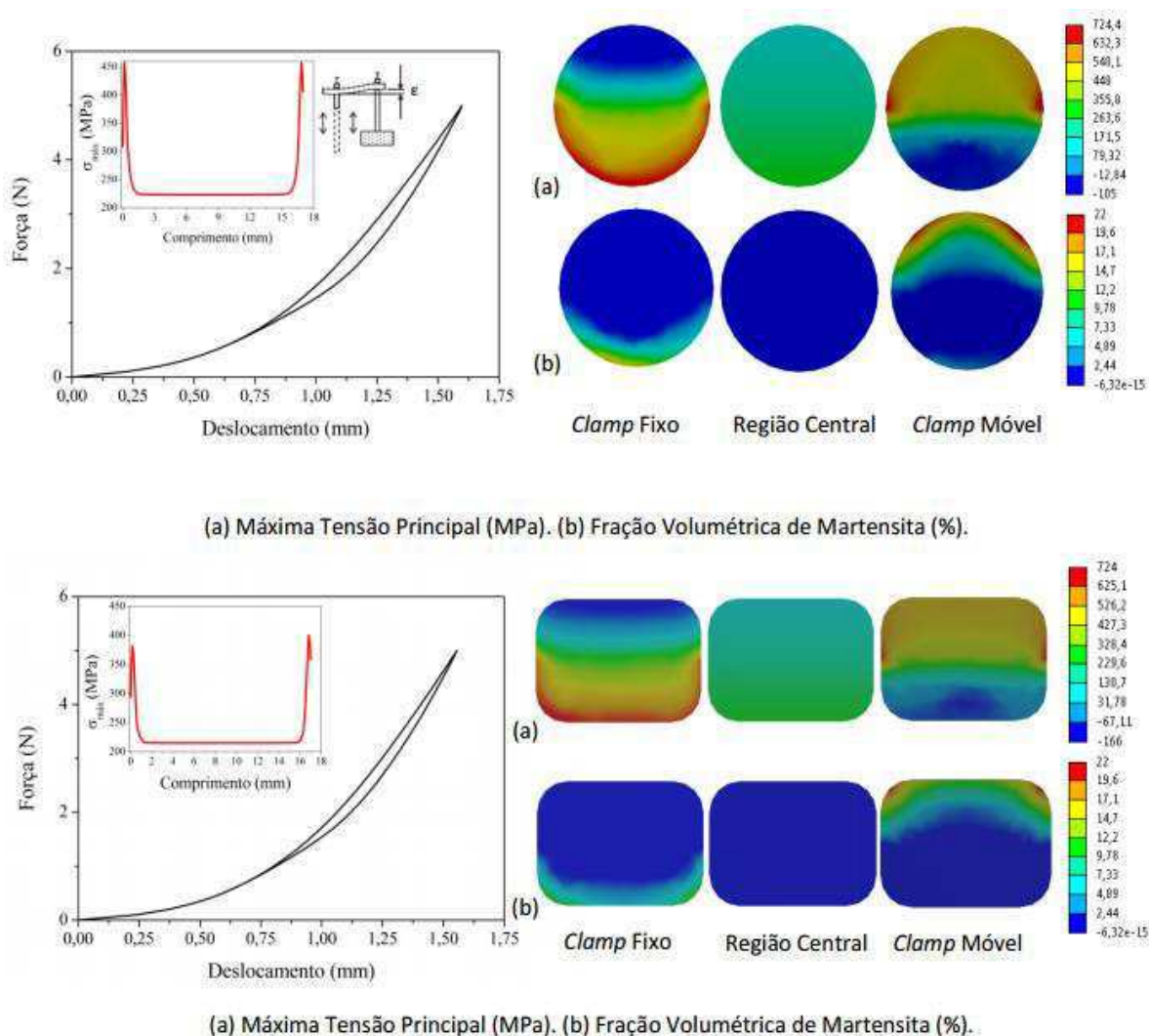


Figura 41 - Distribuição de máxima tensão principal e da fração volumétrica de martensita nos fios Ni-Ti de seção circular e retangular. (Silva, 2016).

A partir dos resultados apresentados na Figura 41, constata-se que, para ambos os fios, os maiores valores de tensão ocorrem nas garras (*clamps*) móvel e fixa em comparação com a região central do comprimento do fio. Assim,

considerando o movimento cíclico da garra móvel nas frequências de 0,5Hz e 1,0Hz, justifica-se o fato da ruptura dos fios Ni-Ti estudados neste trabalho sempre ocorrerem rente à garra móvel. Verifica-se que esses níveis de tensão mais elevados nas regiões próximas as garras foram suficientes para causar transformação de fase nos fios, apresentando maior fração de martensita em regiões também próximas a garra móvel.

### 5.2.1 Estudo da Influência Simultânea da Amplitude de Deformação e Frequência de ensaio para os fios de LMF Ni-Ti Utilizando um Planejamento Experimental

Com o planejamento experimental fatorial, verificou-se a influência das variáveis de entrada (amplitude de deformação e frequência de ensaio) sobre o valor da resposta (número de ciclos até a ruptura) para os ensaios de fadiga dos fios LMF Ni-Ti com seção transversal circular e retangular.

#### 5.2.1.1 Planejamento Experimental para o Fio Ni-Ti com Seção Transversal Circular (0,5 mm de diâmetro)

Todos os resultados apresentados nessa seção são referentes ao fio LMF Ni-Ti com seção transversal circular. As respostas analíticas, número de ciclos até a ruptura ( $N_f$ ), para os fios LMF Ni-Ti estão apresentadas na Tabela 10.

Tabela 10 - Matriz de planejamento fatorial  $2^2$  com réplica e o resultado do número de ciclos até a ruptura para os fios Ni-Ti superelásticos com seção transversal circular. (Autoria Própria).

Exp.	Variáveis Independentes		Interação $\epsilon \times f$	Respostas	
	Amplitude de deformação ( $\epsilon$ ) (%)	Frequência (f) (Hz)		Número de ciclos até a ruptura ( $N_f$ )	
1	(-1) 0,7	(-1) 0,5	(+1)	54240	57000
2	(+1) 1,3	(-1) 0,5	(-1)	14130	12240
3	(-1) 0,7	(+1) 1,0	(-1)	61800	56640
4	(+1) 1,3	(+1) 1,0	(+1)	18300	19500

Com os valores apresentados na Tabela 10, utilizou-se o programa STATISTICA 7 para a análise estatística dos resultados do número de ciclos até a ruptura ( $N_f$ ).

A Tabela 11 apresenta os efeitos das variáveis independentes e da interação entre elas na análise estatística em um nível de significância de 5% ( $p = 0,05$ ) para a variável de resposta  $N_f$ . Observa-se que ambas as variáveis (amplitude de deformação e frequência) foram significativas com p-valores menores que 5% ( $p < 0,05$ ), porém a interação entre elas não foi significativa ( $p > 0,05$ ).

Tabela 11 - Estimativa das variáveis no resultado do número de ciclos até a ruptura ( $N_f$ ) para o fio de seção circular. (Autoria Própria).

<b>Fator</b>	<b>Efeito das Variáveis</b>	<b>Fator <math>p</math> para 95% de confiança</b>
<b>Média</b>	36731,3	0,000001
<b>Amplitude de deformação (<math>\epsilon</math>)</b>	- 41377,5	0,000012
<b>Frequência (f)</b>	4657,5	0,041003
<b>Interação <math>\epsilon \times f</math></b>	1057,5	0,536604

Adicionalmente, o uso do planejamento fatorial e a análise estatística permitiram expressar o número de ciclos até a ruptura ( $N_f$ ) com a equação da regressão linear associada ao modelo, podendo a resposta ser escrita como função das variáveis significativas. A equação da regressão linear dos dados experimentais ajustados para o número de ciclos até a ruptura para o fio Ni-Ti com seção transversal circular é dada por (3).

$$N_f = 36731,25 - 20688,75 \epsilon + 2328,75 f + 528,75 \epsilon.f \quad (3)$$

Onde:

$N_f$  = número de ciclos até a ruptura;

$\epsilon$  = amplitude de deformação (%);

f = frequência de ensaio (Hz);

Como visto anteriormente, a interação entre a amplitude de deformação e a frequência de ensaio, para este caso, não foi significativa ao nível de 95% de confiança. Desta forma, a Equação (3) torna-se mais simples:

$$N_f = 36731,25 - 20688,75 \varepsilon + 2328,75 f \quad (4)$$

Com base no modelo linear obtido (Equação 4), verifica-se que a amplitude de deformação é o fator que tem maior influência sobre o número de ciclos até a ruptura. Neste caso, a frequência de ensaio apresentou menor influência, porém significativa como visto na Tabela 11.

Os resultados do planejamento fatorial também foram submetidos a uma análise de variância (ANOVA), análise de regressão e teste F, baseados na Tabela da distribuição de F para  $\alpha = 5\%$ , ou seja, para um nível de 95% de confiança. Os resultados obtidos estão apresentados na Tabela 12.

Tabela 12 - Análise de variância (ANOVA) para o número de ciclos até a ruptura ( $N_f$ ). (Autoria Própria).

<b>Fonte de Variação</b>	<b>Soma dos Quadrados (S.Q)</b>	<b>Graus de Liberdade (G.L)</b>	<b>Quadrado da Média (Q.M)</b>	<b>Teste F</b>
<b>Regressão</b>	3469816237,5	2	1734908118,75	441,9
<b>Resíduos</b>	19627650	5	3925530	1
<b>Falta de Ajuste</b>	17174197,7	1	17174197,7	4,37
<b>Erro Puro</b>	2453452,3	4	613363,075	0,125
<b>Total</b>	3489443887,5	7	-	-
<b>R<sup>2</sup> (coeficiente de correlação)</b>	99,44%		-	-

Com base nos dados da Tabela 12, temos que  $F_{\text{calculado}}$  (regressão) = 441,9 é maior que o valor de  $F_{\text{tabelado}} = 6,61$ , para um nível de 95% de confiança (Rodrigues & lemma, 2009), portanto, pode-se afirmar que o modelo empírico obtido é estatisticamente significativo. Porém, como o  $F_{\text{tabelado}} = 6,61$  é maior que 4,37 (falta de ajuste), tem-se que o modelo obtido não é bem ajustado e preditivo.

Na Figura 42 verifica-se a superfície de resposta Amplitude de deformação (%) x Frequência (Hz) x Número de ciclos até a ruptura obtida com a aplicação do modelo estatístico. São mostradas também as curvas de nível de  $N_f$  para o domínio de amplitude de deformação e frequência estudadas. Observa-se que o maior valor de  $N_f$  ocorre em valores menores de amplitude de deformação e frequências mais elevadas. Além disso, pode-se confirmar que a amplitude de deformação influencia mais o número de ciclos até a ruptura do que a frequência de teste.

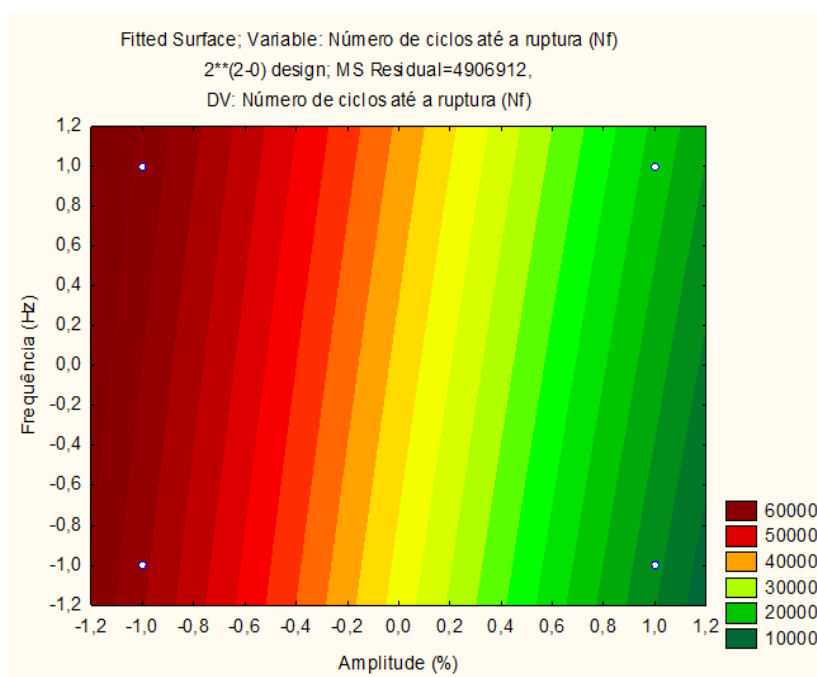


Figura 42 - Curvas de superfície e de nível traçadas com o modelo obtido no planejamento experimental fatorial para o fio Ni-Ti com seção transversal circular. (Autoria Própria).

