



**EFEITO DE TRATAMENTO CRIOGÊNICO NO
COMPORTAMENTO CÍCLICO DA LIGA $\text{Ni}_{54}\text{Ti}_{46}$ COM MEMÓRIA
DE FORMA**

TADEU CASTRO DA SILVA

**TESE DE DOUTORADO EM SISTEMAS MECATRÔNICOS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA**

**FACULDADE DE TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA**

UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA

FACULDADE DE TECNOLOGIA

DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA

**EFEITO DE TRATAMENTO CRIOGÊNICO NO
COMPORTAMENTO CÍCLICO DA LIGA Ni₅₄Ti₄₆ COM MEMÓRIA
DE FORMA**

TADEU CASTRO DA SILVA

ORIENTADOR: Prof. EDSON PAULO DA SILVA, Dr. Ing.

TESE DE DOUTORADO EM SISTEMAS MECATRÔNICOS

PUBLICAÇÃO: ENM.DM

BRASÍLIA-DF: NOVEMBRO - 2019

UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA
FACULDADE DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECANICA

EFEITO DE TRATAMENTO CRIOGÊNICO NO
COMPORTAMENTO CÍCLICO DA LIGA Ni₅₄Ti₄₆ COM MEMÓRIA
DE FORMA

TADEU CASTRO DA SILVA

TESE SUBMETIDA AO DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA
MECÂNICA DA FACULDADE DE TECNOLOGIA DA
UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA COMO PARTE DOS REQUISITOS
NECESSÁRIOS PARA OBTENÇÃO DO GRAU DE DOUTOR EM
SISTEMAS MECATRÔNICOS.

APROVADA POR:

Prof. EDSON PAULO DA SILVA, Dr. Ing., ENM/FT– UnB
(Orientador)

Prof. CARLOS JOSÉ DE ARAÚJO, Dr., DEM – UFCG
(Examinador Externo)

Prof. JORGE LUIZ DE ALMEIDA FERREIRA, Dr., ENM – UnB
(Examinador Externo)

Prof. RODRIGO ARBEY MUÑOZ MENESES, Dr., FGA – UnB
(Examinador Interno)

BRASÍLIA-DF, 29 DE NOVEMBRO DE 2019.

FICHA CATALOGRÁFICA

DA SILVA., TADEU CASTRO.

Efeito de tratamento criogênico no comportamento cíclico da liga Ni₅₄Ti₄₆ com memória de forma. [Distrito Federal] 2019.

xiv, 145 p. 210 x 297 mm (ENM/FT/UnB), Doutor, Sistemas Mecatrônicos, 2019 Tese de Doutorado - Universidade de Brasília. Faculdade de Tecnologia.

Departamento de Engenharia Mecânica.

1. Ligas com memória de forma

2. Tratamento Criogênico

3. Ciclagem termomecânica

4. Ligas NiTi

I. ENM/FT/UnB

II. ENM.DM-2019

REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

DA SILVA., Tadeu Castro. (2019). Efeito de tratamento criogênico no comportamento cíclico da liga Ni₅₄Ti₄₆ com memória de forma. Tese de Doutorado em Sistemas Mecatrônicos, Publicação ENM.DM/19, Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade de Brasília, Brasília, DF, 145p.

CESSÃO DE DIREITOS

AUTOR: Tadeu Castro da Silva.

TÍTULO: Efeito de tratamento criogênico no comportamento cíclico da liga Ni₅₄Ti₄₆ com memória de forma.

GRAU: Doutor

ANO: 2019

É concedida à Universidade de Brasília permissão para reproduzir cópias desta tese de doutorado e para emprestar ou vender tais cópias somente para propósitos acadêmicos e científicos. O autor reserva outros direitos de publicação e nenhuma parte dessa tese de doutorado pode ser reproduzida sem autorização por escrito do autor.

Tadeu Castro da Silva
tcastro@unb.br

DEDICATÓRIA

*Esta tese é dedicada à Rayline Vieira;
e aos meus pais Cosme Correia e Rosa Castro por serem fonte de inspiração.*

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar, agradeço a Deus, pela vida, paz e amor que me concede todos os dias. Não faria nada sem a graça d'Ele.

À minha família, que ao longo desses anos mesmo estando longe, sempre me apoiou e fez dessa jornada muito mais momentos de alegria.

Ao professor Edson Paulo da Silva, pela competência, apoio e pelos conhecimentos transmitidos durante o curso de doutorado como orientador.

À Universidade de Brasília, Faculdade de Tecnologia e a todos os professores que integram o corpo docente do Programa de Pós-graduação em Sistemas Mecatrônicos (PPMEC);

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pela bolsa de doutorado e à Fundação de Apoio à Pesquisa do Distrito Federal (FAPDF) pelo apoio financeiro através do edital 03/2016 (processo: 0193.001351/2016).

A todos os professores do departamento de engenharia mecânica (ENM/UnB), de maneira especial ao professor Dr. Jorge Luiz de Almeida Ferreira, pelos conhecimentos transmitidos sobre fadiga;

Um agradecimento especial ao professor Dr. Carlos José de Araújo (DEM-UFCG), pelas valiosas sugestões experimentais durante os ensaios no Analisador Dinâmico-Mecânico (DMA) e aos membros da equipe do Laboratório Multidisciplinar de Materiais e Estruturas Ativas (LAMMEA-UFCG), pela apoio técnico durante os ensaios de DMA.

Um infinito obrigado ao professor Dr. Jorge Otubo, da Divisão de Engenharia Mecânica, do Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA), em São José dos Campos – SP, e aos membros da equipe ITASMART, que compartilharam informações auxiliando para concretização deste trabalho.

Por último, mas não menos importante, agradeço ao professor catedrático Jorge Pamies Teixeira, do Departamento de Engenharia Mecânica e Industrial, da Faculdade de Ciências e Tecnologia/UNL, pela cooperação internacional com este trabalho.

Tadeu Castro da Silva

RESUMO

EFEITO DE TRATAMENTO CRIOGÊNICO NO COMPORTAMENTO CÍCLICO DA LIGA Ni₅₄Ti₄₆ COM MEMÓRIA DE FORMA.

Autor: *Tadeu Castro da Silva, M.Sc.*

Orientador: *Prof. Edson Paulo da Silva, Dr. -Ing. ENM/FT/UnB*

Programa de Pós-graduação em Sistemas Mecatrônicos

Brasília DF, 29 de novembro de 2019.

As Ligas com Memória de Forma – LMF – apresentam um grande potencial de aplicação nos mais diversos campos das engenharias, medicina e odontologia. De modo especial, nas aplicações em que as LMFs são utilizadas como atuadores sob carregamentos cíclicos, o material está sujeito a sofrer fadiga estrutural e funcional. Constata-se assim a necessidade de conhecer e compreender o comportamento cíclico do material. Nesse contexto, investiga-se o efeito de tratamento criogênico profundo no comportamento cíclico da liga Ni₅₄Ti₄₆ sob carregamento termomecânico. Trata-se de um fio *SmartFlex*[®] martensítico à temperatura ambiente, que apresenta um comportamento tensão-deformação quasiplástico, seguido do efeito memória de forma quando aquecido acima da temperatura de transformação de fase. O objetivo foi investigar qual o efeito de tratamento criogênico profundo no comportamento cíclico do material sob diferentes condições de carregamento termomecânico. Realiza-se uma análise experimental comparativa entre o número de ciclos até a falha, evolução das deformações recuperáveis e plástica do material não tratado e tratado criogenicamente por imersão em nitrogênio líquido a -196 °C por 6, 12, 24 e 36 horas respectivamente. Observou-se o efeito memória de forma através de curvas de evolução da deformação recuperável e o número de ciclos até a falha por meio de curvas S-N. Os resultados indicaram que o tratamento criogênico reduziu a vida à fadiga estrutural do material em até 25% dos ciclos para o material tratado pelo menor tempo e submetido a uma carga de 125MPa. Essa diminuição foi associada ao maior acúmulo de deformações plásticas durante a ciclagem. Em alguns casos, a vida à fadiga funcional do material tratado aumentou em relação ao material não tratado criogenicamente, resultando em aumentos médios inferiores a 3%.

Palavras-chave: Ligas com Memória de Forma, Tratamento Criogênico, Ciclagem Termomecânica, Ligas NiTi.

ABSTRACT

EFFECT OF CRYOGENIC TREATMENT ON CYCLIC BEHAVIOR OF THE Ni₅₄Ti₄₆ ALLOY WITH SHAPE MEMORY.

Author: *Tadeu Castro da Silva, M.Sc.*

Supervisor: *Prof. Edson Paulo da Silva, Dr-Ing. ENM/FT/UnB*

Programa de Pós-graduação em Sistemas Mecatrônicos

Brasília DF, November of 2019

Shape Memory Alloys - SMA - have great potential for application in various fields such as engineering and medicine. Especially, in applications where SMAs are used as actuators under cyclic loading the material is subjected to structural and functional fatigue. Therefore, there is a need to know and understand the cyclical behavior of this material. In this context, the effect of deep cryogenic treatment on the cyclic behavior of Ni₅₄Ti₄₆ alloy under thermomechanical loading is investigated. The specimen investigated is a martensitic *SmartFlex*[®] wire at room temperature, which has a quasi-plastic stress-strain behaviour. Additionally, it has a shape memory effect when heat it above the phase transformation temperature. The objective was to investigate the effect of deep cryogenic treatment on the cyclic behavior of this material under different thermomechanical loading conditions. An experimental comparison was performed analysing the number of cycles to failure, the evolution of recoverable and plastic deformations of untreated and cryogenically treated material by immersion in liquid nitrogen at -196 °C for 6, 12, 24 and 36 hours respectively. The shape memory effect was observed through recoverable strain evolution curves and the number of cycles to failure using the S-N curves. It was observed that the cryogenic treatment reduced the material fatigue life up to 25% of cycles for the shortest time treated material subjected to 125 MPa. This decrease was associated with greater accumulation of plastic deformations during cycling load. In some cases, the fatigue life of treated material increases in average of less than 3% compared to cryogenically untreated material.

Key-words: Shape Memory Alloys, Cryogenic Treatment, Thermomechanical Cycling, NiTi Alloys.

SUMÁRIO

CAPÍTULO 1 - INTRODUÇÃO	01
1.1 Contexto e Motivação	01
1.2 Descrição do Estado da Arte	04
1.3 Objetivos	07
1.3.1 Objetivo Geral	07
1.3.1 Objetivos Específicos	07
1.4 Metodologia	08
1.5 Originalidade e Contribuição Científica	08
1.6 Estrutura do Texto	09
CAPÍTULO 2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	10
2.1 Introdução às LMFs	10
2.2 Aspectos Microestruturais e Termodinâmicos das LMFs	11
2.2.1 Transformação Martensítica Termoelástica	11
2.2.2 Cristalografia da Transformação de Fase Martensítica	13
2.2.3 Termodinâmica da Transformação Martensítica	15
2.2.4 Metalurgia de NiTi	16
2.3 Comportamento Termomecânico das LMFs	18
2.3.1 Quasiplasticidade	18
2.3.2 Efeito Memória de Forma	20
2.3.3 Pseudoplasticidade ou Superelasticidade	21
2.4 Carregamento Cíclico de Ligas com Memória de Forma	22
2.5 Fadiga de Metais	25
2.5.1 Abordagens de Fadiga e Previsão de Vida	26
2.5.2 Curva S-N ou Curva de Wöhler	28
2.5.3 Curva ϵ -N	30
2.6 Fadiga de Ligas com Memória de Forma	31
2.6.1 Fadiga Estrutural	34
2.6.2 Fadiga Funcional	36
2.6.3 Fadiga Térmica	39
2.7 Tratamento Criogênico	40
2.7.1 Aplicações de Tratamento Criogênico nas LMFs	42
CAPÍTULO 3 - DESENVOLVIMENTO E TESTES DA BANCADA DE ENSAIOS	44
3.1 Descrição da Bancada de Ensaio Termomecânicos	44
3.2 Especificações	46
3.2.1 Célula de Carga	49

3.2.2	Sistema de Aquecimento e Resfriamento.....	50
3.2.3	Medição de Temperatura.....	52
3.2.4	Medição da Deformação	53
3.2.5	Processamento e Aquisição de Dados.....	54
3.3	Testes da Bancada	55
3.4	Procedimento Experimental	57
	CAPÍTULO 4 - MATERIAIS E MÉTODOS	59
4.1	Material Investigado.....	59
4.2	Levantamento de Dados Experimentais	61
4.2.1	Procedimentos para Caracterização Termomecânica.....	61
4.2.2	Nível de Tensão e Ensaio de Tração Monotônico	63
4.3	Processo de Tratamento Criogênico.....	65
4.4	Procedimento de Análise.....	68
	CAPÍTULO 5 - RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	73
5.1	Análise da Composição Química	73
5.2	Análise Térmica - Temperaturas e Calor Latente de Transformação de Fase.....	73
5.3	Caracterização Mecânica - Ensaio de Tração Monotônico.....	77
5.4	Evolução das deformações e Fadiga Funcional.....	79
5.5	Fadiga Estrutural	91
	CAPÍTULO 6 - CONCLUSÕES.....	107
	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	108
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	109
	APÊNDICES	120
A.	Resultados dos Ensaio Termomecânicos Cíclicos – Série A.....	120
B.	Resultados dos Ensaio Termomecânicos Cíclicos – Série B.....	124
C.	Resultados dos Ensaio Termomecânicos Cíclicos – Série C.....	128
D.	Microanálise- Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS).....	144
E.	Micrografia do material via Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	145

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1 - Comparação entre atuadores tradicionais e LMF	02
Figura 2.1 - Esquemático da evolução da fração volumétrica de martensita x temperatura	12
Figura 2.2 - Ilustração esquemática da mudança na forma da célula unitária.....	13
Figura 2.3 - Esquemático de arranjos atômicos durante a transformação martensítica.	14
Figura 2.4 - Ilustração da mudança microestrutural durante a transformação de fase.....	17
Figura 2.5 - Diagrama de fase de Ni-Ti em percentual atômico.	18
Figura 2.6 - Curva tensão-deformação quasiplástica típica das LMFs	19
Figura 2.7 - Efeito Memória de Forma (EMF), curva tensão x deformação x temperatura.....	20
Figura 2.8 - Pseudoelasticidade das LMFs: esquemático tensão x deformação	21
Figura 2.9 - Evolução das temperaturas de transformação e calor latente de uma LMF NiTi....	23
Figura 2.10 - Ciclos térmicos executados no DSC, endotérmico para baixo.....	24
Figura 2.11 - Diagrama esquemático de carregamento cíclico com amplitude constante	25
Figura 2.12 - Método tensão-vida apresentado pela equação de Basquin.	27
Figura 2.13 - Curva S-N de fadiga de LMF NiTi	29
Figura 2.14 - Curva de fadiga típica para um material com limite de fadiga.....	30
Figura 2.15 - Diagrama de blocos das categorias de fadiga em LMF.....	33
Figura 2.16 - Curvas esquemática tensão-deformação de uma liga NiTi em diferentes fases....	35
Figura 2.17 - Curva ϵ -T da liga Ni _{49,8} Ti _{50,2} para T _{max} =115°C e tensão=280 MPa.	37
Figura 2.18 - Evolução das deformações de uma LMF submetida a ciclagem termomecânica. 38	
Figura 2.19 - Curva DSC de uma liga NiTi após um determinado número de ciclos térmicos ..	39
Figura 3.1 - Representação esquemática da configuração da bancada.....	44
Figura 3.2 - Desenho da configuração da bancada	45
Figura 3.3 - Desenho da estrutura da bancada de testes em CAD 3D.....	46
Figura 3.4 - Representação do desenho e imagem das abraçadeiras.....	47
Figura 3.5 - Desenho representativo do porta-carga	48
Figura 3.6 - Imagem da bancada de ciclagem termomecânica.	48
Figura 3.7 - Imagem da célula de carga (transdutor de força)..	49
Figura 3.8 - Desenho esquemático do sistema de controle de ciclagem	50
Figura 3.9 - Formas de onda em diferentes <i>Duty-Cycles</i>	51
Figura 3.10 - Esquemático da corrente elétrica de ativação.....	51
Figura 3.11 - Evolução do deslocamento durante os ensaios de fadiga termomecânica.....	53
Figura 3.12 - Curva de resposta do sensor de deslocamento indutivo	54
Figura 3.13 - Placa de aquisição de dados da bancada.....	54
Figura 3.14 - Evolução da deformação média dos CPs NTC a 150 MPa	55
Figura 3.15 - Evolução da deformação média dos CPs TC a 150 MPa	56
Figura 3.16 - Esquemático do ciclo de tensão-deformação aplicado ao CP	58
Figura 4.1 - Detalhe do fio atuador utilizado na investigação	60
Figura 4.2 - Esquemático da curva fluxo de calor em função da temperatura.	62
Figura 4.3 - Foto do DMA e configuração do fio <i>SmartFlex</i> [®] 150.....	65
Figura 4.4 - Histórico do processo criogênico - esquemático	66
Figura 4.5 - Botijão criogênico utilizado	67
Figura 4.6 - Acessórios dippers com os CPs (a) e vista superior do compartimento (b)	68
Figura 4.7 - Curva deformação x tempo durante o ensaio de ciclagem termomecânica	69
Figura 4.8 - Detalhe do ensaio de ciclagem termomecânica.....	70

Figura 5.1 - Curva DSC do fio <i>SmartFlex</i> [®] 150 não tratado	75
Figura 5.2 - Temperaturas de transformação de fase do material tratado e não tratado.....	76
Figura 5.3 - Curva $\sigma \times \epsilon$ do ensaio de tração monotônico.....	77
Figura 5.4 - Diagrama tensão-temperatura do fio LMF <i>SmartFlex</i> [®] 150	78
Figura 5.5 - Curvas $\sigma \times \epsilon$ do fio nos estados martensítico (24°C) e austenítico (95°C)	78
Figura 5.6 - Evolução de ϵ_A e ϵ_M , série A, tensão de 125 e 200 MPa.....	81
Figura 5.7 - Curvas $\sigma \times N \times EMF$ dos ensaios da série A	82
Figura 5.8 - Curvas evolução das dedormações médias ϵ_A e ϵ_M dos ensaios da série A	82
Figura 5.9 - Evolução das deformações ϵ_A e ϵ_M , série B, tensão de 200 MPa e 125 MPa	84
Figura 5.10 - Curvas $\sigma \times N \times EMF$ dos ensaios da série B.....	85
Figura 5.11 - Evolução das deformações, série B, tensão de 125 MPa (a) e 200 MPa (b)	85
Figura 5.12 - N_f dos ensaios das séries B e C	86
Figura 5.13 - Curvas $\sigma \times N \times EMF$, série B e C: (a) 125 MPa, (b) 150 MPa, (c) 175 MPa e (d) 200 MPa.....	87
Figura 5.14 - Variação de EMF durante os ensaios	89
Figura 5.15 - Variação de EMF das séries B e C	89
Figura 5.16 - Curva S-N dos ensaios da série A	91
Figura 5.17 - Curva S-N dos ensaios da série B	91
Figura 5.18 - Curva S-N dos ensaios das série A e B	93
Figura 5.19 - Curva S-N dos CPs tratados por 6 horas (TC6)	94
Figura 5.20 - Curva S-N dos CPs tratados por 12 horas (TC12)	94
Figura 5.21 - Curva S-N dos CPs tratados por 36 horas (TC36)	95
Figura 5.22 - Curva S-N dos CPs tratados e não tratados criogenicamente.....	96
Figura 5.23 - ϵ_p versus N_f dos CPs não tratados.....	97
Figura 5.24 - Deformação plástica acumulada.....	98
Figura 5.25 - ϵ_p versus N_f dos CPs não tratados e tratados por 6 horas	99
Figura 5.26 - ϵ_p versus N_f dos CPs não tratados e tratados por 12 horas	100
Figura 5.27 - ϵ_p versus N_f dos CPs não tratados e tratados por 36 horas	100
Figura 5.28 - Curvas deformação <i>versus</i> temperatura (TCR 6 horas, 150 MPa).....	101
Figura 5.29 - Curva ϵ <i>versus</i> T no primeiro e no centésimo ciclo.....	103
Figura 5.30 - Curva ϵ <i>versus</i> T do fio LMF <i>SmartFlex</i> [®] 150 não tratado	103
Figura 5.31 - Curvas DSC da liga $Ni_{54}Ti_{46}$ tratada criogenicamente: (a) 6 horas, (b) 12 horas, (c) 24 horas e (d) 36 horas.....	104
Figura 5.32 - Micrografia via microscopia eletrônica de varredura (MEV): (a) seção transversal fraturada da liga $Ni_{54}Ti_{46}$ e (b) detalhes da fase martensítica	105

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 - Referência de fadiga para projetos de atuadores baseados em NiTi.....	34
Tabela 3.1 - Especificações dos sensores IR.....	52
Tabela 3.2 - Características e especificações do sensor de deslocamento.	53
Tabela 3.3 - Condições de ciclagem dos ensaios realizados.	57
Tabela 4.1 - Dados de algumas propriedades e características do fio <i>SmartFlex</i> [®]	60
Tabela 4.2 - Programação do ensaio DSC... ..	62
Tabela 4.3 - Níveis de tensão aplicados ao CP de acordo com método JSME.	64
Tabela 4.4 - Dados dos CPs tratados criogenicamente.....	66
Tabela 5.1 - Composição química do CP (fio <i>SmartFlex</i> [®])	73
Tabela 5.2 - Temperaturas de transformação do material não tratado (fio <i>SmartFlex</i> [®]).....	74
Tabela 5.3 - Temperaturas de transformação e histerese do material tratado e não tratado.....	75
Tabela 5.4 - Resultados dos ensaios da série A.	80
Tabela 5.5 - Resultados dos ensaios da série B.....	83
Tabela 5.6 - Resultados médios dos ensaios da série B e C, tensão de 125 até 200 MPa.....	88
Tabela 5.7 - Dados das curvas S-N das série A e B.....	92
Tabela 5.8 - Dispersão dos valores de vida das série A e B	92
Tabela 5.9 - Dispersão dos valores de vida das série B e C.....	97

LISTA DE SÍMBOLOS

Símbolos Latinos

A	Área de secção transversal	[m ²]
A_f	(<i>Austenite Finish</i>) temperatura final de formação da austenita	[°C]
A_s	(<i>Austenite Start</i>) temperatura inicial de formação da austenita	[°C]
B_2	Estrutura cristalina	
$B19'$	Estrutura monoclinica	
d	Diâmetro	
E	Módulo de elasticidade	[GPa]
F	Força aplicada	[N]
F_P	Força peso	[N]
H	Entalpia	[J/g]
K	Coefficiente de curvas S-N	
k	Número de amostras	
L_{Aini}	Comprimento em fase austenita no primeiro ciclo	[m]
L_A	Comprimento em fase austenita	[m]
L_{Minic}	Comprimento em fase martensita no primeiro ciclo	[m]
L_M	Comprimento em fase martensita	[m]
L_i	Comprimento inicial	[m]
M_f	(<i>Martensite Finish</i>) temperatura final de formação da martensita	[°C]
M_s	(<i>Martensite Start</i>) temperatura inicial de formação da martensita	[°C]
m	Expoente de curvas S-N	
N	Número de ciclos	
N_f	Ciclos até a falha, vida em fadiga	
R	Estrutura de fase	
S	Tensão nominal	[N/m ²]
S_a	Amplitude de tensão nominal	[N/m ²]
S_e	Tensão limite de fadiga	[N/m ²]
T	Temperatura	[°C]
t	Tempo	[s]
X, Y	Variáveis genéricas	

Símbolos Gregos

Δ	Variação	
ε	Deformação	
ε_p	Deformação plástica	
ε_e	Deformação elástica	
ε_M	Deformação da fase martensita	
ε_A	Deformação da fase austenita	
ε^σ	Deformação resultante de aplicação de carga axial	
ξ	Fração volumétrica de martensita	
σ	Tensão de engenharia (uniaxial)	[N/mm ²]
σ_a	Tensão alternada ou amplitude de tensão	[N/mm ²]
σ^{crit}	Tensão crítica	[N/mm ²]
σ_m	Tensão média	[N/mm ²]
α_{max}	Tensão máxima	[N/mm ²]
α_{min}	Tensão mínima	[N/mm ²]

$\sigma_{MM \rightarrow MD}^S$	Tensão inicial de formação de martensita demaçada	[N/mm ²]
$\sigma_{MM \rightarrow MD}^F$	Tensão final de formação de martensita demaçada	[N/mm ²]
$\sigma_{A \rightarrow M}^S$	Tensão inicial de transformação de austenita para martensita	[N/mm ²]
$\sigma_{A \rightarrow M}^F$	Tensão final de transformação de austenita para martensita	[N/mm ²]
$\sigma_{M \rightarrow A}^S$	Tensão inicial de transformação de martensita para austenita	[N/mm ²]
$\sigma_{M \rightarrow A}^F$	Tensão final de transformação de martensita para austenita	[N/mm ²]
φ	Trabalho de atuação por unidade de volume	[J/m ³]

Subscritos

$A \rightarrow M$	Transformação de fase austenita para fase martensita
$M \rightarrow A$	Transformação de fase martensita para fase austenita
p	Pico
rec	Recuperável

Sobrescrito

AM	Transformação de fase da austenita para martensita.
$crit$	Crítica
®	Marca registrada

Siglas

ASTM	American Society for Testing and Materials
CASMART	<i>Consortium for the advancement of SMA Research and Technology</i> (Consórcio para o avanço da Pesquisa e Tecnologia de LMF)
CR	Como recebido
DCT	<i>Deep Cryogenic Treatment</i> (Tratamento Criogênico Profundo)
DMA	<i>Dynamic Mechanical Analysis</i> (Analisador Dinâmico Mecânico)
DSC	<i>(Differential Scanning Calorimetry)</i> Calorimetria diferencial de varredura
EDX	Espectrometria de Fluorescência de Raios X por Energia Dispersiva
EMF	Efeito de memória de forma
FRX	Fluorescência raios-X
IR	Infravermelho
JSME	<i>Standard Method of Statistical Fatigue Testing</i>
LMF	<i>(Shape Memory Alloys)</i> Liga (s) com efeito de memória de forma
NASA	National Aeronautics and Space Administration
PE	Pseudoelasticidade
PWM	<i>(Pulse Width Modulation)</i> modulação de largura de pulso.
NiTiNOL	Liga de níquel e titânio
SE	Superelasticidade

CAPÍTULO 1 - INTRODUÇÃO

Apresentam-se neste capítulo o contexto, motivação e a descrição do estado da arte a partir dos quais estabelecem-se os objetivos do trabalho, que serão buscados segundo as diretrizes metodológicas também aqui apresentadas. Por último, é apresentada a originalidade e contribuição científica bem como a estrutura da presente tese.

1.1 Contexto e Motivação

As ligas com memória de forma (LMF), assim como materiais piezelétricos, fluidos eletro e magneto reológicos, enquadram-se em uma classe especial de materiais denominada “inteligente”, ou seja, materiais que podem reagir a um estímulo e proporcionar um acoplamento útil entre meios físicos diferentes (LAGOUDAS, 2008; YAMAUCHI *et al*, 2011; LEO, 2007; JANOCHA, 1999). Em outras palavras, um material inteligente além de poder desempenhar uma função estrutural, reage a impulsos ambientais externos, por exemplo, temperatura, pressão, tensão elétrica e podendo também produzir forças e deslocamentos (ROGERS, 1995). Diante disso, os materiais inteligentes têm uma ou mais propriedades que podem ser alteradas de modo controlado, o que lhes confere características singulares que podem ser aplicadas de diferentes formas (RAO *et al*, 2015; ELAHINIA, 2016).

Dentre os materiais inteligentes, as LMFs são mais promissoras para aplicação no desenvolvimento de atuadores e em situações que envolvem grandes cargas e baixas frequências (SRINIVASAN & MC FARLAND, 2001; LAGOUDAS *et al*, 2009). As LMFs têm como principal característica a capacidade de sofrer deformações recuperáveis de até 10%, além da deformação elástica, e restabelecê-la por meio do aquecimento a partir de temperaturas características consideravelmente baixas (efeito memória de forma) ou com a retirada da carga (Pseudoelasticidade) (OTSUKA e WAYMAN, 1999; AGBOOLA *et al*, 2012; SRINIVASAN *et al*, 2011). Por isso, a aplicação de atuador LMF termicamente ativado tem sido amplamente investigada ao longo das últimas décadas (GANDHI; THONPSON, 1994; JANOCHA, 1999; Z. BO; MABE *et al*, 2006; HARTL D & LAGOUDAS, 2007; BERTACCHINI *et al*, 2009; LÜSSI, 2009; FUMAGALLI *et al*, 2009; BENAFAN *et al*, 2014; BORLANDELLI *et al*, 2015).

As aplicações de LMF abrangem uma grande variedade de áreas como medicina, biomedicina, aeroespacial, automotiva, bioengenharia e exploração de petróleo (LAGOUDAS, 2008; OTSUKA e WAYMAN, 1999; BERTACCHINI *et al*, 2008). Particularmente, existe um

esforço conjunto da indústria aeroespacial para incorporar atuadores LMF termicamente ativados em projetos de aeronaves (BENAFAN *et al*, 2014; 2019; BASS *et al*, 2019) e em outras aplicações aeroespaciais tais como os projetos DARPA/NASA *Smart Wing* e DARPA SAMPSON F-15 (KUDVA, 2004; PITT *et al*, 2001). Nesse sentido, foi criado em 2007 um Consórcio para o Avanço da Pesquisa e Tecnologia de LMF (CASMAART), que é formado por organizações governamentais, academia e indústria com o objetivo de impulsionar o estado da arte e pesquisas aplicadas envolvendo atuadores LMF (CASMAART-MWG, 2013). Dessa forma, há uma demanda crescente por atuadores que possibilitem o desenvolvimento de estruturas ativas e sistemas compactos, leves e com excelente razão entre potência e peso do atuador quando comparados aos sistemas estruturais baseados em atuadores convencionais (MAVROIDIS, 2002; LAGOUDAS *et al*, 2012; STOCKEL, 1990; ELHINIA *et al*, 2004; MAGRI *et al*, 2006, BARTEL *et al*, 2016).

Uma das aplicações com o maior potencial no universo das LMFs é em dispositivos atuadores (MAVROIDIS, 2002; FUMAGALLI *et al*, 2009). Em geral, esses atuadores são de dois tipos: os ativados por corrente elétrica, conhecidos como atuadores elétricos e os controlados termicamente, chamados de atuadores térmicos (DUEIRIG, 1990). A figura 1.1 (a) exemplifica a otimização de um atuador convencional utilizando um fio atuador LMF. Neste caso, pode-se acrescentar novas funcionalidades, melhorar o desempenho, a confiabilidade e reduzir o custo de fabricação, seguido por uma diminuição na complexidade e no tamanho físico destes atuadores, como observado na figura 1.1(b).

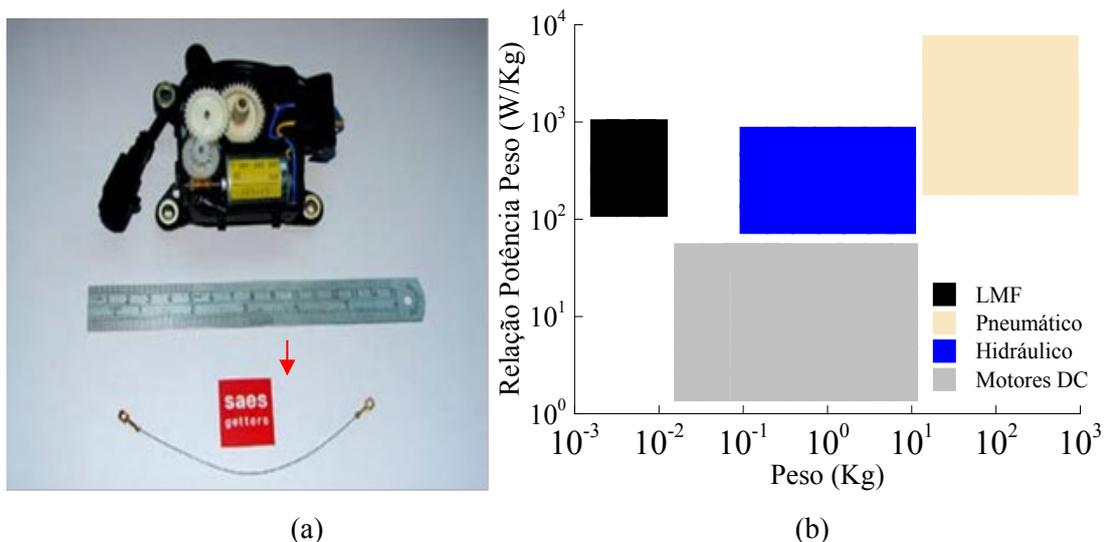


Figura 1.1 – Comparação entre atuadores tradicionais e LMF.

Fonte: Adaptado de FUMAGALLI *et al*. (2009).

A relação potência/peso dos atuadores com memória de forma é muito alta em comparação com os atuadores convencionais pneumáticos, hidráulicos e elétricos. Isso favorece a confecção de sistemas de atuação leves e miniaturizados (IKUTA, 1990; ELAHINIA, 2016). Em particular, o uso de materiais LMF para atuação representa uma excelente oportunidade tecnológica para o desenvolvimento de componentes eletromecânicos diversos (FUMAGALLI *et al*, 2009; YAMAUCHI *et al*, 2011).

Atualmente existem diversos registros de patentes que exploram o efeito memória de forma como princípio de funcionamento. Nesse sentido, destacam-se os acoplamentos CryoFit[®] (DUEBIG, 1990), o dispositivo de mitigação de flecha em linha de transmissão de energia elétrica (LÜSSI, 2009), asa de envergadura adaptativa (SAW) desenvolvidos pela Boeing e NASA (BENAFAN *et al*, 2019) e asa dobrável (BASS, M. *et al*, 2019).