#### 5.2.1.2 Planejamento Experimental para o Fio Ni-Ti com Seção Transversal Retangular (0,55 x 0,4mm)

Todos os resultados apresentados nessa seção são referentes ao fio LMF Ni-Ti com seção transversal retangular. Os valores das respostas, número de ciclos até a ruptura ( $N_f$ ) estão apresentados na Tabela 13.



Tabela 13 - Matriz de planejamento fatorial  $2^2$  com réplica e o resultado do número de ciclos até a ruptura para os fios Ni-Ti superelásticos com seção transversal retangular. (Autoria Própria).

Exp.	Variáveis Independentes		Interação $\epsilon \times f$	Respostas	
	Amplitude de deformação ( $\epsilon$ ) (%)	Frequência (f) (Hz)		Número de ciclos até a ruptura ( $N_f$ )	
1	(-1) 0,7	(-1) 0,5	(+1)	30330	36810
2	(+1) 1,3	(-1) 0,5	(-1)	10410	11610
3	(-1) 0,7	(+1) 1,0	(-1)	13440	16560
4	(+1) 1,3	(+1) 1,0	(+1)	6360	5640

O programa STATISTICA 7 também foi usado para a análise estatística da resposta ( $N_f$ ) para os fios Ni-Ti com seção transversal retangular. Os resultados dos efeitos das variáveis independentes e da interação entre elas na análise estatística em um nível de significância de 5% ( $p = 0,05$ ) para a variável resposta  $N_f$  estão apresentados na Tabela 14.

Tabela 14 - Estimativa das variáveis no resultado do número de ciclos até a ruptura ( $N_f$ ) para o fio de seção retangular. (Autoria Própria).

Fator	Efeito das Variáveis	Fator $p$ para 95% de confiança
Média	16395	0,000057
Amplitude de deformação ( $\epsilon$ )	- 15780	0,000998
Frequência (f)	- 11790	0,002997
Interação $\epsilon \times f$	6780	0,020809

Observa-se na Tabela 14 que todas as variáveis (amplitude de deformação e frequência), inclusive a interação entre elas, foram significativas com p-valores menores que 5% ( $p < 0,05$ ).

A equação da regressão linear dos dados experimentais ajustados para o número de ciclos até a ruptura é dada pela Equação (5).

$$N_f = 16395 - 7890 \varepsilon - 5895 f + 3390 \varepsilon f \quad (5)$$

Onde:

$N_f$  = número de ciclos até a ruptura;

$\varepsilon$  = amplitude de deformação (%);

$f$  = frequência de ensaio (Hz);

O modelo linear obtido (Equação 5) mostrou que, assim como nos fios de seção circular, a amplitude de deformação é o fator que tem maior influência sobre o número de ciclos até a ruptura para os fios Ni-Ti com seção transversal retangular, porém a frequência de ensaio tem uma maior influência nos fios de seção retangular em comparação com os fios de seção circular, confirmando o resultado obtido anteriormente através das curvas de Wöhler (Figura 40).

Os resultados obtidos para a análise de variância (ANOVA), análise de regressão e teste F, baseados na Tabela da distribuição de F para  $\alpha = 5\%$ , ou seja, para um nível de 95% de confiança estão apresentados na Tabela 15.

Tabela 15 - Análise de variância (ANOVA) para o número de ciclos até a ruptura ( $N_f$ ) para os fios Ni-Ti superelásticos com seção transversal retangular. (Autoria Própria).

<b>Fonte de Variação</b>	<b>Soma dos Quadrados (S.Q)</b>	<b>Graus de Liberdade (G.L)</b>	<b>Quadrado da Média (Q.M)</b>	<b>Teste F</b>
<b>Regressão</b>	867961800	3	289320600	43,1
<b>Resíduos</b>	26841600	4	6710400	1
<b>Falta de Ajuste</b>	23486475,1	0	0	0
<b>Erro Puro</b>	3355124,9	4	838781,2	0,125
<b>Total</b>	894803400	7	-	-
<b>R<sup>2</sup> (coeficiente de correlação)</b>	97,0%		-	-

Com base nos dados da Tabela 15, temos que  $F_{\text{calculado}}$  (regressão) = 43,1 é maior que o valor de  $F_{\text{tabelado}} = 6,59$ , para um nível de 95% de confiança (Rodrigues & lemma, 2009), portanto, pode-se afirmar que o modelo empírico é estatisticamente significativo. Além disso, como a falta de ajuste é igual a zero e o valor de  $F_{\text{calculado}}$  é mais de quatro vezes maior que o valor de  $F_{\text{tabelado}}$ , pode-se concluir que o modelo obtido também é bem ajustado e preditivo.

A Figura 43 mostra a superfície de resposta Amplitude de deformação (%) x Frequência (Hz) x Número de ciclos até a ruptura obtida através do modelo estatístico. Além disso, apresenta as curvas de nível de  $N_f$  para o domínio de amplitude de deformação e frequência estudadas. Observa-se que o maior valor de  $N_f$  ocorre em valores menores de amplitude de deformação e frequência de ensaio.

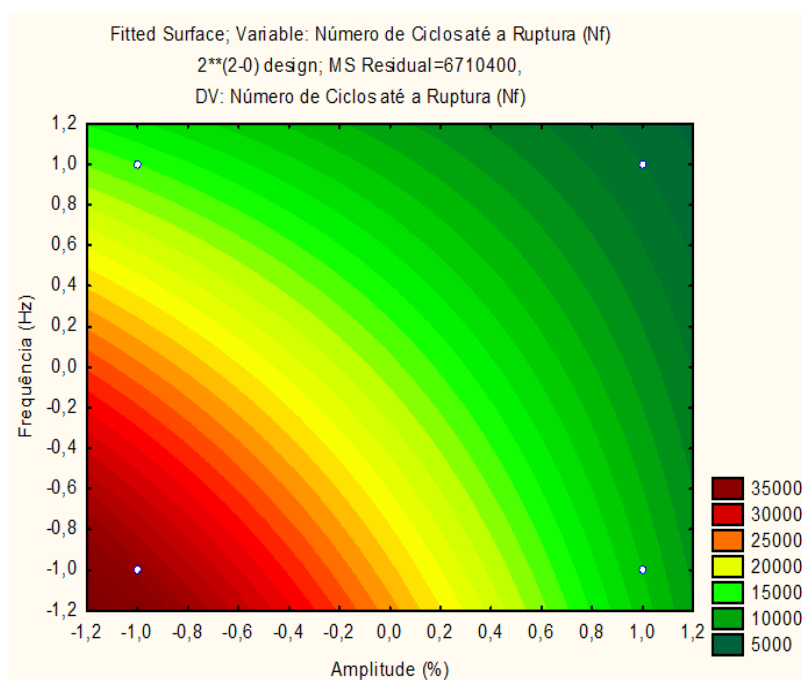


Figura 43 - Curvas de superfície e de nível para traçadas com o modelo obtido no planejamento experimental fatorial para o fio Ni-Ti com seção transversal circular. (Autoria Própria).

### 5.3 Caracterização Pós-fadiga

#### 5.3.1 Análise Térmica: Calorimetria Diferencial de Varredura

Nas Figuras 44 a 47 observam-se os aspectos dos picos de transformação de fase dos fios Ni-Ti, de seção transversal circular e retangular, rompidos durante

os ensaios de fadiga em diferentes amplitudes de deformação (0,7; 1,0; 1,3 e 1,6%). A partir das curvas obtidas, foi possível construir Tabelas que resumem as propriedades térmicas associadas à transformação de fase dos fios rompidos, em comparação com os fios novos. Estas Tabelas estão apresentadas no Apêndice D.

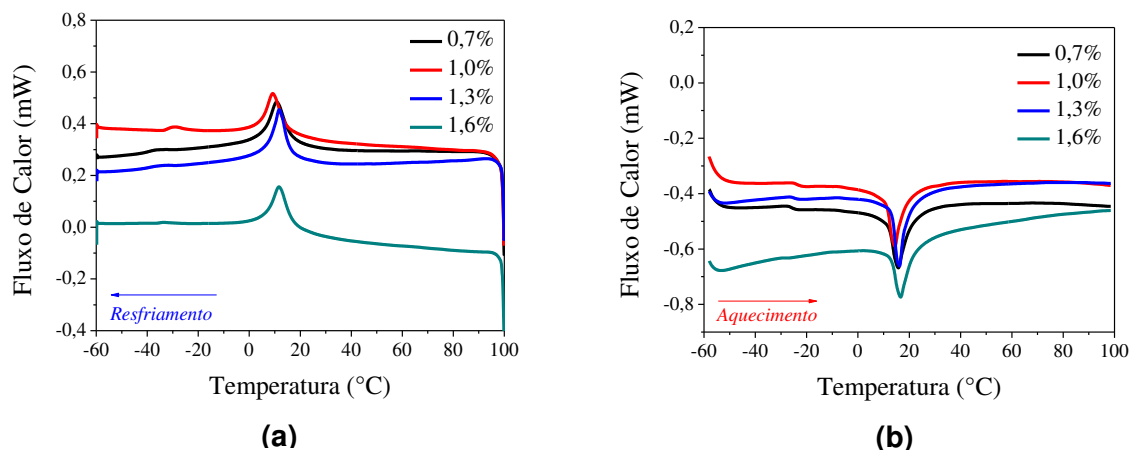


Figura 44 - Análise térmica DSC dos fios Ni-Ti com seção transversal circular após a ruptura nos ensaios de fadiga com frequência de 0,5Hz. (a) Transformação de fase direta. (b) Transformação de fase inversa. (Autoria Própria).

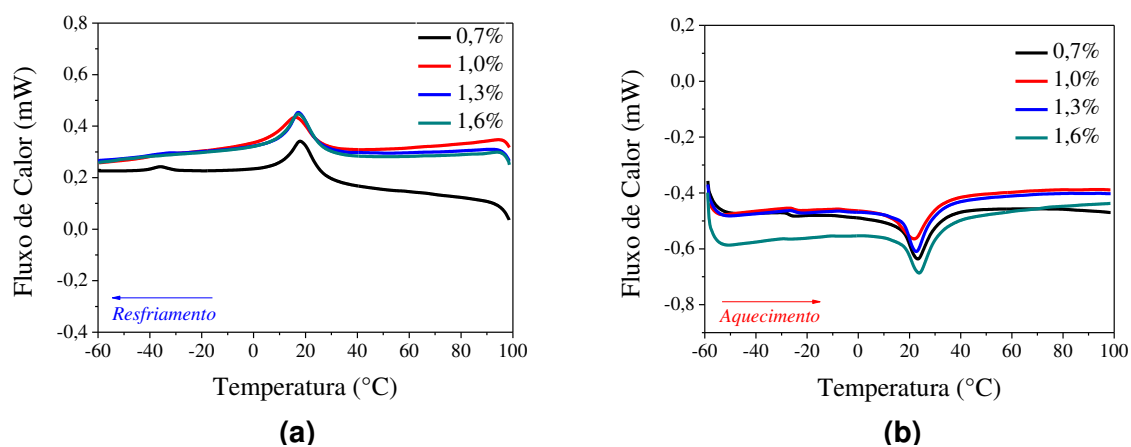


Figura 45 - Análise térmica DSC dos fios Ni-Ti com seção transversal retangular após a ruptura nos ensaios de fadiga com frequência de 0,5Hz. (a) Transformação de fase direta. (b) Transformação de fase inversa. (Autoria Própria).

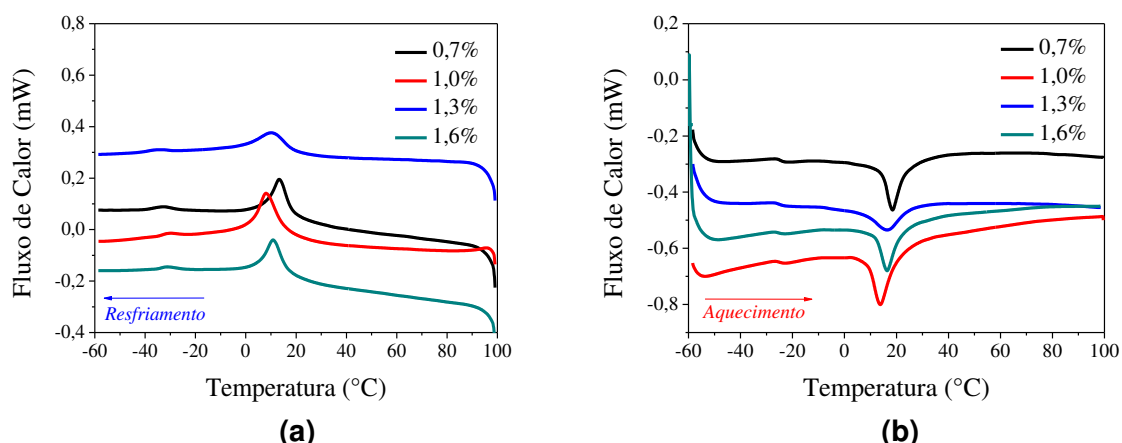


Figura 46 - Análise térmica DSC dos fios Ni-Ti com seção transversal circular após a ruptura nos ensaios de fadiga com frequência de 1Hz. (a) Transformação de fase direta. (b) Transformação de fase inversa. (Autoria Própria).

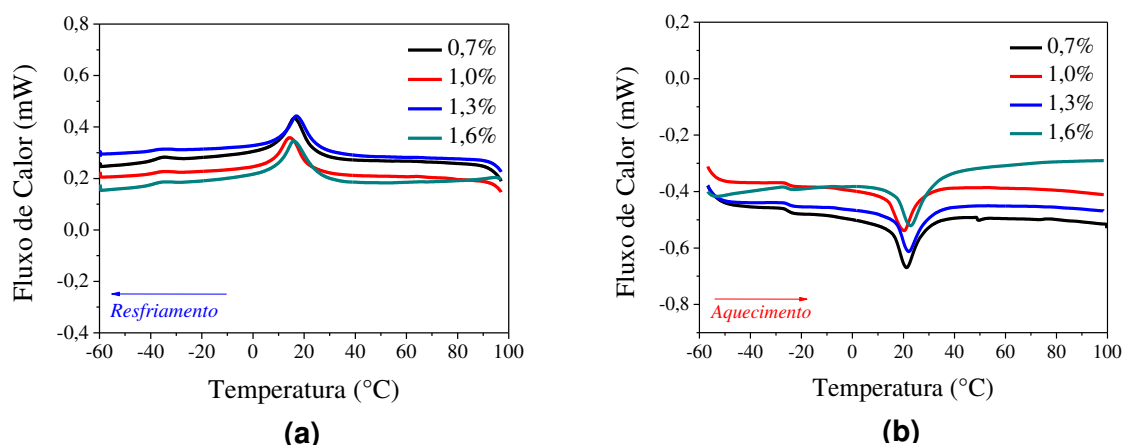


Figura 47 - Análise térmica DSC dos fios Ni-Ti superelásticos com seção transversal retangular após a ruptura nos ensaios de fadiga com frequência de 1Hz. (a) Transformação de fase direta. (b) Transformação de fase inversa. (Autoria Própria).

De um ponto de vista qualitativo, os termogramas das Figuras 44 a 47 revelam que não houve mudanças significativas na aparência dos picos de transformação de fase à medida que a amplitude de deformação aumenta, para ambas as frequências estudadas. Porém, em relação ao fio no estado como recebido (Figura 33), os picos de transformação nos fios Ni-Ti de seção circular ficaram mais “estritos” e “agudos” após os ensaios de fadiga.

Para uma melhor avaliação dos resultados de DSC pós-fadiga dos fios Ni-Ti foram construídos gráficos, mostrando as temperaturas de transformação de pico ( $A_p$  e  $R_p$ ) em função das amplitudes de deformação utilizadas nos ensaios de fadiga

mecânica. A amplitude de deformação indicada nos gráficos como 0% se referem aos fios no estado como recebido. Estes resultados estão apresentados nas Figuras 48 e 49.

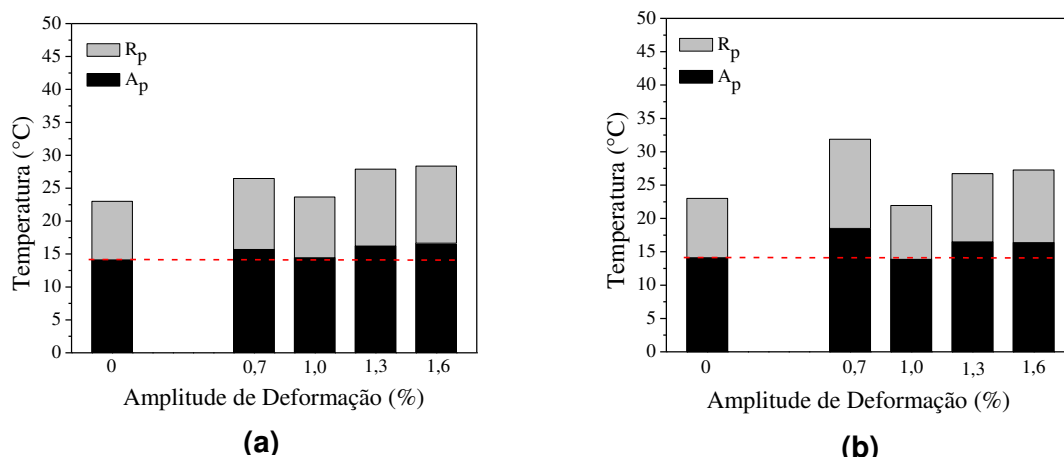


Figura 48 - Evolução das temperaturas de transformação dos fios Ni-Ti superelásticos com seção transversal circular após a ruptura com amplitudes de deformação de 0,7; 1,0; 1,3 e 1,6%. (a) Frequência de 0,5Hz. (b) Frequência de 1,0Hz. (Autoria Própria).

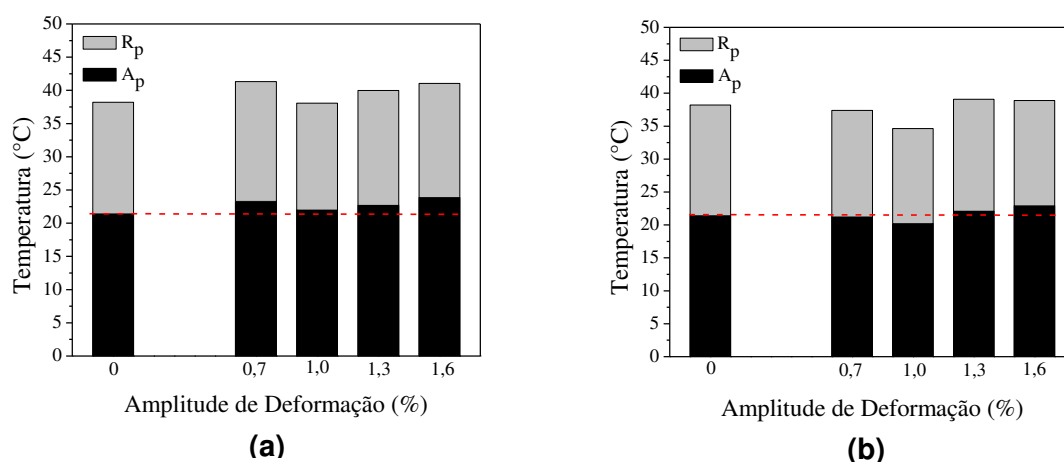


Figura 49 - Evolução das temperaturas de transformação dos fios Ni-Ti superelásticos com seção transversal retangular após a ruptura com amplitudes de deformação de 0,7; 1,0; 1,3 e 1,6%. (a) Frequência de 0,5Hz. (b) Frequência de 1,0Hz. (Autoria Própria).

É possível observar, a partir das Figuras 48 e 49, que na maioria dos casos estudados, os picos referentes às transformações de fase dos fios Ni-Ti com seção circular e retangular se deslocam para temperaturas mais elevadas após os ensaios de fadiga. Em trabalhos anteriores, De Araújo (2001) também observou este deslocamento dos picos de DSC ao submeter fios LMF Ni-Ti-Cu a ciclagem termomecânica sob cargas constantes (tração uniaxial) até a ruptura. Este aumento

nas temperaturas de transformação está relacionado a um aumento do estado de tensões internas na região da fratura, causado pela introdução de defeitos (discordâncias) durante o processo de ciclagem.

### 5.3.2 Análise de Superfícies de Fratura: Microscopia Eletrônica de Varredura

Após serem solicitadas mecanicamente até a ruptura em diferentes amplitudes de deformação, as superfícies de fratura dos fios de LMF Ni-Ti foram analisadas em MEV. As imagens foram capturadas com aumentos de 250x e 1000x para melhor avaliar a superfície do material no estado de pós-fadiga, conforme é possível visualizar nas Figuras 50 a 53, para os três maiores níveis de deformação.

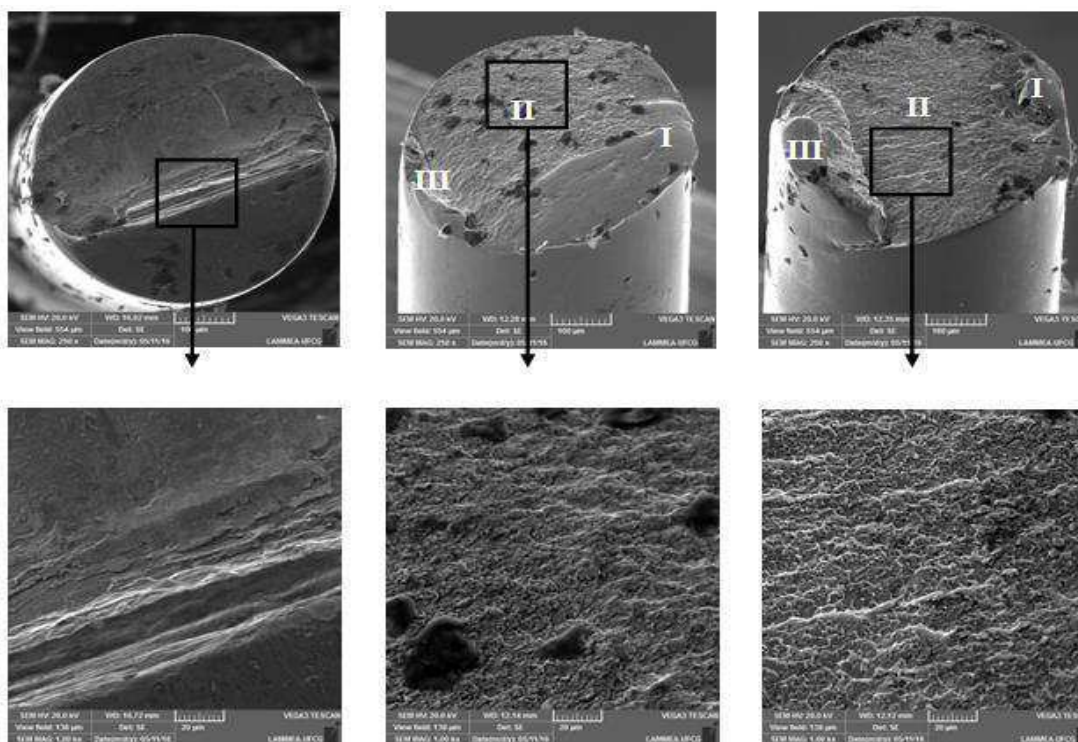


Figura 50 - Superfícies de fratura dos fios Ni-Ti de seção transversal circular e frequência de 0,5Hz. Amplitude de deformação de (a) 1,0% (16650 ciclos); (b) 1,3% (12240 ciclos); (c) 1,6% (6480 ciclos). (Autoria Própria).