O princípio de funcionamento do atuador LMF consiste em uma deformação mecânica cíclica do material a uma temperatura inferior a temperatura característica denominada M_f (temperatura final de formação da martensita) e um aquecimento subsequente a uma outra temperatura característica denominada A_f (temperatura final de formação da austenita) e recuperando com esse aquecimento a forma que possuía anteriormente à deformação mecânica. Durante a recuperação da forma, o atuador produz uma força ou deslocamento que executa então uma função de atuação.

Neste tipo de aplicação, o elemento com memória de forma é submetido a ciclagem termomecânica, ou seja, o componente é aquecido e resfriado ciclicamente sob carga mecânica constante ou variável. Assim, o material está sujeito a sofrer fadiga estrutural e fadiga funcional, também chamada de termomecânica (MILLER, 2000; WILKES *et al*, 2000; EGGERLER *et al*, 2004, MAMMANO e DRAGONI, 2014; CHLUBA *et al*, 2015; ELHINIA, 2016). A fadiga funcional é caracterizada por alterações de propriedades, tais como da deformação recuperável, da força de atuação máxima, entre outras, que podem prejudicar determinadas funcionalidades (BERTACCHINI e LAGOUDAS, 2003; LAGOUDAS *et al*, 2000; BERTACCHINI, 2009; MAMMANO e DRAGONI, 2011; 2014).

O carregamento termomecânico cíclico provoca alterações microestruturais graduais (EGGERLER *et al*, 2004). Portanto, conhecer e compreender o comportamento cíclico do material à fadiga e o mecanismo de falha é necessário para aplicação de LMF como atuador, tanto a fadiga funcional quanto a estrutural (DE ARAÚJO *et al*, 1997; MAMMANO e

DRAGONI, 2011; LAGOUDAS *et al*, 2012; CHLUBA *et al*, 2015). Nesse sentido, o conhecimento sobre a fadiga estrutural de LMF está relativamente bem consolidado (EGGELER *et al*, 2004; RAO *et al*, 2015). Por outro lado, a fadiga funcional ainda demanda de muitos estudos (DUERING *et al*, 1990; HIROSE *et al*, 2012; KARHU & LINDROOS, 2010).

A falha por fadiga é um tipo de falha muito importante devido à sua natureza inesperada. De acordo com a literatura, a fadiga é considerada responsável por 50-90% de todas as falhas mecânicas (STEPHENS *et al*, 2000). As LMFs apresentam um comportamento muito mais complexo em comparação com outros materiais e não existe um método geral de predição de vida à fadiga para LMFs (LAGOUDAS, 2008; ELAHINIA, 2016; MAMMANO & DRAGONI, 2011). Tal complexidade decorre dos efeitos das propriedades e do fenômeno de transformação de fase no comportamento termomecânico das LMFs (MAHTABI *et al*, 2015; ELAHINIA, 2016).

Vislumbra-se a viabilidade em usar materiais LMF como atuadores termicamente ativados nos mais diversos projetos de engenharia. Em muitas destas aplicações, necessita-se estudar e aperfeiçoar propriedades do material como resistência às fadigas estrutural e funcional. Apesar do potencial das LMFs para aplicações que exploram o efeito memória de forma ou o efeito pseudoelástico de modo cíclico, o estudo sobre os possíveis efeitos do tratamento criogênico no comportamento cíclico desses materiais ainda não foi explorado. Desse forma, propõe-se uma investigação sobre os efeitos do tratamento criogênico profundo no comportamento cíclico da liga Ni₅₄Ti₄₆ com memória de forma submetida a ciclagem térmica sob carga mecânica constante.

1.2 Descrição do Estado da Arte

As propriedades de fadiga de fios LMFs sob cargas termomecânicas cíclicas, incluindo a vida em fadiga, o mecanismo de fratura e a evolução da deformação plástica têm sido investigada nos últimos anos (BIGEON & MORIN, 1996; HORNBOGEN, 2004; FUMAGALLI *et al*, 2009; MAMMANO & DRAGONI, 2011; MAMMANO & DRAGONI, 2014; YU *et al*, 2014; QIN *et al*, 2019).

A maioria dos estudos referentes à fadiga estrutural de LMF avaliaram ciclos pseudoelásticas sob temperatura constante. Um número menor de trabalhos que têm

considerado fadiga funcional sob ciclagem termomecânica (HEBDA & WHITE, 1995; BIGEON & MORIN, 1996; TOBUSHI *et al*, 1997; BERTACCHINI & LAGOUDAS, 2003; BERTACCHINI, 2009; MAMMANO & DRAGONI, 2014). Um dos primeiros estudos sobre a fadiga estrutural de LMF induzida termicamente foi conduzido por MC NICHOLS & BROOKES, (1981). Mais tarde, outro estudo sobre a fadiga de um fio LMF submetido a ciclagem termomecânica foi desenvolvido por BIGEON & MORIN, (1996).

Muitos estudos concentram-se predominantemente em fadiga de alto ciclo ($10^3 \sim 10^4 < N < 10^6 \sim 10^7$ ciclos) e fadiga de baixo ciclo ($N < 10^3 \sim 10^4$ ciclos) realizados sob carregamento mecânico cíclico (EGGELER *et al*, 2004; TOBUSHI *et al*, 1997; MELTON; MERCIER, 1979) ou uma deformação com amplitude constante (TOBUSHI *et al*, 1998; MIYAZAKI, 1990; BIGEON & MORIN, 1996). Estudos sobre ciclagem mecânica e deformação constante de 10-11% mostram que as LMFs têm vida à fadiga 10^3 - 10^4 ciclos (LAGOUDAS *et al*, 2009). Por outro lado, a vida à fadiga das LMFs aumenta quando se diminui a deformação, chegando a exceder 10^7 ciclos para amplitudes de deformação menor que 1% ou o nível de tensão aplicado permanecer dentro do limite elástico (EGGELER *et al*, 2004; TOBUSHI *et al*, 1997; 1998).

A estabilidade do efeito memória de forma sob deformação constante foi investigada por MERTMANN *et al*, (1995). No estudo, observou-se perda relativamente rápida do efeito memória de forma além de um alongamento geral do corpo de prova. BIGEON & MORIN, (1996) compararam o comportamento da fadiga térmica dos fios NiTi e CuZnAl, mostrando que o efeito memória de forma é afetado tanto pela tensão aplicada quanto pela ciclagem térmica. Em particular, o efeito da ciclagem foi benéfico e mais intenso na liga CuZnAl (BIGEON & MORIN, 1996).

A tecnologia criogênica ganhou um reconhecimento generalizado durante as décadas de 1960 e 1970 (HILL, 1970). Desde então, o tratamento criogênico profundo, que é caracterizado por submeter o material a um resfriamento lento e controlado a temperaturas de até -196°C , tem despertado interesse da indústria para o aperfeiçoamento de propriedades mecânicas dos materiais, especialmente dos aços (JHA, 2006; AMINI *et al*, 2012; 2009; SARTORI *et al*, 2006). As propriedades das LMFs também podem ser alteradas por meio dessa tecnologia.

Diversos estudos apontam a eficácia do tratamento criogênico no aprimoramento de propriedades dos metais convencionais, tais como aumento da resistência, desgaste, tenacidade e aumento da vida à fadiga de alto ciclo em materiais ferrosos (MARIANTE, 1999; YUAN *et*

al, 1998; SURBERG *et al*, 2008; YEN, 1997; HUANG *et al*, 2003; GOBBI, 2009). A aplicação do tratamento criogênico e sua influência nas propriedades termomecânicas de LMF foi brevemente discutida na literatura (SINGH *et al*, 2013, KIM *et al*, 2005; LOPES, 2014; ALBANO, 2013; CRUZ FILHO, 2016; CASTILHO, 2017). Dentre os poucos trabalhos existentes, as análises envolvem influência ou efeitos do tratamento criogênico nas propriedades térmicas e/ou mecânicas, sem analisar a efeitos na vida à fadiga das LMFs.

Diante do crescente número das aplicações de componentes LMF em diferentes áreas, o desempenho desses materiais ao longo da sua vida é uma grande preocupação para os pesquisadores, sendo a fadiga o maior desafio (ELAHINIA, 2016; MAMMANO & DRAGONI, 2011). O aprimoramento das propriedades termomecânicas das LMFs, por exemplo, a resistência às fadigas estrutural e funcional é uma necessidade em muitas aplicações. Nesse caso, o tratamento criogênico profundo vem sendo investigado e utilizado com o propósito de melhorar as propriedades termomecânicas das LMF (KIM *et al*, 2005; SING *et al*, 2013; LOPES, 2014; CRUZ FILHO, 2016; CASTILHO, 2017; GONTIJO & DA SILVA, 2018; DA SILVA *et al*. 2018).

SINGH *et al*, (2013) avaliaram a influência de um tratamento criogênico em limas ortodônticas rotativas e observaram que as amostras tratadas criogenicamente apresentaram aumentos de 20% na eficácia de corte, cerca de 7% na resistência ao desgaste e 13,2% na microdureza. A avaliação baseou-se na eficiência do corte com base na perda de peso das amostras, concluindo que o tratamento criogênico melhora a eficiência do corte dos instrumentos de NiTi tratados criogenicamente.

KIM *et al*, (2005) analisaram o efeito do tratamento criogênico, em nitrogênio líquido a -196°C , em instrumentos endodônticos de NiTi, predominantemente na fase austenítica. Para avaliar a influência, foram utilizados 80 instrumentos de corte no preparo de canais *in vitro*, sendo uma metade dos instrumentos submetida ao tratamento criogênico e a outra não. A avaliação consistiu em determinar a microdureza e a eficiência de corte, e conclui-se que os instrumentos submetidos ao tratamento criogênico apresentaram microdureza mais elevada em relação ao grupo não tratado, além da melhoria da eficiência do corte.

ALBANO (2013) e LOPES (2014) fizeram uma avaliação sobre a influência do tratamento criogênico no módulo de elasticidade, amortecimento e dureza de uma liga NiTi com memória de forma. A liga foi resfriada bruscamente a -196°C , mantida por 24 horas nessa

temperatura e aquecida naturalmente até a temperatura ambiente. Verificou-se um aumento que de 115% no amortecimento da liga. Adicionalmente, CRUZ FILHO (2016) e CASTILHO (2017) avaliaram a influência de tratamento criogênico profundo em propriedades térmicas e mecânicas de ligas NiTi com memória de forma. Foram utilizados diferentes métodos de análise e observado que houve, após o tratamento térmico, aumento do fator de amortecimento em 8,79% e aumento médio de 2,52% para dureza e microdureza. Nas temperaturas de transformação de fase o aumento foi de 27,65 %.

VINOTHKUMAR *et al*, (2015) investigaram os efeitos do tratamento criogênico na dureza e na resistência ao desgaste da liga Ni₅₂Ti₄₈ autêntica a temperatura ambiente de 27°C. Os seus resultados sinalizaram que houve uma redução na dureza Vickers e na resistência ao desgaste, com tratamento criogênico de 6 e 24 horas, em 12% com relação ao material não tratado. Portanto, a aplicação do tratamento criogênico é recente e os fenômenos envolvidos no tratamento criogênico de LMF ainda não estão bem compreendidos e consolidado na literatura, de maneira especial no comportamento termomecânico cíclico.

1.3 Objetivos

1.3.1 Objetivo Geral

O objetivo geral deste trabalho é investigar os efeitos de tratamento criogênico profundo no comportamento cíclico da liga Ni₅₄Ti₄₆ com memória de forma.

1.3.2 Objetivos Específicos

Para atingir o objetivo geral tem-se os seguintes objetivos específicos:

- Concepção, projeto, fabricação e testes da bancada para realização dos ensaios termomecânicos cíclicos;
- Avaliar os efeitos de tratamento criogênico profundo na fadiga funcional dos corpos de prova submetidos a ciclagem termomecânica (evolução das deformações máxima e mínima e da deformação recuperável);
- Avaliar a influência de tratamento criogênico profundo na fadiga estrutural dos corpos de prova submetidos a ciclagem termomecânica (número de ciclos até a falha).

1.4 Metodologia

A metodologia se baseia numa análise comparativa entre corpos de prova (fios *SmartFlex*[®]) tratados e não tratados criogenicamente quanto às fadigas funcional e à estrutural. A fadiga funcional é verificada a partir de curvas da evolução das deformações recuperáveis dos corpos de prova ensaiados, evidenciando a variação do efeito memória de forma. A análise de fadiga estrutural é por meio de curvas S-N, curvas que relacionam a amplitude de tensão aplicada e o número de ciclos até a falha.

Os dados para levantamento das curvas foram obtidos por meio de ensaios de fadiga termomecânica. Os ensaios foram realizados em um aparato experimental capaz de aquecer (efeito *Joule*) e resfriar (convecção forçada) ciclicamente o corpo de prova sob carga constante até a ruptura. Os parâmetros das curvas foram calculados com base na norma japonesa “*Standard Method of Statistical Fatigue Testing, JSME 002-1981*”. Este método permite a determinação do número mínimo de amostras e níveis de tensão, além do processamento estatístico dos ensaios de fadiga com 14 pontos, sendo 8 pontos para determinar a parte inclinada e 6 pontos para a parte horizontal da curva S-N (limite de fadiga). O resultado obtido é comparado com o resultado obtido por MAMMANO & DRAGONI, (2014). Esses autores realizaram testes de fadiga termomecânica para o mesmo material investigado e em condições de ensaio semelhantes às condições deste trabalho.

1.5 Originalidade e Contribuição Científica

A descrição do estado da arte revela poucos trabalhos sobre efeitos de tratamentos criogênicos profundo nas propriedades termomecânicas das LMFs e, adicionalmente, sabe-se que o tratamento criogênico vem sendo empregado com o objetivo de proporcionar melhorias nas propriedades mecânicas dos metais tradicionais como a resistência ao desgaste, vida à fadiga em elementos de máquinas e engrenagens de sistemas de transmissão (LEVINE, 2002). Neste contexto, a principal contribuição científica do presente trabalho é avaliar se há efeito ou não e como o tratamento criogênico profundo influencia o comportamento cíclico da liga Ni₅₄Ti₄₆ *SmartFlex*[®] quanto à fadiga estrutural e termomecânica.

O resultado obtido contribui com a consolidação do conhecimento do comportamento das LMF quando submetidas a ciclagem termomecânica. As análises mais aprofundadas dos resultados poderão apontar ainda a possível eficiência do tratamento criogênico profundo quanto ao aprimoramento das propriedades do material investigado.

1.6 Estrutura do Texto

O texto está estruturado em seis capítulos. O segundo capítulo apresenta uma revisão bibliográfica de materiais com memória de forma, aspectos de transformações de fase martensíticas e comportamento cíclico, além de fadigas estrutural e funcional. Apresenta-se também os tipos de tratamentos criogênicos e suas aplicações. No terceiro capítulo são apresentados uma descrição da bancada de ensaios de fadiga, algumas das especificações da bancada e seus principais elementos, além dos testes preliminares e procedimento experimental adotado. No quarto capítulo, encontram-se matérias e métodos, que apresenta a especificação do material investigado e técnicas utilizadas na caracterização e, por último, apresenta-se o procedimento de análise. No quinto capítulo são apresentados, analisados e discutidos os resultados obtidos. Por fim, as conclusões e sugestões para trabalhos futuros são apresentadas no sexto capítulo.

CAPÍTULO 2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

As ligas com memória de forma (LMFs ou, do inglês, *SMA*, *Shape Memory Alloys*) vêm se destacado dentre os materiais funcionais e estão na vanguarda das pesquisas durante as últimas décadas. Este capítulo apresenta o comportamento exclusivo observado nas LMFs, suas propriedades termomecânicas características e aspectos microestruturais e termodinâmicos. Apresentam-se ainda os conceitos fundamentais envolvendo fadiga funcional e estrutural e, por último, os diferentes tipos de tratamentos criogênicos e suas aplicações.

2.1 Introdução às LMFs

Durante séculos, os metais têm desempenhado um papel importante como materiais estruturais (LAGOUDAS, 2009; BUEHLER & WANG, 1968). Os avanços na ciência, tecnologia e uma compreensão mais profunda dos efeitos da microestrutura, além de técnicas de processamento sobre o comportamento dos materiais, contribuiu fortemente com as melhorias observadas no campo da ciência dos materiais nas últimas décadas (WU M.H., SCHETKY L.M, 2017; OTSUKA & WAYMAN, 1998). A descoberta da martensita em aços, na década de 1890, por Adolf Martens foi um passo importante para a descoberta das LMFs, em 1932, por Arne Olander.

A crescente demanda por materiais extremamente leves e mais resistentes, com propriedades adaptadas capazes de atender as exigências estruturais estritas e fornecendo funcionalidade adicional (por exemplo, sensoriamento, atuação, blindagem eletromagnética), gerou um novo ramo de materiais chamados materiais multifuncionais (LAGOUDAS, 2008; RYHÄNEN, 1999). Dentre os materiais multifuncionais, existem os materiais ativos que exibem capacidades de detecção e atuação; por exemplo, as LMFs, que apresentam a capacidade de recuperar à sua forma (ou tamanho) original quando submetidas a uma deformação pseudoplástica e variação de temperatura.

As características únicas observadas nas LMFs, ou seja, a capacidade desses materiais de responder de forma reversível a mudanças de temperatura externas e alterar suas propriedades físicas e ou mecânicas, permitiu muitas aplicações, tornando estes populares para aplicações de detecção e atuação, absorção de impacto e amortecimento de vibrações (LAGOUDAS, 2008; WILLIAMS *et al*, 2010).

Em aplicações como atuadores que envolvem grandes deformações, cargas e baixas frequências, as LMFs apresentam um grande diferencial em relação aos demais tipos de atuadores (OTSUKA & REN, 2005; OTSUKA & WAYMAN, 1999).

2.2 Aspectos Microestruturais e Termodinâmicos das LMF

Dependendo da temperatura na qual se encontram, as LMFs apresentam duas diferentes fases: austenita (*A*), martensita (*M*) ou, ainda, uma mistura dessas fases. A estrutura da austenita é estável a altas temperaturas e a estrutura da martensita é estável a temperaturas mais baixas (SUN & HWANG, 1993). Entre a fase austenita e a martensita, ocorre uma mudança de estrutura cristalina, denominada de transformação martensítica termoelástica. Atribui-se a essa transformação o comportamento exclusivo de recuperação de forma observado nas LMFs (LEXCELLENT, 2013).

2.2.1 Transformação Martensítica Termoelástica

Nos materiais metálicos convencionais, como, por exemplo, nos aços, a transformação martensítica (TM) ocorre por têmpera a partir de temperaturas mais elevadas (OTSUKA & WAYMAN, 1998). Nas LMFs, a transformação martensítica possui características bem definidas que a distinguem de outras transformações. Ou seja, o fenômeno de transformação de fase entre austenita e martensita é cristalograficamente reversível pelo aquecimento e resfriamento em uma estreita faixa de temperatura (LAGOUDAS, 2008; FUNAKUBO, 1987).

As propriedades e as alterações de propriedades decorrentes da transformação entre as fases cristalinas austenita e martensita asseguram às LMFs um grande destaque nas aplicações de engenharia (LECCE & CONCILIO, 2015; ZIÓŁKOWSKI, 2015; LAGOUDAS *et al*, 2012; BASS *et al*, 2019). No entanto, é necessário a estabilização e modificações no processamento dessas ligas para aplicações em atuadores de alto ciclo (BENAFAN *et al*, 2014; LÜSSI, 2009; PELTON *et al*, 2011; BORLANDELLI *et al*, 2015). Um atuador ou estrutura de LMF, por exemplo, apresenta características versáteis, que são atribuídas às alterações na estrutura cristalina. Sabe-se que, tanto pela variação de temperatura quanto pela aplicação de carregamentos mecânicos específicos, é possível realizar alterações da microestrutura cristalina dessas ligas.

A transformação martensítica induzida termicamente ocorre em uma determinada faixa de temperatura, que varia em função da composição e do histórico de carregamento termomecânico de cada liga (FUNAKUBO, 1987; OTSUKA & WAYMAN, 1998; OTSUKA & REN, 2005). As LMFs são metaestáveis e possuem quatro temperaturas características de transformação de fase: M_s (*Martensite start*) temperatura inicial de formação da martensita, M_f (*Martensite finish*) temperatura final de formação da martensita, A_s (*Austenite start*) temperatura inicial de formação da austenita e A_f (*Austenite finish*) temperatura final de formação da austenita (LAGOUDAS, 2008; FUNAKUBO, 1987; ELAHINIA, 2016).

Quando um material LMF é resfriado gradativamente, a partir da fase austenita, a estrutura cristalina passa por transformação da fase austenítica para a martensítica, denominada transformação direta. Por outro lado, ao aquecer a partir da fase martensita, a liga sofre uma transformação da fase martensítica para a fase austenítica, denominada de transformação reversa (DELAEY *et al*, 1974; FUNAKUBO, 1987). Macroscopicamente, a martensita apresenta comportamento quasiplástico (OTSUKA & WAYMAN, 1998). Já o comportamento na fase austenita é a pseudoelasticidade (PE) ou superelasticidade (SE).

Uma esquemático da transformação de fase induzida por temperatura e livre de tensões é vista na figura 2.1 Trata-se da evolução da fração volumétrica de martensita em função da temperatura para uma LMF quando aquecida e resfriada através das suas temperaturas de transformação de fase (DELAEY *et al*, 1974; LAGOUDAS, 2008). As terminologias das temperaturas características foram estabelecidas na norma ASTM F 2005-5 (2015).

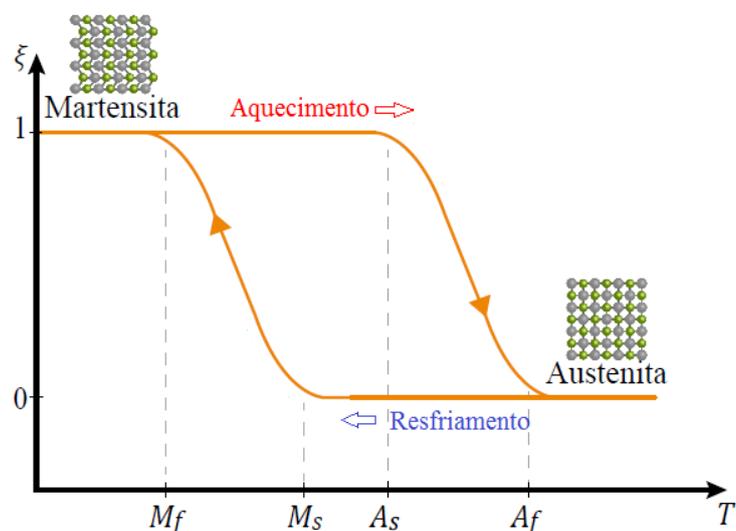


Figura 2.1 – Esquemático da evolução da fração volumétrica de martensita x temperatura.

Fonte: Autoria própria.

Durante o aquecimento, a partir de uma temperatura menor que M_f , o material é submetido a uma transformação da fase martensítica para a uma fase austenítica, que tem início em A_s e fim em A_f . Resfriando-se o material a partir de uma temperatura superior a A_f ocorre a transformação da fase austenítica para a martensítica, iniciando-se em M_s e estendendo-se até M_f . As temperaturas características de transformação são diferentes para a transformação direta e reversa. Essa diferença é chamada histerese da transformação e não é igual em cada LMF (DELAEY *et al*, 1974; FUNAKUBO, 1987).

A origem da histerese está relacionada à mobilidade da interface austenita/martensita (ZIÓŁKOWSKI, 2015). A formação do laço de histerese durante o ciclo de carregamento mecânico e/ou térmico envolvendo transformação de fase direta e reversa é uma das observações experimentais mais importantes do comportamento das LMFs (YAMAUCHI *et al*, 2011). O tamanho da histerese de transformação depende de muitos fatores; por exemplo, a composição química específica da LMF e/ou seu tratamento termomecânico (LIANG & ROGERS, 1990).

2.2.2 Cristalografia da Transformação de Fase Martensítica

A principal razão para o comportamento único das LMFs é devido à transformação de fase martensítica. Em razão de suas características bem definidas e únicas, a TM é diferenciada de outras transformações de fase, conforme ilustração esquemática vista na figura 2.2.

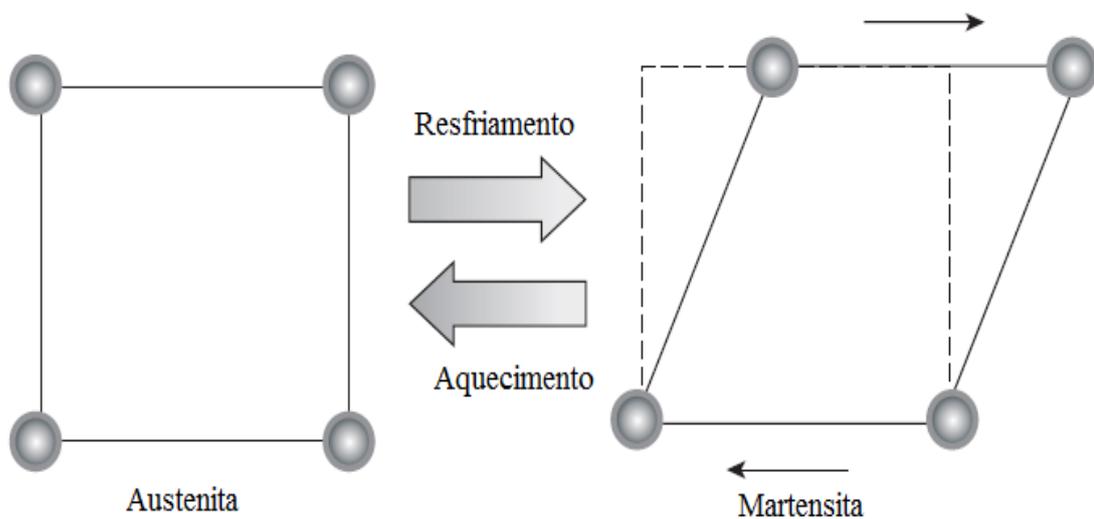


Figura 2.2 – Ilustração esquemática da mudança na forma da célula unitária.

Fonte: Adaptado de YAMAUCHI *et al*, (2011).

A transformação de fase ocorre no estado sólido sem difusão e é caracterizada por um deslocamento atômico dominante bem coordenado, envolvendo um grande número de átomos que preserva a correspondência cristalográfica entre as fases matriz (austenita) e produto (martensita) (DELAEY *et al*, 1974; NISHIYAMA, 1978).

A estrutura dos materiais cristalinos é frequentemente alterada em resposta a um estímulo. A partir da fase de alta temperatura, que é tipicamente uma fase cúbica como uma estrutura cúbica de corpo centrado (CCC) ou estrutura cúbica de face centrada (FCC), a estrutura cristalina é resfriada abaixo das temperaturas de transformação martensítica e transformada em uma fase produto com menor simetria cristalográfica. Essa transformação de fase pode ser detectada por várias medições, como medições de resistividade elétrica ou medições calorimétricas (YAMAUCHI *et al*, 2011).

As mudanças correspondentes em estruturas atômicas durante a transformação estão ilustradas na figura 2.3. Observa-se que em um estado totalmente martensítico a amostra é composta de cristais de martensita com duas orientações diferentes, direções opostas de cisalhamento. Essa morfologia permite que os cristais de martensita anulem mutuamente a deformação de cisalhamento e, assim, minimizem a deformação da amostra, processo que é referido como autoacomodação. Cristais de martensita que se formam a partir de uma única austenita, mas têm uma orientação diferente, são chamados variantes (YOICHI H *et al*, 2010). No interior de um cristal, a distorção de cisalhamento ocorre ao longo de um plano específico chamado plano de hábito, que forma a interface entre as fases martensítica e austenítica.

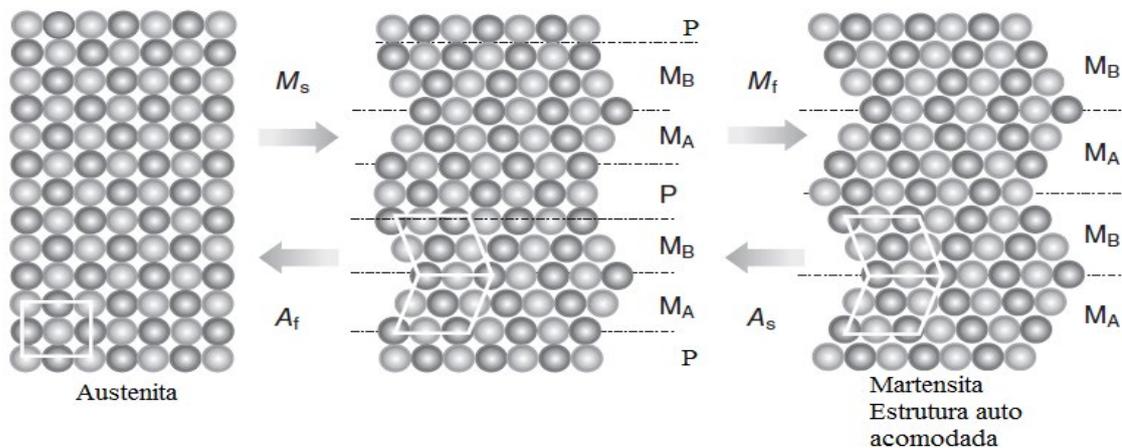


Figura 2.3 – Esquemático de arranjos atômicos durante a transformação martensítica. P: fase Pai, M: fase martensita e os subscritos A e B representam os cristais de martensita com direções de cisalhamento diferentes. Fonte: Adaptado de YAMAUCHI *et al.*, (2011).

As variantes são formadas por meio de um processo de maclagem (*twinning*) ou demaclagem (*detwinning*), dependendo de como a transformação de fase foi induzida. Em outras palavras, quando a transformação de fase for induzida por temperatura e no estado livre de tensões, a estrutura resultante é a martensita maclada (autoacomodada) e quando induzida mecanicamente (tração ou compressão) a martensita demaclada, que é a variante mais favoravelmente orientada em relação à carga aplicada (KRISHNAN *et al*, 1974).

No que se refere a aspectos metalúrgicos, a fase martensita é caracterizada por uma estrutura com diversas variantes e, quando a martensita é monoclinica, pode haver até 24 orientações cristalográficas diferentes, sendo: 6 planos diagonais (planos de hábito) x 2 possibilidades de translação (maclas) x 2 possibilidades de cisalhamento (*twins*) (OTSUKA & WAYMAN, 1998; HODGSON *et al*, 1990).

A transformação em martensita acontece ao longo do plano invariante e envolve dois mecanismos diferentes, sendo o primeiro através de deslizamento, ou seja, átomos movendo-se por um ou mais espaço atômico e o segundo por maclagem. Ambos os mecanismos podem ajudar na formação de martensita com pouca ou nenhuma alteração volumétrica no material (LAGOUDAS, 2008; YAMAUCHI *et al*, 2011).

2.2.3 Termodinâmica da Transformação Martensítica

A transformação de fase praticamente nunca passa por estados de equilíbrio termodinâmicos completos. Sabe-se que, durante a transformação, uma nova estrutura cristalina é criada, sem qualquer alteração de composição. Como alguns parâmetros essenciais, como temperaturas de transformação e tensão de transformação, são determinados pela diferença de energia livre entre a fase martensita e a fase mãe, considera-se a energia livre de Gibbs dessas fases. As energias livres de Gibbs dessas duas fases são dadas por:

$$G^a = H^a - TS^a, \quad (2.1)$$

e

$$G^m = H^{am} - TS^{am}. \quad (2.2)$$

onde H é entalpia, S é entropia e T é a temperatura. Os sobrescritos *a* e *m* representam a fase austenita e a fase martensita, respectivamente. A entalpia e a entropia são fortemente

dependentes da composição química de cada LMF (YAMAUCHI *et al*, 2011). Em determinada temperatura, a diferença de energia livre é dada por:

$$\Delta G^{a/m} = (H^a - H^m) - T(S^a - S^m) = \Delta H_m^a - T\Delta S^{a/m}. \quad (2.3)$$

A temperatura de equilíbrio entre a austenita e a martensita, T_0 , é a temperatura na qual a energia livre das duas fases é igual ($\Delta G^{a/m} = 0$) e é dada por:

$$T_0 = \Delta H^{a/m} / \Delta S^{a/m}. \quad (2.4)$$

Na prática, a formação da martensita requer algum tipo de sub-resfriamento, ΔT , uma vez que o processo necessita de energia extra, G_e , devido à formação da interface a/m e da energia de deformação elástica. Para o caso de transformação induzida por tensão, o efeito da tensão uniaxial aplicado, σ , e da deformação, ϵ , deve ser considerado como um termo adicional na Equação 2.3:

$$\Delta G^{a/m} = \Delta H^{a/m} - T\Delta S^{a/m} - \sigma\epsilon. \quad (2.5)$$

Em um estado de equilíbrio sob temperatura específica, a tensão de equilíbrio é dada por:

$$\sigma = \Delta H^{a/m} - T\Delta S^{a/m} / \epsilon. \quad (2.6)$$

2.2.4 Metalurgia de NiTi

Nos últimos anos, mais de 90% de todas as aplicações de LMF comercial baseiam-se em ligas binárias de NiTi ou ternárias NiTi-Cu e NiTi-Nb (HUMBEECK, 2001; ELAHINIA, 2016; HUMBEECK, 1991).

Para o sistema níquel-titânio, a fase de alta temperatura (austenita) possui uma estrutura cúbica do tipo B2 e a fase martensítica estruturas tetragonais ortorrômbicas e monoclinicas (WAYMAN, 1990). Durante o resfriamento, a estrutura austenítica se transforma na estrutura monoclinica da martensita (B19'), onde cada átomo de rede retém seus átomos vizinhos mais próximos (YAMAUCHI *et al*, 2011).

A fase austenita é caracterizada por maior rigidez ($EA \approx 3 \cdot EM$), maior dureza e estrutura relativamente lisa quando comparada com a martensita (HUANG & ZHANG, 2002). Já a fase martensita apresenta maior estabilidade a temperaturas mais baixas e, em condições livres de carregamento mecânico, possui natureza autoacomodativa (WAYMAN, 1992; OTSUKA & WAYMAN, 1998; LAGOUDAS, 2008). A figura 2.4 ilustra esquematicamente a estrutura cúbica da austenita e diferentes variantes de martensita.

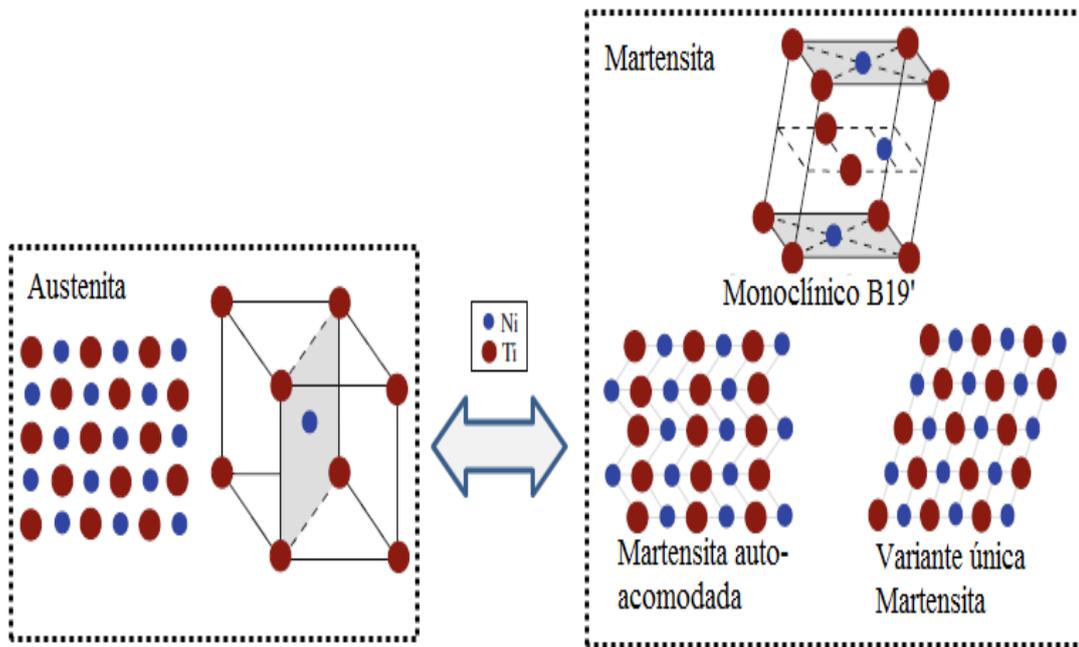


Figura 2.4 – Ilustração da mudança microestrutural durante a transformação de fase

Fonte: Adaptado de RAO *et al.*, (2015).

As ligas NiTi que possuem concentrações equiatômica de níquel e titânio, ou valores próximos a esses, apresentam características das LMFs (LAGOUDAS, 2008; VAN DER WIJST, 1992). Somente em torno da composição estequiométrica, a fase intermetálica NiTi (B2) pode existir na ausência de outras fases sob condições de equilíbrio (área hachurada do diagrama de fase do sistema NiTi), como representado na figura 2.5.

O precipitado Ni_4Ti_3 tem uma influência significativa na transformação da fase martensítica, pois, com a formação desse precipitado, os campos de tensão surgem na estrutura cristalina, o que pode levar a uma transformação de fase em múltiplos estágios e facilitar o aumento da recuperação da forma (EGGELER, 2004).

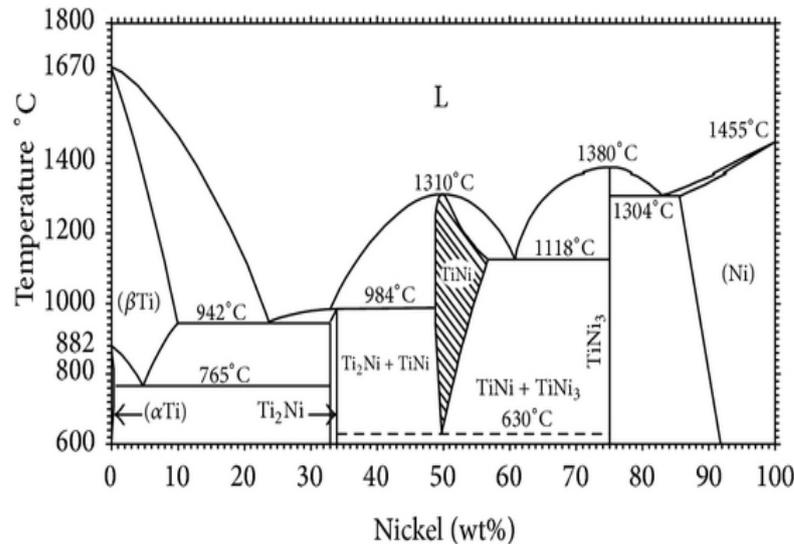


Figura 2.5 – Diagrama de fase de Ni-Ti em percentual atômico.

Fonte: Adaptado de OTSUKA & REN, (2005).

Quando uma liga NiTi equiatômica é submetida a tratamentos térmicos em temperaturas apropriadas, uma fase intermediária entre a martensita B19' e a austenita B2, denominada de fase R, é formada (OTSUKA & REN, 2005; LAGOUDAS *et al*, 2008). O surgimento da fase R depende diretamente do teor de níquel e do tratamento térmico da LMF (BUEHLER & WANG, 1968; HODGSON *et al*, 2000; STROZ *et al*, 2000).

2.3 Comportamento Termomecânico das LMFs

Os efeitos funcionais excepcionais observados e que distinguem as LMFs de uma classe genérica de materiais são os fenômenos da quasiplasticidade, pseudoelasticidade e efeito memória de forma, unidirecional e bidirecional. Nota-se a quasiplasticidade em temperaturas abaixo de M_f e livre de tensões, o efeito extraordinário da pseudoelasticidade observado em temperatura em que a fase austenita é termodinamicamente estável, ou seja, temperaturas acima de A_f . E, por último, o efeito memória de forma, na transição de uma temperatura inferior a M_s para outra temperatura superior a A_s , depois de sofrer deformação plástica (quasiplasticidade) abaixo de M_s .

2.3.1 Quasiplasticidade

O fenômeno da quasiplasticidade ocorre em temperatura abaixo de M_f . Nessa temperatura e livre de tensões, a LMF encontra-se na fase martensítica e constitui-se de

variantes com orientações cristalográficas diferentes (OTUBO *et al*, 2002). Ao aplicar um carregamento mecânico adequado (nível de tensão) a um material LMF em fase termodinamicamente estável martensita maclada, esse sofrerá uma reorientação da martensita maclada em martensita demaclada. Descarregando-se o material e mantendo a temperatura abaixo de M_f , a deformação do material se mantém, como se fosse uma deformação plástica. Nota-se, nesse caso, um comportamento denominado quasiplasticidade (KRISHNAN *et al*, 1975; HUMBEECK, 2001).

A figura 2.6 representa esquematicamente a curva tensão-deformação quasiplástica. Inicialmente, abaixo de M_f , quando a estrutura é submetida a uma tensão mecânica adequada, nota-se um comportamento elástico da martensita maclada (Trecho AB). Em sequência, quando a martensita autoacomodável (maclada) atinge uma tensão crítica, σ_{crit} , inicia-se uma reorientação das diferentes variantes de martensita maclada na direção daquela variante mais favoravelmente orientada em relação à carga aplicada (Trecho BC). Esse processo é denominado de reorientação da martensita maclada ou demaclação e não envolve deformação plástica.

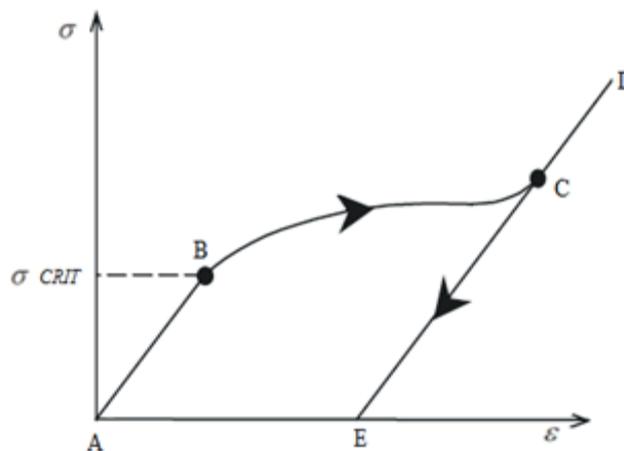


Figura 2.6 – Curva tensão-deformação quasiplástica típica das LMFs.

Fonte: Autoria própria.

A partir do ponto C, observa-se um comportamento elástico da martensita maclada. Desse modo, com o descarregamento anterior ao limite de escoamento da martensita, observase um comportamento elástico no trecho D-E e uma deformação residual que é chamada de quasiplástica. Se o material deformado quasiplasticamente sofrer um aquecimento acima de A_f , a deformação quasiplástica desaparece, pois a martensita reorientada se transforma em austenita.

2.3.2 Efeito Memória de Forma

A capacidade da LMF para retornar a uma forma predeterminada no aquecimento a uma temperatura característica acima de A_f é referida como efeito memória de forma (EMF) (DELAEY *et al*, 1974; TOBUSHI *et al*, 1997). O EMF consiste na recuperação da deformação quasiplástica durante a transformação induzida termicamente para a fase austenita e, macroscopicamente, o material assume a forma anteriormente estabelecida, como pode ser visto na ilustração esquemática da figura 2.7.

Nota-se que o material em estado martensítico começa a formação da martensita demaçada logo depois do comportamento elástico. A formação da martensita demaçada tem início em $\sigma_{MM \rightarrow MD}^S$, fim em $\sigma_{MM \rightarrow MD}^F$, acomodada de acordo com a direção da carga mecânica aplicada. Assim, ao aliviar a tensão (descarregamento), o material terá uma deformação plástica (quasiplasticidade) e microestrutura martensita demaçada. Quando o material é aquecido, a deformação é recuperada e o material volta à formação total da austenita (HUMBEECK, 2001).

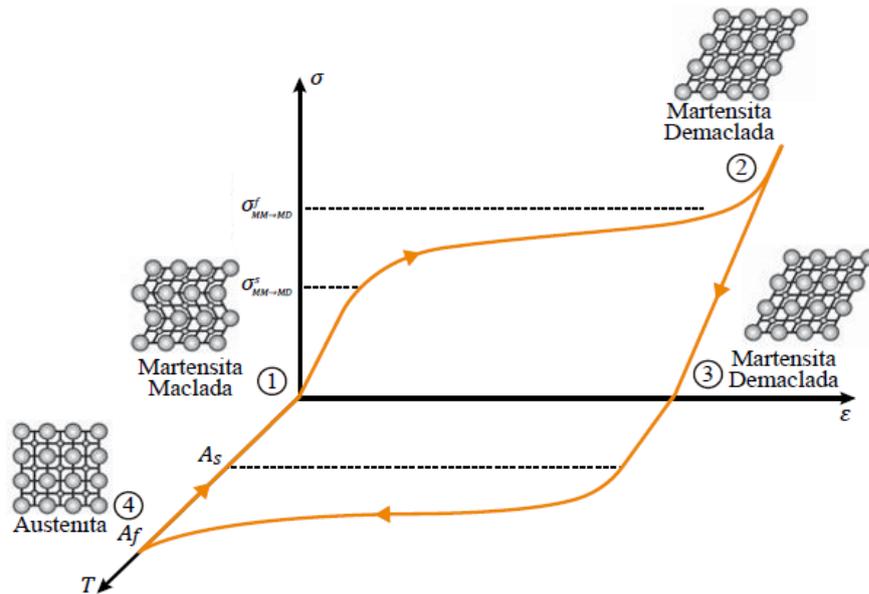


Figura 2.7 – Efeito Memória de Forma (EMF), curva tensão x deformação x temperatura.
Fonte: Adaptado de ELAHINIA, (2016).

O típico EMF nas LMFs é descrito através do diagrama σ - ϵ - T , como visto na ilustração da Figura 2.7. Os passos 1-4 são descritos abaixo:

1-2: Indica que o material em estado martensítico é submetido a uma tensão mecânica, formando a martensita demaçada.

2-3: O material passa por um alívio de tensão mecânica (descarregamento).

3-4: Indica que o material é aquecido a temperatura acima de A_f e retoma sua forma predeterminada.

4-1: Se resfriado, o material pode retornar ao ponto 1 novamente, reiniciando outro ciclo.

A fase martensita em temperatura acima de A_f ocorre somente sob carga. A recuperação da forma predeterminada através do aquecimento ocorre, uma vez que acima de A_f a austenita é a única fase termodinamicamente estável (KRISHNAN *et al*, 1975; LAGOUDAS, 2008; HUMBEECK, 2001).

2.3.3 Pseudoelasticidade ou Superelasticidade

Contrariamente ao efeito memória de forma termicamente ativado, em pseudoelasticidade, nenhuma mudança de temperatura é necessária. Em vez da ativação térmica, uma carga mecânica externa é usada para induzir a transformação de fase. A figura 2.8 representa esquematicamente a curva tensão-deformação pseudoelástica típica das LMFs. Apesar do fato de nenhuma ativação térmica ser necessária, o comportamento pseudoelástico só é observado em temperaturas acima de A_f , onde o material é totalmente austenítico.

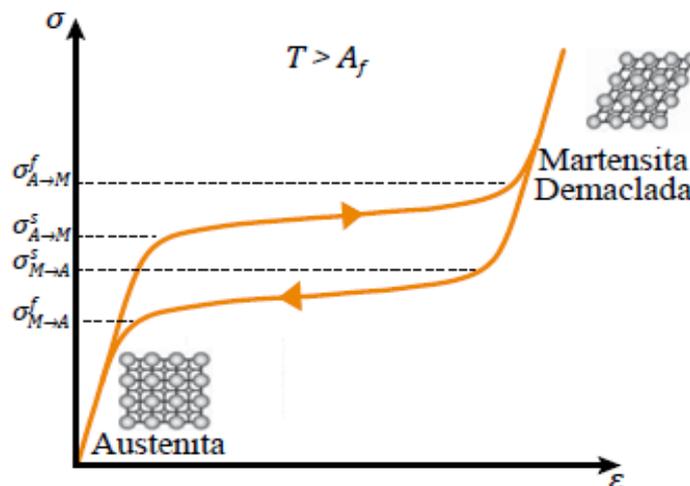


Figura 2.8 – Pseudoelasticidade das LMFs: Esquemático σ - ϵ .

Fonte: Autoria própria.

Inicialmente, nota-se um comportamento elástico da austenita durante aplicação de carregamento mecânico no material. Ao alcançar a tensão de indução no ponto $\sigma_{A \rightarrow M}^s$, o material inicia a transformação de austenita para martensita, finalizando a transformação direta induzida mecanicamente no ponto $\sigma_{A \rightarrow M}^f$. No sentido inverso, a transformação da martensita para

austenita inicia com o descarregamento (alívio de tensão), ao atingir o ponto $\sigma_{M \rightarrow A}^S$, finalizando a transformação em $\sigma_{M \rightarrow A}^F$. O material volta à configuração inicial comportando-se elasticamente (KRISHNAN *et al*, 1975).

No fenômeno, as variantes de martensita demaçada, orientadas favoravelmente na direção da carga aplicada, se transformam diretamente da fase austenítica induzida por tensão (FUNAKUBO, 1987; OTSUKA & WAYMAN, 1998; KRISHNAN *et al*, 1975). Durante o alívio de tensão mecânica (descarregamento), a martensita se transforma em austenita, resultando na recuperação macroscópica da forma inicial, com pequenas deformações plásticas (ELAHNIA, 2016).

Durante o carregamento e o descarregamento, o material mostra uma histerese devido a diferentes níveis de tensão para a transformação. Esse comportamento é denominado pseudoelástico, sendo elástico pela recuperação macroscópica da forma inicial e pseudo por descrever uma histerese. Devido ao comportamento observado, a PE é às vezes chamada de comportamento borracha; porém, os termos superelasticidade e pseudoelasticidade são mais conhecidos. Nota-se que, do ponto de vista da ciência dos materiais, esse comportamento na verdade não é elástico.

2.4 Carregamento Cíclico de Ligas com Memória de Forma

As excelentes propriedades funcionais de fadiga associadas à transformação martensítica são muito atraentes para aplicações como atuadores de LMF (ELAHNIA, 2016). Nesses atuadores, o material é submetido a reincidência cíclica das transformações martensíticas. Os efeitos decorrentes da ciclagem puramente térmica, puramente mecânica ou termomecânica têm grande importância e são muito investigados (MALETTA *et al*, 2014; TAMURA *et al*, 1995; MAMMANO & DRAGONI, 2015; EGGELER *et al*, 2004).

No presente trabalho, foram usados os seguintes termos para definir ciclagem em LMF: a ciclagem em que há variação de temperatura sob carga mecânica constante será denominada ciclagem termomecânica; a ciclagem sob carga mecânica nula, de ciclagem térmica, e, por último, a ciclagem caracterizada pelas variações de tensão mecânica, como ciclagem mecânica. A ciclagem pseudoelástica de LMF, por exemplo, é um tipo de ciclagem puramente mecânica sem variação de temperatura (MALETTA *et al*, 2014).

O EMF, por exemplo, é amplamente explorado em atuadores LMFs para produzir movimento e/ou força, respondendo a uma variação de temperatura com uma alteração de formato físico (STOECKEL, 1990). Nesse tipo de aplicação, inúmeras transformações de fase são exigidas ao longo da vida útil do material e essas transformações cíclicas provocam alterações graduais na microestrutura e, conseqüentemente, alteram propriedades do material (BERTACCHINI e LAGOUDAS, 2003; LAGOUDAS, 2008; MALETTA *et al*, 2014). A diminuição nas temperaturas de transformação de fase e no calor latente, alterações no laço de histerese térmica, degradação do EMF e a própria falha mecânica produzida pela evolução de deformações plásticas do material com a evolução dos ciclos são conseqüências da ciclagem (MAHTABI *et al*, 2015; OTSUKA & WAYMAN, 1998).

O acúmulo de martensita residual retida na fase austenita termodinamicamente estável e deslocamentos na microestrutural também são causados pela ciclagem de LMF (MILLER; LAGOUDAS, 2000). Além disso, propriedades térmicas, como as temperaturas de transformação e o calor latente de transformação de fase, são características que tendem a diminuir à medida em que o número de ciclos aumentam (PELTON *et al*, 2012). A evolução das temperaturas de transformação de fase e calor latente para uma liga NiTi durante os ciclos térmicos de tensão nula é visto na figura 2.9.

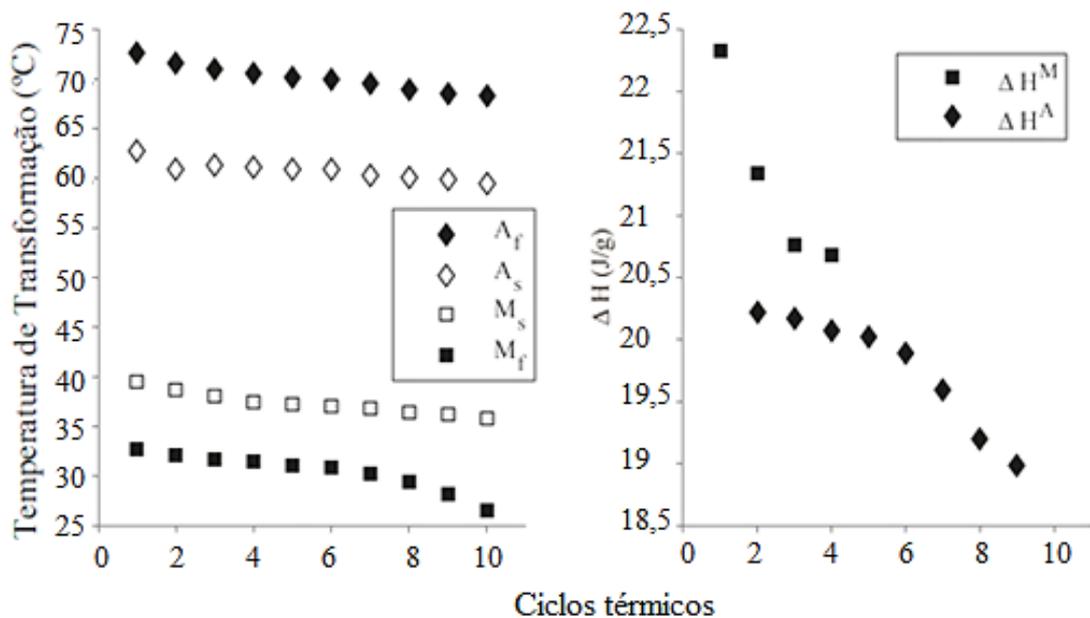


Figura 2. 9 – Evolução das temperaturas de transformação (esquerda) e calor latente (direita) de uma LMF NiTi.

Fonte: DA SILVA *et al*, (2017).

Em sequência, a representação de ensaios semelhantes na figura 2.10, observa-se o resultado de ciclos térmicos realizados via DSC (Calorimetria Diferencial de Varredura), evidenciando a diminuição no calor latente e temperaturas de transformação de fase de uma liga NiTi, após 100 ciclos.

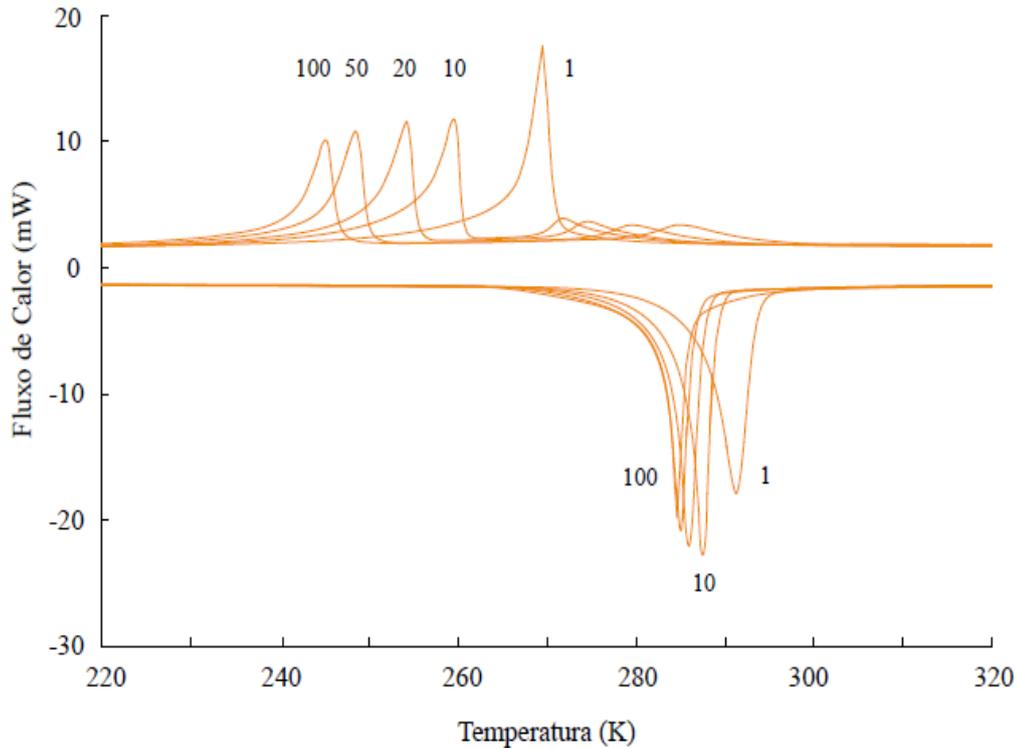


Figura 2.10 – Ciclos térmicos executados no DSC, endotérmico para baixo.

Fonte: PELTON *et al*, (2012).

Sobre a ciclagem mecânica, MALETTA *et al*, (2014) realizaram experimentos em regime pseudoelástico de uma liga NiTi e observaram mudanças nas propriedades. Notou-se uma degradação da recuperação pseudoelástica durante os ciclos iniciais e conseqüente uma diminuição na energia dissipada. Às mudanças observadas, os autores atribuíram fenômenos como o acúmulo de martensita estabilizada.

O comportamento único das LMF tem contribuído para surgimento de aplicações de carácter inovador em diversas campos das ciências e da engenharia (JANI *et al*, 2014). Em algumas dessas aplicações, é interessante que o laço de histerese térmica seja estável. Nesses casos, as análises subseqüentes de curvas de temperatura *versus* deformação são interessantes para verificar a fadiga funcional de LMF, avaliando a degradação no EMF devido à ciclagem térmica e ou termomecânica.

2.5 Fadiga de Metais

A fadiga é definida como a deterioração gradual do material quando submetido a carregamentos cíclicos (STEPHENS *et al*, 2001; DOWLING, 2013). A norma ASTM (ASTM, 2013 E-1823-13) traz uma definição mais ampla sobre fadiga: “*processo de alterações estruturais progressivas, permanentes e localizadas em um material sujeito a condições que produzem tensões e deformações oscilantes em um ponto ou vários e que podem implicar em trincas ou fraturas completas após um número suficiente de oscilações*”.

Os componentes e estruturas falham em muitas das aplicações sob esforços repetidos ou cíclicos. A ciclagem, ainda que em tensões bem menores que a tensão de ruptura do material, pode causar danos microscópicos que são acumulados. Nesse sentido, a fadiga é frequentemente o principal modo de falha para tais componentes e estruturas (MOUMNI *et al*, 2005). A falha por fadiga pode causar sérios danos aos sistemas mecânicos e biomédicos sem qualquer aviso prévio e, devido à sua natureza inesperada, a falha por fadiga é muito importante.

O carregamento aplicado pode ser uniaxial, torsional ou multiaxial. Um esquema de carregamento cíclico constante e parâmetros relacionados é representado na figura 2.11, (diagrama tensão-tempo). O carregamento cíclico envolve a aplicação de cargas que mudam em função do tempo e a tensão no material varia entre um nível mínimo σ_{min} e máximo σ_{max} , podendo ser constantes ou variável. A diferença entre as tensões é determinada pela equação 2.7 (DOWLING, 2013).

$$\Delta\sigma = \sigma_{max} - \sigma_{min} . \quad (2.7)$$

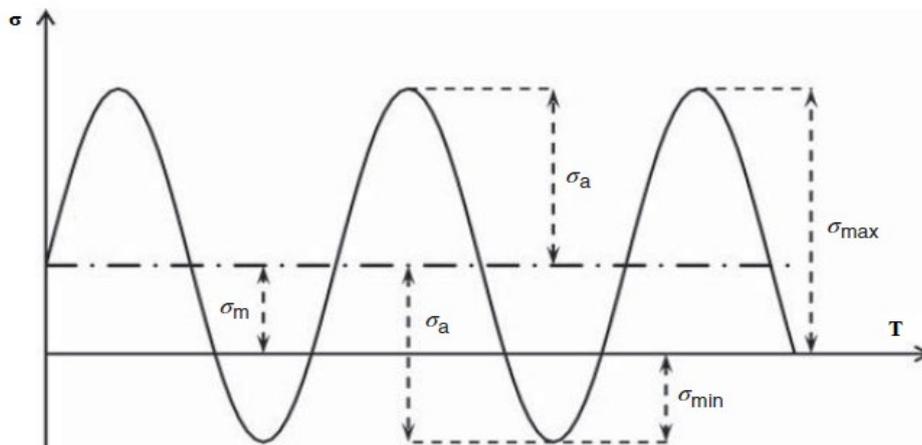


Figura 2.11 – Diagrama esquemático de carregamento cíclica com amplitude constante.

Fonte: Adaptado de ELAHINIA, (2016).

A média entre σ_{min} e σ_{max} é equivalente à tensão média σ_m . Essa tensão pode ser nula, caso a tensão seja totalmente inversa. A amplitude de tensão σ_a , ou tensão alternada, é determinada pela diferença entre as tensões. Sendo assim, dos parâmetros estabelecidos na Figura 2.11 podem ser definidas as seguintes relações:

$$\sigma_m = \sigma_{max} + \sigma_{min}/2, \quad (2.8)$$

$$\Delta\sigma = \sigma_{max} - \sigma_{min}, \quad (2.9)$$

$$\sigma_a = \sigma_{max} - \sigma_m. \quad (2.10)$$

Os comportamentos das curvas também podem ser descritos por uma razão de tensão R e amplitude (Dowling, 2013). Parâmetros similares podem ser definidos com as substituições.

$$R = \sigma_{min}/\sigma_{max}. \quad (2.11).$$

2.5.1 Abordagens de fadiga e previsão de vida

Em geral, existem quatro diferentes abordagens para análise de fadiga e previsão de vida. Para STEPHENS e FUCHS, (2001) essas abordagens são o método nominal tensão-vida (S-N), o método de deformação-vida (ϵ -N), método de crescimento de trinca por fadiga ($da/dN - \Delta K$) e o método de dois estágios que combinam a tensão-vida (ou deformação local) e métodos de propagação de trincas por fadiga para análises e projetos.

A vida de um componente estrutural é constituída pelo número de ciclos até a iniciação da trinca e o número de ciclos necessário à propagação até a ruptura do material, sob determinados esforços mecânicos. Então, os regimes se dividem em: fadiga de alto-ciclo ($10^3 \sim 10^4 < N < 10^6 \sim 10^7$ ciclos), mais comum na abordagem S-N, e fadiga de baixo-ciclo ($N < 10^3 \sim 10^4$ ciclos), preferido na abordagem ϵ -N (NORTON, 2013; BUDYNAS e NISBETT, 2006).

O método S-N é o método convencional para a análise de fadiga, utiliza tensões nominais e as relaciona com as forças de fadiga locais. Existem vários modelos matemáticos para a representação de curvas de fadiga de S-N de metais. Geralmente, esses modelos são representados com base na vida à fadiga mediana de múltiplas amostras. Nesse sentido, um dos

modelos amplamente utilizados para a abordagem de tensão-vida é o modelo de Basquin. A equação de Basquin representa o comportamento de fadiga até o limite de resistência e é descrita como:

$$\sigma_a = \sigma'_f (2N_f)^b, \quad (2.12)$$

onde σ_a é a tensão alternada aplicada (amplitude de tensão) e σ'_f e b são constantes de material. O coeficiente de resistência à fadiga, σ'_f , é amplitude de tensão onde a falha ocorre em uma reversão e o expoente da resistência à fadiga, b , é a inclinação da linha logarítmica, vide figura 2.12).

No sistema de coordenadas log-log, as deformações elásticas e plásticas normalmente mostram um comportamento linear com relação ao número de ciclos até a falha. Para a deformação elástica, a relação pode ser formulada a partir da relação de Basquin, dado por:

$$\frac{\Delta \varepsilon_e}{2} = \frac{\sigma_a}{E} = \frac{\sigma'_f}{E} (2N_f)^b, \quad (2.13)$$

onde E é o módulo de elasticidade.

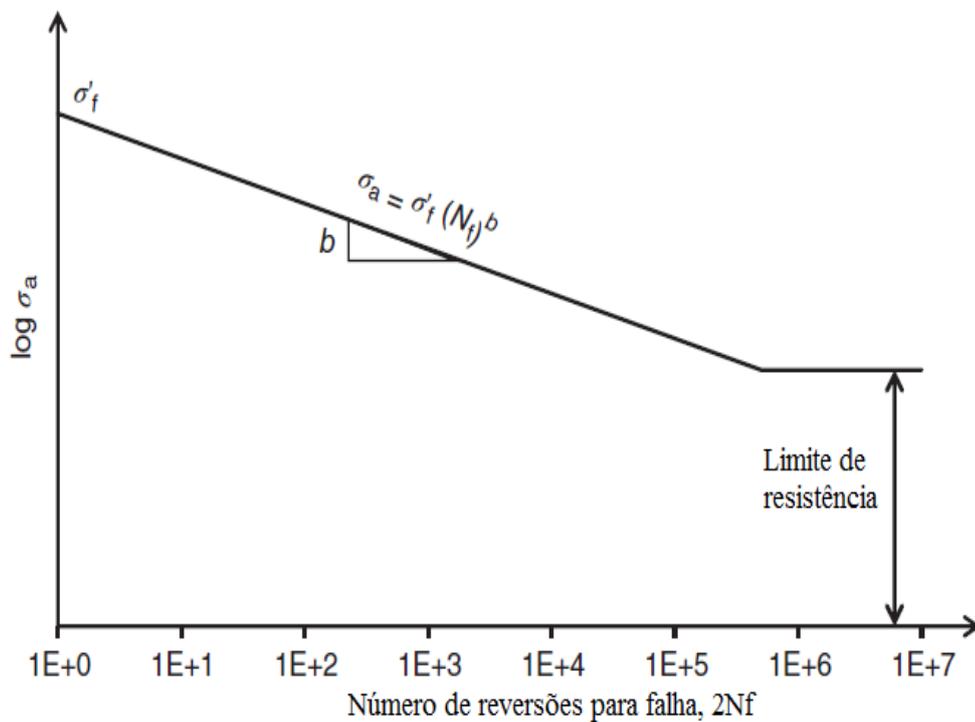


Figura 2.12 – Método de tensão-vida apresentado pela equação de Basquin

Fonte: Adaptado de ELAHINIA, (2016).

A amplitude da deformação plástica, $\Delta\varepsilon_p/2$, pode ser relacionada à vida de fadiga por

$$\frac{\Delta\varepsilon_p}{2} = \varepsilon'_f (2N_f)^c, \quad (2.14)$$

que é chamado de relação Coffin-Manson (COFFIN; TAVERNELLI, 1959). A vida útil total pode ser finalmente apresentada por

$$\varepsilon_a = \frac{\sigma'_f}{E} (2N_f)^b + \varepsilon'_f (2N_f)^c. \quad (2.15)$$

Nas equações, ε'_f , σ'_f , b e c são constantes do material determinadas experimentalmente. A constante c é chamada de expoente da ductilidade da fadiga e a constante b é o expoente da força, e ε'_f e σ'_f são os coeficientes de durabilidade e resistência à fadiga do material, respectivamente.