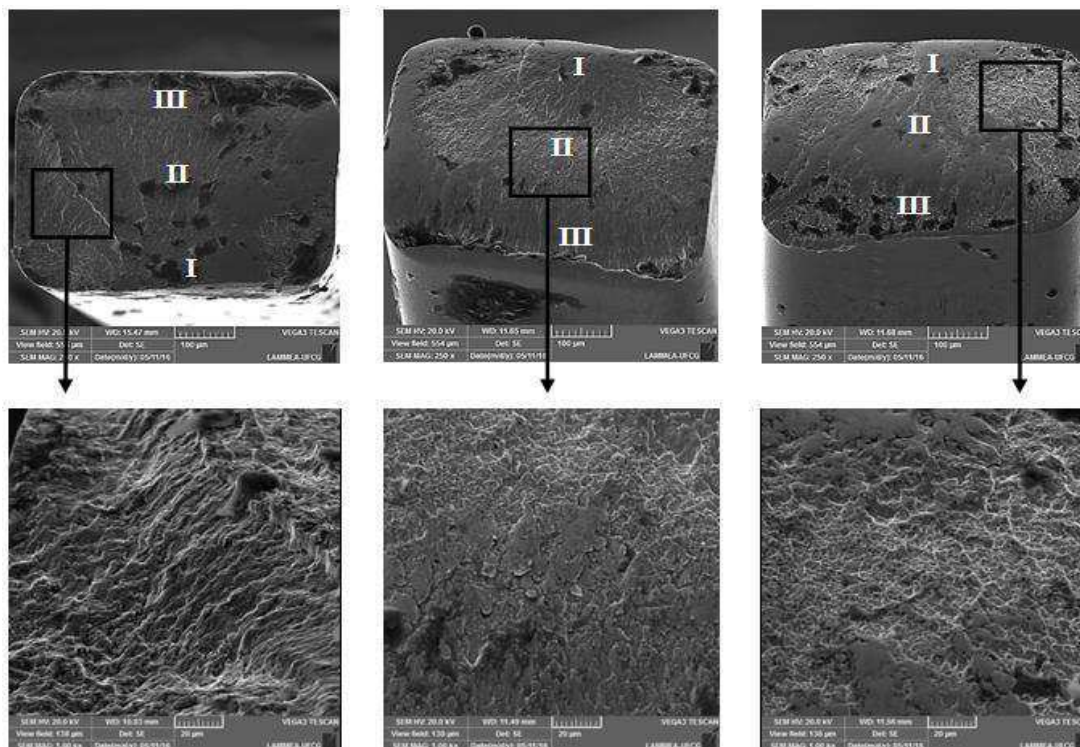


Figura 51 - Superfícies de fratura dos fios Ni-Ti de seção transversal retangular e frequência de 0,5Hz. Amplitude de deformação de (a) 1,0% (15360 ciclos); (b) 1,3% (10410 ciclos); (c) 1,6% (6390 ciclos). (Autoria Própria).

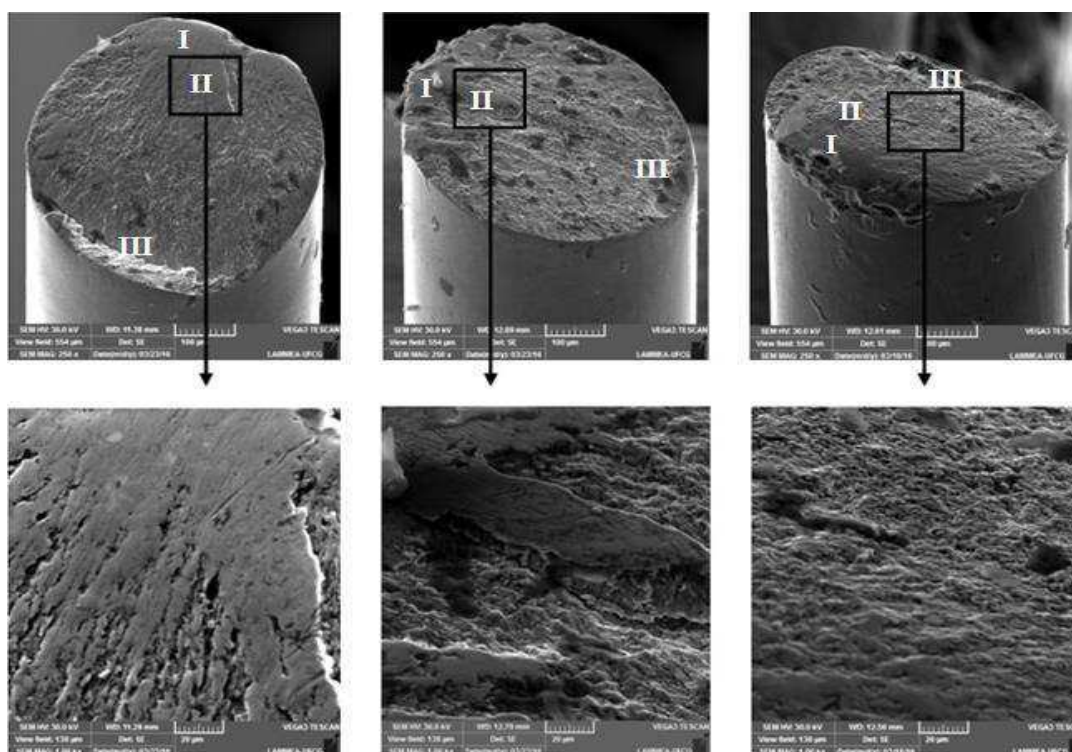


Figura 52 - Superfícies de fratura dos fios Ni-Ti de seção transversal circular e frequência de 1Hz. Amplitude de deformação de (a) 1,0% (22080 ciclos); (b) 1,3% (18300 ciclos); (c) 1,6% (7920 ciclos). (Autoria Própria).



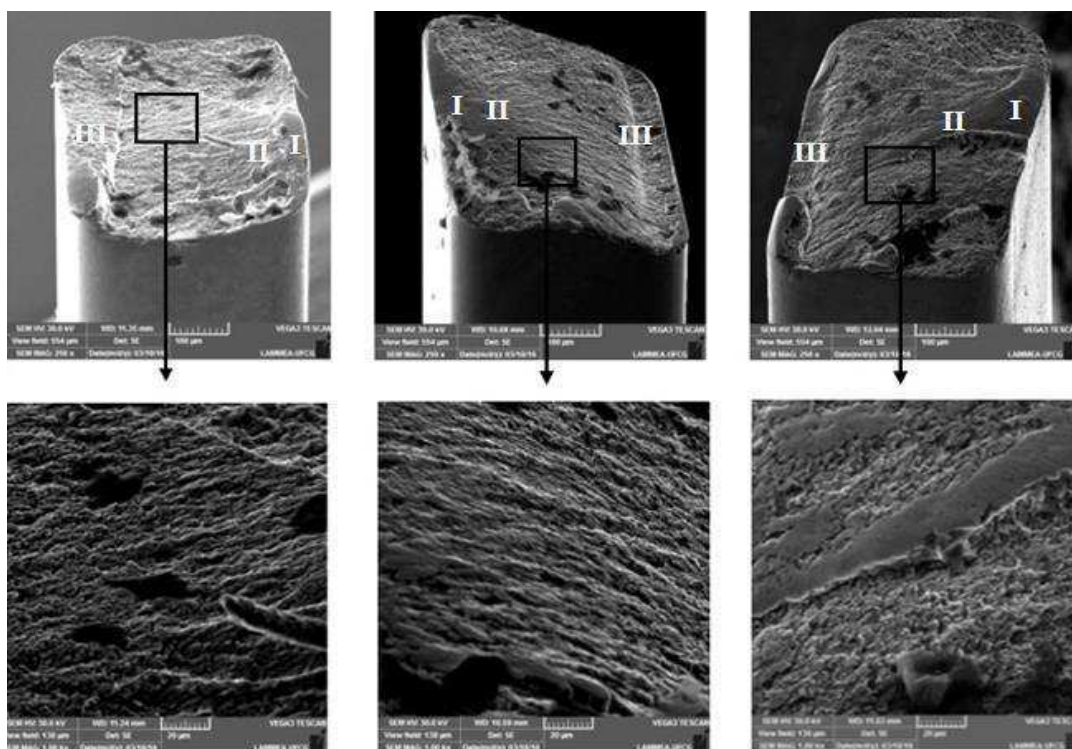


Figura 53 - Superfícies de fratura dos fios Ni-Ti de seção transversal retangular e frequência de 1Hz. Amplitude de deformação de (a) 1,0% (9960 ciclos); (b) 1,3% (5640 ciclos); (c) 1,6% (6480 ciclos). (Autoria Própria).

De uma maneira geral, as superfícies de fratura, tanto dos fios de seção circular quanto os de seção retangular submetidos aos testes cíclicos em flexão alternada revelaram fraturas típicas de falha por fadiga, apresentando os três estágios de desenvolvimento (representados nas imagens por I, II e III). O estágio I corresponde ao surgimento de uma ou mais microtrincas, enquanto o estágio II refere-se à propagação das micro a macrotrincas. Já no estágio III, o material remanescente não pode mais suportar as cargas, resultando na fratura.

Verifica-se que, em todos os casos estudados, a nucleação de trincas ocorre na superfície dos fios. Isto acontece devido às irregularidades da superfície, como por exemplo, arranhões, poros e inclusões que atuam como concentradores de tensão durante o carregamento cíclico. (Eggeler *et al.*, 2004).

Ainda observando as imagens das Figuras 50 a 53, nota-se que o aspecto das superfícies dos fios, em geral, revela uma mistura de fratura frágil e dúctil, mostrando um aspecto escavado (*dimples*) em algumas regiões e uma superfície mais lisa em outras. Verifica-se, ainda, que as superfícies de fratura dos fios Ni-Ti

com seção transversal retangular apresentam maior proporção de regiões características de fraturas frágeis em comparação com os fios de seção circular. Isto pode ocorrer devido ao tipo de geometria utilizada na ferramenta de trefilação dos fios retangulares, induzindo uma maior quantidade de discordâncias durante o processo de fabricação. Isto justifica, além de uma maior presença de poros e ranhuras, uma conseqüente menor vida em fadiga para fios Ni-Ti com seção retangular.

Observa-se que apesar das vidas em fadiga serem diferentes para os fios Ni-Ti com seções transversais distintas e para diferentes amplitudes de deformação e frequências de carregamento, as superfícies de fratura foram semelhantes entre si, ainda que não tenha sido possível comparar os formatos das trincas para tempos iguais de ensaios.

## 6 CONCLUSÕES

Este trabalho teve por objetivo a análise do comportamento em fadiga de fios de LMF Ni-Ti superelásticos, de seção transversal circular e retangular, submetidos a testes cíclicos de fadiga mecânica em modo de flexão simples alternada (*Single Cantilever*) para frequências de carregamento de 0,5 e 1Hz e diferentes amplitudes de deformação (0,7 a 1,6%). Os resultados obtidos permitiram estabelecer às seguintes conclusões:

A partir dos ensaios cíclicos, foi possível constatar que parâmetros como a amplitude de deformação, frequência de carregamento e a seção transversal dos fios, influenciam diretamente a vida em fadiga de fios Ni-Ti em regime de ciclagem mecânica utilizando um equipamento de DMA;

As curvas de Wöhler comprovaram que a vida em fadiga diminui com o aumento da amplitude de deformação mecânica aplicada aos fios de ambas as seções transversais (circular e retangular). Por outro lado, não foi constatada uma dependência clara da frequência de carregamento. Além disso, a vida em fadiga estrutural, traduzida em termos do número de ciclos até a ruptura, apresenta maior dependência da amplitude de deformação aplicada do que da frequência de carregamento;

Com base na técnica de planejamento fatorial e a análise de variância (ANOVA) foi possível a otimização das variáveis que influenciam a vida em fadiga estrutural dos fios LMF Ni-Ti, além da obtenção de modelos estatisticamente significativos e bem ajustados ao nível de 95% de confiança;

No que diz respeito à fadiga funcional, observou-se que em um primeiro momento ocorre um ligeiro aumento no nível de força necessária para impor as deformações prescritos (0,7 a 1,6 %) em ambos os fios. Em seguida, esse nível de força se estabiliza e permanece praticamente constante até iniciar um decaimento que indica o início do processo de ruptura;

As superfícies de fraturas dos fios Ni-Ti, tanto com seção transversal circular como retangular apresentaram características típicas de fratura por fadiga com mistura de fratura frágil e dúctil. Além disso, verificou-se que a nucleação de trincas ocorre na superfície dos fios.

No geral, os fios Ni-Ti de seção transversal circular (0,5 mm) apresentaram maior vida em fadiga que os fios de seção retangular (0,40 x 0,55 mm). Para níveis de amplitude de deformação entre 0,7% e 1,6%, em ambas as seções transversais, a vida em fadiga ficou situada entre  $10^3$  e  $10^5$  ciclos, caracterizando uma fadiga de baixo ciclo.

## 7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Com base nos resultados e conclusões obtidos neste trabalho, é possível sugerir as seguintes contribuições para trabalhos futuros:

- Aplicar frequências de carregamento mais elevadas, superiores a 1Hz, e verificar se existe influência direta na vida em fadiga estrutural e funcional nos fios de LMF Ni-Ti;
- Realizar um estudo avaliando a influência da temperatura em ensaios de fadiga mecânica por controle de deformação utilizando um equipamento de DMA;
- Realizar os mesmos tipos de carregamentos mecânicos trabalhados aqui, mas agora em fios de seção transversal circular e retangular que apresentem fase martensita estável, e posteriormente comparar esses resultados com os fios superelásticos.

## REFERÊNCIAS

- AMARAL, B. A. F. **Vigas de GFRP Reforçadas com Ligas de Memória de Forma**. 2014. 64f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil), Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa, Lisboa, 2014.
- ARAÚJO, S. S. **Comportamento Dinâmico e Fadiga Termomecânica de Atuadores de Ligas CuAlNi com Memória de Forma**. 2015. 116f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica), Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2015.
- ASTM F2516 – 14. **Standard Test Method for Tension Testing of Nickel-Titanium Superelastic Materials**, 2015.
- AURICCHIO, F. A Robust Integration-Algorithm for a Finite-Strain Shape-Memory-Alloy. **International Journal of Plasticity**. V. 17, p. 971 – 990, 2001
- BANZATTO, D. A.; KRONKA, S. do N. **Experimentação agrícola**. 4ªEd.: Editora FUNEP, Jaboticabal, 2006. ISBN 85-87632-71-X.
- BARBARINO, S. **Smart Morphing Concepts and Applications for Advanced Lifting Surfaces**. 2009. 463f. PhD Thesis in Aerospace Engineering. University of Napoli “Federico II”. Napoli, Italy, 2009.
- BARBARINO, S.; FLORES, E. I. S.; AJAJ, R. M.; DAYYANI, I.; FRISWELL, M. I. A Review on Shape Memory Alloys with Applications to Morphing Aircraft. **Smart Mater. Struct.**, v. 23, p. 1- 19, 2014.
- BARRON RESEARCH GROUP, 2015. Geometrical Characteristics of the Seven Crystal Systems. Disponível em: <[http://barron.rice.edu/Courses/360/360\\_geometrichandouts\\_01.pdf](http://barron.rice.edu/Courses/360/360_geometrichandouts_01.pdf)>. Acesso em 18/10/2015.
- BARROS NETO, B.; SCARMINIO, I. S.; BRUNS, R. E. **Como Fazer Experimentos: Pesquisa e Desenvolvimento na Ciência e na Indústria**. 2ª Ed.: Editora da Unicamp, Campinas, 2001. ISBN 8526806661.
- BATHIAS, C.; PINEAU, A. **Fatigue of Materials and Structures: Fundamentals**. Wiley, 2010. ISBN 978-1-84821-051-6
- BEEBE, K. R.; KOWALSKI, B. R. An Introduction to Multivariate Calibration and Analysis. **Anal. Chem.**, v. 59, p.1007-1017, 1987.
- BOX, G. E. P.; HUNTER, W. G.; HUNTER, J. S. **Statistics for experimenters: an introduction to design, data analysis and model building**. New York, Wiley, 1978. ISBN 0471093157.

BOX, G. E. P.; HUNTER, J. S.; HUNTER, W. G. **Statistics for Experimenters Design, Innovation, and Discovery**. Editora Wiley-Interscience, 2a ed., Nova Jersey, EUA, 2005. ISBN: 978-0-471-71813-0.

BRANDÃO, R. P. **Projeto Mecânico de uma Máquina de Ensaio de Fadiga por Flexão Rotativa**. 2013. 68f. Projeto de Graduação (Engenharia Mecânica). Escola Politécnica da Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2013.

BUEHLER, W. J.; WANG, F. E. A Summary of Recent Research on the NiTiNol Alloys and Their Potential Application in Ocean Engineering. **Ocean Eng**, v. 1, p. 105-108, 1968.

BUTTON, S. T. Metodologia para Planejamento Experimental e Análise de Resultados, 2012. Disponível em: <<http://www.fem.unicamp.br/~sergio1/pos-graduacao/IM317/apostila.pdf>>. Acesso em 09/11/2015.

CALLISTER, W. D. Jr. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**. LTC Editora S.A, 5ª Edição, 2000. ISBN 9788521621249.

CAO, W.; CUDNEY, H. H.; WASER, R. Smart Materials and Structures. Fourth annual German-American Frontiers of Science symposium. **Proc. Natl. Acad. Sci. USA**, v. 96, p. 8330–8331, 1999.

CHERNENKO, V. A.; KOKORIN, V. V.; BABII, O. M.; ZASIMCHUK, I. K. Phase Diagrams in the Ni-Mn-Ga System Under Compression. **Intermetallics**, v. 6, p. 29-34, 1998.

CHLUBA, C.; GE, W.; MIRANDA, R. L.; STROB, J.; KIENLE, L.; QUANDT, E.; WUTTIG, M. Ultralow-Fatigue Shape Memory Alloy Films. **Science**, v. 348, n. 6238, p. 1004-1007, 2015.

COSTA, M. C. B.; ALMEIDA, C. R. R. A Importância do Ensino da Ferramenta de Planejamento Fatorial para Estudantes de Engenharia. In: XXXIX Congresso Brasileiro de Educação em Engenharia (COBENGE). Blumenau (SC), 2011.

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.

DE CASTO, W. B. **Planejamento e Otimização de Processos**. Notas de aula, 2015.

DE OLIVEIRA, H. M. R.; GRASSI, E. N. D.; de ARAÚJO, C. J. "Caracterização Dinâmica da Resposta Superelástica de Fios de Liga com Memória de Forma". In VII Congresso Nacional de Engenharia Mecânica - CONEM 2012, São Luís – MA, Brasil, 2012.

DIAS, R. F. **Efeito da Deformação Cíclica nas Propriedades Mecânicas de uma Liga Níquel-Titânio Superelástica**. 2005. 158f. Tese (Doutorado em Engenharia

Metalúrgica e de Minas). Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2005.

EGGELER, G.; HORNBOGEN, E.; YAWNY, A.; HECKMANN, A.; WAGNER, M. Structural and Functional Fatigue of NiTi Shape Memory Alloys. **Materials Science and Engineering**, v. 378, p.24-33, 2004.

FAIRWEATHER, J. A. **Designing with Active Materials: An Impedance Based Approach**. 1998. 196f. Ph.D Thesis - Rensselaer Polytechnic Institute, 1998.

FERČEC, J.; ANŽEL, I.; RUDOLF, R. Stress Dependent Electrical Resistivity of Orthodontic Wire From the Shape Memory Alloy NiTi. **Materials & Design**, v. 55, p. 699-706, 2014.

FERNANDES, F. M. B. **Ligas com memória de forma**, Departamento de Ciências dos Materiais / CENIMAT, Universidade de Lisboa, Lisboa, p. 1-32, 2006.

FIGUEIREDO, A. M.; MODENESI, P.; BUONO, V. Low-Cycle Fatigue Life of Superelastic Ni-Ti Wires. **International Journal of Fatigue**, v. 31, p. 751-758, 2009.

FOREMAN, J.; REED, K. Dynamic Mechanical Analyzers: How Do They Work?. Disponível em:<[http://www.tainstruments.com/library\\_download.aspx?file=TA229.PDF](http://www.tainstruments.com/library_download.aspx?file=TA229.PDF)>. Acesso em: 28/10/2015.

GALDÁMEZ, E. V. C. **Aplicação das Técnicas de Planejamento e Análise de Experimentos de Melhoria da Qualidade de um Processo de Fabricação de Produtos Plásticos**. 2002. 121f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Produção). Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo, São Carlos, 2002.

GANDHI, M. V.; THOMPSON, B. S. **Smart Materials and Structures**, Chapman & Hall, New York, 1992. ISBN 0412370107.

GRASSI, E. N. D. **Comportamento Termomecânico de Minimolas Superelásticas de NiTi: Influência de Tratamentos Térmicos**. 2014. 115f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica), Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2014.

ICKERT, F. **Ensaio de Fadiga por Flexão para Eixos Desenvolvidos com Diferentes Materiais**. 2014. 46f. Trabalho de Conclusão de Curso (Engenharia Mecânica). Faculdade de Horizontina (FAHOR), Horizontina, 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.

JANOCHA, H. **Adaptronics and Smart Structures – Basics, Materials, Designs and Application**. Edited by Janocha, H., Springer Science & Business Media, Germany 1999. ISBN 978-3-540-71967-0.



KANG, G.; SONG, D. Review on Structural Fatigue of NiTi Shape Memory Alloys: Pure Mechanical and Thermo-Mechanical Ones. **Theoretical and Applied Mechanics Letters**, v. 5, n. 6, p. 245-254, 2015.

KIM, Y. Fatigue Properties of the Ti-Ni Base Shape Memory Alloy Wire. **Materials Transactions**, v. 43, p. 1703-1706, 2002.

KRISHNAN, R.V.; DELAEY, L.; WARLIMONT, H.; TAS, H. Thermoelasticity, Pseudoelasticity and the Memory Effects Associated with Martensitic Transformations: Part. 1- Structural and Microstructural Changes. **Journal of Materials Science**, v. 9, p. 1521-1535, 1974.

LAGOUDAS, D. C. **Shape Memory Alloys – Modeling and Engineering Application**. Edited by Lagoudas, D. C., Springer, Texas-USA, 2008. ISBN 978-0-387-47685-8.

LIN, Z.; PIKE, K.; SCHLUN, M.; ZIPSE, A.; Draper, J. Nitinol Fatigue Life for Variable Strain Amplitude Fatigue. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 21, n. 12, 2012.

MAHTABI, M. J.; SHAMSAEI, N.; ELAHINIA, M. H. Fatigue of Shape Memory Alloys In: ELAHINIA, M. H. (Ed.). **Shape Memory Alloy Actuators: Design, Fabrication, and Experimental Evaluation**. John Wiley & Sons, p.155-190, 2016.

MANSON, S. S.; HALFORD, G. R. **Fatigue and Durability of Structural Materials**. ASM International, 2006. ISBN: 0-87170-825-6

MENARD, K. P. **Dynamic Mechanical Analysis: A Practical Introduction**. CRC Press, 1999. ISBN 1420053124.

MEYERS, M. A.; CHAWLA, K. K. Mechanical Behavior of Marerials. **Prentice Hall : New Jersey**, 1999. ISBN 0521866758.

MIHÁLCZ, I. Fundamental Characteristics and Design Method for Nickel-Titanium Shape Memory Alloy. **Periodica Polytechnica Ser Mech Eng**, v. 45, p.75-86, 2001.

MIYAZAKI, S. Development and Characterization of Shape Memory Alloys. In: FREMOND, M.; MIYAZAKI, S. Shape Memory Alloys. **International Centre for Mechanical Sciences**. Springer Wien New York, 1996. p. 69-147.

MIYAZAKI, S.; MIZUKOSHI, K.; UEKI, T.; SAKUMA, T.; LIU, Y. Fatigue Life of Ti–50 at% Ni and Ti–40Ni–10Cu (at%) Shape Memory Alloys Wires. **Materials Science and Engineering A**, v. 273–275, 668–672, 1999.

MOHRI, M.; NILI-AHMADABADI, M. Phase Transformation and Structure of Functionally Graded NiTi Bi-layer Thin Films With Two-Way Shape Memory Effect. **Sensors and Actuators A: Physical**, v. 228, p. 151-158, 2015.

MOIA, D. G. **Previsão da vida em fadiga de materiais metálicos Parte I: Estudo Preliminar da vida em fadiga do aço ABNT1016 recozido**. 2001. 40f. Relatório final. Departamento de Mecânica, Faculdade de Engenharia Industrial, 2001.

MONTGOMERY, D.C. **Diseño y análisis de experimentos**. Limusa Wiley, 1991. INSB 968-18-6156-6.

MONTGOMERY, D. C. **Desing and Analysis of Experiments**. 7<sup>th</sup> ed. Hoboken: J. Wiley, 2008. ISBN 1118146921.

NEELAKANTAN, L.; ZGLINSKI, J. K.; FROTSCHER, M.; EGGELER, G. Design and Fabrication of a Bending Rotation Fatigue Test Rig for *in situ* Electrochemical Analysis During Fatigue Testing of NiTi Shape Memory Alloy Wires. **Review of Scientific Instruments**, v. 84, p. 1-5, 2013.

NESPOLI, A.; VILLA, E.; PASSARETTI, F. Functional Properties and Morphology of NiTi Articulated Actuation Elements During Thermo-Mechanical Cyclic Tests. **Metals and Materials International**, v. 21, n. 3, p. 504-510, 2015.

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.

NORTON, R. L. **Projeto de Máquinas: Uma Abordagem Integrada**. Bookman, 2<sup>a</sup> edição, 2004. ISBN 9788582600221.

OTSUKA, K.; KAKESHITA, T. Science and Technology of Shape Memory Alloys: New Developments. **Mrs Bulletin**, v. 27, p. 91-100, 2002.

OTSUKA, K.; SHIMIZU, K. Pseudoelasticity and Shape Memory Effects in Alloys. **International Metals Reviews**. v. 31, p. 93-114, 1986.

OTSUKA, K.; WAYMAN, C.M. **Shape Memory Materials**. Cambridge University Press, 1998. ISBN 0 521 663849.