2.5.2 A curva S-N ou curva de Wöhler

Entre todos os métodos de análise de fadiga, o método deformação-vida é a abordagem mais apropriada para analisar o comportamento de fadiga das LMFs (ELAHINIA, 2016). A curva tensão *versus* número de ciclos, denominada curva S-N ou curva de Wöhler, é um levantamento de dados estatísticos que relacionam a amplitude de tensão nominal aplicada, S , e o de número de ciclos até a falha, ou vida N_f associada ao material (DOWLING, 2013).

Contrariamente das curvas S-N convencionais, a tensão aplicada em ciclagem termomecânica de LMF não leva em conta a amplitude de tensão aplicada, mas a tensão de engenharia (σ). Essa tensão é fixa e não muda durante todo o ensaio. Desse modo, nos ensaios cíclicos de LMF, a tensão nominal equivale à tensão de engenharia aplicada, constante durante o ensaio. Desse modo, a tensão nominal (S) é igual em qualquer ponto do CP para cargas axiais.

Os inúmeros ensaios necessários para plotar uma curva S-N buscam determinar a vida do componente para cada amplitude de tensão mecânica aplicada, como representado na figura 2.13. Para melhor visualização dos dados, a curva experimental é apresentada em escala log-linear (DOWLING, 2013). Quando somente N_f está em escala logarítmica, os pontos da curva podem ser ajustados em uma reta através da Equação (2.16).

$$S_a = \sigma_a = C + D \cdot \log(N_f), \quad (2.16)$$

onde C e D são parâmetros constantes.

Pode-se também apresentar a curva em escala logarítmica (log-log). Para escala log-log, a Equação (2.16) é linearizada e escrita conforme a Equação (2.12), na sua forma mais conhecida, ou seja, a equação de Basquin.

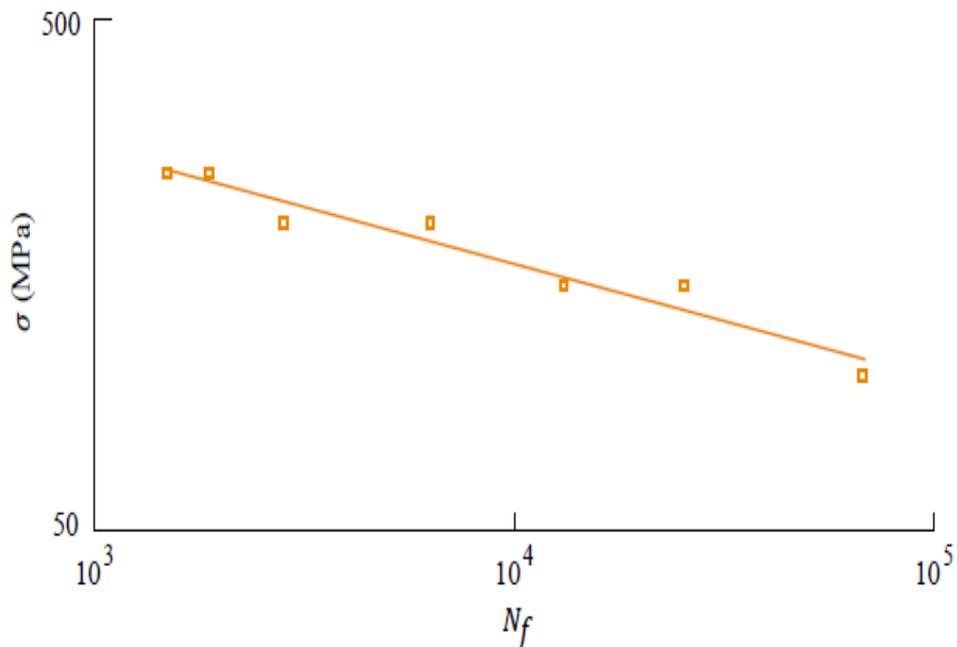


Figura 2.13 – Curva S-N de fadiga de uma LMF NiTi.

Fonte: Adaptado AGBOOLA *et al.*, (2012).

Por definição, de acordo a ASTM, para a análise de fadiga são definidos os parâmetros curvas S-N ou ϵ -N. Em certos materiais, à medida em que o nível de tensão é reduzido, um valor mínimo pode ser alcançado, no qual a falha não ocorre, havendo uma reta horizontal para essa tensão na curva, independentemente do número de ciclos aplicados, como visto na figura 2.14. Esse nível de tensão é denominado limite de fadiga (S_e) ou limite de resistência, σ_e , para o material em estudo (DOWLING, 2007; ELAHINIA, 2016).

As setas indicam amostras para as quais a falha por fadiga não ocorreu. De acordo com a ASTM E1823, o limite de resistência, σ_e , é o valor limite da resistência à fadiga mediana à medida em que a vida à fadiga se torna muito grande. O S_e depende do acabamento superficial, do carregamento, geometria, fatores ambientais, tensões residuais e concentrações de tensão e pode ser aperfeiçoado através de tratamentos térmicos (STEPHENS & FUCHS, 2001).

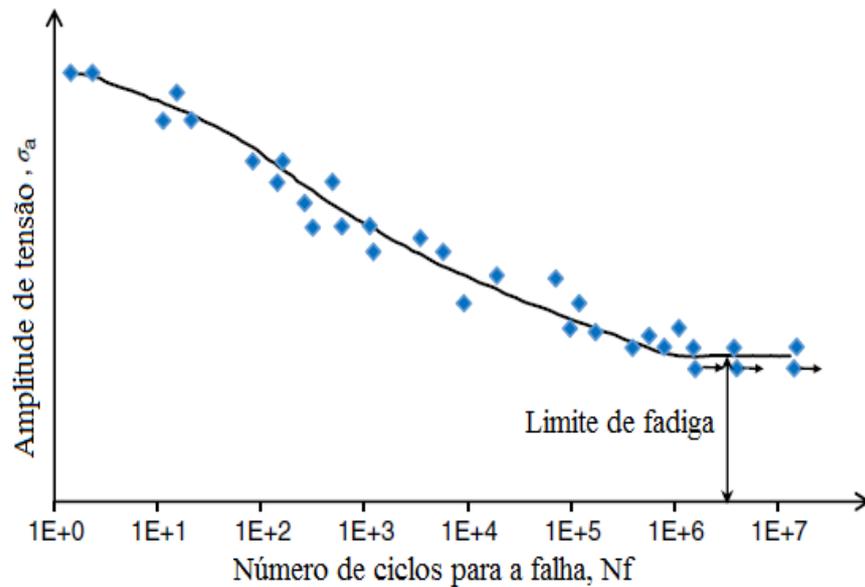


Figura 2.14 – Curva de fadiga típica para um material com limite de fadiga.
 Fonte: Adaptado de ELAHINIA, (2016).

2.5.3 Curva ϵ -N

Em muitas aplicações de materiais envolvendo carregamento elevado e uma vida útil reduzida como é o caso deste trabalho, o método S-N não consegue modelar adequadamente o comportamento à fadiga, uma vez que às deformações plásticas predomina o comportamento do material (DOWLING, 2007). Nesse caso, a abordagem com base na deformação é mais indicada, pois permite considerar o escoamento detalhadamente, além da iniciação de trinca (NORTON, 2013).

A abordagem ϵ -N trata-se da caracterização da fadiga com base na relação de Coffin-Manson (Equação 2.14). Trata-se do resultado do logaritmo da amplitude de deformação plástica, $\Delta\epsilon_p/2$. Nota-se que, para ensaios com amplitude de deformação constante, $\Delta\epsilon/2$, a amplitude de deformação total é obtida pela soma das amplitudes de deformação plásticas e elásticas. Desse modo, tem-se

$$\frac{\Delta\epsilon}{2} = \frac{\Delta\epsilon_e}{2} + \frac{\Delta\epsilon_p}{2}, \quad (2.17)$$

Para deformação elástica, sabe-se que:

$$\frac{\Delta \varepsilon_e}{2} = \frac{\Delta \sigma}{2E} = \frac{\sigma_a}{E}. \quad (2.18)$$

Considerando as deformações elásticas e plásticas, obtém-se a equação da deformação total, que é outra forma de expressar a relação de Coffin-Manson, (Equação 2.15).

De acordo com a norma ASTM E606-12, o controle de fadiga por deformação pode ser uma consideração importante no projeto de produtos industriais. É importante para situações em que os componentes ou partes de componentes sofrem deformação plástica cíclica, mecanicamente ou termicamente induzida, sujeita a falhas em relativamente baixos ciclos (ou seja, aproximadamente $<10^5$ ciclos). Neste trabalho, o termo fadiga funcional ou termomecânica foi utilizado para se referir à ciclagem em que há variações de temperatura e carregamento mecânico constante.

2.6 Fadiga de Ligas com Memória de Forma

As LMFs são muito suscetíveis à fadiga, tornando a resistência à fadiga desses materiais uma grande preocupação nas aplicações de engenharia, sobretudo nos implantes biomédicos (DUERIG *et al.* 1999). Quando se trata de análise de fadiga desses materiais, um grande desafio a ser considerado são os efeitos drásticos da composição química no comportamento da fadiga (ELAHINIA, 2016; LAGOUDAS, 2008). Isso se deve ao fato de que, além de sofrerem os mesmos fenômenos observados em materiais cristalinos convencionais, as LMFs possuem mecanismos característicos adicionais relacionados à mudança de fase e podem falhar tanto estrutural quanto devido à perda de uma determinada propriedade (ELAHINIA, 2016; EGGELER *et al.*, 2004; LEXCELLENT, 2013).

Os dados de fadiga disponíveis podem ser analisados em alto ciclo e baixo ciclo de fadiga decorrente de carregamentos termomecânicos cíclicos sob carga constante ou carregamento mecânico sob temperatura constante (MAMMANO & DRAGONI, 2011; MIYAZAKI, 1999; MALETTA *et al.*, 2014).

Na maioria das aplicações das LMFs, os diferentes mecanismo de falha intervêm de maneira simultânea e o fenômeno de fadiga se torna altamente complexo. Desse modo, o estudo envolvendo fadiga depende de parâmetros como a temperatura de carregamento, as

temperaturas de transformação de fase, tensões ou deformações sofridas, material e estrutura analisada (MAMMANO & DRAGONI, 2015; EGGELER *et al*, 2004).

A necessidade aprimorar o comportamento de fadiga estrutural e funcional de LMF submetida a cargas cíclicas é fundamental para a segurança das aplicações (EGGELER *et al*, 2004; MAMMANO & DRAGONI, 2015). Em alguns casos, o tratamento térmico a baixa temperatura pode contribuir para estabilizar o laço de histerese ou para aumentar a resistência à fadiga das LMFs (LECCE; CONCILIO, 2015). Uma atenção especial deve ser usada no controle dos efeitos de tratamentos térmicos empregados.

Tanto a fadiga estrutural quanto a fadiga funcional ocorrem quando o material é ciclado por um período de tempo (STEPHENS *et al*, 2001; DOWLING, 2013). Os mecanismos observados em fadiga são agrupados em um modo de fadiga térmica e três modos de fadiga mecânica. A fadiga térmica é resultado de ciclos térmicos entre os domínios de estabilidade das duas fases e por outro lado, a fadiga mecânica, definida em função do domínio temperatura:

- a) em $T \leq M_f$ durante a reorientação das variantes de martensita;
- b) em $M_s \leq T \leq A_f$ durante a formação de martensita sob tensão;
- c) em $T \geq A_f$ fadiga clássica;

EGGELER *et al*. (2004) sugerem classificar a fadiga de LMF em duas categorias, a saber: a fadiga estrutural e a fadiga funcional. No entanto, para ELAHINIA, (2016) e VAN HUMBEECK, (1991) o processo de fadiga das LMFs deve ser subdividida em três categorias diferentes a saber:

- (i) fadiga estrutural que é a redução na resistência sob cargas mecânicas repetidas; (acompanhada de acúmulo de defeitos, iniciação e propagação de trincas e fratura final);
- (ii) fadiga funcional que é a redução ou perda de propriedades funcionais como efeitos SE e EMF;
- (iii) a fadiga térmica como a alteração nas propriedades do material, como temperaturas de transformação de fase sob cargas térmicas cíclicas.

A figura 2.15 representa um diagrama esquemático de categorias de fadiga de LMFs de acordo com a literatura.

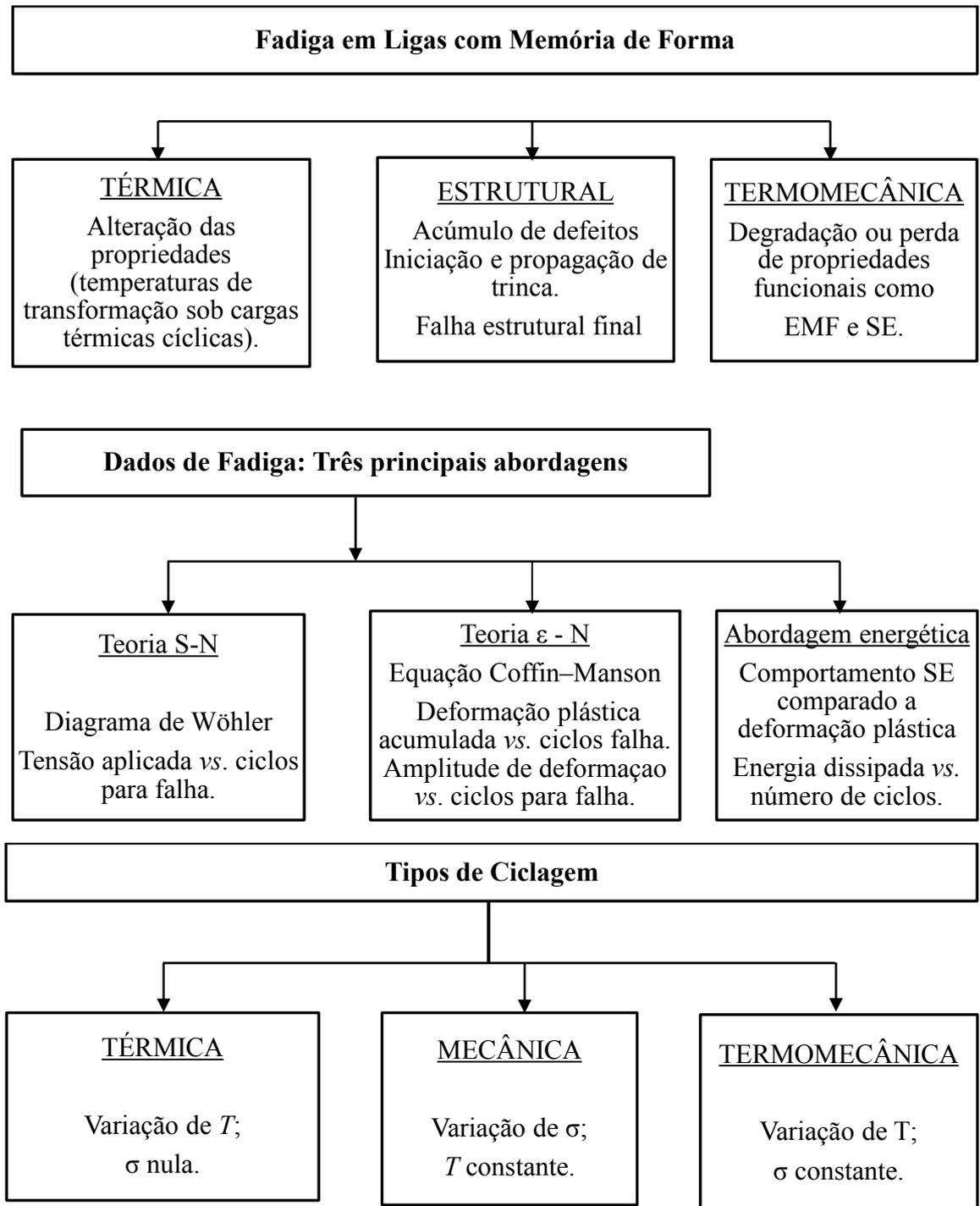


Figura 2.15 – Diagrama de blocos das categorias de fadiga em LMF.

Fonte: Adaptado de ELAHNIA, (2016).

O método para previsão de vida em fadiga mais usados por pesquisadores e projetistas é o S-N descrito na ASTM E-739-10, (2015) e o método JSME S002-81, (1981) da Sociedade Japonesa de Engenheiros Mecânicos (NAKAZAWA & KODAMA, 1987). No estudo de fadiga, o projetista pode recorrer a uma tabela que é reconhecida pelos especialistas do setor e

que representa os poucos dados reportados na literatura oficial e acessível sobre o comportamento de fadiga (MEMORY-METALLE GMBH, 2005; LECCE E CONCILIO, 2015). A tabela 2.1 é o resumo dos dados presentes na literatura e, acima de tudo, de dados coletados pelos autores em vários anos de pesquisa.

Tabela 2.1 - Referência de fadiga para projetos de atuadores baseados em NiTi.

Deformação	Repetibilidade de propriedades funcionais [#Ciclos]
Até 8%	1
Até 6%	$10 - 10^2$
Até 5%	$10^2 - 10^3$
Até 4%	$10^3 - 10^4$
Até 3%	$10^4 - 10^5$
Até 2%	$10^5 - 10^6$
Até 1%	$10^6 - 10^7$

Fonte: Adaptado de LECCE & CONCILIO, (2015).

A avaliação do comportamento de vida à fadiga das LMFs é uma questão de entender sua aplicabilidade nos campos aeronáuticos, biomédicos e outros setores industriais, especialmente quando a aplicação exige carregamentos cíclicos. As LMFs NiTi por exemplo, oferecem excepcional resistência à fadiga em alta deformação, ambientes controlados por deformação, enquanto pode fadigar rapidamente em ambientes controlados por tensão (DUERIG *et al*, 1999).

2.6.1 Fadiga Estrutural

Muitos componentes estruturais falham sob cargas mecânicas repetidas. Semelhante a outros materiais estruturais tradicionais, as LMFs podem sofrer uma redução na resistência sob cargas cíclicas e, conseqüentemente, falhar em um determinado nível de tensão menor do que sua resistência à tração nominal (MALETTA *et al*, 2014; ELAHINIA, 2016). A fadiga estrutural das LMFs pode ser descrita pela evolução da deformação plástica, ϵ_p . A maioria dos estudos nessa área utiliza os métodos S-N ou ϵ -N para as análises. Porém, estudos analíticos e experimentais sobre comportamento e crescimento de trinca também são considerados (VAIDYANATHAN *et al*, 2000; ROBERTSON; RITCHIE, 2007).

As análises de fadiga axial podem ser realizadas usando o controle por força ou deformação (controle de deslocamento). Para alguns materiais LMFs, como as ligas NiTi, o uso de testes controlados por deformação para avaliar o comportamento à fadiga é mais apropriado do que os testes tradicionais de controle por força (ELAHINIA, 2016). Seguramente, isso pode ser concluído a partir da curva de tensão-deformação monotônica em diferentes fases, conforme representado na curva da figura 2.16.

A abordagem de tensão-vida é o método mais popularmente conhecido para análise de fadiga dos materiais metálicos. No entanto, devido a algumas razões técnicas e práticas, a maioria dos estudos de fadiga sobre LMFs, especificamente as ligas NiTi, baseiam-se na abordagem deformação-vida ($\epsilon - N$). MIYAZAKY *et al*, (1999) estudaram cuidadosamente os detalhes de curvas tensão-deformação de uma liga NiTi superelástica para obter dados sobre os mecanismos fundamentais que influenciam o comportamento de fadiga.

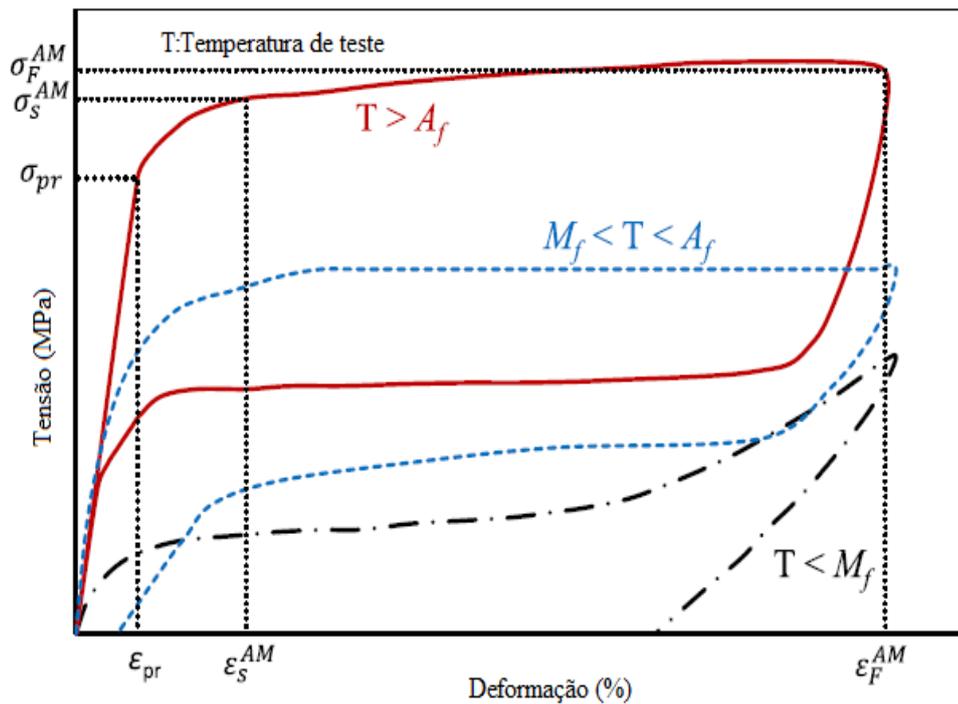


Figura 2.16 – Curvas esquemáticas tensão-deformação de uma liga NiTi em diferentes fases.

Fonte: Adaptado PELTON *et al*, (2000).

Na curva, ϵ_{pr} é a deformação limite proporcional. Este valor corresponde a σ_{pr} , ou seja, a tensão proporcional. ϵ_S^{AM} e ϵ_F^{AM} são as deformações relacionadas ao ponto de inicial e final de transformação martensítica em ligas NiTi superelásticas. Estes valores correspondem respectivamente a σ_S^{AM} e σ_F^{AM} , que são as tensões relacionadas ao ponto de início e fim da

transformação de fase martensítica. Os subscritos S e F significam início e fim e o sobrescrito AM indica que o material sofre uma transformação da austenita para martensita.

Observando a curva tensão-deformação nota-se que a região elástica antes do início da martensita maclada ou transformação martensítica induzida por tensão possui dois modos de deformação, isto é, abaixo de ε_{pr} há deformação elástica pura, enquanto entre ε_{pr} e ε_S^{AM} , em alguns trabalhos referida como deformação limite elástica, existe uma deformação anelástica, incluindo maclagem microscópica. Os autores observam que a diferença entre ε_{pr} e ε_S^{AM} é pequena, abaixo de A_f e aumenta com o aumento da temperatura acima de A_f , especialmente para a liga Ti-50Ni. Durante o ensaio de fadiga, a deformação plástica acumula-se de modo que a diferença entre ε_{pr} e ε_S^{AM} é maior do que a observada nas curvas de tensão-deformação.

Em LMFs, a relação tensão-deformação é dependente da temperatura e linear, apenas para um valor muito pequeno de deformação, em comparação com a deformação total recuperável. Devido a esse fato, os testes controlados por tensão são menos precisos que os testes controlados por deformação nestas ligas (ELAHINIA, 2016). Por essas razões, a maioria dos estudos de fadiga em LMFs são baseadas na abordagem deformação-vida (ε -N).

2.6.2 Fadiga Funcional

O termo “fadiga funcional” foi proposto pela primeira vez por Eggeler e outros pesquisadores em 2004 para se referir à diminuição ou perda de da funcionalidade das LMFs durante a ciclagem termomecânica (EGGELER *et al*, 2004). As LMFs são muito suscetíveis à fadiga, pois essas ligas além de sofrerem os fenômenos encontrados em materiais cristalinos convencionais possuem mecanismos característicos adicionais relacionados à mudança de fase (LEXCELLENT, 2013; DUERIG *et al*, 1999).

A fadiga funcional é característica somente das LMFs, não sendo observada em outros materiais convencionais (ELAHINIA, 2016; MIYAZAKI, 1990). Em geral, a fadiga funcional pode ser descrita pela evolução da deformação recuperável (ε_{rec}) do material. A fadiga funcional é caracterizada por alterações de propriedades como deformação máxima recuperável, temperaturas de transformação de fase, força de atuação máxima entre outras que podem prejudicar ou levar a perda da funcionalidade do atuador LMF (LAGOUDAS *et al*, 2009; AGBOOLA *et al*, 2012).

Embora os aspectos de fadiga das LMFs tenham sido amplamente investigados e vários dados tenham sido apresentados na literatura, esses dados estão relacionados ao comportamento pseudoelástico e não podem ser diretamente estendidos ao EMF unidirecional, utilizado em aplicações de atuadores ou para outros tipos de ligas, como o NiTi-Cu (PELTON *et al*, 2008; GALL *et al*, 2008; ROBERTON *et al*, 2007).

A figura 2.17 retrata a fadiga funcional da liga Ni_{49,8}Ti_{50,2} com 0,3 mm de diâmetro. Os parâmetros ϵ_A , ϵ_M , ϵ_p , e ϵ_{rec} , descrevem as deformações nas fases martensita e austenita, deformação recuperável e deformação plástica acumulada da liga. Quando o material é ciclado termomecanicamente uma deformação irreversível se forma e vai se acumulando. A taxa média de ϵ_p (crescimento por ciclo) aumenta acentuadamente e nota-se maior diferença entre os primeiros ciclos. A ϵ_p com tensão de 280 MPa foi de 3,75% em 24.123 ciclos (QIN *et al*, 2019).

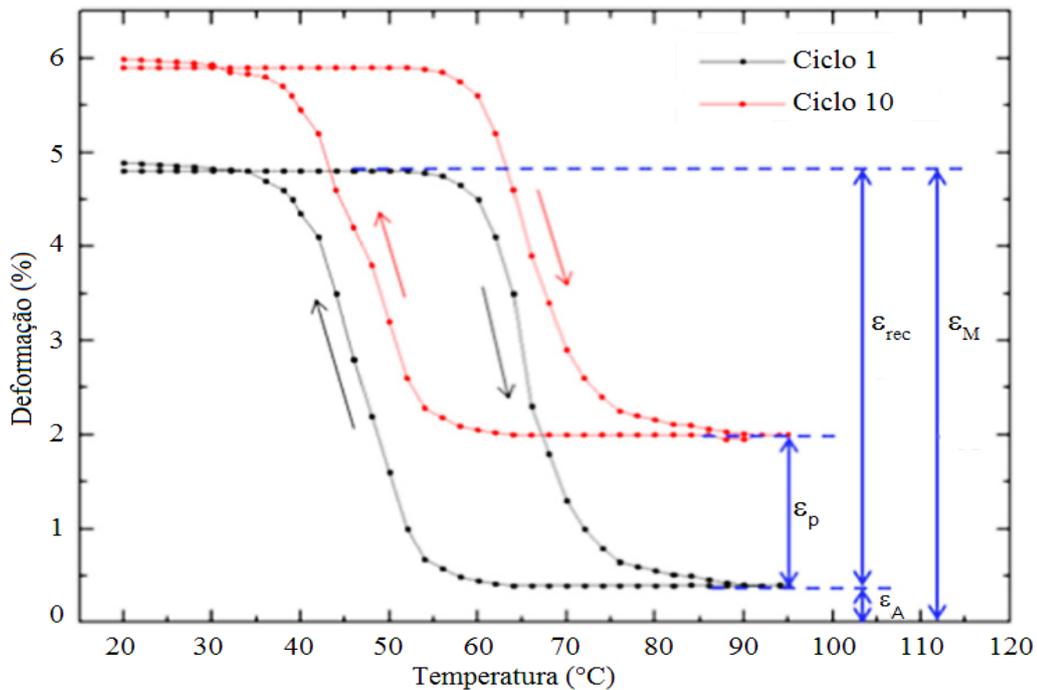


Figura 2.17 – Curva $\epsilon - T$ da liga Ni_{49,8}Ti_{50,2} para $T_{max} = 115^\circ\text{C}$ e tensão de 280 MPa.

Fonte: Adaptado de QIN *et al*, (2019).

A diminuição da ϵ_{rec} é devida à formação de deformações plásticas residuais que podem causar deslizamento na estrutura cristalina. Sabe-se que as mudanças nas propriedades funcionais de uma LMF segue duas tendências principais. Primeiro, a taxa da mudança é mais rápida nos primeiros ciclos e diminui com o aumento do número de ciclos. Em segundo, a propriedade funcional estabiliza após um número limitado de ciclos, ou seja, aproximadamente 100-150 ciclos (ELAHINIA, 2016).

Á área delimitada pelo laço de histerese da curva σ - ε indica a capacidade do material de absorver e dissipar energia. Em LMFs, essa área diminui com o aumento do número de ciclos (MOUMNI *et al*, 2005). Assim, essas alterações observadas são classificadas como fadiga funcional, uma vez que tratam de mudanças de propriedades funcionais que podem ser o EMF ou SE. As ligas NiTi exibem resposta de fratura e fadiga não padronizadas comparadas com materiais de engenharia comuns como resultado de suas evoluções microestruturais induzidas por tensão e/ou termicamente (ROBERTSON *et al*, 2012).

A fadiga funcional sob carregamento cíclico multiaxial também é possível. Semelhantemente ao carregamento axial, a capacidade de dissipação de energia das ligas NiTi diminui nos primeiros ciclos e atinge um estado estável (SONG *et al*, 2014). A fadiga funcional de LMFs submetidas a ciclagem termomecânica, N , por meio da evolução das deformações no material, é indicada na curva esquemática deformação-vida, como visto na figura 2.18.

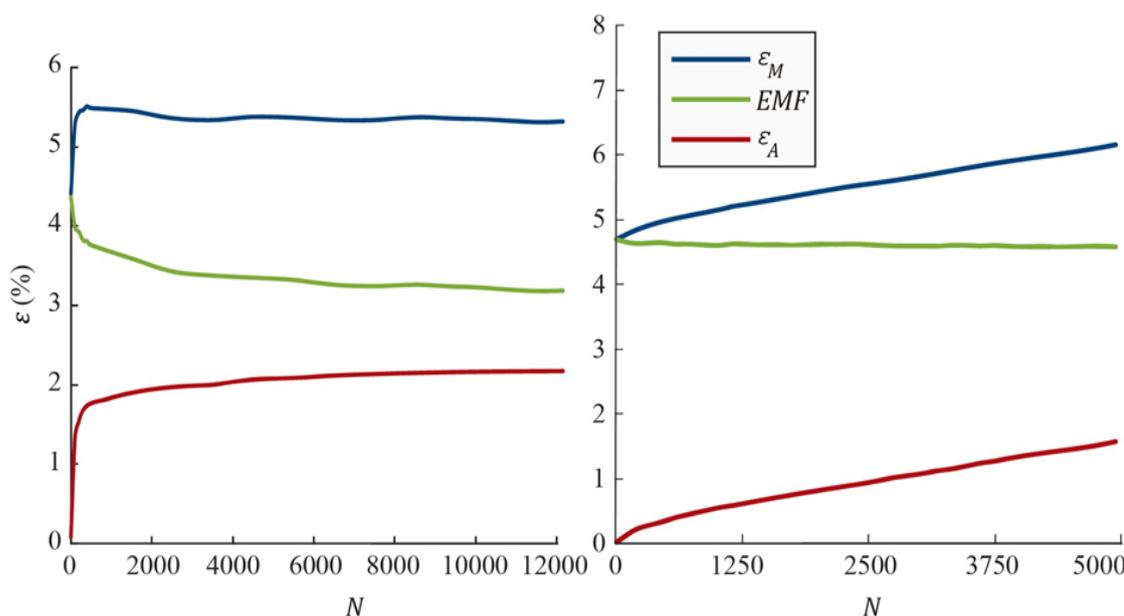


Figura 2.18 – Evolução das deformações de LMF submetida a ciclagem termomecânica.

Fonte: Esquerda: fadiga funcional de TiNiCu com 54 MPa de BERTACCHINI *et al*, (2009).

Direita: fadiga funcional de NiTi *SmartFlex*® com 200 MPa de MAMMANO & DRAGONI, (2014).

A curva ε_M representa a amplitude de deformação do fio em cada ciclo em temperatura inferior a Mf . A curva ε_A a deformação do fio em temperatura superior a Af . Por fim, a curva EMF representa a deformação recuperável do fio, definida pela diferença entre ε_A e ε_M . Nota-se que essa diferença tende a diminuir com a ciclagem.

2.6.3 Fadiga Térmica

A fadiga térmica é definida como a ciclagem através das temperaturas de transformação de fase do material. Nos casos mais simples, não há aplicação de tensão ou tensão externa. Sabe-se que a ciclagem térmica afeta o comportamento das LMFs, porém, a extensão dos efeitos causados pela ciclagem térmica ainda não está completamente compreendida (ELAHINIA, 2016; MAHTABI *et al*, 2015).

Diversos estudos sobre o comportamento das LMFs sob carga térmica cíclica com ou sem aplicação de cargas mecânicas externas foram realizados. Contradições sobre os efeitos dos ciclos térmicos na temperatura M_s são relatados. Enquanto alguns estudos apontam uma diminuição de M_s (TADAKI *et al*, 1987), outros indicam um aumento de M_s sob ciclos térmicos (PERKINS; MUESING, 1983). Nota-se também algumas inconsistências nos dados para outras temperaturas de transformação de fase, como A_s , A_f e M_f (LAGOUDAS, 2008).

DA SILVA *et al*, (2017) realizaram ensaios para avaliar a influência da ciclagem térmica nas temperaturas de transformação de fase e no calor latente em uma liga NiTi. As mudanças observadas nas curvas fluxo de calor por temperatura após ciclagem térmica de tensão nula são representadas na figura 2.19.