OTUBO, J.; MEI, P. R.; KOSHIMIZU, S. Materiais com Efeito de Memória de Forma: Características Principais e Possíveis Aplicações. In: XIV Congresso Brasileiro de Engenharia Mecânica – COBEM, Bauru, SP, 1997.

OZBULUT, O. E.; HURLEBAUS, S. "Neuro-fuzzy Modeling of Temperature and Strainrate-dependent Behavior of NiTi Shape Memory Alloys for Seismic Applications". **Journal of Intelligent Material Systems and Structures**, vol. 21, n. 8, pp. 837-849, 2010.

PAULA, A. S. **Tratamentos Termomecânicos de Ligas do Sistema NiTi: Caracterização Estrutural e Optimização das Propriedades Associadas ao Efeito de Memória de Forma**. 2006. 340f. Tese (Doutorado em Ciência dos Materiais). Departamento de Ciência dos Materiais, Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa, Lisboa, 2006.

PELTON, A. R.; DICELLO, J.; MIYAZAKI, S. Optimization of Processing and Properties of Medical Grade NiTi Wire. **Min InvasTher& Allied Technol**, v.9, p.107-118, 2000.

PERKINELMER. Dynamic Mechanical Analysis Basics: Part 1 How DMA Works, 2007. Disponível em: <[http://www.perkinelmer.com/CMSResources/Images/4474304app\\_thermaldynmechanalybasicspart1.pdf](http://www.perkinelmer.com/CMSResources/Images/4474304app_thermaldynmechanalybasicspart1.pdf)>. Acesso em: 28/10/2015.

PRYMAK, O.; KLOCKE, A.; KAHL-NIEKE, B.; EPPLE, M. Fatigue of Orthodontic Nickel-Titanium (NiTi) Wires in Different Fluids Under Constant Mechanical Stress. **Materials Science and Engineering A**, v. 378, p. 110-114, 2004.

RAMOS, C. A. X. **Materiais Compósitos Inteligentes**. 2006. 304f. Tese (Doutorado em Ciências da Engenharia). Departamento de Engenharia Mecânica e Gestão Industrial, Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto, 2006.

RAMOS, A. D. O. **Fadiga Funcional e Estrutural de Fios de Ligas NiTi com Memória de Forma em Regime Superelástico**. 2012. 106f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica), Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2012.

RAO, A.; SRINIVASA, A. R.; REDDY, J. N. Desing of Shape Memory Alloy (SMA) Actuators. **Springer**, 2015. ISBN 978-3-319-03187-3.

RODRIGUES, M. I.; IEMMA, A. F. Planejamento de Experimentos e Otimização de Processos. **Editora Casa do Pão**, 2. ed., Campinas, São Paulo, 2009.

ROGERS, C. A. Intelligent Material Systems- The Dawn of a New Materials Age. **Journal of Intelligent Materials System and Structures**, v. 4, p. 4-12, 1993.

ROSA, E. **Análise de Resistência Mecânica: Mecânica da Fratura e Fadiga**. Universidade Federal de Santa Catarina - UFSC, Departamento de Engenharia Mecânica, Grupo de Análise e Projeto Mecânico, Florianópolis, 2002. Disponível em: < <http://grante.ufsc.br/download/Fadiga/FADIGA-Livro-Edison-da-Rosa.pdf>>. Acesso em 05/07/2016.

ROTHBARTH, C. P. **Resistência à Fadiga Cíclica de Instrumentos Rotatórios de Níquel-Titânio de Diferentes Características Geométricas Antes e Após o Uso**. 2006. 74f. Dissertação (Mestrado em Odontologia). Universidade Federal do Pará-UFPA, Belém, 2006.

ROY, D.; BURAVALLA, V. MANGALGIRI, P. D. ALLEGAVI, S. RAMAMURTY, U. Mechanical Characterization of NiTi SMA Wires Using a Dynamic Mechanical Analyzer. **Materials Science and Engineering A**, v. 494, p. 429-435, 2008.

ROYLANCE, D. **Mechanical Properties of Materials**. MIT, 2008.

SAIKRISHNA, C. N.; RAMAIAH, K. V.; VIDYSHANKAR, B.; BHAUMIK, S. K. Functional Fatigue in NiTi Shape Memory Alloy Wires – A Comparative Study. National Conference on Smart Materials Structures and Systems, Coimbatore, Índia, 2012

SANTOS, F. P. A. **Vibration Control with Shape-Memory Alloys: In Civil Engineering Structures**. 2011. 266f. Tese (Doutorado em Engenharia Civil). Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa, 2011.

SAWAGUCHI, T.; KAUSTRÄTER, 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. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 34A, p.2847-2860, 2003.

SCHROEDER, T. A.; WAYMAN, C. M. The Two-Way Shape Memory Effect and Other “Training” Phenomena In Cu-Zn Single Crystals. **Scripta Metallurgica**, v. 11, p. 225-230, 1977.

SCHROOTEN, J.; MICHAUD, V.; PARTHENIOS, J.; PSARRAS, G. C.; GALIOTIS, C.; GOTTHARDT, R.; MANSON, J.; HUMBEECK, J. V. Progress on Composites with Embedded Shape Memory Alloy Wires. **Materials Transactions**, v.43, p. 961-973, 2002.

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

SHIGLEY, J. E. **Projeto de Engenharia Mecânica**. Bookman, Michigan – USA, 2005. ISBN 8536305622.

SILVA, N. J. **Estudo do Comportamento Termomecânico de uma Liga Ni-Ti com Memória de Forma Usando Análise Dinâmico-Mecânica (DMA)**. 2009. 95f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais). Programa de Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2009.

SILVA, N.J.; ARAÚJO, C.J.; GONZALEZ, C.H.; GRASSI, E.N.D.; OLIVEIRA, C.A.N. Estudo Comparativo das Propriedades Dinâmicas de uma Liga NiTi com Memória de Forma e Materiais Estruturais Clássicos. **Revista Matéria**, v. 16, p. 830 - 835, 2011.

SILVA, P. C. S. Comunicações Pessoais. Laboratório Multidisciplinar de Materiais e Estrutura Ativas (LaMMEA), UAEM/CCT/UFCG, 2016. Em: 05/08/2016

SOH, C. K.; YANG, Y.; BHALLA, S. **Smart Materials in Structural Health Monitoring, Control and Biomechanics**, Zhejiang University Press, Springer, 2012. ISBN 978-3-642-24462-9.

SONG, G.; MA, N.; LI, H. N. Applications of Shape Memory Alloys in Civil Structures. **Engineering Structures**, v. 28, p. 1266-1274, 2006.

STALMANS, R.; HUMBEECK, J. V.; DELAEY, L. The Two-Way Memory Effect in Copper-Based Shape Memory Alloys- Thermodynamics and Mechanisms. **Acta Metallurgica et Materialia**, v. 40, p. 2921- 2931, 1992.

STÖCKEL, D.; YU, W. Superelastic NiTi Wire. **Wire Journal International**, p.45-50, 1991.

STROHAECKER, T. **Mecânica da Fratura**. PPGEM-UFRGS, Porto Alegre, 1999.

SURESH, S. **Fatigue of Materials**. Cambridge University Press, 2004. ISBN: 0521570468

PARIS, P.; ERDOGAN, F. A Critical Analysis of Crack Propagation Laws. **Journal of Basic Engineering**. v.85, p. 528-533, 1963.

TA INSTRUMENTS. DMA Q800, Catálogo de Equipamentos, 2010. Disponível em: <<http://www.tainstruments.com/pdf/brochure/dma.pdf>>. Acesso em: 28/10/2015.

TURNER, T. L. SMA Hybrid Composites for Dynamic Response Abatement Applications. In: 7<sup>th</sup> International Conference on Recent Advances in Structural Dynamics. University of Southampton, Southampton (UK), 2000.

VAN HUMBEECK, J.; STALMANS, R. Characteristics of shape memory alloys, In: OTSUKA, K.; WAYMAN, C.M. Shape Memory Materials. (Ed.). **United Kingdom: Cambridge University Press**, 1998. p. 149-183.

VAN VLACK, L. H., **Princípios de Ciência dos Materiais**, Michigan – USA, 1964.

WAGNER, M.; SAWAGUCHI, T.; KAUSTRÄTER, G.; HÖFFKEN, D.; EGGELER, G. Structural Fatigue of Pseudoelastic NiTi Shape Memory Wires. **Materials Science and Engineering A**, v. 378, p. 105-109, 2004.

WANHILL, R. J. H. **Milestone Case Histories in Aircraft Structural Integrity**. NLR Technical Publication NLR-TP-2002-521, National Aerospace Laboratory NLR, Amsterdam, 2002.

WEI, Z.G.; SANDSTROM, R.; MIYAZAKI, S. Review Shape-Memory Materials and Hybrid Composites for Smart Systems- Part I Shape-Memory Materials. **Journal of Materials Science**, v. 33, p. 3743-3762, 1998.

WETTON, R. E. Developments in Polymer Characterization In: DAWKINS, J. V. (Ed.). **Elsevier Applied Sci**. Publishers: London, 1986, p. 179.

WU, S. K.; LIN, H. C. Recent Development of NiTi Based Shape Memory Alloys in Twain. **Materials Chemistry and Physics**, v. 64, p. 81-92, 2000.

YAHIA, L.H. **Shape Memory Implants**. Springer Verlag, 2000. ISBN 978-3-642-64118-3.

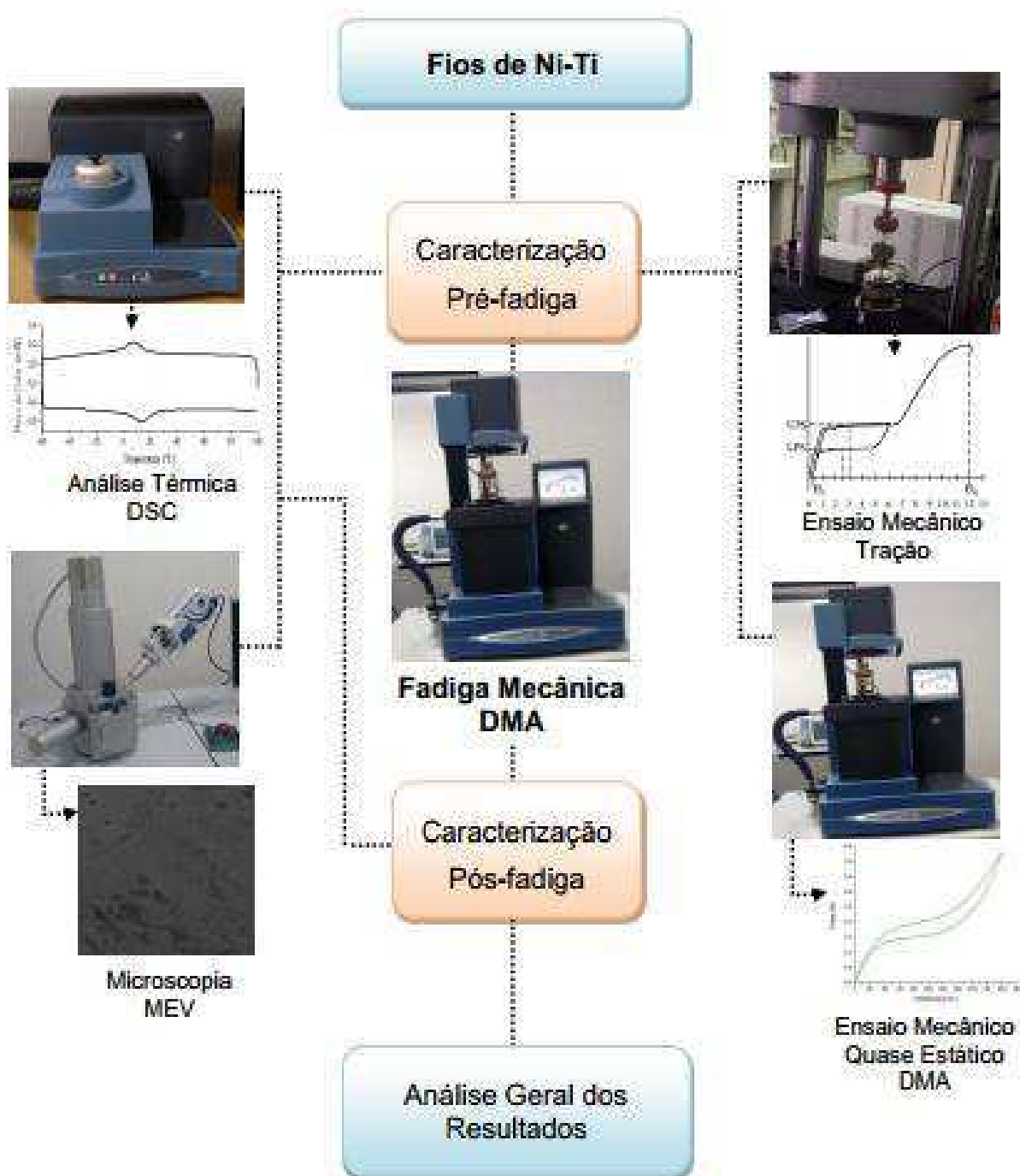
YAN, X.; GE, Y.; VAN HUMBEECK, J. Influence of Annealing on the Stress-Assisted Two-Way Memory Effect in Cold-Worked NiTi Wire. **Advanced Engineering Materials**, v. 17, p. 162-166, 2015.

YU, H. J.; WANG, Z. G.; ZU, X. T.; YANG, S. Z.; Wang, L. M. Temperature Memory Effect in Two-Way Shape Memory TiNi and TiNiCu Springs. **Journal of Materials Science**, v. 41, p. 3435-3439, 2006.

ZANABONI, E. **One Way and Two Way-Shape Memory Effect: Thermo-Mechanical Characterization of NiTi wires**. 2008. 81f. Magistrale in Ingegneria Biomedica, Dipartimento di Meccanica Strutturale, Università Degli Studi di Pavia, Italia, 2008.

## APÊNDICE

### APÊNDICE A – Fluxograma da metodologia adotada no trabalho



**APÊNDICE B** – Cálculos Realizados no Planejamento Experimental para o Fio Ni-Ti com Seção Transversal Circular (0,5 mm de diâmetro)

*Tipo de planejamento experimental:* Fatorial 2<sup>2</sup> com réplica

- **Fatores:**

ε. Amplitude de deformação (%)

f. Frequência de ensaio (Hz)

- **Níveis:**

ε. Amplitude de deformação: 0,7%; 1,3%

f. Frequência: 0,5Hz; 1,0Hz

- **Saída (resposta):**

Nf - Número de ciclos até a ruptura

Variáveis	Níveis Testados
(ε) Amplitude	( - ) 0,7%
	( + ) 1,3%
(f) Frequência	( - ) 0,5 Hz
	( + ) 1,0Hz

- Matriz de Planejamento

Experimentos	(ε) Amplitude (%)	(f) Frequência (Hz)	Interação ε x f	Média
1	(-1) 0,7	(-1) 0,5	(+1)	+
2	(+1) 1,3	(-1) 0,5	(-1)	+
3	(-1) 0,7	(+1) 1,0	(-1)	+
4	(+1) 1,3	(+1) 1,0	(+1)	+
Divisor	2	2	2	4



Exp.	Fator $\epsilon$	Fator f	Interação $\epsilon \times f$	Respostas (Nf)		Média
1	(-1) 0,7	(-1) 0,5	(+1)	54240	57000	55620
2	(+1) 1,3	(-1) 0,5	(-1)	14130	12240	13185
3	(-1) 0,7	(+1) 1,0	(-1)	61800	56640	59220
4	(+1) 1,3	(+1) 1,0	(+1)	18300	19500	18900

- Cálculo dos Efeitos

$$Ef_A = (-55620 + 13185 - 59220 + 18900) / 2 = -41377,5$$

$$Ef_B = (-55620 - 13185 + 59220 + 18900) / 2 = 4657,5$$

$$Ef_{AB} = (55620 - 13185 - 59220 + 18900) / 2 = 1057,5$$

$$Ef_{MÉDIA} = (55620 + 13185 + 59220 + 18900) / 4 = 36731,25$$

- Estimativa do Erro Experimental

- Variância

$$s^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}$$

$$s_1^2 = \frac{(54240 - 55620)^2 + (57000 - 55620)^2}{2-1} = 3808800$$

$$s_2^2 = \frac{(14130 - 13185)^2 + (12240 - 13185)^2}{2-1} = 1786050$$

$$s_3^2 = \frac{(61800 - 59220)^2 + (56640 - 59220)^2}{2-1} = 13312800$$

$$s_4^2 = \frac{(18300 - 18900)^2 + (19500 - 18900)^2}{2-1} = 720000$$

Respostas (Nf)		Média
54240	57000	55620
14130	12240	13185
61800	56640	59220
18300	19500	18900

$$\hat{\sigma}^2 = s^2 = \frac{\sum_{i=1}^g v_i s_i^2}{\sum_{i=1}^g v_i} \qquad s^2 = \frac{v_1 s_1^2 + v_2 s_2^2 + v_3 s_3^2 + v_4 s_4^2}{v_1 + v_2 + v_3 + v_4}$$

- Desvio Padrão

$$s = \sqrt{s^2} = \sqrt{4906912,5} = 2215,15$$

- Erro Experimental

$$s_{\text{efeitos}} = \frac{s}{\sqrt{n}} \qquad s_{\text{efeitos}} = \frac{2215,15}{\sqrt{2}} = 1566,35$$

$$s_{\text{média}} = \frac{s}{\sqrt{N}} \qquad s_{\text{média}} = \frac{2215,15}{\sqrt{8}} = 783,17$$

Efeito	Estimador ± Erro
<b>Média Global</b>	36731,25 ± 783,17
<b>Efeitos Principais:</b>	
Amplitude (ε)	- 41377,5 ± 1566,35
Frequência (f)	4657,5 ± 1566,35
<b>Efeito de Interação:</b>	
ε x f	1057,5 ± 1566,35

- Modelo Linear Estatístico

$$Y = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_3 X_1 X_2$$

$$\beta_0 = \text{média global} = 36731,25$$

$$\beta_i = \frac{\text{EFEITO}}{2} \quad \beta_1 = \frac{-41377,5}{2} = -20688,75$$

$$\beta_2 = \frac{4657,5}{2} = 2328,75 \quad \beta_3 = \frac{1057,5}{2} = 528,75$$

$$N_f = 36731,25 - 20688,75 \varepsilon + 2328,75 f + 528,75 \varepsilon f$$

Como a interação entre as variáveis (amplitude de deformação e frequência de ensaio) não é significativa, temos que:

$$N_f = 36731,25 - 20688,75 \varepsilon + 2328,75 f$$

- Análise de Variância (ANOVA)

<b>FONTE DE VARIACÃO</b>	<b>Soma dos Quadrados (S.Q)</b>	<b>Graus de Liberdade (G.L)</b>	<b>Quadrado da Média (Q.M)</b>	<b>Teste F</b>
<b>Regressão</b>	S.Q <sub>R</sub>	(p-1)	S.Q <sub>R</sub> / (p-1)	Q.M <sub>R</sub> / Q.M <sub>Res</sub>
<b>Resíduos</b>	S.Q <sub>Res.</sub>	(n-p)	S.Q <sub>Res</sub> / (n-p)	1
<b>Falta de Ajuste</b>	S.Q <sub>F.A</sub>	(m-p)	S.Q <sub>F.A</sub> / (m-p)	Q.M <sub>F.A</sub> / Q.M <sub>Res</sub>
<b>Erro Puro</b>	S.Q <sub>E.P</sub>	(n-m)	S.Q <sub>E.P</sub> / (n-m)	Q.M <sub>E.P</sub> / Q.M <sub>Res</sub>
<b>Total</b>	S.Q <sub>Total</sub>	(n-1)	-	-
<b>R<sup>2</sup> (Coeficiente de Correlação)</b>	$R^2 = \left( \frac{S.Q_{TOTAL} - S.Q_{Res}}{S.Q_{TOTAL}} \right) \times 100$		-	-

p: Número de coeficiente do modelo

n: Número de experimentos

m: Número de experimentos únicos

Modelo bem ajustado:  $F_{\text{calculado}(R)} > F_{\text{tabelado}}$

$$S.Q_R = \sum S.Q_{EFEITOS} \quad S.Q_{EFEITOS} = \frac{(\text{Valor do Contraste com Totais})^2}{S.Q_{\text{Coeficientes}} \cdot r}$$

$$\sum S.Q_{EFEITOS} = S.Q_{TOTAL} - S.Q_{Res} \quad S.Q_{Res} = S.Q_{F.A.} + S.Q_{E.P.}$$

$$S.Q_{TOTAL} = S.Q_R + S.Q_{Res} \quad S.Q_{Res} = \sum (y_i - \bar{y})^2$$

Fator $\epsilon$	Fator f	Interação $\epsilon \times f$	Respostas (Nf)		Soma	Média
(-1) 0,7	(-1) 0,5	(+1)	54240	57000	111240	113160
(+1) 1,3	(-1) 0,5	(-1)	14130	12240	26370	13185
(-1) 0,7	(+1) 1,0	(-1)	61800	56640	118440	59220
(+1) 1,3	(+1) 1,0	(+1)	18300	19500	37800	18900

Contrate dos Efeitos	Soma do Contraste Total dos Efeitos	Soma dos Quadrados dos Coeficientes
<b>A=</b> - 111240 + 26370 - 118440 + 37800	- 165510	4
<b>B=</b> - 111240 - 26370 + 118440 + 37800	18630	4
<b>AxB=</b> 111240 - 26370 - 118440 + 37800	4230	4

$$S.Q_{(A)} = \frac{(-165510)^2}{4x2} = 3424195012,5 \quad S.Q_{(B)} = \frac{(18630)^2}{4x2} = 43384612,5$$

$$S.Q_{(AxB)} = \frac{(4230)^2}{4x2} = 2236612,5 \quad \sum S.Q_{EFEITOS} = 3469816237,5 = S.Q_R$$

$$S.Q_{Res} = \sum (y_i - y)^2 = (54240 - 55620)^2 + (57000 - 55620)^2 + (14130 - 13185)^2 + (12240 - 13185)^2 + (61800 - 59220)^2 + (56640 - 59220)^2 + (18300 - 18900)^2 + (19500 - 18900)^2 = 19627650$$

$$\sum S.Q_{EFEITOS} = S.Q_{TOTAL} - S.Q_{Res}$$

$$S.Q_{TOTAL} = 3469816237,5 + 19627650 = 3489443887,5$$

$$\text{Erro} = 1566,35 \quad S.Q_{E.P.} = (1566,35)^2 = 2453452,3$$

$$S.Q_{Res} = S.Q_{F.A.} + S.Q_{E.P.}$$

$$S.Q_{F.A.} = 19627650 - 2453452,3 = 17174197,7$$

$$R^2 = \left( \frac{S.Q_{TOTAL} - S.Q_{Res}}{S.Q_{TOTAL}} \right) \times 100 = \left( \frac{3489443887,5 - 19627650}{3489443887,5} \right) \times 100$$

$$R^2 = 99,44\%$$

<b>FONTE DE VARIÇÃO</b>	<b>Soma dos Quadrados (S.Q)</b>	<b>Graus de Liberdade (G.L)</b>	<b>Quadrado da Média (Q.M)</b>	<b>Teste F</b>
<b>Efeito de A</b>	3424195012,5	1	3424195012,5	697,83
<b>Efeito de B</b>	43384612,5	1	43384612,5	8,84
<b>Efeito de (Ax B)</b>	2236612,5	1	2236612,5	0,456
<b>Regressão</b>	3469816237,5	2	1734908118,75	441,9
<b>Resíduos</b>	19627650	5	3925530	1
<b>Falta de Ajuste</b>	17174197,7	1	17174197,7	4,37
<b>Erro Puro</b>	2453452,3	4	613363,075	0,125
<b>Total</b>	3489443887,5	7	-	-
<b>R<sup>2</sup> (coeficiente de correlação)</b>	99,44%		-	-

$F_{\text{calculado}(R)} = 441,9 \gg F_{\text{tabelado, G.L.}(R); \text{G.L.}(Res); 95\%} = 6,61 \rightarrow$  **Modelo Significativo!**

**APÊNDICE C** – Cálculos Realizados no Planejamento Experimental para o Fio Ni-Ti com Seção Transversal Retangular (0,55 x 0,40 mm)

*Tipo de planejamento experimental:* Fatorial 2<sup>2</sup> com réplica

- **Fatores:**
  - A) Amplitude de deformação (%)
  - B) Frequência (Hz)
- **Níveis:**
  - A) Amplitude de deformação: 0,7%; 1,3%
  - B) Frequência: 0,5Hz; 1,0Hz
- **Saída (resposta):**
  - Nf = Número de ciclos até a ruptura

Variáveis	Níveis Testados
<b>(ε) Amplitude</b>	( - ) 0,7%
	( + ) 1,3%
<b>(f) Frequência</b>	( - ) 0,5 Hz
	( + ) 1,0Hz