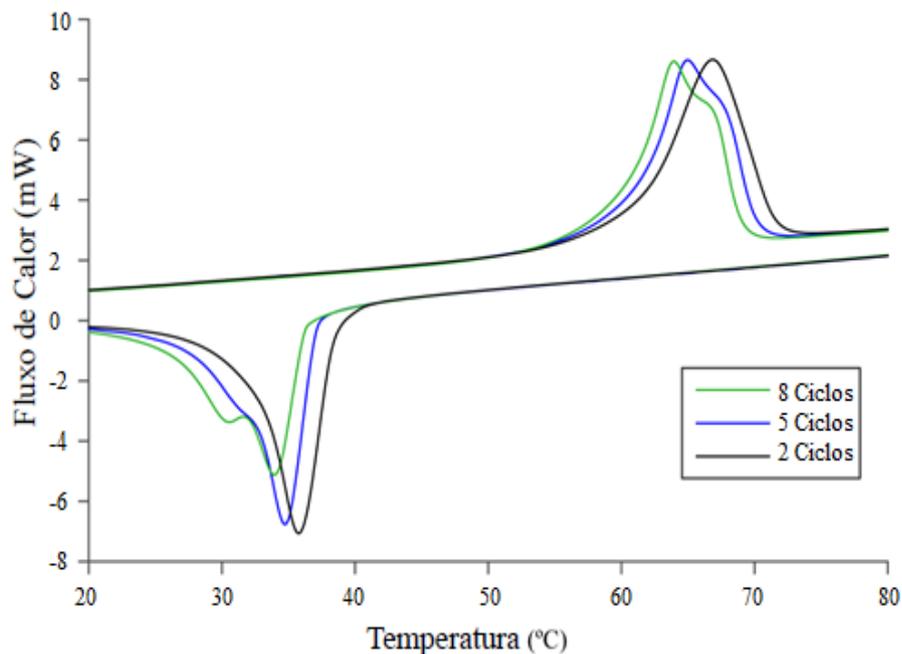


Figura 2.19 – Curva DSC de uma liga NiTi após um determinado número de ciclos térmicos

Fonte: DA SILVA *et al*, (2017).

Durante o ciclo térmico, nota-se um deslocamento nas temperaturas de transformação de fase: durante o resfriamento, as temperaturas M_s e M_f aumentam, enquanto que durante o aquecimento, A_s e A_f diminuem. Isso leva a uma redução no laço de histerese térmica (deformação-temperatura) da liga (LEXCELLENT, 2013).

As ocorrências na microestrutura do material com a reincidência cíclica das transformações martensíticas explicam algumas alterações em suas propriedades físicas. De modo geral, a redução das temperaturas características de transformação de fase e no calor latente de transformação, além de alterações no laço de histerese tem sido relatada na literatura com maior frequência (LEXCELLENT, 2013; PELTON *et al*, 2012).

2.7 Tratamento Criogênico

Trata-se de um tratamento que consiste no resfriamento controlado do material a uma temperatura específica, seguido por um aquecimento subsequente e controlado de volta à temperatura ambiente (DUMASIA *et al*, 2017; BAILEY, 1971). O tratamento criogênico é classificado em três diferentes regimes de temperatura: tratamento a frio (TF, ≥ 193 K ou -80° C), tratamento criogênico raso (TCR, 193 -113 K ou -80° C a -160° C) e tratamento criogênico profundo (TCP, 113 -77K ou -160° C a -196° C) (DAS *et al*, 2009). No tratamento criogênico são utilizados dois diferentes tipos de tecnologia criogênica: nitrogênio líquido (-196° C) e hélio líquido (-269° C), e pode ser realizado por imersão direta em nitrogênio líquido (processo molhado) ou a seco, quando o material é apenas mantido na atmosfera gasosa (RHYIM, 2006; BRYSON, 1999).

Entre os regimes de tratamento criogênico, o TCP apresenta melhores resultados quando comparado aos regimes de tratamento a frio e tratamento criogênico raso, assegurando efeitos mais significativos ao material tratado (WURZBACH & DEFELICE, 2004). O tratamento criogênico profundo exige um maior controle de temperatura operacional, sendo realizado a uma velocidade lenta de resfriamento (0,5 a 1, 5° C /min) até -196° C desde a temperatura ambiente e subsequente aquecimento a uma velocidade extremamente lenta (0,5 a 1° C/min) (DUMASIA *et al*, 2017; DA SILVA *et al*, 2017).

O tratamento criogênico em metais tem como propósito aperfeiçoar propriedades, quando submetido a temperaturas que variam de -60° C a -196° C (BARRON, 1982). Os

benefícios decorrentes desse tipo de tratamento dependem basicamente da temperatura e do tempo de imersão a que o material é submetido (VINOTHKUMAR *et al*, 2015; 2016).

Em geral, os materiais metálicos nem sempre possuem as propriedades desejadas no acabamento final e, nesse sentido, o tratamento é amplamente utilizado como método para controlar propriedades, principalmente dos metais convencionais, propiciando uma microestrutura melhorada e, com isso, propriedades físicas, mecânicas, magnéticas e elétricas desejadas (JHA, 2006; DUMASIA *et al*, 2017).

Quando o material é tratado termicamente, a estrutura atômica sofre mudanças devido aos deslocamentos, aumento ou diminuição da solubilidade dos átomos, aumento do tamanho dos grãos, formação de novos grãos, nova fase e a mudança na microestrutura (VENGATESH *et al*, 2016). De acordo com LEVINE (2002), o aumento da resistência ao desgaste e na vida à fadiga, em engrenagens de motores e de sistemas mecânicos, pode ser obtido através de tratamento criogênico apropriado. O tratamento criogênico também é empregado para aumentar a dureza e a ductilidade, proporcionar alívio de tensões, refino de grão, melhorar a usinabilidade, melhorar as propriedades de cortes de ferramentas e propriedades de superfície (DUMASIA *et al*, 2017; COLLINS, 1998).

Muitos estudos se concentram na melhoria das propriedades dos materiais por TCP. Foram observados efeitos positivos em aços ferramenta, aços cementados, ferro fundido e outros materiais, como discutido detalhadamente na literatura. Os autores K PRUDHVI & MRS, (2016) estudaram sobre aplicação do TCP em ferramentas de aço rápido para usinagem. A dureza para a ferramenta não tratada foi de 64,06 HRC e para uma ferramenta tratada foi de 65,83 HRC. Portanto, a dureza é aumentada em 1,73 HRC em comparação com a ferramenta não tratada. A conclusão desses autores foi que o tratamento tem efeito considerável no incremento de resistência ao desgaste e, conseqüentemente, reduz o tempo de usinagem dos aços, como o SAE 1045 EN8 e EN9.

No entanto, ainda não há uma compreensão consolidada dos mecanismos pelos quais o tratamento melhora o desempenho dos materiais e isso dificulta a previsão dos efeitos do TCP. Para HAIZHI *et al*, (2016) é necessário a realização de um teste experimental específico para cada amostra a ser tratada criogenicamente. Nesse sentido, a maioria dos estudos sugere que, ao final do tratamento térmico, uma pequena porcentagem de austenita é mantida à temperatura ambiente. Essa austenita retida pode reduzir a vida dos metais. Durante o tratamento térmico,

ocorre a transformação da austenita retida em martensita. Assim, as melhorias observadas na vida útil de materiais convencionais são resultado da redução da austenita retida (DUMASIA *et al*, 2017).

2.7.1 Aplicações de tratamento criogênico nas LMFs

As LMFs possuem uma combinação única de propriedades que proporcionam utilidade em uma ampla gama de aplicações de engenharia (DUERING *et al*, 1999; MILLER & LAGOUDAS, 2000). Em muitas dessas aplicações, especialmente onde se explora o EMF e a SE de maneira cíclica, a busca por aprimoramento dessas propriedades. Alguns estudos foram realizados quanto ao uso do TCP para promover melhoria de propriedades das LMFs, por exemplo: diminuição de rugosidade superficial e o desgaste prematuro de ferramentas de usinagem (KAYNAK *et al*, 2013), aumento da deformação recuperável (MAGELA, 2010; SINHA *et al*, 2013), aumento da dureza (KIM *et al*, 2005) aumento do amortecimento e redução da histerese térmica (CASTILHO, 2017) e aumento da resistência à fadiga (VINOTHKUMAR, 2016).

Um estudo sobre os efeitos de tratamentos térmicos nas temperaturas de transformação martensítica de uma liga NiTi com efeito memória de forma, aproximadamente equiatômica, foi desenvolvido por MAGELA, (2010). Amostras do material foram submetidas a tratamento térmico com resfriamento em nitrogênio líquido e, após, foram realizados ensaios de tração (tensão-deformação) a 2, 4, 6 e 8% de deformação. Observou-se as temperaturas de transformação de fase e fases presentes antes e após a deformação utilizando as técnicas de calorimetria exploratória diferencial, resistividade elétrica, atrito interno e difração de raios-X. Notou-se um aumento da fração martensítica e da deformação recuperável para as amostras tratadas criogenicamente.

Os resultados obtidos por SINHA *et al*, (2013) corroboraram com a conclusão de MAGELA, (2010). Esses autores desenvolveram uma investigação do efeito do TCP sobre as propriedades de uma LMF Ni₅₁Ti₄₆. As amostras foram submetidas à homogeneização a 900°C por 1 hora e, então, resfriadas em nitrogênio líquido por imersão por 12 horas a uma taxa de resfriamento controlada. Foi observado que as amostras tratadas criogenicamente apresentaram maior fração de martensita (B19'), ocasionando melhorias na deformação recuperável em aproximadamente 10%.

As características termomecânicas biocompatíveis das LMFs permitem seu uso em muitas especialidades médicas e cirúrgicas, tanto no lado diagnóstico quanto terapêutico (WU & SCHETKY, 2017). Um exemplo disso são instrumentos endodônticos rotativos. Esses instrumentos são produzidos a partir de NiTi, devido a sua flexibilidade e maior resistência à fadiga quando comparado aos instrumentos de aço inoxidável. YAZDIZADEH *et al*, (2017) investigaram o efeito do TCP em instrumentos endodônticos. Buscou-se, verificar se o tratamento poderia trazer benefícios na resistência à fadiga. Para isso, a amostra foi tratada por imersão em nitrogênio por um período de 24 horas e subsequente aquecimento gradualmente até a temperatura ambiente por convecção. Diferentemente dos resultados de outros autores, os testes revelaram ausência de melhoria na vida à fadiga, o que foi justificado por diferenças na composição da liga e na metodologia utilizada.

Uma outra investigação sobre o efeito do TCP na microestrutura da liga martensítica Ni₅₁Ti₄₉ foi realizada por VINOTHKUMAR *et al*, (2015) usando amostras cilíndricas e planas. O tratamento foi realizado a uma temperatura de -185°C e -80°C, por tempos de imersão de 6 e 24 horas. Após o tratamento, as amostras foram analisadas utilizando difração de raios-X (DRX) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os resultados revelaram aumento da fração de martensita sem alterar o tamanho do grão e o aumento foi mais perceptível nas amostras imersas por 24 horas.

Diferentemente dos tratamentos superficiais, no TCP, as modificações acontecem no interior da amostra tratada (BENSELY *et al*, 2007). O tempo de imersão deve ser expressivo para que a transformação da austenita em martensita aconteça, além da precipitação dos carbonetos e o estado de energia mínimo sejam atingido completamente. Melhores resultados são obtidos em tempos de imersão de 12 a 48 horas e cada material testado possui variações de comportamento (DUMASIA *et al*, 2017).

Nos últimos anos, houve um interesse crescente por pesquisas sobre a aplicação de tratamentos criogênicos em LMF (MOHAN *et al*, 2001; KAYNAK *et al*, 2013; MOHAMMADI *et al*, 2014; CASTILHO, 2017). Assim, a busca por esclarecimento sobre as alterações nas propriedades das LMFs e os mecanismos associados vem motivando novas investigações (VINOTHKUMAR *et al*, 2015; VINOTHKUMAR, 2016).

CAPÍTULO 3 – DESENVOLVIMENTO E TESTES DA BANCADA DE ENSAIOS

Este capítulo apresenta uma breve descrição das etapas de concepção, projeto, fabricação e testes da bancada de ensaios termomecânicos cíclicos. Apresentam-se ainda algumas especificações dos elementos principais da bancada, procedimento experimental adotado e o resultado obtido nos ensaios preliminares.

3.1 Descrição da Bancada de Ensaios Termomecânicos

A bancada de ensaios termomecânicos consiste essencialmente em um “peso morto”, que mantém uma tensão mecânica constante no corpo de prova, além de um circuito eletrônico responsável pela variação cíclica de corrente elétrica para aquecimento e resfriamento. O aquecimento ocorre por efeito *joule* e o resfriamento por convecção natural e por ventilação mecânica forçada. A representação esquemática da configuração da bancada é apresentada na figura 3.1.

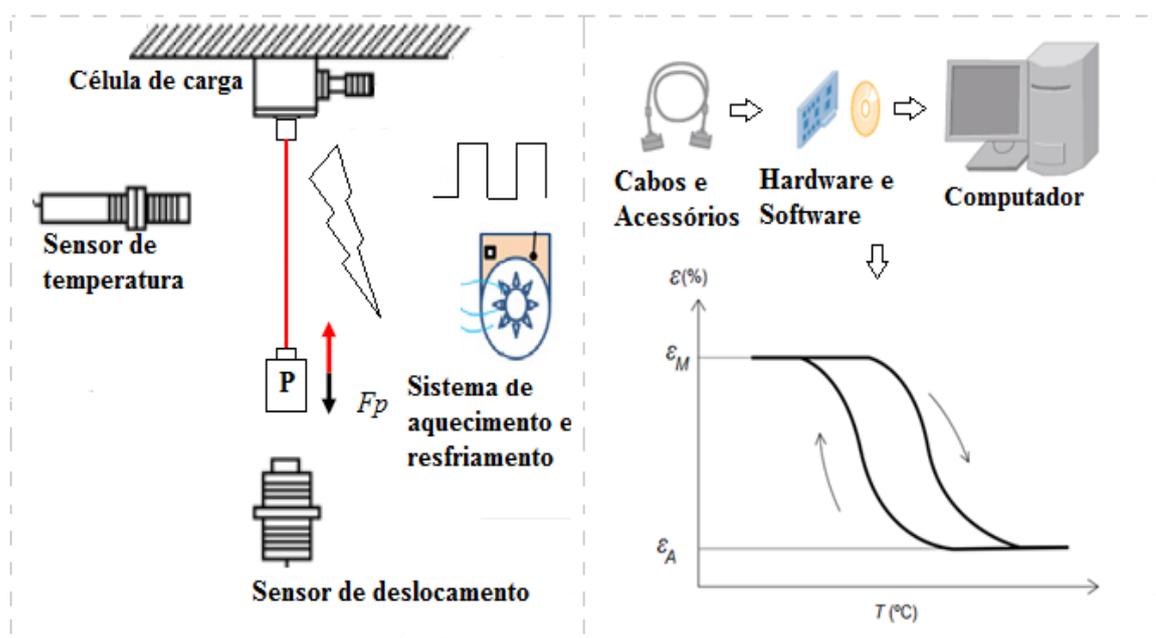


Figura 3.1 – Representação esquemática da configuração da bancada.

Fonte: Autoria própria.

O CP encontra-se num estado completamente martensítico maclado. Com a aplicação de carga se deforma, sofrendo uma orientação da martensita. Durante o aquecimento, o CP diminui o seu comprimento (contraí) devido à sua transformação indireta para austenita. Ao ser resfriado, uma nova transformação de fase da austenita para martensita não-maclada ocorre.

A fadiga é induzida submetendo o CP a uma transformação da estrutura cristalina total ou parcial durante esses ciclos termomecânicos. O desenho representativo da bancada de ensaios e seus principais elementos estruturais é representado na figura 3.2. O detalhamento e especificações dos elementos da bancada de ensaios é apresentado nas seções seguintes.

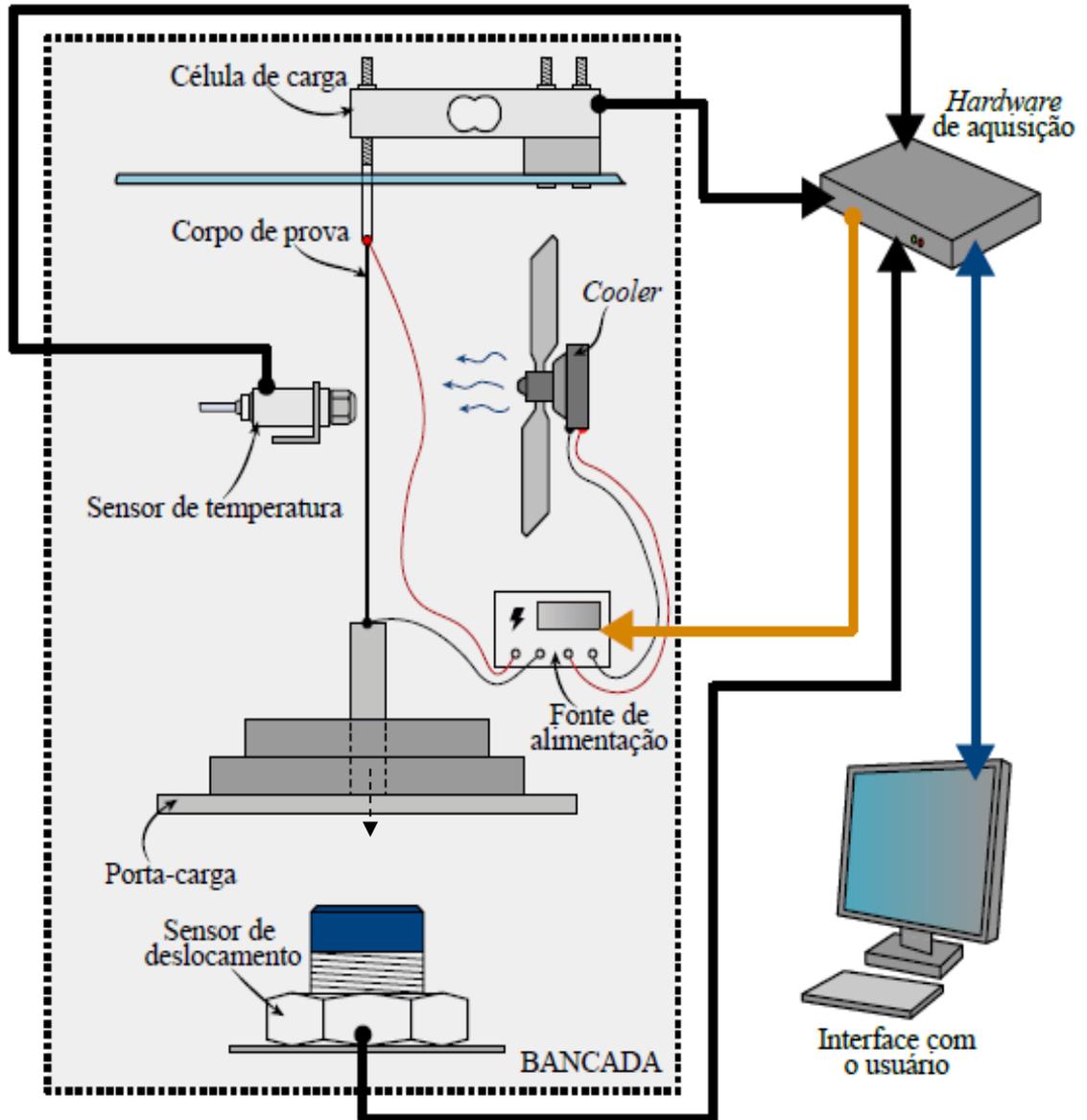


Figura 3.2 – Desenho da configuração da bancada

Fonte: Autoria própria.

A estrutura da bancada de ciclagem foi projetada utilizando o software SolidWorks®. Foram considerados os seguintes requisitos básicos de projeto que são as funções, restrições, grandezas físicas, parâmetros de análise e versatilidade de aplicação: peso da estrutura, tamanho, comprimento e diâmetro do CP (fio atuador), carga máxima aplicada e distância de detecção do sensor de deslocamento que mede a deformação durante a ciclagem.

3.2 Especificações

A bancada de testes foi concebida para atender requisitos básicos de ergonomia, segurança e boas práticas de fabricação. Essa concepção possibilita ao usuário maior praticidade, facilidade para manusear (substituição do CPs), configurar e/ou ajustar parâmetros durante os ensaios. Para isso, toda a estrutura da bancada (chassis) é construída em alumínio do tipo estrutural com perfil do tipo 30 x 30 mm. O alumínio estrutural foi escolhido devido ao seu baixo peso, resistência à oxidação, além de ser uma boa opção para montagem de estruturas estáticas onde o próprio peso do material tem grande importância nas cargas totais do projeto.

As dimensões da estrutura como um todo foram definidas como sendo de 500 x 230 x 440 mm de comprimento, largura e altura, respectivamente. A estrutura secundária ao qual está acoplada a carga foi construída em formato de C. A representação esquemática de toda a parte estrutural da bancada de testes é mostrada na figura 3.3.

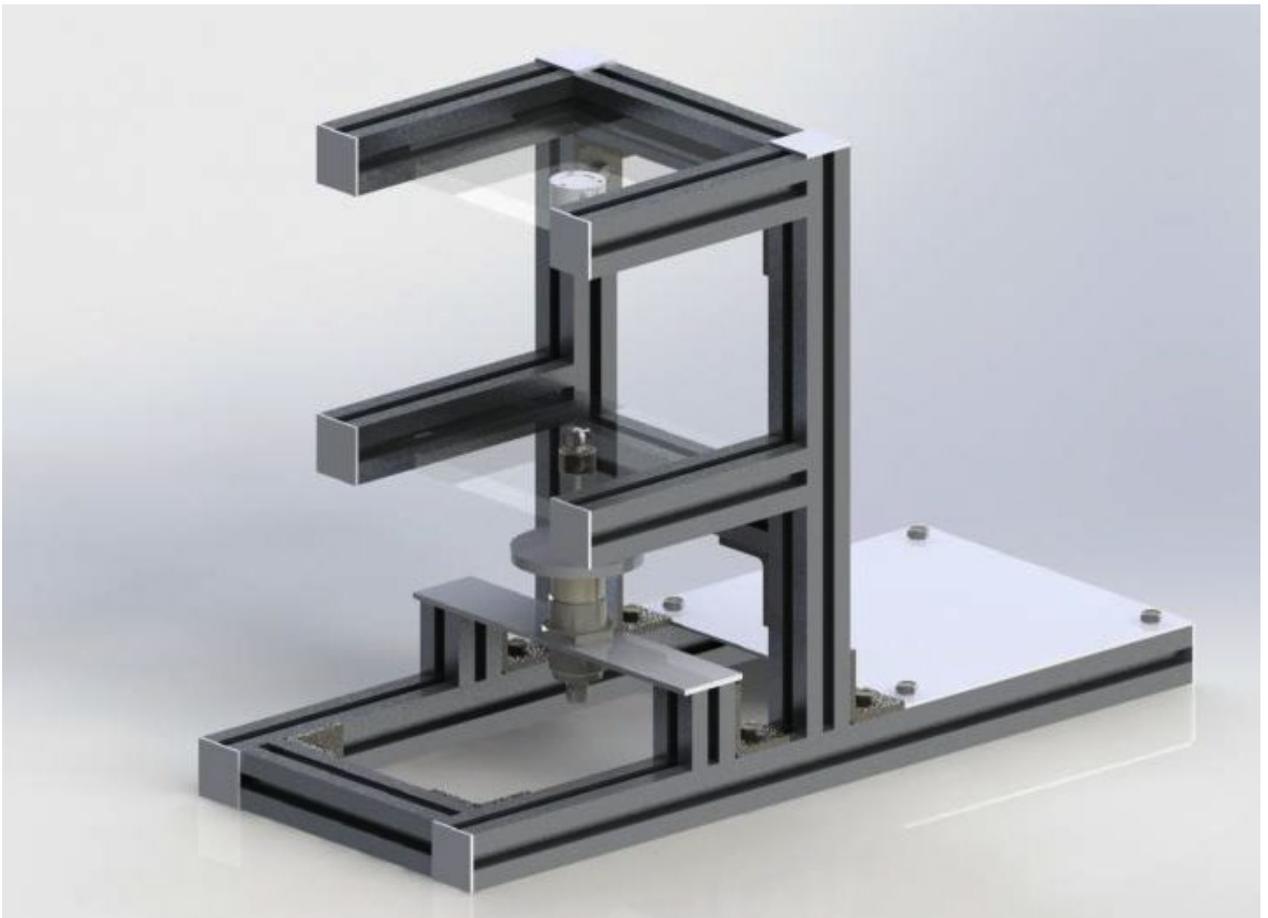


Figura 3.3 – Desenho da estrutura da bancada de testes em CAD 3D.

Fonte: Autoria própria.

Durante a ciclagem termomecânica o CP vai se alongando ciclo a ciclo, acumulando deformação plástica e se aproximando cada vez mais do sensor de deslocamento. Assim, definiu-se o comprimento máximo do CP de 90 mm por 1 mm de diâmetro. Esse comprimento foi escolhido considerando os parâmetros de medição tais como: a distância máxima de comutação de 40 mm do sensor de deslocamento, a deformação do CP com a evolução dos ciclos, o posicionamento dos sensores de temperatura e ainda os eventuais ajustes necessários para realização de ensaios com cargas mais elevadas.

Na parte superior da estrutura é instalado o sensor de medição da carga. Foi escolhido um sensor que possui um formato de viga onde é parafusado um gancho aberto na extremidade e a este acolpa-se a carga. Foram utilizadas abraçadeiras rígidas com um furo central de 4 mm onde é posicionado o CP e feitas as conexões de alimentação do sistema de aquecimento.

A extremidade inferior do CP é presa a outra abraçadeira e acoplado ao suporte na parte inferior (porta-carga) através de um parafuso gancho com esticador de 4 mm. A figura 3.4 representa o desenho e imagem das abraçadeiras e a figura 3.5 representa o desenho do porta-carga.

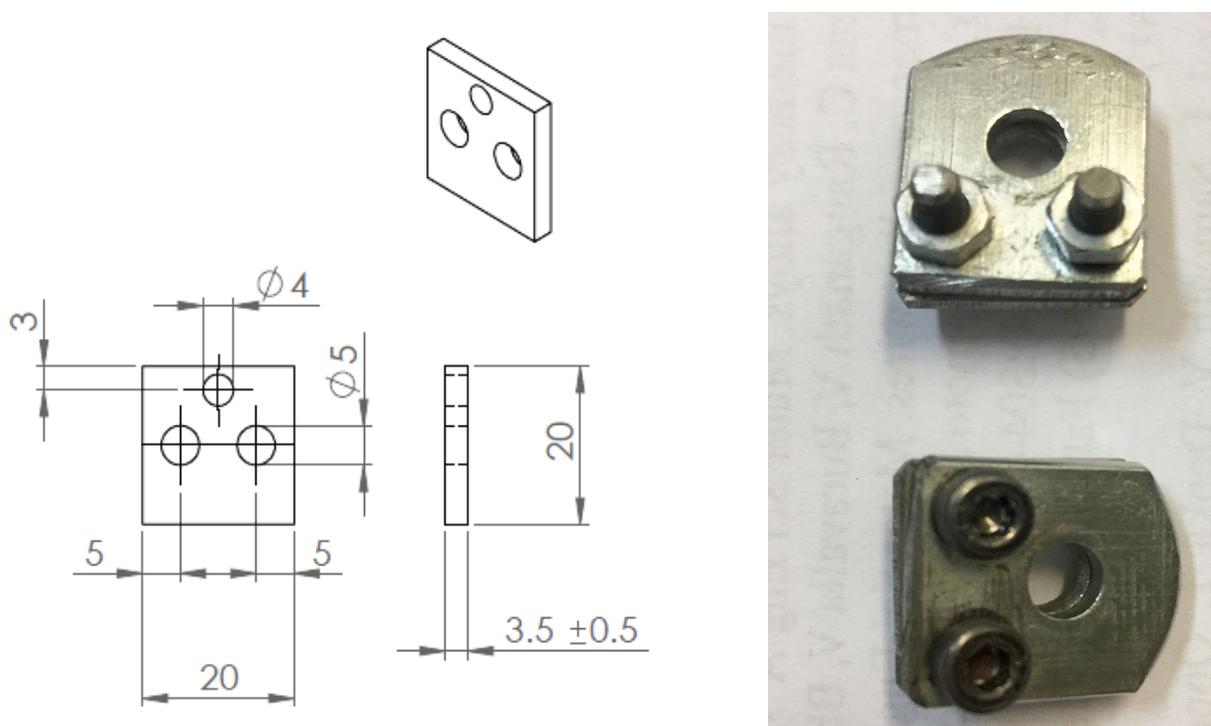


Figura 3.4 – Representação do desenho e imagem das abraçadeiras.

Fonte: Autoria própria.

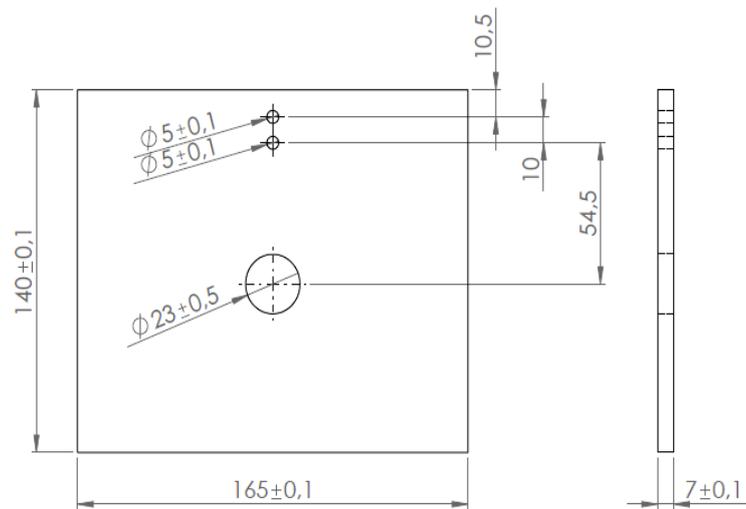


Figura 3.5 – Desenho representativo do porta-carga.

Fonte: Autoria própria.

O usuário monitora o processo das variáveis de cada ensaio através de uma interface gráfica (LabView®) dedicada. A representação dos elementos essenciais da bancada de ensaios é vista na figura 3.6.

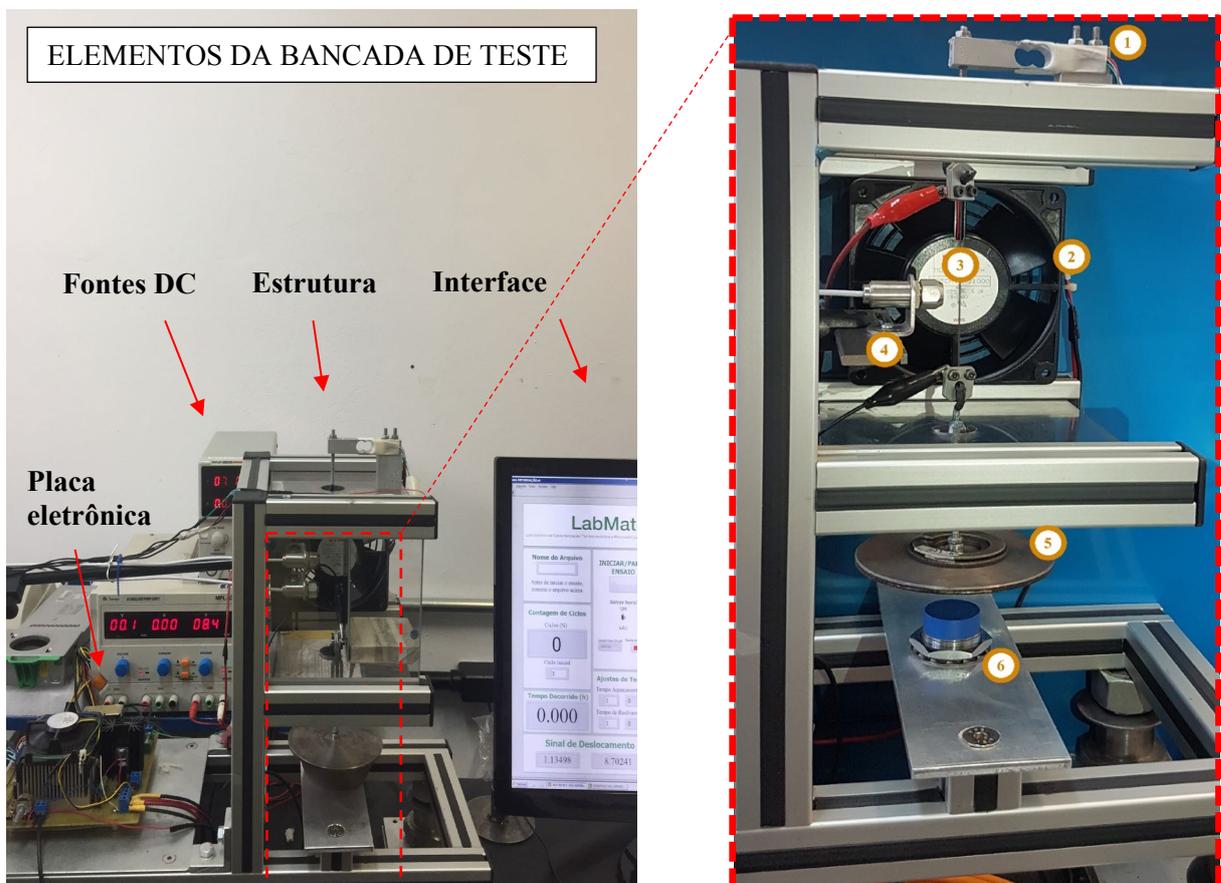


Figura 3.6 – Imagem da bancada de ciclagem termomecânica.

Fonte: Autoria própria.

A bancada é composta pelos seguintes elementos: 1: Célula de carga; 2: Sistema de aquecimento e resfriamento; 3: CP (fio atuador); 4: Sensores de medição de temperatura infravermelho; 5: Acessório porta-carga; 6: Sensor de deslocamento. O detalhamento de cada um desses elementos é apresentado a seguir.

3.2.1 Célula de Carga

A figura 3.7 representa a célula de carga (transdutor de força) que está na parte superior da bancada e é usada para medir a força (carga) aplicada ao sistema. A célula de carga utilizada foi do modelo CZL635, capacidade de medida de 0~5kg (50 N) e sensibilidade de $1.0 \pm 0,15$ mv/V.