- Matriz de Planejamento

Experimentos	ε. Amplitude (%)	f. Frequência (Hz)	Interação ε x f	Média
1	(-1) 0,7	(-1) 0,5	(+1)	+
2	(+1) 1,3	(-1) 0,5	(-1)	+
3	(-1) 0,7	(+1) 1,0	(-1)	+
4	(+1) 1,3	(+1) 1,0	(+1)	+
<b>Divisor</b>	2	2	2	4

Exp.	Fator $\varepsilon$	Fator f	Interação $\varepsilon \times f$	Respostas (Nf)		Média
1	(-1) 0,7	(-1) 0,5	(+1)	30330	36810	33570
2	(+1) 1,3	(-1) 0,5	(-1)	10410	11610	11010
3	(-1) 0,7	(+1) 1,0	(-1)	13440	16560	15000
4	(+1) 1,3	(+1) 1,0	(+1)	6360	5640	6000

- Cálculo dos Efeitos

$$Ef_A = (-33570 + 11010 - 15000 + 6000) / 2 = -15780$$

$$Ef_B = (-33570 - 11010 + 15000 + 6000) / 2 = -11790$$

$$Ef_{AB} = (33570 - 11010 - 15000 + 6000) / 2 = 6780$$

$$Ef_{MÉDIA} = (33570 + 11010 + 15000 + 6000) / 4 = 16395$$

- Estimativa do Erro Experimental

- Variância

$$s^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}$$

Respostas (Nf)		Média
30330	36810	33570
10410	11610	11010
13440	16560	15000
6360	5640	6000

$$s_1^2 = \frac{(30330 - 33570)^2 + (36810 - 33570)^2}{2 - 1} = 20995200$$

$$s_2^2 = \frac{(10410 - 11010)^2 + (11610 - 11010)^2}{2 - 1} = 720000$$

$$s_3^2 = \frac{(13440 - 15000)^2 + (16560 - 15000)^2}{2 - 1} = 4867200$$

$$s_4^2 = \frac{(6360 - 6000)^2 + (5640 - 6000)^2}{2 - 1} = 259200$$



$$\hat{\sigma}^2 = s^2 = \frac{\sum_{i=1}^g v_i s_i^2}{\sum_{i=1}^g v_i} \quad s^2 = \frac{v_1 s_1^2 + v_2 s_2^2 + v_3 s_3^2 + v_4 s_4^2}{v_1 + v_2 + v_3 + v_4}$$

$$s^2 = \frac{1 \times 20995200 + 1 \times 720000 + 1 \times 4867200 + 1 \times 259200}{1+1+1+1} = 6710400$$

- Desvio Padrão

$$s = \sqrt{s^2} = \sqrt{6710400} = 2590,4$$

- Erro Experimental

$$s_{\text{efeitos}} = \frac{s}{\sqrt{n}} \quad s_{\text{efeitos}} = \frac{2590,4}{\sqrt{2}} = 1831,7$$

$$s_{\text{média}} = \frac{s}{\sqrt{N}} \quad s_{\text{média}} = \frac{2590,4}{\sqrt{8}} = 915,8$$

<b>Efeito</b>	<b>Estimador ± Erro</b>
<b>Média Global</b>	16395 ± 915,8
<b>Efeitos Principais:</b>	
Amplitude (A)	- 15780 ± 1831,7
Frequência (B)	-11790 ± 1831,7
<b>Efeito de Interação:</b>	
AxB	6780 ± 1831,7

- Modelo Linear Estatístico

$$Y = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_3 X_1 X_2$$

$\beta_0 =$  média global = 16395

$$\beta_i = \frac{EFEITO}{2} \quad \beta_1 = \frac{-15780}{2} = -7890$$

$$\beta_2 = \frac{-11790}{2} = -5895 \quad \beta_3 = \frac{6780}{2} = 3390$$

$$N_f = 16395 - 7890 \varepsilon - 5895 f + 3390 \varepsilon f$$

- Análise de Variância (ANOVA)

<b>FONTE DE VARIACÃO</b>	<b>Soma dos Quadrados (S.Q)</b>	<b>Graus de Liberdade (G.L)</b>	<b>Quadrado da Média (Q.M)</b>	<b>Teste F</b>
<b>Regressão</b>	S.Q <sub>R</sub>	(p-1)	S.Q <sub>R</sub> / (p-1)	Q.M <sub>R</sub> / Q.M <sub>Res</sub>
<b>Resíduos</b>	S.Q <sub>Res.</sub>	(n-p)	S.Q <sub>Res</sub> / (n-p)	1
<b>Falta de Ajuste</b>	S.Q <sub>F.A</sub>	(m-p)	S.Q <sub>F.A</sub> / (m-p)	Q.M <sub>F.A</sub> / Q.M <sub>Res</sub>
<b>Erro Puro</b>	S.Q <sub>E.P</sub>	(n-m)	S.Q <sub>E.P</sub> / (n-m)	Q.M <sub>E.P</sub> / Q.M <sub>Res</sub>
<b>Total</b>	S.Q <sub>Total</sub>	(n-1)	-	-
<b>R<sup>2</sup> (Coeficiente de Correlação)</b>	$R^2 = \left( \frac{S.Q_{TOTAL} - S.Q_{Res}}{S.Q_{TOTAL}} \right) \times 100$		-	-

p: Número de coeficiente do modelo

n: Número de experimentos

m: Número de experimentos únicos

Modelo bem ajustado:  $F_{\text{calculado}(R)} > F_{\text{tabelado}}$

$$S.Q_R = \sum S.Q_{\text{EFEITOS}} \quad S.Q_{\text{EFEITOS}} = \frac{(\text{Valor do Contraste com Totais})^2}{S.Q_{\text{Coeficientes}} \cdot r}$$

$$\sum S.Q_{\text{EFEITOS}} = S.Q_{\text{TOTAL}} - S.Q_{\text{Res}} \quad S.Q_{\text{Res}} = S.Q_{\text{F.A.}} + S.Q_{\text{E.P.}}$$

$$S.Q_{\text{TOTAL}} = S.Q_R + S.Q_{\text{Res}} \quad S.Q_{\text{Res}} = \sum (y_i - \bar{y})^2$$

Fator A	Fator B	Interação AxB	Respostas (Nf)		Soma	Média
(-1) 0,7	(-1) 0,5	(+1)	30330	36810	67140	33570
(+1) 1,3	(-1) 0,5	(-1)	10410	11610	22020	11010
(-1) 0,7	(+1) 1,0	(-1)	13440	16560	30000	15000
(+1) 1,3	(+1) 1,0	(+1)	6360	5640	12000	6000

Contrate dos Efeitos	Soma do Contraste Total dos Efeitos	Soma dos Quadrados dos Coeficientes
<b>A=</b> - 67140 + 22020 - 30000 + 12000	- 63120	4
<b>B=</b> - 67140 - 22020 + 30000 + 12000	- 47160	4
<b>AxB=</b> 67140 - 22020 - 30000 + 12000	27120	4

$$S.Q_{(A)} = \frac{(-63120)^2}{4 \times 2} = 498016800$$

$$S.Q_{(B)} = \frac{(-47160)^2}{4 \times 2} = 278008200$$

$$S.Q_{(A \times B)} = \frac{(27120)^2}{4 \times 2} = 91936800$$

$$\sum S.Q_{EFEITOS} = 867961800 = S.Q_R$$

$$S.Q_{Res} = \sum (y_i - \bar{y})^2 = (30330 - 33570)^2 + (36810 - 33570)^2 + (10410 - 11010)^2 + (11610 - 11010)^2 + (13440 - 15000)^2 + (16560 - 15000)^2 + (6360 - 6000)^2 + (5640 - 6000)^2 = 26841600$$

$$\sum S.Q_{EFEITOS} = S.Q_{TOTAL} - S.Q_{Res}$$

$$S.Q_{TOTAL} = 867961800 + 26841600 = 894803400$$

$$\text{Erro} = 1831,7 \quad S.Q_{E.P.} = (1831,7)^2 = 3355124,9$$

$$S.Q_{Res} = S.Q_{F.A.} + S.Q_{E.P.}$$

$$S.Q_{F.A.} = 26841600 - 3355124,9 = 23486475,1$$

$$R^2 = \left( \frac{S.Q_{TOTAL} - S.Q_{Res}}{S.Q_{TOTAL}} \right) \times 100 = \left( \frac{894803400 - 26841600}{894803400} \right) \times 100$$

$$R^2 = 97,0\%$$

<b>FONTE DE VARIACÃO</b>	<b>Soma dos Quadrados (S.Q)</b>	<b>Graus de Liberdade (G.L)</b>	<b>Quadrado da Média (Q.M)</b>	<b>Teste F</b>
<b>Efeito de A</b>	498016800	1	498016800	74,2
<b>Efeito de B</b>	278008200	1	278008200	41,4
<b>Efeito de (AxB)</b>	91936800	1	91936800	13,7
<b>Regressão</b>	867961800	3	289320600	43,1
<b>Resíduos</b>	26841600	4	6710400	1
<b>Falta de Ajuste</b>	23486475,1	0	0	0
<b>Erro Puro</b>	3355124,9	4	838781,2	0,125
<b>Total</b>	894803400	7	-	-
<b>R<sup>2</sup></b>	97,0%		-	-

$F_{\text{calculado(R)}} = 43,1 > F_{\text{tabelado, G.L.(R); G.L.(Res); 95\%}} = 6,59 \rightarrow$  **Modelo Significativo!**

**APÊNDICE D** – Propriedades térmicas obtidas por DSC para os fios Ni-Ti superelásticos, com seção transversal circular e retangular, após ensaio de fadiga utilizando um equipamento de DMA.

- Frequência de 1Hz

***Fio com seção transversal circular***

Amp.	Temperaturas de Transformação (°C)						ΔH (J/g)		H <sub>t</sub> (°C)
	R <sub>s</sub>	R <sub>p</sub>	R <sub>f</sub>	A <sub>s</sub>	A <sub>p</sub>	A <sub>f</sub>	Direta	Reversa	
0,7%	19,3	13,4	7,7	14,4	18,5	23,9	3,4	3,5	5,1
1,0%	16,9	8,1	2,4	8,5	13,9	21,3	4,5	4,1	5,8
1,3%	20,1	10,2	-0,3	6,7	16,4	25,8	3,2	3,1	6,2
1,6%	17,6	10,9	4,9	11,4	16,4	22,6	4,0	3,8	5,5

***Fio com seção transversal retangular***

Amp.	Temperaturas de Transformação (°C)						ΔH (J/g)		H <sub>t</sub> (°C)
	R <sub>s</sub>	R <sub>p</sub>	R <sub>f</sub>	A <sub>s</sub>	A <sub>p</sub>	A <sub>f</sub>	Direta	Reversa	
0,7%	24,4	16,2	9,4	15,5	21,2	28,9	4,2	4,4	5,0
1,0%	22,4	14,4	7,3	12,9	20,2	26,8	4,7	4,7	5,8
1,3%	25,9	17,0	10,1	16,9	22,1	29,9	4,5	4,3	5,0
1,6%	26,3	16,0	9,0	15,9	22,9	31,9	4,5	4,0	6,9

- Frequência de 0,5Hz

***Fio com seção transversal circular***

Amp.	Temperaturas de Transformação (°C)						ΔH (J/g)		H <sub>t</sub> (°C)
	R <sub>s</sub>	R <sub>p</sub>	R <sub>f</sub>	A <sub>s</sub>	A <sub>p</sub>	A <sub>f</sub>	Direta	Reversa	
0,7%	17,5	10,8	5,0	11,6	15,7	21,3	4,9	4,3	4,9
1,0%	15,3	9,2	4,1	10,7	14,4	18,6	4,0	4,8	5,2
1,3%	16,5	11,7	7,4	12,9	16,2	19,3	4,9	4,3	4,5
1,6%	18,3	11,7	6,2	12,5	16,6	22,5	4,5	4,0	4,9

**Fio com seção transversal retangular**

Amp.	Temperaturas de Transformação (°C)						$\Delta H$ (J/g)		$H_t$ (°C)
	$R_s$	$R_p$	$R_f$	$A_s$	$A_p$	$A_f$	Direta	Reversa	
<b>0,7%</b>	27,7	18,0	10,8	16,3	23,3	32,0	3,8	4,4	5,2
<b>1,0%</b>	26,8	16,1	4,5	10,7	21,9	31,5	4,0	3,8	5,9
<b>1,3%</b>	26,3	17,2	10,5	16,4	22,7	30,5	4,3	4,3	5,4
<b>1,6%</b>	27,5	17,2	9,5	15,8	23,9	32,6	4,1	4,1	6,7