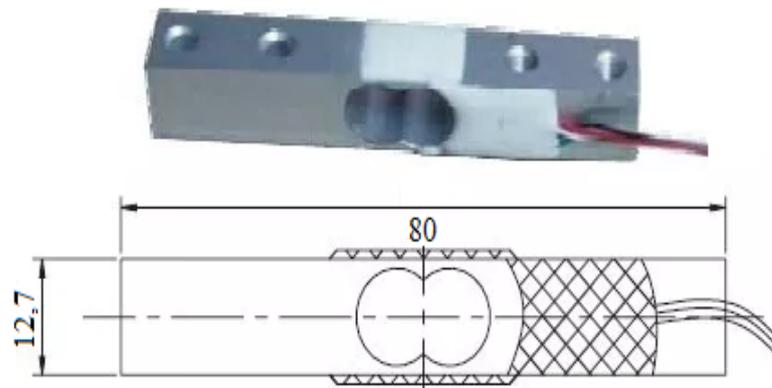


Figura 3.7 – Imagem da célula de carga (transdutor de força).

Fonte: Autoria própria.

A célula de carga funciona em ponte completa através de quatro extensômetros conectados a estrutura. O sinal proveniente dos extensômetros foi convertido em sinais elétricos através de resistências pequenas que são ligados ao elemento estrutural. À medida em que essa área sensível é deformada, a resistência muda em proporção à carga aplicada. A saída de sinal elétrico fornecido pela célula de carga é muito pequena e requer amplificação especializada em circuito eletrônico.

Para filtrar e amplificar do sinal proveniente da célula de carga foi montado um circuito eletrônico condicionador de sinal. Para isso foi utilizado um amplificador de instrumentação CI INA 118 da Texas Instruments®. Por último, o sinal foi convertido em valores físicos através do *hardware* e disponibilizado via interface gráfica para monitoramento do valor estimado da força (peso) aplicada. Antes de realizar o ensaio é necessário efetuar o ajuste zero (tara) da célula de carga, além da calibração ao ser desligado.

3.2.2 Sistema de Aquecimento e Resfriamento

Definiu-se a utilização do aquecimento do CP via efeito *joule* e resfriamento por convecção forçada mecanicamente, baseando-se nos estudos realizados por MAMMANO e DRAGONI, (2011). O sistema de controle para ciclagem do CP possui uma faixa de temperatura operacional de 20 °C a 120 °C para fios com 90 mm de comprimento e até 1 mm de diâmetro. O desenho esquemático do sistema de controle do aquecimento e resfriamento é representado na figura 3.8.

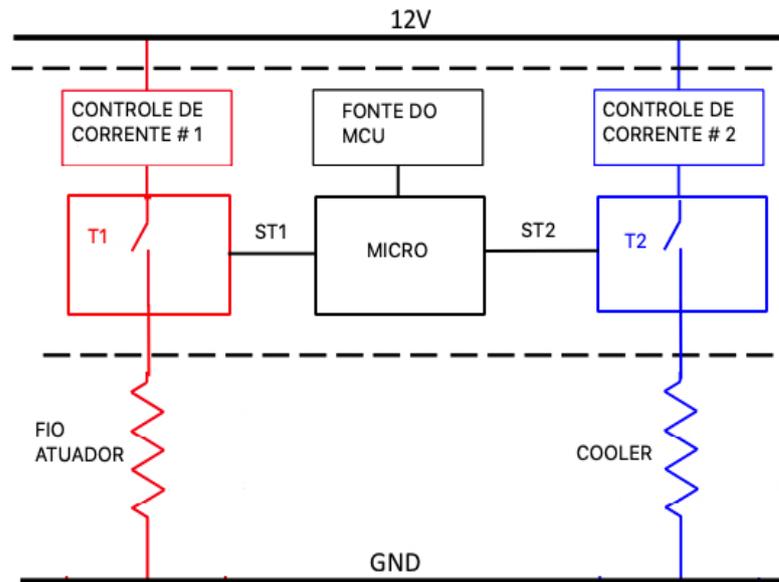


Figura 3.8 – Desenho esquemático do sistema de controle de ciclagem.

Fonte: Autoria própria.

O circuito responsável por fornecer a corrente elétrica para todo comprimento útil do CP é controlado eletronicamente por modulação de largura de pulso – *PWM*, do inglês *Pulse Width Modulation*. Porém, alguns testes iniciais foram realizados usando controle de aquecimento *On-off*. A técnica de modulação *PWM* é utilizada em diversas áreas da eletrônica e surgiu em substituição à outras como *On-Off*, modulação por frequência e técnicas que utilizavam cargas em série.

Para efeito do cálculo da modulação são utilizados dois parâmetros: o período e a largura do pulso conhecida como *Duty-Cycle*, que é definida em porcentagem de acordo com a Equação (3.1).

$$DutyCycle = 100 \times \frac{Largura\ do\ pulso}{Período}, \quad (3.1)$$

onde *Duty-Cycle* apresenta o valor em porcentagem, largura do pulso é o tempo em que o sinal permanece ligado e por último, o período é o tempo por ciclo da onda.

O *PWM* controla a corrente elétrica aplicada à carga através da largura do pulso. Os pulsos gerados possuem a forma de uma onda quadrada e largura proporcional ao tempo de acionamento, como indicado na representação esquemática da figura 3.9. A forma de onda da corrente elétrica de ativação gerada é representada na figura 3.10.

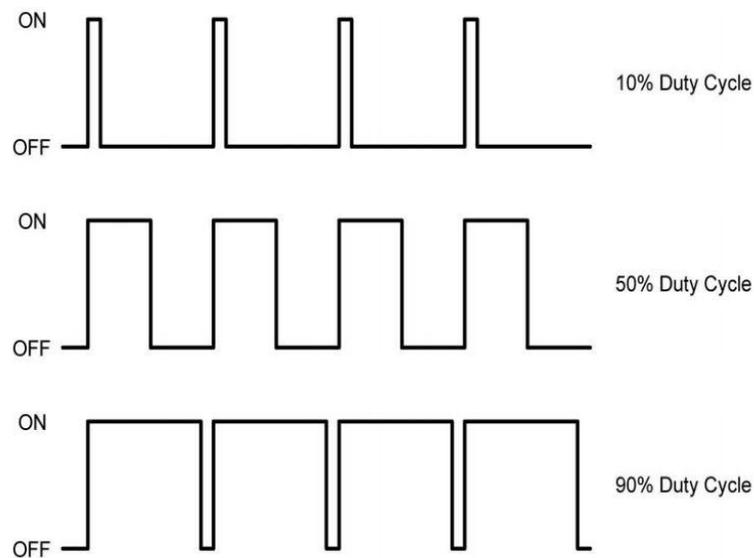


Figura 3.9 – Formas de onda em diferentes *Duty-Cycles*.

Fonte: Autoria própria.

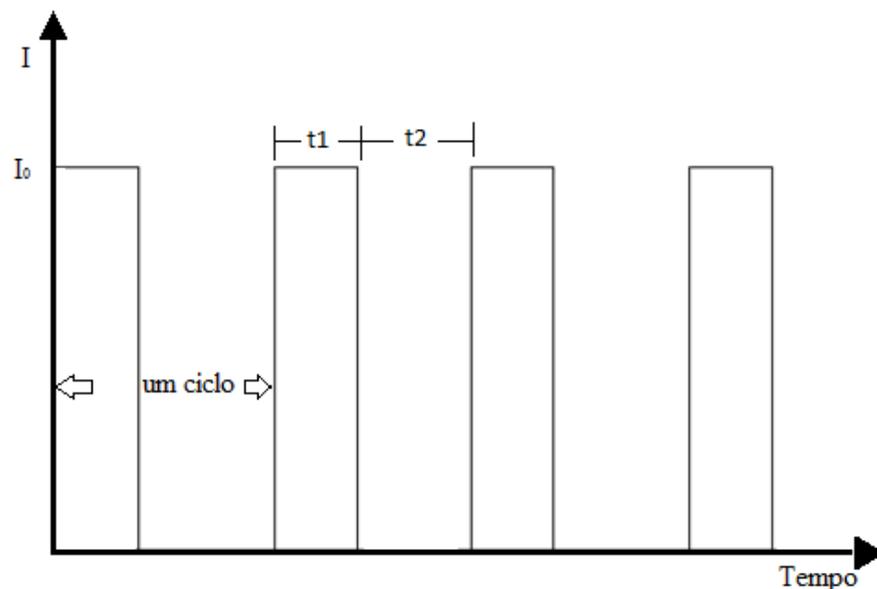


Figura 3.10 – Esquemático da corrente elétrica de ativação.

Fonte: Autoria própria.

A maneira mais conhecida de gerar sinais do tipo *PWM* é utilizando microcontroladores e osciladores. Neste trabalho, o sinal proveniente do controlador é incorporado a dois reguladores lineares independentes que operam em modo de corrente contínua e alimentam tanto o circuito de aquecimento quanto o circuito de resfriamento. O tempo de aquecimento é igual à duração do pulso t_1 , enquanto t_2 representa o tempo de resfriamento do CP. Assim, um ciclo de transformação é concluído em $t_1 + t_2$, como visto na figura 3.10.

O controlador recebe *feedback* de uma resistência *shunt* inserida em série com a carga (CP). A corrente na carga permanece aproximadamente constante, independente das variações da corrente ou da resistência do fio atuador em função da variação de temperatura.

3.2.3 Medição de Temperatura

As leituras de temperatura foram realizadas através do método de medição sem contato, utilizando sensores infravermelhos (IR). A tabela 3.1 resume as principais especificações técnicas dos sensores de medição de temperatura.

Tabela 3.1– Especificações dos sensores IR.

Modelo	Resolução [°C]	Tempo de resposta [ms]	Precisão [°C]	Faixa espectral [μm]	Temperatura [°C]
CT-SF22	0,1	150	± 1	8-14	-50 a 250

Fonte: MICRO-EPSILON, (2015).

O sensor IR mede a temperatura da superfície com base na energia infravermelha emitida, ou seja, na detecção da quantidade de calor radiante da superfície do CP. Para isso, determinou-se a emissividade hemisférica total (integrada em 180° , no intervalo de $\theta = -90^\circ$ até $\theta = 90^\circ$), utilizando como referência a curva experimental obtida por DA SILVA, (2015). Para possibilitar o sensor medir pequenos objetos, utilizou-se lentes de foco fechado, ótica de foco padrão de 22:1 e a leitura de temperatura com detecção e correção de emissividade. Aplicando lente de foco fechado, o sensor IR é capaz de realizar medidas de área de no mínimo 600 micrômetros com maior confiabilidade.

Durante a ciclagem térmica, o CP se desloca continuamente e isso dificulta o ajuste do foco do sensor, comprometendo a confiabilidade dos dados obtidos. Por isso, os dados da leitura de temperatura foram utilizados apenas para monitoramento da curva de histerese térmica.

3.2.4 Medição da deformação

A deformação é obtida através do deslocamento do CP. Essa medida é realizada na base inferior da bancada por um sensor de deslocamento indutivo. Foi utilizado um sensor de deslocamento de alta velocidade de comutação, função de saída analógica em tensão de 0~10 volts e em conformidade com a IEC 60947-5-2. A tabela 3.2 descreve as principais características construtivas e especificações técnicas do sensor de deslocamento.

Tabela 3.2– Características e especificações do sensor de deslocamento.

Tipo/Modelo	Tamanho da rosca	Distância de comutação [mm]	Precisão de repetição TA=23 °C	Resolução [μm]	Tensão de alimentação [V DC]
IME30-20NPSZC0K	M30 x 1,5	0 ...40	$\pm 0,1$ mm	≤ 10	15...30

Fonte: SICK[®], (2017).

O sensor de deslocamento funciona através do princípio da indução eletromagnética, ou seja, um campo eletromagnético variável é emitido pelo oscilador, na extremidade do sensor e, ao se aproximar das faces metálicas produz um sinal analógico de acordo com a distância do objeto detectado. O esquemático da evolução do deslocamento durante ensaios de fadiga termomecânica é representado na figura 3.11. O deslocamento refere-se à distância do porta-carga em relação ao sensor.

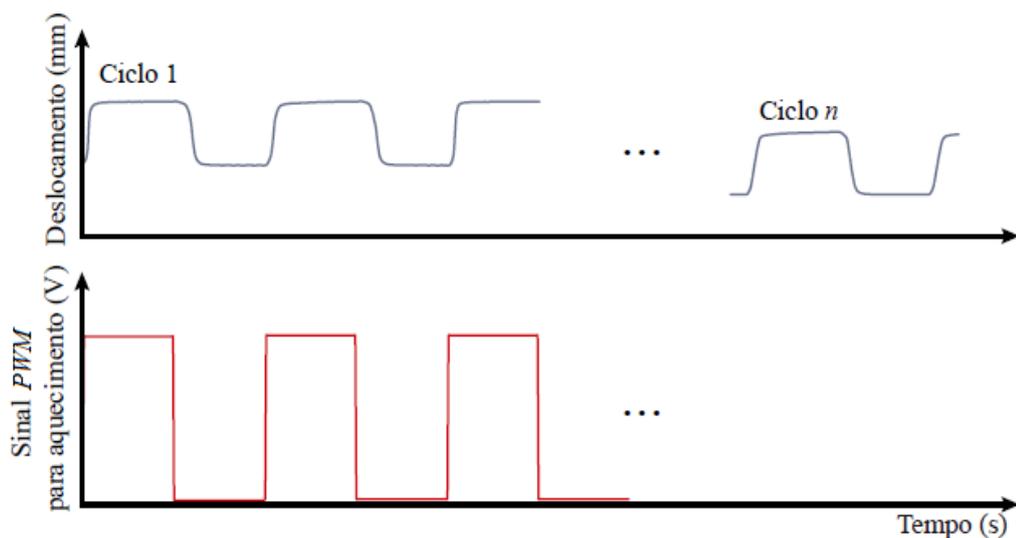


Figura 3.11– Evolução do deslocamento durante os ensaios de fadiga termomecânica.

Fonte: Autoria própria.

O sinal de leitura proveniente do sensor é convertido em valores físicos, ou seja, distância medida em milímetros. Para isso, foi utilizando como referência a curva de resposta do fabricante do sensor, que é representada na figura 3.12.

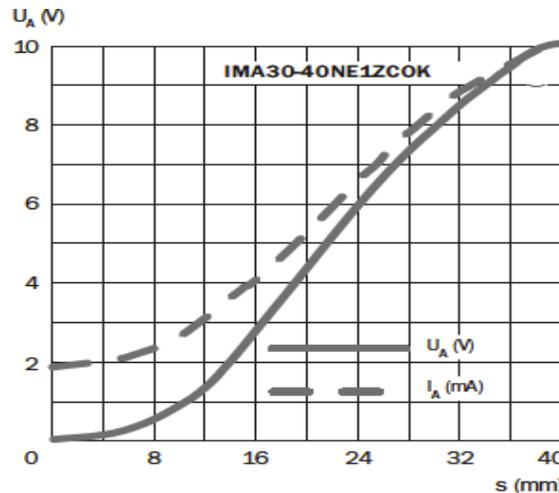


Figura 3.12 – Curva de resposta do sensor de deslocamento indutivo.

Fonte: SICK®, (2018).

3.2.5 Processamento e aquisição de dados

Foi utilizada a placa de *hardware National Instruments USB-6251* em conjunto com o software LabView® para aquisição, processamento e controle de dados presente na bancada. A placa é um dispositivo multifuncional de alta velocidade e elevadas taxas de amostragem, sendo 24 entradas e saídas digitais, 16 entradas analógicas (16 bits); 1,25 MS/s de canal único (1 MS/s agregado), além de 02 saídas analógicas (16 bits, 2,86 MS/s). Observa-se na figura 3.13: (a) placa de *hardware USB-6251* e (b) encapsulamento da placa utilizada para aquisição de dados.



(a)



(b)

Figura 3.13 –Placa de aquisição de dados da bancada.

Fonte: Autoria própria.

As entradas analógicas recebem os sinais elétricos provenientes dos sensores de temperatura, força e deslocamento. As aquisições de dados são a cada 100 milissegundos. Os dados são convertidos simultaneamente em variáveis físicas, interpretadas e disponibilizados na interface gráfica (LabView®) para o usuário.

3.3 Testes da Bancada

Os testes da bancada foram realizados utilizando tanto o material tratado quanto material não tratado criogenicamente. Corpos de prova (CPs) de 100 mm de comprimento foram preparados e divididos em dois tipos: tratados criogenicamente (TC) e não tratados criogenicamente (NTC). Foram realizados 06 ensaios de ciclagem termomecânica válidos, sendo 03 ensaios dos CPs TC e 03 ensaios dos CPs NTC a 150 MPa. Resultados da evolução da deformação média dos CPs NTC e TC em função de N são representados lado a lado nas curvas das figuras 3.14 e 3.15, respectivamente.

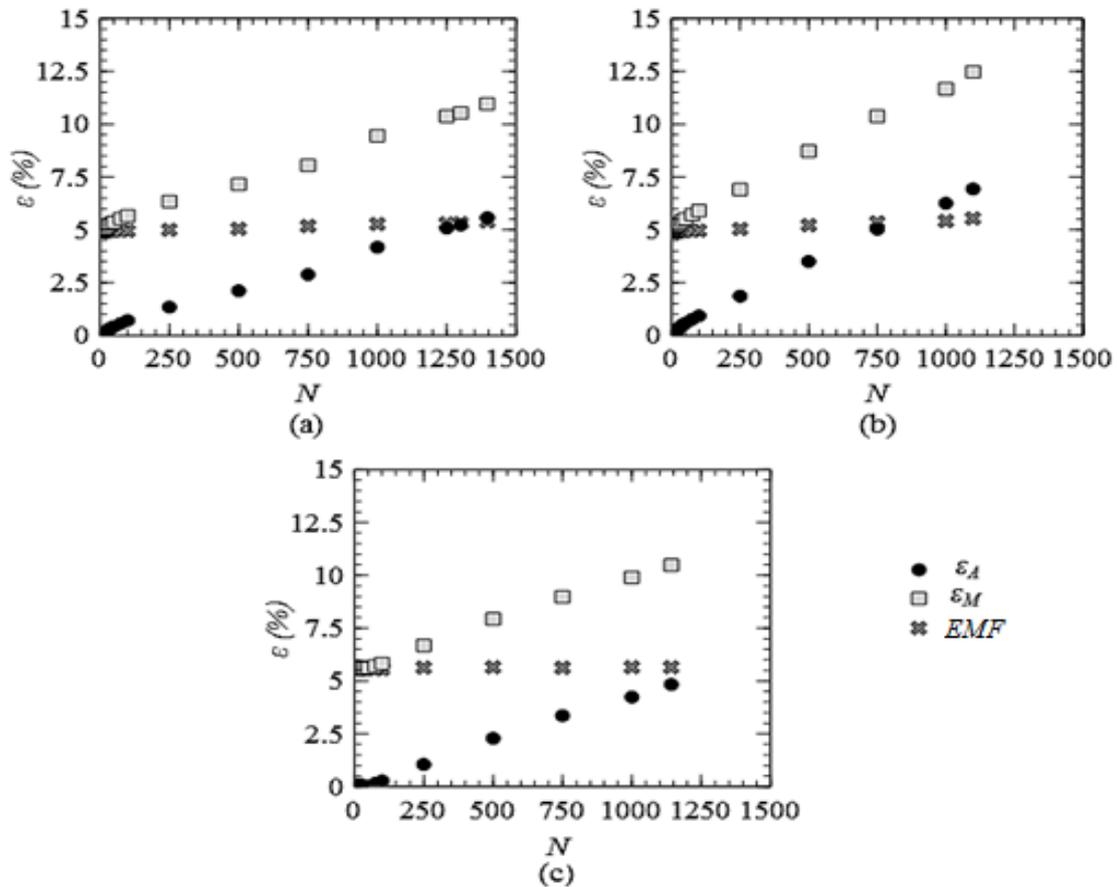


Figura 3.14 –Evolução da deformação média dos CPs NTC a 150 MPa.

Fonte: Autoria própria.

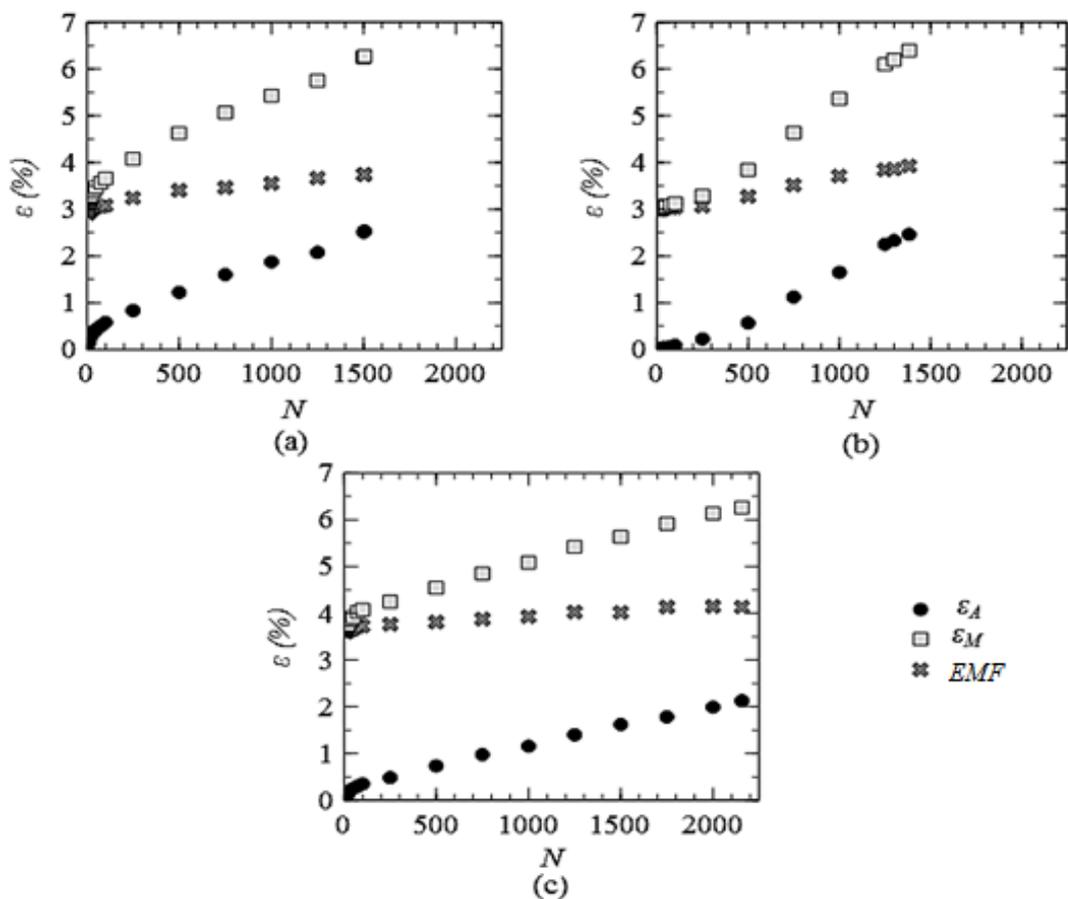


Figura 3.15 – Evolução da deformação média dos CPs TC a 150 MPa.

Fonte: Autoria própria.

É perceptível como ε_M e ε_A aumentaram à medida que a ciclagem termomecânica cresce e EMF permaneceu praticamente constante como relatado por MAMMANO & DRAGONI, (2014). Este comportamento foi semelhante para ambos os CPs, mas a deformação foi maior no caso NTC. A deformação máxima ocorreu no ciclo imediatamente antes da falha na martensita. Atingiu aproximadamente 6,5% para CP TC e 12,5% para CP NTC. A variação de ε_M e ε_A está relacionada ao acúmulo de deformação plástica, observada macroscopicamente como um aumento no comprimento útil do CP.

A partir dos resultados dos 06 ensaios cíclicos, apresentados nas figuras 3.14 e 3.15, foi possível comparar os dados obtidos com os dados da literatura e após as análises do comportamento cíclico do material, a bancada experimental de ciclagem termomecânica foi validada para realização dos ensaios.

3.4 Procedimento Experimental

Neste trabalho, o procedimento adotado teve como base as experiências exploratórias e procedimentos de ensaios adotado para o dispositivo desenvolvido por MAMANO & DRAGONI, (2011). Foram realizados um total de 96 ensaios válidos com o material fio *SmartFlex*[®], com base na norma JSME 002-1981. Os ensaios foram divididos em três séries distintas: a série A correspondente ao conjunto de 16 ensaios realizados através de controle *On/Off* para os CPs não tratados, a série B correspondente ao conjunto de 16 ensaios realizados através de controle *PWM* para os CPs não tratados e por último, a série C que corresponde ao conjunto de 64 ensaios realizados através de controle *PWM* para os CPs submetidos ao tratamento criogênico profundo.

Cada CP possui um comprimento útil de aproximadamente 90 mm, quando livre de carregamento mecânico. O teste é realizado conectando-se o CP à célula de carga em sua extremidade superior através do parafuso gancho. A outra extremidade (inferior) é tracionada usando massas graduadas de 10 até 100 gramas, que devem impor uma tensão mecânica suficiente para gerar a reorientação da martensita na direção da carga aplicada (martensita demaçada). Os dados das condições de ciclagem adotadas para as séries de ensaios são descritos na tabela 3.3. Para garantir a confiabilidade dos dados, apenas CPs que romperam a uma distância maior que 30 mm do ponto de fixação foram consideradas nas análises (MAMANO & DRAGONI, 2014).

Tabela 3.3 – Condições de ciclagem dos ensaios realizados.

Série	Número de ensaios	Corrente (A)/tensão de aquecimento (V)	Tipo de controle	Temperatura ambiente (°C)	Tempo de aquecimento/resfriamento (s)
A	16	0,650; 7,50	<i>On/Off</i>	18	8/8
B	16	0,670; 7,40	<i>PWM</i>	22	8/6
C	64	0,670; 7,40	<i>PWM</i>	22	8/6

Fonte: Autoria própria.

Durante a ciclagem, o CP sofre uma deformação variável sob carregamento constante, acumulando deformação plástica e se alongando com a evolução dos ciclos. A situação que ocorre em um atuador LMF apoiado por uma força constante e operado sem carga externa é um

exemplo desse teste, que é totalmente definido pela tensão axial aplicada. A figura. 3.16 representa esquematicamente a condição dos ensaios sob tensão constante.

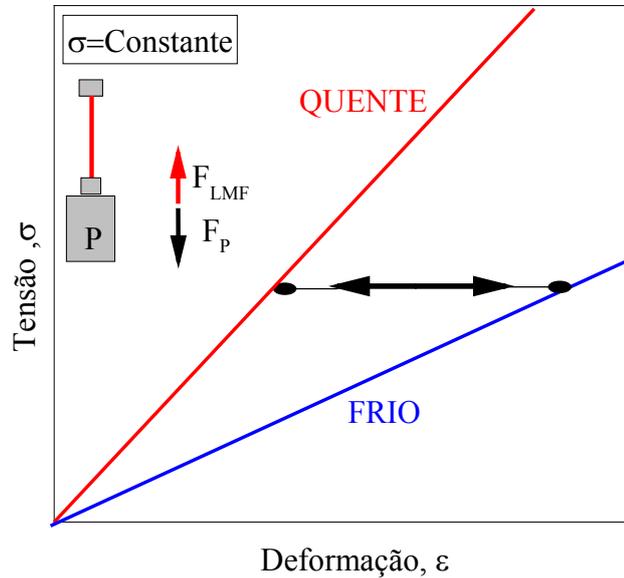


Figura 3.16 – Esquemático do ciclo de tensão-deformação aplicado ao CP.

Fonte: Autoria própria.

A série A refere-se ao conjunto de 16 ensaios realizados para os CPs não tratados e em quatro diferentes níveis de tensão mecânica axial: 125, 150, 175 e 200 MPa. A flutuação da corrente e da tensão elétrica durante o aquecimento foi de $\pm 3\%$. A flutuação dessas grandezas elétricas ocorrem devido às mudanças de resistividade durante o processo de transformação de fase do material *SmartFlex*[®]. A temperatura ambiente foi controlada e mantida em 18 °C.

A série B refere-se ao conjunto de 16 ensaios realizados para os CPs não tratados em quatro níveis de tensão mecânica axial cujos valores são iguais a série A (125, 150, 175 e 200 MPa). O tempo de duração de cada ciclo termomecânico da série B foi de 14 segundos. Designou-se menor tempo entre os ciclos, sendo o resfriamento menor nesta condição devido a velocidade maior da ventilação mecânica. A temperatura ambiente foi controlada e mantida em 20 °C.

A última série, denominada de série C corresponde ao conjunto de 64 ensaios realizados para os CPs tratados criogenicamente em quatro diferentes níveis de tensão mecânica axial: 125, 150, 175 e 200 MPa. Os ensaios desta série foram realizados sob mesmas condições de ciclagem adotada nos ensaios da série B.

CAPÍTULO 4 - MATERIAIS E MÉTODOS

Neste estudo, foram realizados ensaios em fios atuadores com memória de forma aquecidos e resfriados ciclicamente sobre uma carga constante sem controle de deformação. Nessas condições, investigou-se a fadiga funcional e estrutural através das análises comparativas do comportamento cíclico do material tratado e não tratado criogenicamente.

Durante a ciclagem termomecânica, os dados de cada ensaio e as alterações das propriedades do material são medidos e monitorados por um conjunto de sensores e coletados pelo sistema de aquisição. Os dados do comportamento (carga, deformação, temperatura) e os dados de evento (falha estrutural) foram coletados para predição de vida à fadiga e análises das eventuais alterações nas propriedades do material como a deformação máxima recuperável, mudanças na evolução das temperaturas de transformação de fase e histerese térmica.

No presente capítulo, são descritos os materiais investigados, o tratamento criogênico aplicado e uma descrição geral dos procedimentos adotados nos ensaios cíclicos. É apresentada também a caracterização do material quanto ao seu comportamento tensão-deformação monotônico. Exceto os ensaios de análise dinâmica mecânica, todos os ensaios de ciclagem foram realizados à temperatura ambiente de aproximadamente 20°C.

4.1 Material Investigado

O material investigado foi uma LMF NiTi indicada como adequada para aplicação em microatuadores. Trata-se de um material comercializado sob forma de fio *SmartFlex*[®]150 pela SAES Getters Group, código 5S0017, diâmetro de 150 µm, teor de Ni de 54% em peso e $A_f > 90^\circ\text{C}$. O material encontra-se na fase completamente martensítica à temperatura ambiente, do qual espera-se um comportamento quasiplástico, seguido do EMF se aquecido acima de A_f . Alguns outros dados do material investigado podem ser obtidos em FUMAGALLI *et al.*, (2009).

Os CPs ensaiados foram cortados a partir de uma bobina de fio contendo 100 metros de comprimento. Os dados típicos de algumas propriedades e características físico-mecânicas fornecidas pelo fabricante do fio (SAES Getters Group) são apresentadas na tabela 4.1. Alguns detalhes do fio são apresentados na figura 4.1.

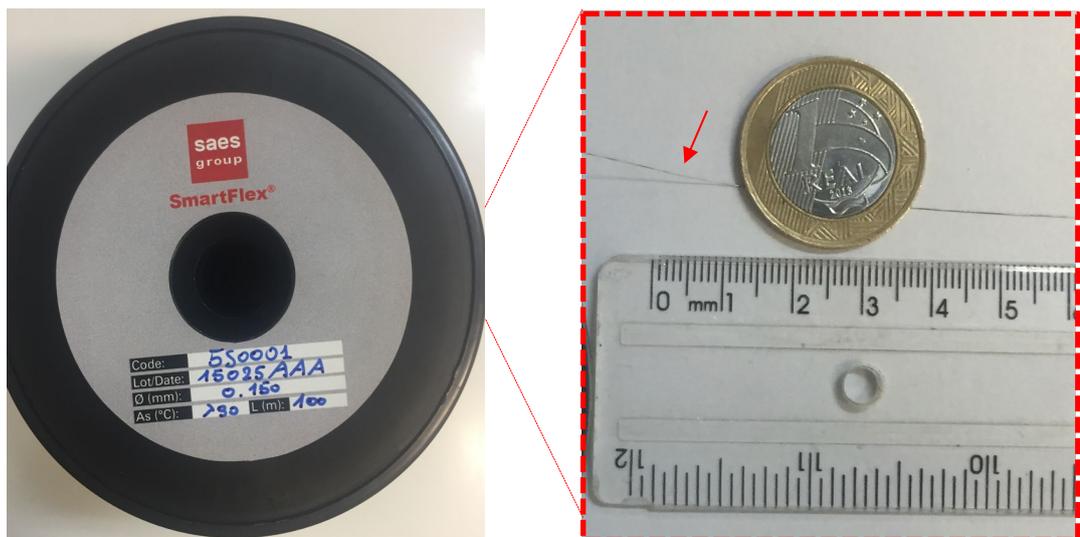


Figura 4.1 – Detalhe do fio atuador utilizado na investigação.

Fonte: Autoria própria.

Tabela 4.1– Dados de algumas propriedades e características do fio

Produto	Diâmetro [μm]	Força Máx [N]	Deformação máxima	Força sugerida [N]	Deformação sugerida
<i>SmartFlex</i> [®] 150	150	6,2	5,5%	2,7	<3,5%
Teste de histerese @ 200 MPa, 1°C/minuto					
Deformação recuperável			4,8%		
A_s			86 °C		
A_f			94 °C		
M_s			65 °C		
M_f			57 °C		
Fadiga @ 3.5% 170MPa 0.6A					
Número de ciclos			>10 ⁵		
Variação			0,17%		

Fonte: Adaptado de SAES GETTERS GROUP, (2015).

A composição química foi obtida através de Espectrometria de Fluorescência de Raio X (FRX) por Energia Dispersiva. Para identificar os elementos componentes da liga, diversos pontos da amostra do material foram submetidos ao ensaio de FRX utilizando o equipamento EDX-720, fabricado pela Shimadzu. Posteriormente, os valores obtidos nessa análise foram comparados com os valores de composição nominal fornecido pelo fabricante (SAES Getters).

4.2 Levantamento de Dados Experimentais

A bancada fabricada permite avaliar tanto a fadiga mecânica (falha estrutural) quanto a fadiga termomecânica (diminuição e/ou perda de uma determinada funcionalidade). Uma das modificações na metodologia adotada por MAMMANO & DRAGONI (2011) foi a adaptação da bancada para medição de temperatura dos CPs. Além disso, foram realizadas modificações nas conexões elétricas. O aperto dos cabos de alimentação do sistema de aquecimento foi cuidadosamente considerado para evitar concentrações de tensão mecânica e térmica nas extremidades do CP, assegurando, assim, condições mais adequadas para realização dos ensaios.

Em particular, buscou-se garantir que as transformações de fase martensita-austenita e austenita-martensita sejam completas gerando deformações máximas do fio atuador. Além disso, foram considerados válidos apenas os ensaios que romperam a uma distância de 30 mm das extremidades dos CPs.

4.2.1 Procedimentos para caracterização termomecânica

As temperaturas de transformação de fase, as propriedades de tensão-deformação (curva) do material foram identificadas tanto para o material como recebido, ou seja, sem tratamento quanto para o material tratado criogenicamente. O Calorímetro Diferencial de Varredura (*Differential Scanning Calorimeter* – DSC) é o equipamento mais utilizado para determinar o calor latente, entalpia e temperaturas de transformação de fase (ASTM F2004). O princípio de funcionamento do DSC é a medição da taxa em que a energia térmica é fornecida à amostra em comparação com um material de referência para manter uma taxa de temperatura constante (LAGOUDAS, 2008).

As análises térmicas foram realizadas utilizando o DSC 8500 da PerkinElmer[®], com forno duplo, faixa de temperatura operacional de -70°C a 750°C e controle de taxa de aquecimento e resfriamento de 0,01 a 750°C/minuto. Durante os ensaios, a amostra do material a ser analisada foi inserida em uma panela (porta-amostra) e, em seguida, colocada no forno, enquanto uma panela de amostra vazia similar foi inserida no outro forno para referência. O material foi ciclado termicamente e a diferença da potência calorífica fornecida é registrada, como indicado na figura 4.2.

O equipamento DSC foi previamente calibrado e os ensaios conduzidos em atmosfera inerte de nitrogênio gasoso de alta pureza (99,999%) e fluxo controlado de 20mL/min, mantendo as mesmas taxas de aquecimento, resfriamento, temperaturas e isotermas. Optou-se por seguir um procedimento de ensaio dividido em 4 passos e de acordo com as instruções de programação descritas na tabela 4.2.

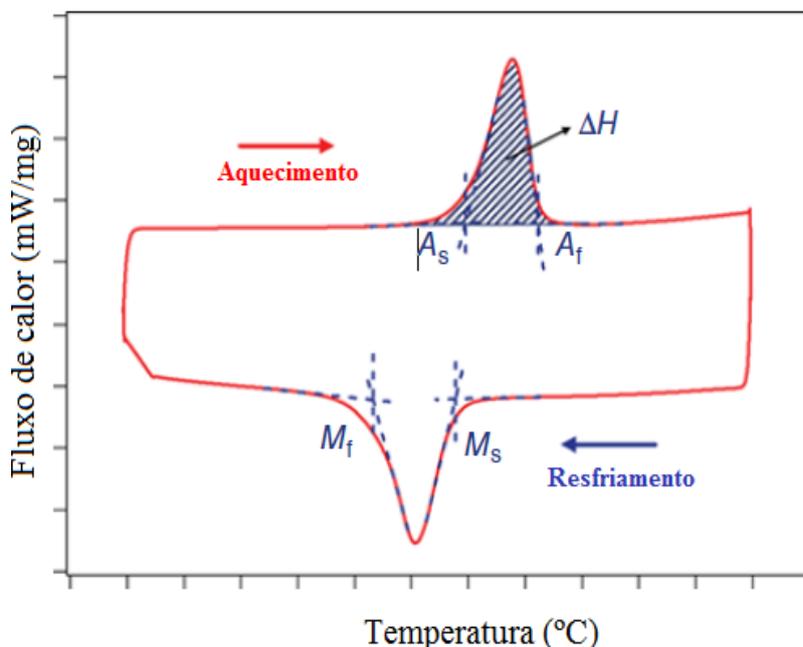


Figura 4.2 – Esquemático da curva fluxo de calor em função da temperatura.

Fonte: Autoria própria.

Tabela 4.2– Programação do ensaio DSC

Passo	Instrução
1	Resfriar e manter a amostra em -70 °C por um minuto;
2	Aquecimento de -70 °C a 130 °C a 10 °C/minuto;
3	Manter a 130 °C por 1 minuto;
4	Resfriar de 130 °C a -70 °C a -10 °C/minuto.

Fonte: Autoria própria.

O passo 1 trata-se da estabilização térmica da amostra em temperatura de -70°C por um período de 1 minuto. No passo 2, tanto a panela da amostra quanto a panela de referência são aquecidas isotermicamente com taxa de 10°C/min até atingir a temperatura programada de 130°C. Uma estabilização térmica da amostra em temperatura de 130°C por um minuto é

novamente realizada no passo 3. No último passo, 4, as amostras são resfriadas isotermicamente até -70°C com taxa de $10^{\circ}\text{C}/\text{minuto}$.

Os dados foram analisados utilizando o software *Pyris*[®]. As temperaturas de transformação de fase foram determinadas a partir das curvas DSC por meio do método das tangentes aplicados aos picos de transformação de fase, conforme normas internacionais ASTM F2004, F2005 (ASTM, 2005) e F2082 (ASTM, 2006). Esse é o método mais conhecido para determinar essas temperaturas.

4.2.2 Nível de Tensão e Ensaio de Tração Monotônico

Para MAMMANO e DRAGONI (2014), existe uma grande semelhança entre os ensaios de fadiga termomecânica de fios LMF e os ensaios clássicos de fadiga aplicados nos materiais de fabricação convencionais. Ambos os ensaios tratam de identificar o número de ciclos até a falha para uma determinada amplitude de tensão aplicada (curva tensão-vida de Wöhler). Devido a isso, os dados de fadiga foram coletados e analisados seguindo a norma JSME 002-1981. A norma sugere ensaios preliminares de fadiga para definir os níveis de tensão a serem aplicados e identifica a curva de Wöhler com 14 ensaios, com 8 ensaios usados para rastrear a parte inclinada da curva e 6 para calcular a parte horizontal (limite de fadiga).

Em geral, a curva S-N para dados fraturados corresponde a um número de ciclos de 10^4 a 10^7 e assim, propõe-se estimar a resistência à fadiga " S_m " correspondente a 10^4 ciclos e " S_n " correspondente a 10^7 ciclos de falha. Então, a amplitude de tensão no 1º nível é estimada de acordo com a equação 4.1.

$$S_0 = S(I) = S_m - (I - 1)D, \quad (4.1)$$

onde D é a tensão do passo, S_m é a tensão máxima de interesse e S_n é a tensão mínima.

$$D = (S_m - S_n)/J. \quad (4.2)$$

J é o número de amplitude de tensão necessárias para descrever a curva S-N.

De acordo com o protocolo, os testes foram realizados de modo que a variação real de tensão não exceda 6% da tensão nominal aplicada. Particularmente, necessita-se conhecer a tensão mecânica que leva à duração de 5×10^4 e 1×10^7 . Após alguns testes preliminares no CP

em questão, foi observado que essas durações eram muito altas para o material analisado. Na maioria das estimativas, quando a forma básica da curva S-N é conhecida, são necessários quatro a seis níveis de tensão no ensaio de fadiga.

Quando nenhuma informação a respeito da forma da curva S-N está disponível, o número de níveis de tensão pode ser aumentado de seis para oito e, além disso, se a curva resultante tiver certas peculiaridades, o número de níveis de tensão pode ser aumentado para dez ou doze níveis (JSME S002-81). Por essa razão, decidiu-se utilizar o método definindo os valores 5×10^3 e 5×10^5 com a menor duração e duração do limite de fadiga, para os quais os níveis de tensão foram de 175MPa e 100MPa, respectivamente.

Aplicando o método de investigação JSME, foram produzidos uma série de níveis de tensão adequados para identificar a inclinação da curva de Wöhler. Os ensaios tiveram início no nível $S_0=150$ MPa e continuaram nível por nível até e ruptura ou até um CP sobreviver ao ensaio, ou seja, chegar um ponto sem nenhuma falha até um número prescrito de ciclos, 5×10^5 .

A tabela 4.3 especifica a série de valores dos níveis de tensão obtidos por meio da aplicação do método JSME. O método é estruturado de tal forma que o nível de confiança das duas seções da curva Wöhler, inclinada e horizontal, foi de 50%.

Tabela 4.3– Níveis de tensão aplicados ao CP de acordo com método JSME.

Nível	Tensão (MPa)
$S_0 +3$	225
$S_0 +2$	200
$S_0 +1$	175
S_0	150
$S_0 -1$	125
$S_0 -2$	100
$S_0 -3$	075

Fonte: Autoria própria.

Para obter a curva tensão-deformação monotônica foi feita uma análise do comportamento mecânico do CP (fio *SmartFlex*®150), como recebido, nos estados completamente martensítico e austenítico. O ensaio foi realizado em um Analisador Dinâmico Mecânico (DMA), modelo Q800 da TA Instruments e pertencente ao LAMMEA/UFMG. A

figura 4.3 representa uma visão aproximada do DMA e detalhes da configuração do CP durante a realização do ensaio.



Figura 4.3 – Foto do DMA e configuração do fio *SmartFlex*[®]150.

Fonte: Autoria própria.

O primeiro passo do ensaio isotérmico consistiu em fixar uma das extremidades do CP (parte superior do clamp). Em seguida, o CP foi aquecido até o estado completamente austenítico. Após a estabilização da temperatura, a extremidade inferior foi fixada e um novo aquecimento do fio foi realizado. Por fim, configurou-se o DMA para iniciar o ensaio quase-estático utilizando controle por tensão (força). Os ensaios foram realizados a temperaturas de: 30 °C, 40 °C, 50 °C, 60 °C, 70 °C, 80 °C, 90 °C e 100 °C e ciclos de carregamento até 600 MPa.

4.3 Processo de Tratamento Criogênico

O tratamento criogênico foi aplicado a fim de verificar a possibilidade de aperfeiçoar as propriedades do material ao ser submetido a temperaturas criogênicas por volta de -196 °C. O tratamento criogênico profundo foi realizado no Laboratório de Materiais Inteligentes (LABMATI-UnB) a temperatura ambiente controlada de aproximadamente 22 °C.

Os CPs foram preparados e divididos em dois tipos: tratados criogenicamente (TC) e não tratados criogenicamente (NTC). Os CPs tratados criogenicamente foram submetidos a um processo de tratamento criogênico profundo por 6, 12, 24 e 36 horas, respectivamente. A especificação dos CPs tratados criogenicamente é apresentada na tabela 4.7.

Tabela 4.4 – Dados dos CPs tratados criogenicamente.

CP TC	Tempo de tratamento (Horas)	Comprimento total (mm)	Quantidade de CPs	Tempo de volta à temperatura ambiente (minutos/segundos)
1	6	100	16	4'44''
2	12	100	16	4'04''
3	24	100	16	3'16
4	36	100	16	4'16''

Fonte: Autoria própria.

O processo de tratamento criogênico foi dividido em três etapas a saber: (1) resfriamento: os CPs foram resfriados até o nível de temperatura prescrita em torno de (-196°C), (2) encharque: os CPs foram mantidos à temperatura criogênica durante o tempo estabelecido e (3): aquecimento de volta à temperatura ambiente. Este processo consistiu em um ciclo com duração total de 36 horas, sendo o resfriamento até a temperatura de -196 °C, imersão durante 6, 12, 24 e 36 horas e, por último, aquecimento da temperatura criogênica até a temperatura ambiente em torno de 22°C. O histórico do processo criogênico é representado na figura 4.4.

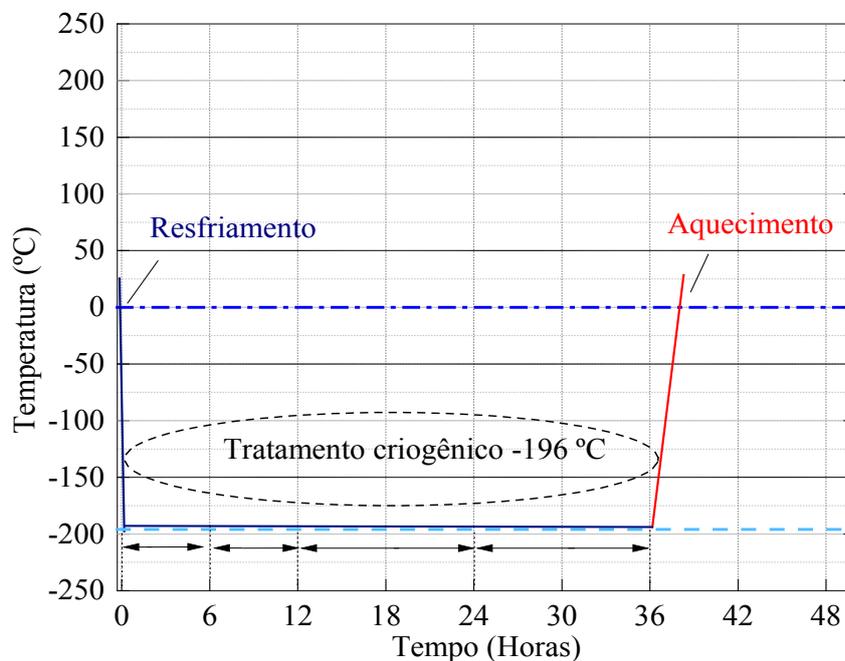


Figura 4.4 – Histórico do processo criogênico - esquemático.

Fonte: Autoria própria.

Para o processo de tratamento criogênico foi utilizado um botijão isolado (YDS 20-50; Cryofarm S.R.L., Savigliano, Itália) com um topo que inclui um bocal de 50 mm de diâmetro,

onde os CPs são inseridos. Internamente, o recipiente é revestido de proteção metálica com paredes duplas e polidas que impedem trocas de calor com o meio através de irradiação, além de vácuo entre as paredes para evitar possíveis trocas por condução ou convecção. O compartimento interno do botijão possui um volume de 20 litros e capacidade para imersão de até 06 CPs simultaneamente. A representação da imagem do botijão criogênico utilizado é observada na figura 4.5.



Figura 4.5 – Botijão criogênico utilizado.
(Fonte: <http://www.cryofarm.it/scegliere.aspx>).

Os CPs foram inseridos no compartimento contendo nitrogênio líquido. Foram utilizados acessórios dippers rígidos que possibilitaram a imersão completa dos CPs de maneira amigável no reservatório criogênico. Além disso, considerou-se a indicação do fabricante de utilizar o nível mínimo de 70% da capacidade do botijão de nitrogênio. Depois de retirados do botijão criogênico, os CPs foram dispostos em béquer e retornaram à temperatura ambiente pelo processo de convecção natural.

A imagem dos acessórios dippers utilizados e uma vista superior do compartimento de amostras pode ser observado na figura 4.6. A taxa de resfriamento, manutenção da temperatura durante o tratamento e a taxa de aquecimento não foram controlados, mas taxa foi estimada experimentalmente com base no conhecimento do tempo e das leituras de temperaturas realizadas por um sensor CT-SF22 Micro-Epsilon.

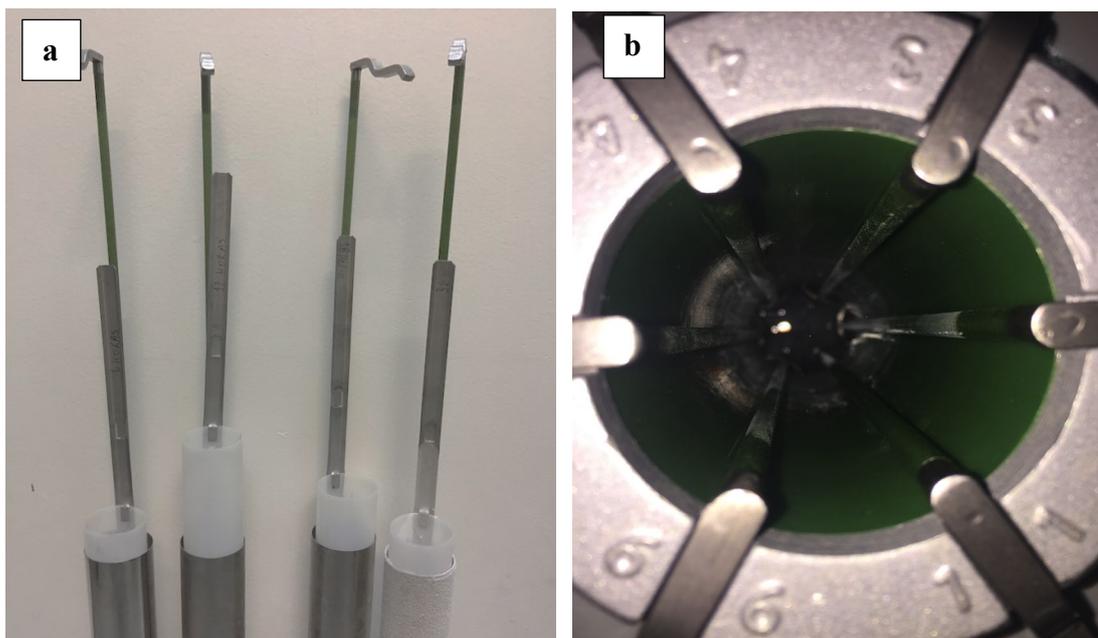


Figura 4.6 – Acessórios dippers com os CPs (a) e vista superior do compartimento (b).

Fonte: Autoria própria.

Os CPs (fios) são extremamente finos. Nesse caso, a temperatura final de $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ foi atingida rapidamente, ou seja, assim que o CP foi imerso totalmente no nitrogênio líquido. Por esse motivo, não foi realizado um controle da taxa de resfriamento/aquecimento durante o tratamento criogénico profundo.

4.4 Procedimento de Análise

O procedimento de análise utilizado foi similar ao proposto por MAMMANO e DRAGONI (2014). A tensão nominal aplicada ao fio LMF depende da força e do diâmetro do fio e foi estimada por meio da equação 4.3.

$$\sigma = \frac{4F}{\pi d^2}, \quad (4.3)$$

onde F é a força aplicada ao fio, devido a força peso inserida no porta-carga, e d o diâmetro nominal do fio.

A análise de fadiga funcional teve como base a evolução das deformações da LMF durante os ensaios, conforme representado na figura 4.7.

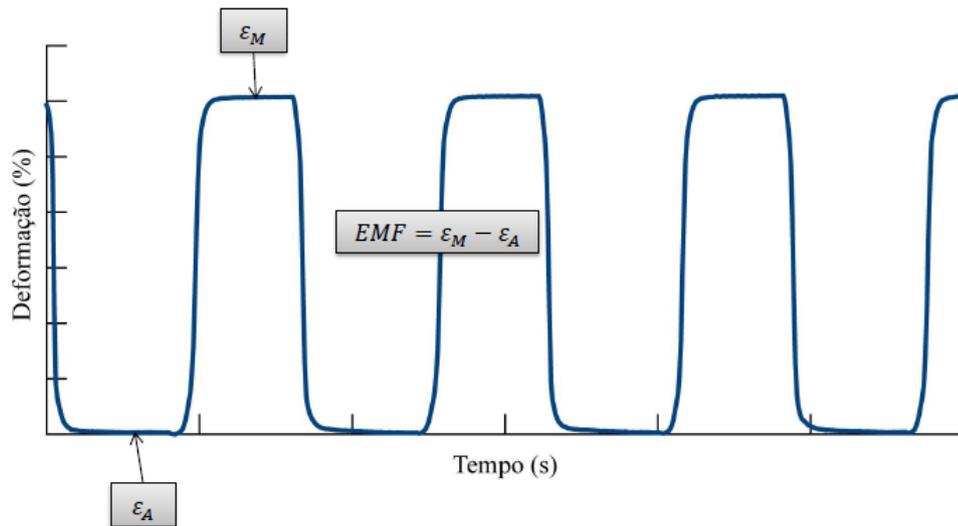


Figura 4.7 – Curva deformação \times tempo durante o ensaio de ciclagem termomecânica.

Fonte: Autoria própria.

Para essa análise, as variáveis foram definidas da seguinte maneira:

1. ε_M : variável que define o pico de deformação do fio quando resfriado em temperatura abaixo de Mf , vide equação (4.4).
2. ε_A : variável que define o pico de deformação do fio quando aquecido em temperatura acima de Af , vide equação (4.5).
3. EMF : variável da deformação de atuação do fio. Trata-se do efeito memória de forma do material durante cada ciclo e representa a diferença entre as variáveis ε_M e ε_A , obtido de acordo com a equação (4.6). Nota-se que a degradação ou perda da propriedade funcional EMF é a fadiga funcional investigada no trabalho.

$$\varepsilon_M = \frac{L_M - L_i}{L_i}, \quad (4.4)$$

$$\varepsilon_A = \frac{L_A - L_i}{L_i}, \quad (4.5)$$

$$EMF = \varepsilon_M - \varepsilon_A, \quad (4.6)$$

onde L_A é a variável que representa o comprimento mínimo do fio durante a ciclagem, L_M é o comprimento máximo do fio durante o ciclo de análise e L_i a variável que representa o comprimento inicial do fio, tomado como comprimento L_A durante o primeiro ciclo.

Para o ensaio foi usado um fio de aproximadamente 90 mm de comprimento útil quando não deformado, antes da ciclagem e em fase martensita. A equação 4.7 foi usada para calcular o alongamento inicial do fio a temperatura ambiente.

$$L_{M,Inicial} \cong 90[1 + \varepsilon(\sigma)], \quad (4.7)$$

onde $L_{M,Inicial}$ é o alongamento inicial do fio em martensita (mm). O valor de leitura no sensor de deslocamento terá como referência esse alongamento.

A tensão axial, prescrita para cada ensaio, é aplicada ao CP que se deforma a um valor correspondente de $90\varepsilon(\sigma)$. Assim, $\varepsilon(\sigma)$ representa a deformação resultante da tração sofrida pelo CP. Os níveis de tensão característicos aplicados foram de acordo com o método JSME, cujos valores estão apresentados na tabela 4.3. Utilizou-se nessa etapa a curva $\sigma \times \varepsilon$, figura 5.3, corroborada pela curva de MAMMANO & DRAGONI (2015), representada na figura 5.5.

Cada ensaio é iniciado com a aplicação da carga ao CP, seguido do aquecimento através do fornecimento de corrente elétrica e ciclagem termomecânica, subsequente. Quando o CP é submetido a primeira transformação de fase martensítica, ou seja, fase austenita presente, a leitura obtida no sensor de deslocamento corresponde ao referencial para deformação nula. Desse modo, no primeiro ciclo termomecânico, L_i tem valor igual a L_A e $\varepsilon_A = 0$. Detalhes sobre as etapas iniciais de configuração do ensaio são representados na figura 4.8.

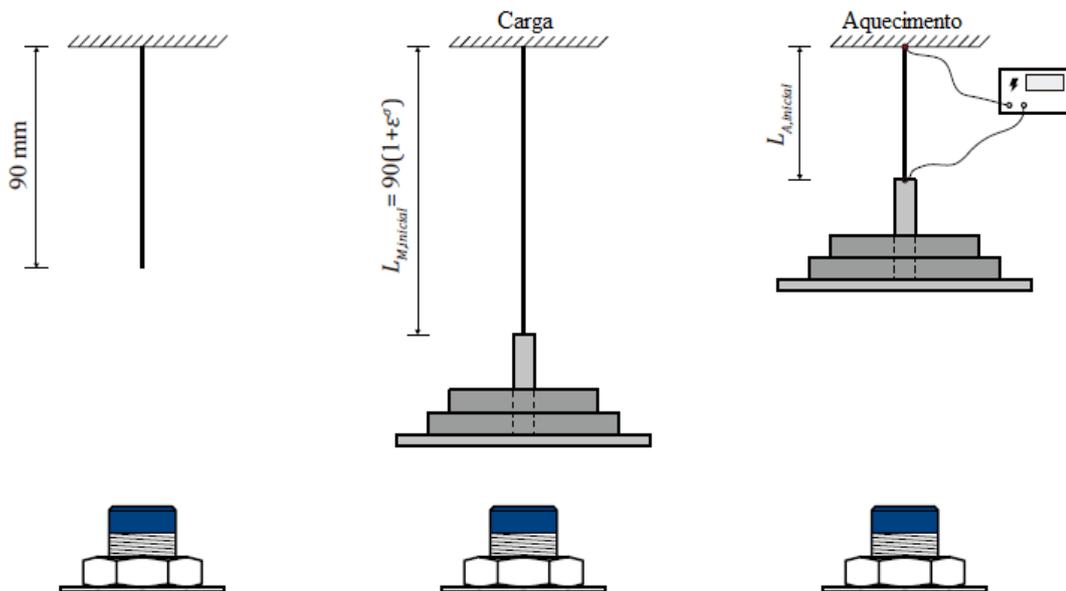


Figura 4.8 – Detalhes do ensaio de ciclagem termomecânica.

Fonte: Adaptado de BARCELOS, (2018).

A vida em fadiga é realizada com base na ciclagem até o rompimento do fio em cada ensaio e através da análise da evolução das deformações. Ajusta-se os dados relacionados a tensão nominal aplicada e o número de ciclos até a falha. A norma ASTM Standard E-739-10 (2015) é usada como referência para ajustar os dados obtidos nos ensaios em curva S-N. A relação entre as variáveis da curva S-N pode ser obtida através da equação (4.8).

$$N_f = K\sigma^{-m}. \quad (4.8)$$

Os pontos da curva podem ser ajustados em uma escala logarítmica pela equação (4.9).

$$\log(N_f) = \hat{A} + \hat{B}\log(\sigma). \quad (4.9)$$

Utilizando a equação (4.10) e a equação (4.11) obtém-se um valor estimado dos parâmetros \hat{A} e \hat{B} , respectivamente. Onde \hat{B} corresponde o oposto de m e \hat{A} é o $\text{Log}(K)$. A confiabilidade dos dados é favorecida pelo número de amostras (k), que também garante uma boa estimativa do valor de \hat{B} .

$$\hat{B} = \frac{\sum_{i=1}^k (X_i - \bar{X})(Y_i - \bar{Y})}{\sum_{i=1}^k (X_i - \bar{X})^2}, \quad (4.10)$$

$$\hat{A} = \bar{Y} - \hat{B}\bar{X}, \quad (4.11)$$

onde as variáveis \bar{X} e \bar{Y} representam média aritmética simples. Nas curvas S-N, X corresponde a $\log(\sigma)$ e Y é o $\log(N_f)$. Os parâmetros de vida em fadiga relacionados com a deformação plástica foram estimados da mesma maneira, utilizando a equação 4.12.

$$\varepsilon_p = \alpha N_f^{-\beta}. \quad (4.12)$$

ε_p é a deformação plástica acumulada e os parâmetros α e β são coeficientes de ductilidade à fadiga e expoente de ductilidade à fadiga, respectivamente. O valor de α e β é encontrado ao ajustar os dados dos ensaios.

A variação de ε_M e ε_A está relacionada ao acúmulo de deformação plástica (ε_p), que é observada macroscopicamente por um aumento no comprimento útil do CP. Nessa análise, considerou-se ε_A no último ciclo antes do rompimento (falha estrutural). O parâmetro ε_p também foi obtido pelo diferencial entre a deformação martensítica (ε_{max}) no ciclo N e a deformação martensítica medida no segundo ciclo de ensaio.

O valor do \overline{EMF} é encontrado utilizando a média da deformação durante todo o ensaio. Utiliza-se o valor de trabalho de atuação por unidade de volume ($\varphi = \sigma \overline{EMF}$), para calcular os coeficientes a e b por meio da equação 4.13 (SMITH *et al*, 1970; CALHOUN *et al*, 2015).

$$\varphi = aN_f^{-b}. \quad (4.13)$$

A dispersão dos valores obtidos de N_f para uma determinada tensão axial é dada pela equação 4.14.

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^k (N_{fi} - \bar{N}_f)^2}{k-1}}, \quad (4.14)$$

onde s é o desvio padrão amostral que é empregado como medida de dispersão. O k é o número de amostras e N_f é a variável investigada.

Os resultados obtidos experimentalmente nos ensaios de ciclagem termomecânica foram comparados com os resultados de MAMMANO & DRAGON (2015). Esses autores realizaram ensaios de fadiga termomecânica em tensão constante e ensaios de fadiga termomecânica utilizando o mesmo material. Para confrontar os resultados, foram desprezados os ensaios que alcançaram vida infinita (limitada em 500 mil ciclos) e os ensaios com tensão nominal inferior a 125 MPa.

CAPÍTULO 5 - RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo são apresentados os resultados da composição química, caracterizações térmicas e termomecânicas e, na medida do possível, discussões sobre os resultados dos ensaios termomecânicos realizados com o objetivo de avaliar a influência de tratamento criogênico no comportamento cíclico da liga Ni₅₄Ti₄₆ com memória de forma.

5.1 Análise da Composição Química

A composição química obtida através da análise por Espectrometria de Fluorescência de Raio X por Energia Dispersiva (FRX) e a composição do fabricante do material são apresentadas na tabela 5.1. As propriedades gerais do CP são apresentadas no trabalho de FUMAGALLI *et al*, (2009). O resultado da análise quantitativa da composição em % de massa foi de Ni 54,84 e Ti_{45,16}. O Apêndice D apresenta o resultado da análise por Espectrometria de Energia Dispersiva (EDS).

Tabela 5.1. Composição química do CP (fio *SmartFlex*[®]).

Componente	Composição (% em peso)	
	FRX	SAES Getters [®]
Ni	53,989	54
Ti	45,235	46
Fe	0,776	-

Fonte: SAES GETTERS GROUP (2015) e Autoria Própria.

Comparando-se os valores obtidos no ensaio FRX com a faixa de valores específica do fabricante, nota-se que a composição química da liga NiTi mais rica em Ni, está aproximadamente dentro dos parâmetros informados. O valor de 0,776 do componente Fe foi devido ao corte do fio através de um alicate universal. De modo geral, as propriedades das LMFs são sensíveis a variação de composição e do processamento termomecânico.

5.2 Análise Térmica – Temperaturas e Calor Latente de Transformação de Fase

As temperaturas de transformação de fase determinadas via DSC e previamente indicadas pelo fabricante são apresentadas na tabela 5.2. As entalpias de transformação direta e reversa das análises térmicas foram de 16,86 e 16,38 J/g, respectivamente. Os valores de

temperatura de transformação de fase são médias aritméticas dos valores de três ensaios DSC realizados em três diferentes amostras do mesmo material.

Tabela 5.2. Temperaturas de transformação do CP não tratado (fio *SmartFlex*[®]).

Temperaturas de transformação	Cortesia SAES Getters Group [®]	DSC 8500 Perkin Elmer [®]
M_f	57,00°C	38,38°C
M_s	65,00°C	41,39°C
A_s	86,00°C	83,42°C
A_f	94,00°C	87,48°C

Fonte: SAES GETTERS GROUP (2015) e autoria própria.

Comparando as temperaturas de transformação de fase indicadas pelo fabricante em relação aos valores de temperaturas encontrados nas análises térmicas para o CP não tratado criogenicamente, observou-se valores inferiores e maior diferença de temperatura para M_s e M_f . No caso de M_f , a diferença observada foi da ordem de 18,6 °C e cerca de 23,6 °C entre os valores de M_s . Por outro lado, a diferença verificada entre as temperaturas A_s e A_f foi bem menor, da ordem de 2,5 °C e 6,5 °C, respectivamente. Essa variação está muito provavelmente ligada ao método de análise e eventuais incertezas de medição entre os diferentes equipamentos utilizados nas análises térmicas.

A partir da curva DSC, representada na figura 5.1, foram identificadas as temperaturas presentes, assim como as temperaturas de pico de transformação, M_p e A_p do material não tratado. O pico único visível durante o aquecimento está relacionado a transformação B19 – B2. Na rampa de resfriamento, os dois picos principais estão associados a duas transformações martensíticas distintas: o primeiro está relacionado às transições B2–R e o segundo às transições R–B19, onde B2, R e B19 representam o cúbico (austenita) e as estruturas romboédrica e monoclinica (martensita), respectivamente. A fase intermediária R é comum nas LMF a base de NiTi, para composições próximas à equiatômica. A presença da fase R se torna mais perceptível quando o material com memória de forma é submetido a tratamentos térmicos e ou termomecânicos apropriados (LAGOUDAS, 2008; OTSUKA & WAYMAN, 1998).

A histerese térmica ΔHT , calculada pela diferença entre as temperaturas de pico de aquecimento A_p e o pico de resfriamento M_p , foram em torno de 44,29 °C. Em relação a análise

térmica, verifica-se que o material apresenta EMF acima da temperatura ambiente e à temperatura de 22 °C, o material encontra-se no estado completamente martensítico. Essa temperatura está situada próxima da faixa dos ensaios de ciclagem termomecânica.

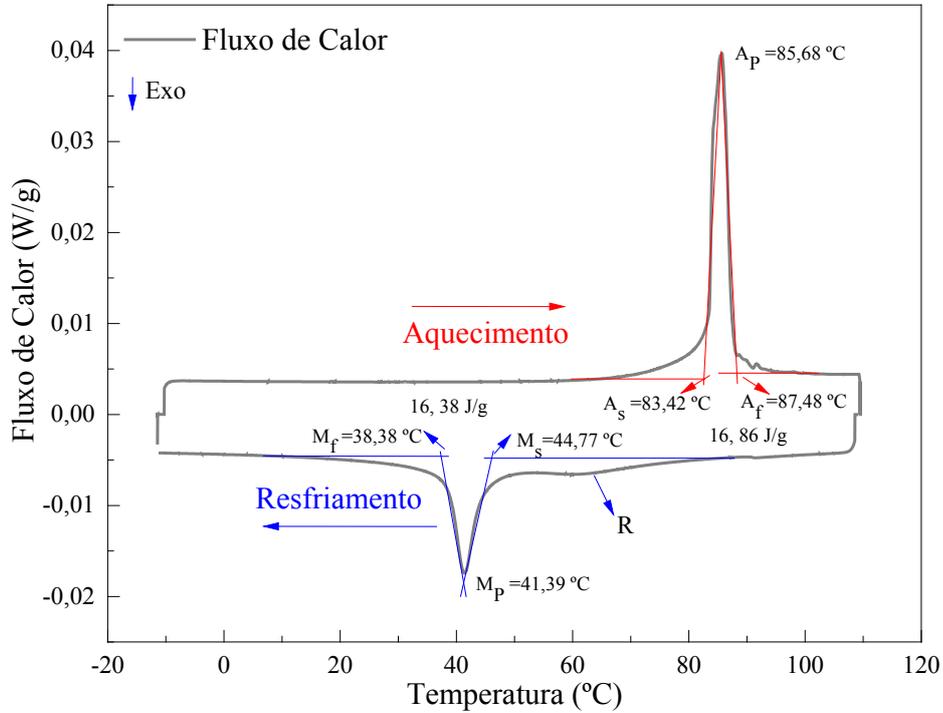


Figura 5.1 – Curva DSC do fio *SmartFlex*[®]150 não tratado.
Fonte: Autoria própria.

A partir dos termogramas DSC obtidos, foi possível resumir os dados das principais propriedades térmicas do material investigado na tabela 5.3.

Tabela 5.3. Temperaturas de transformação e histerese do material tratado e não tratado.

CP	M_f (°C)	M_s (°C)	A_s (°C)	A_f (°C)	M_p (°C)	A_p (°C)	Histerese ($A_p - M_p$) (°C)
NTC	38,38	41,39	83,42	87,48	41,39	85,68	44,29
TC_6 H	41,64	46,47	83,45	85,80	43,88	84,20	40,32
TC_12 H	40,30	47,52	83,57	87,55	43,46	85,33	41,87
TC_24 H	38,40	44,45	83,02	87,43	41,03	85,75	44,02
TC_36 H	38,84	44,82	83,63	87,59	41,57	85,83	44,26

Fonte: Autoria própria.

Os valores médios das temperaturas características de transformação de fase durante a transformação inversa (aquecimento), bem como aquelas referentes à transformação direta (resfriamento) dos CPs tratados e não tratados criogenicamente são apresentados no gráfico da figura 5.2. A técnica para determinar as temperaturas via DSC foi discutida na seção 4.2.1.

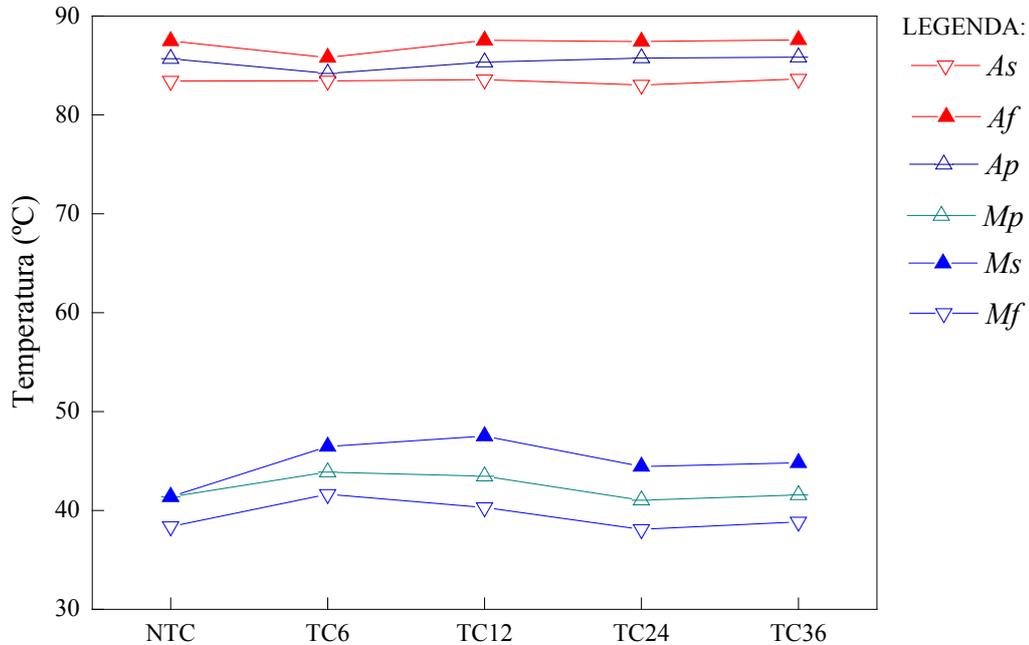


Figura 5.2 – Temperaturas de transformação do material tratado e não tratado.

Fonte: Autoria própria.

A partir desses dados, verificou-se aumentos das temperaturas M_s e M_f de todos os CPs. Porém, as temperaturas A_s e A_f não sofreram nenhum aumento significativo e nem a histerese térmica (ΔH) após o tratamento criogênico. Exceto a temperatura A_f do CP TC6, que apresentou uma redução de 1,92%, constatou-se que as temperaturas A_s e A_f dos CP's tratados têm diferenças desprezíveis em relação aos valores do CP não tratado. Esse resultado corrobora com o resultado de CASTILHO (2017), que analisou as temperaturas de transformação de fase da liga $Ni_{55}Ti_{45}$, sem tratamento em relação ao material tratado por 12, 24, 36 e 48 horas.

Comparando as temperaturas do CP não tratado em relação às temperaturas dos CPs tratados por 6 horas, verificou-se que, no caso da temperatura M_s houve um aumento da ordem de 12,27% e 8,5% de aumento de M_f . Quando a mesma comparação foi feita para o material tratado criogenicamente por 12 horas, o aumento foi maior para M_s e menor para M_f , resultando de 14,81% e de 5%, respectivamente.

A histerese térmica, observada após o tratamento criogênico, sofreu uma redução da ordem de 8,96% para o CP tratado por 6 horas e de 5,46% para o CP tratado por 12 horas. As alterações observadas foram devido ao tratamento aplicado e são justificadas, em parte, pelo alívio de tensões provenientes da redução da densidade de discordâncias e pela alteração do tamanho de grão (OTSUKA & REN, 2005; CASTILHO, 2017).

5.3 Caracterização Mecânica – Ensaio de Tração Monotônico

A figura 5.3 representa a curva tensão-deformação monotônica dos ensaios de tração a temperaturas de 100 °C, 90 °C, 70 °C e 60 °C. A relação entre a temperatura e as tensões de transformação de fase, que resulta em uma relação linear crescente, é prevista pela relação de Clausius-Clapeyron (OTSUKA & WAYMAN, 1998).

A figura 5.4 representa uma curva experimental produzida a partir das tensões críticas de transformação de fase para diferentes temperaturas de ensaio do CP (fio *SmartFlex*[®]150). A partir dessa curva, foi determinando os coeficientes C^M e C^A através do cálculo da razão entre a variação de tensão e a variação de temperatura. Assim, os coeficientes C^M e C^A , representam a variação das tensões críticas de transformação martensítica e austenítica, respectivamente, em função da temperatura.

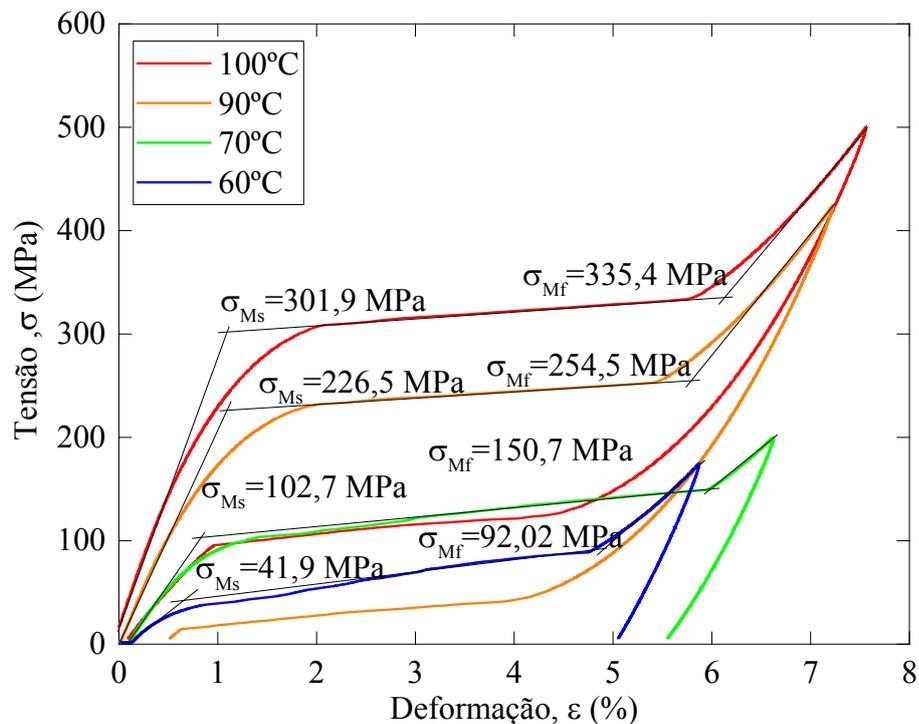


Figura 5.3 – Curva σ x ϵ do ensaio de tração monotônico.

Fonte: Autoria própria.

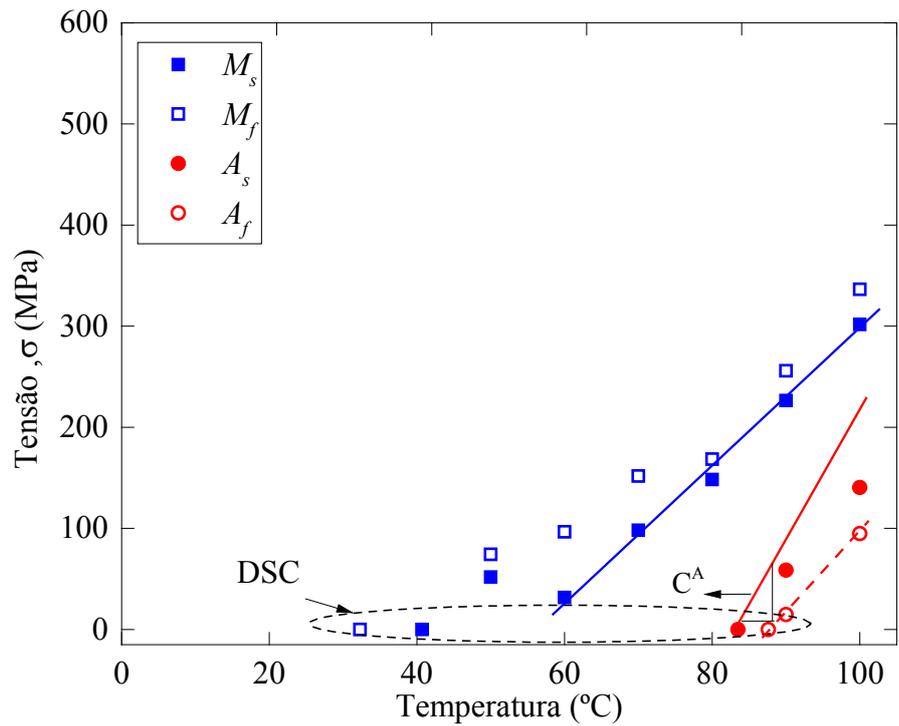


Figura 5.4 – Diagrama tensão-temperatura do fio LMF *SmartFlex*®150.
 Fonte: Autoria própria.

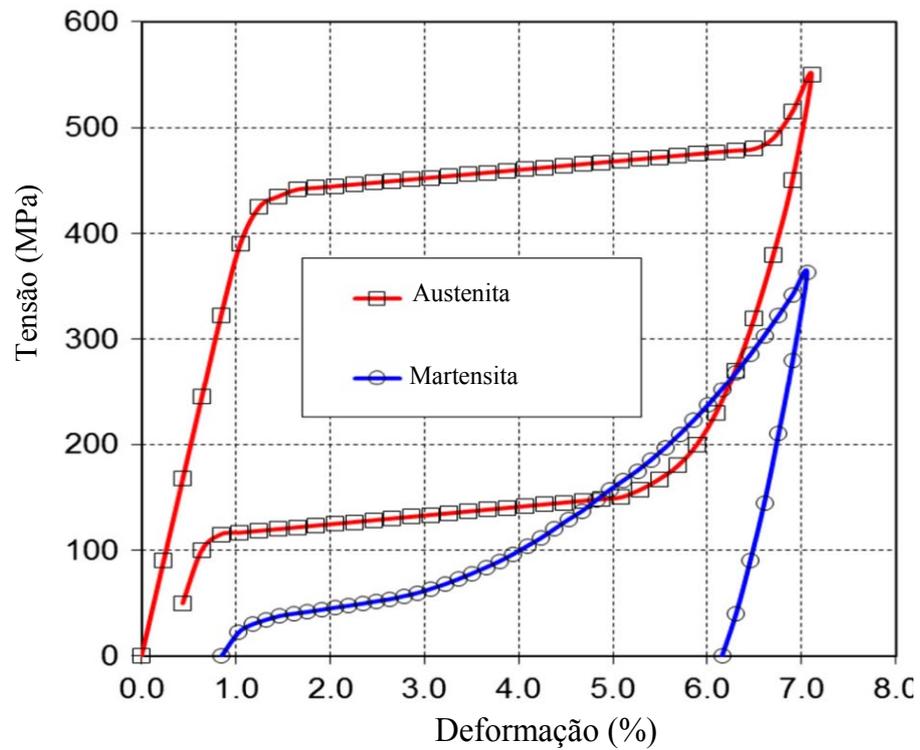


Figura 5.5 – Curvas tensão-deformação do fio nos estados martensítico (24°C) e austenítico (95°C).
 Fonte: Adaptado de MAMMANO & DRAGONI (2015).

Comparou-se as curvas tensão-deformação com resultados disponíveis na literatura. Para o patamar de tensão entre 400 e 500 MPa, a curva austenítica apresentou uma tendência em formato de bandeira e está aproximadamente alinhada com as curvas de BORLANDELLI *et al*, (2015). Esses autores realizaram ensaios com o fio *SmartFlex*[®] de 0,200 mm de diâmetro e obtiveram a curva tensão-deformação no estado martensítico a temperatura ambiente de 24°C.

As curvas também foram comparadas e corroboradas com as curvas obtidas por MAMMANO & DRAGONI (2015). A figura 5.5 representa a curva tensão-deformação desses autores para o mesmo fio *SmartFlex*[®] como recebido nos estados martensítico e austenítico. Os ensaios de tração foram realizados quase-estaticamente em uma câmara térmica a temperaturas de 95 °C para a austenita e 24 °C para a martensita, utilizando o fio com as mesmas características, ou seja, mesma composição, diâmetro e mesmo fabricante.

Os autores MAMMANO & DRAGONI (2015) realizaram ensaios de tração anteriormente utilizando o mesmo material e não foi identificado semelhança no formato das curvas tensão-deformação quase-estática (MAMMANO & DRAGONI, 2011; MAMMANO & DRAGONI, 2014). Os ensaios foram realizados em uma máquina eletromecânica Galdabini Sun500, operada a uma taxa de deformação de $1,67 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, conduzidos pelo aquecimento do fio por corrente elétrica acima de sua temperatura de transformação de fase. Entretanto, os autores destacam uma característica peculiar na curva da figura 4.6, não relatada nas publicações anteriores (MAMMANO & DRAGONI, 2011; MAMMANO & DRAGONI, 2014; BORLANDELLI *et al*, 2015), que é representada pelo deslocamento da deformação entre as curvas nos estados austenítico e martensítico. Em outras palavras, após o resfriamento a partir da alta temperatura, o fio descarregado apresenta uma deformação permanente de aproximadamente 0,85% em relação ao comprimento da austenita sem carga. Este deslocamento, que sinaliza um comportamento memória de forma bidirecional do fio, é acrescentado aos dados de deformação.

5.4 Evolução das Deformações e Fadiga Funcional

De acordo com procedimento descrito na sessão 3.4, foram realizados um total de 96 ensaios de ciclagem termomecânica divididos em três séries denominadas A, B e C. Os resultados dos ensaios da série A estão apresentados na tabela 5.4. As análises foram realizadas considerando a médias aritméticas dos dados de quatro ensaios por carga. N_f é o número de ciclos suportados até a ruptura, EMF é a deformação recuperável, relativa ao efeito memória de

forma. \overline{EMF} é a média de deformação recuperável. A tabela apresenta ainda a ΔEMF no último ciclo. Nas duas últimas colunas, nota-se os valores ε_A e ε_M no último ciclo, antes da falha.

Tabela 5.4. Resultados dos ensaios da série A.

Ensaio	Tensão aplicada (uniaxial) σ (MPa)	N_f	\overline{EMF} (%)	ΔEMF (%)	ε_A no último ciclo antes da falha, ε_P (%)	ε_M no último ciclo antes da falha (%)
CP_NTCA1	125	4332	5,69	0,08	2,12	7,83
CP_NTCA2		3495	5,65	0,09	1,47	7,16
CP_NTCA3		3597	5,73	-0,03	2,04	7,24
CP_NTCA4		5210	5,79	-0,04	1,48	7,21
CP_NTCA5	150	3552	5,84	-0,07	2,36	8,17
CP_NTCA6		3926	5,85	-0,04	1,96	7,82
CP_NTCA7		3061	5,85	-0,02	2,58	8,47
CP_NTCA8		3189	5,96	0,00	2,82	8,73
CP_NTCA9	175	2652	5,92	-0,11	3,18	9,09
CP_NTCA10		2712	5,93	-0,14	3,55	9,42
CP_NTCA11		2533	5,93	-0,11	3,33	9,23
CP_NTCA12		2793	5,93	-0,15	3,33	9,20
CP_NTCA13	200	2405	5,88	-0,18	3,28	9,09
CP_NTCA14		2335	5,90	-0,22	4,36	10,13
CP_NTCA15		2462	5,97	-0,36	4,44	10,25
CP_NTCA16		2383	5,94	-0,24	4,39	10,24

Fonte: Autoria própria.

A série A corresponde aos 16 ensaios cíclicos dos CPs não tratados com tensões de 125,150, 175 e 200 MPa. A figura 5.6 apresenta uma comparação na inclinação das curvas $\varepsilon \times N$ para os ensaios que tiveram a maior e a menor vida da série. A estimativa de $\Delta\varepsilon/\Delta N$ é obtida pela diferença das deformações no ciclo inicial e no ciclo anterior à falha, de modo que esse valor define a média de variação de deformação por ciclo termomecânico (%/ciclo).

Os ensaios CP_NTCA4 e CP_NTCA14 foram os que tiveram maior e menor vida em fadiga, respectivamente. O ensaio do CP_NTCA4, com carga de 125 MPa, suportou 5210 ciclos

até a falha e acumulou a menor deformação plástica durante a ciclagem. Diferentemente disso, o ensaio CP_NTCA14, com carga aplicada de 200 MPa, teve a menor vida em fadiga da série, falhando com 2335 ciclos e acumulando uma maior deformação plástica durante os ensaios.

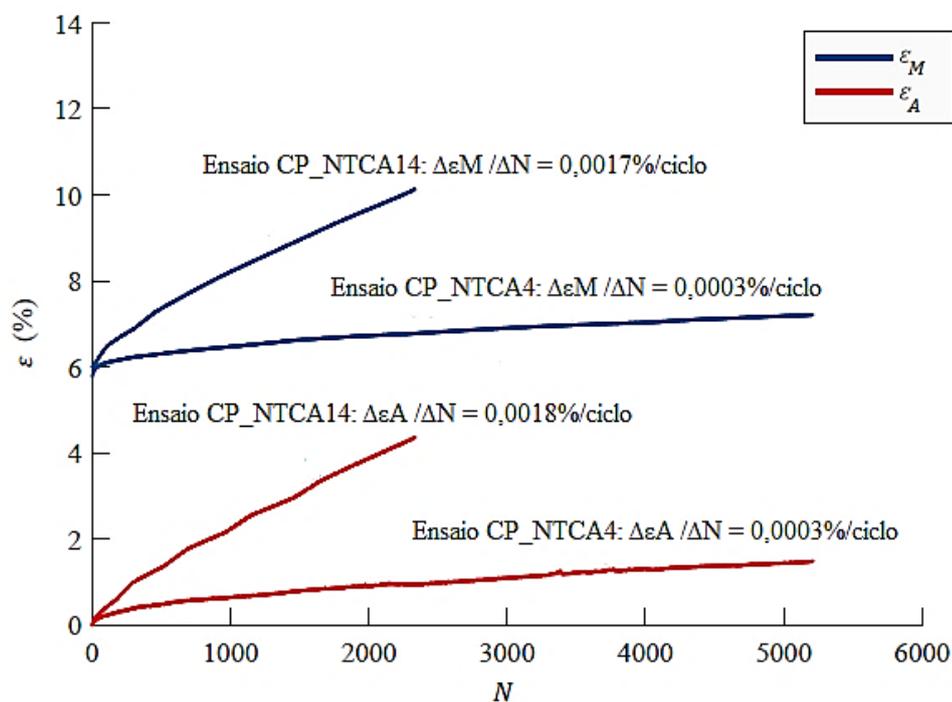


Figura 5.6 – Evolução de ε_A e ε_M , série A, tensão de 125 e 200 MPa.

Fonte: Autoria própria.

A figura 5.7 apresenta as curvas $\sigma \times N \times EMF$ dos ensaios da série A. Observou-se uma diminuição média de 42,3% do número de ciclos com o aumento da tensão aplicada de 125 MPa para 200 MPa. Por outro lado, o EMF aumentou em média 3,6% com o aumento da tensão de 125 para 200 MPa e se manteve aproximadamente estável entre os ensaios cíclicos com tensão de 175~200MPa. O ensaio com maior redução da deformação recuperável (ΔEMF no último ciclo) foi o CP_NTCA15, com decréscimo de aproximadamente 0,36% para tensão de 200 MPa.

A figura 5.8 apresenta a evolução médias ε_A , ε_M para tensões de 125,150, 175 e 200 MPa. Notou-se um aumento das deformações ε_A , ε_M de 131,6% e 34,8%, respectivamente, com aumento da tensão de 125 para 200 MPa. Em geral, as tensões mais elevadas foram responsáveis por maiores evoluções das deformações ε_A , ε_M e EMF . Todas as curvas das evoluções de ε_A , ε_M e EMF dos ensaios de ciclagem da série A encontram-se no Apêndice A.

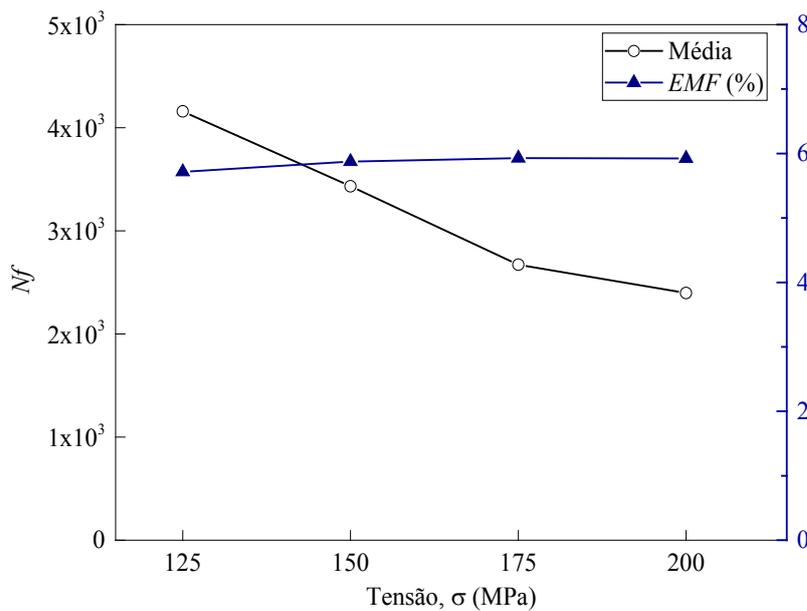


Figura 5.7 – Curvas $\sigma \times N \times EMF$ dos ensaios da série A.

Fonte: Autoria própria.

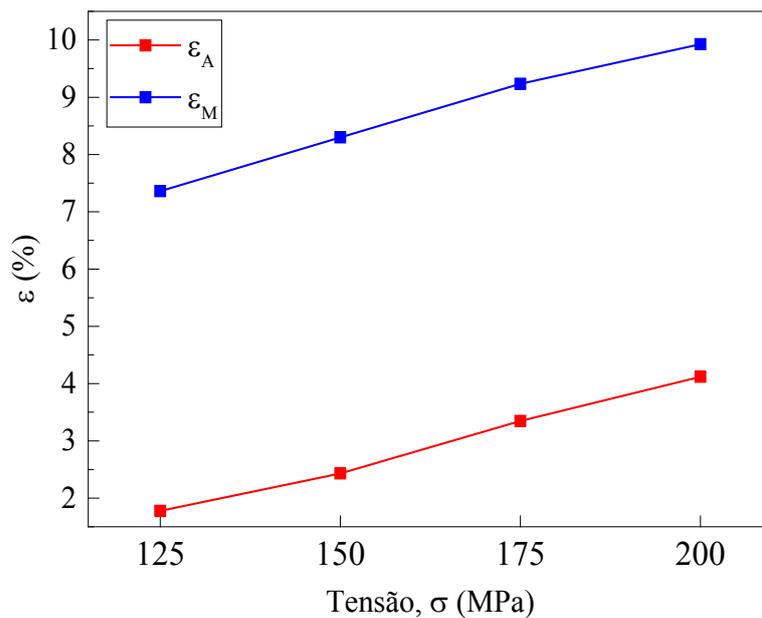


Figura 5.8 – Curvas evolução das deformações médias ϵ_A , ϵ_M ensaios da série A.

Fonte: Autoria própria.

A série B corresponde aos 16 ensaios dos CPs não tratados criogenicamente e ciclados via controle *PWM* em níveis de cargas semelhantes a série A. Os resultados dos ensaios da série B estão apresentados na tabela 5.5. Os ensaios CP_NTCB1 e CP_NTCB15 foram os que apresentaram maior e menor vida em fadiga, respectivamente. O primeiro suportou 1509 ciclos até a falha e acumulou menor deformação plástica. Diferentemente disso, o ensaio CP_NTCB15

teve a menor vida, falhando com apenas 1008 ciclos e acumulando uma maior deformação plástica durante os ciclos. Na próxima seção deste trabalho será analisado a variação dos valores de N_f observados

Tabela 5.5. Resultados dos ensaios da série B.

Identidade do Ensaio	Tensão uniaxial aplicada, σ (MPa)	N_f , vida	\overline{EMF} (%)	ΔEMF (%)	ε_A no último ciclo antes da falha, ε_P (%)	ε_M no último ciclo antes da falha (%)
CP_NTCB1	125	1509	5,69	0,09	6,59	12,49
CP_NTCB2		1445	5,79	0,20	6,25	12,20
CP_NTCB3		1391	5,80	0,26	9,11	15,07
CP_NTCB4		1293	5,68	-0,08	7,27	13,17
CP_NTCB5	150	1291	5,74	0,22	7,71	13,70
CP_NTCB6		1287	5,75	0,33	7,98	13,96
CP_NTCB7		1286	5,74	0,14	6,86	12,78
CP_NTCB8		1283	5,63	0,20	5,46	11,36
CP_NTCB9	175	1232	5,75	0,34	7,99	14,01
CP_NTCB10		1253	5,55	0,20	6,41	12,20
CP_NTCB11		1200	5,73	-0,20	8,08	13,99
CP_NTCB12		1178	5,78	-0,12	10,07	16,07
CP_NTCB13	200	1102	5,62	-0,062	8,13	14,02
CP_NTCB14		1100	6,27	-0,56	12,36	18,59
CP_NTCB15		1008	5,59	-0,050	8,11	14,04
CP_NTCB16		1089	5,70	-0,30	9,59	15,45

Fonte: Autoria própria.

A figura 5.9 apresenta evolução das deformações $\varepsilon \times N$ dos ensaios CP_NTCB1 e CP_NTCB15, com tensão aplicada de 125 e 200 MPa, respectivamente. Observa-se que o aumento da tensão mecânica aplicada intensificou a evolução das deformações ε_A , ε_M e a deformação plástica acumulada. Semelhante a série A (figura 5.6), as deformações observadas na série B evoluem com valores de $\Delta\varepsilon/\Delta N$ mais elevados para os ensaios com maior nível de tensão aplicada.

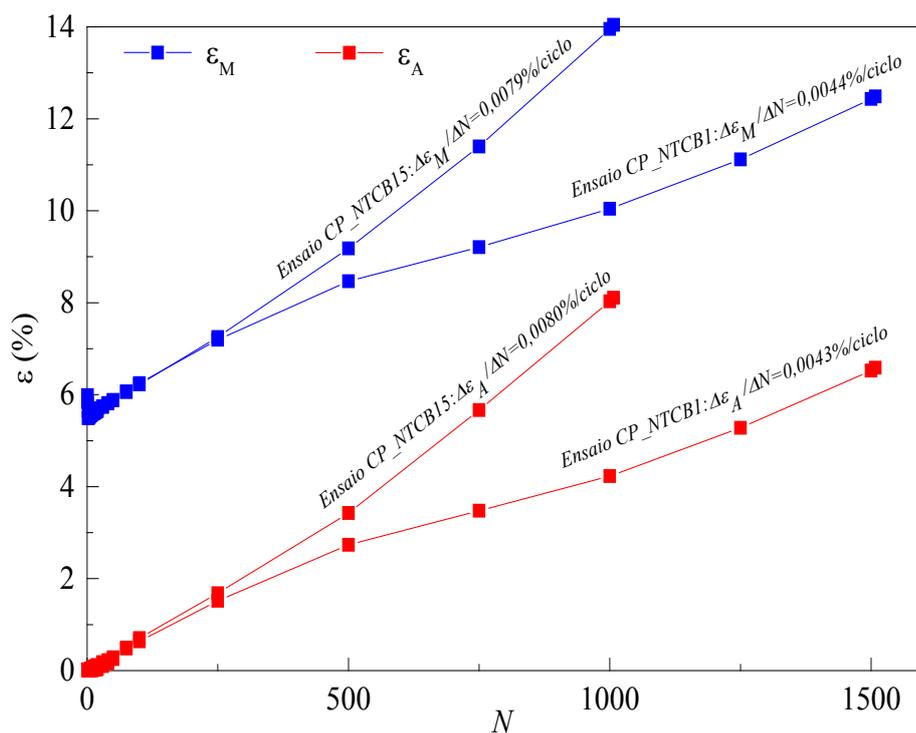


Figura 5.9 – Evolução das deformações ε_A e ε_M , série B, tensão de 200 MPa e 125 MPa.

Fonte: Autoria própria.

A figura 5.10 apresenta as curvas $\sigma \times N \times EMF$ dos ensaios da série B. Nesta curva, nota-se uma diminuição média de 23,7% de Nf com o aumento da tensão aplicada de 125 para 200 MPa. No caso do EMF a redução média foi de 0,65% com o aumento da tensão de 125 para 175 MPa e, por outro lado, aumento de 1,6%, entre 175 e 200 MPa. O EMF acumulou um aumento médio da ordem de 1% entre 125 até 200 MPa. Entre os ensaios do material não tratado criogenicamente (séries A e B), notou-se que o EMF não sofreu variações acentuadas (figuras 5.7 e 5.10).

A evolução das deformações ε_A , ε_M e EMF média dos ensaios da série B, com tensão nominal aplicada de 125 e 200 MPa é apresentada na figura 5.11. Notou-se um aumento médio das deformações ε_A e ε_M de 30,6% e 17,3%, respectivamente, com aumento da tensão nominal de 125 para 200 MPa. A tensão aplicada tem influência no número de atuação do CP e a evolução das deformações ε_A e ε_M são intensificadas com o aumento da tensão, vide figuras 5.9 e 5.11. Todas as curvas da evolução de ε_A , ε_M e EMF dos ensaios de ciclagem da série B encontram-se no Apêndice B.

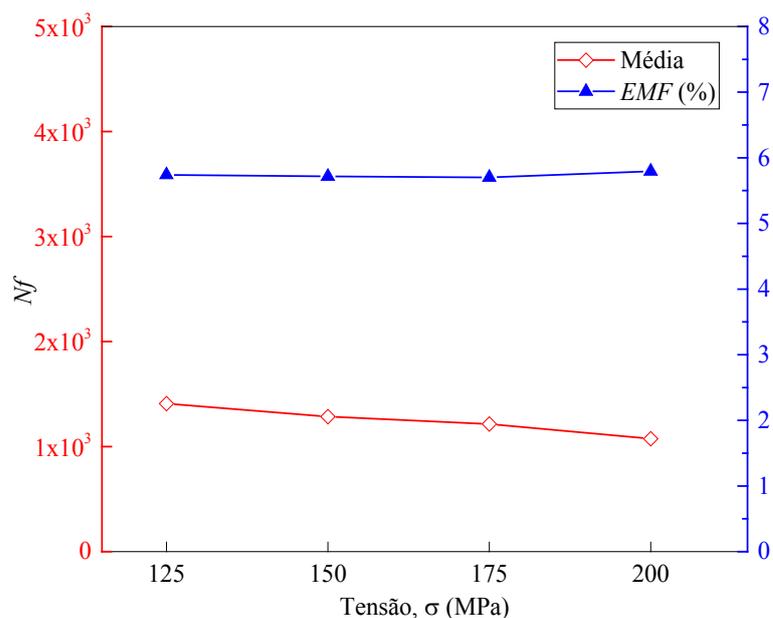


Figura 5.10 – Curvas $\sigma \times N \times EMF$ dos ensaios da série B.

Fonte: Autoria própria.

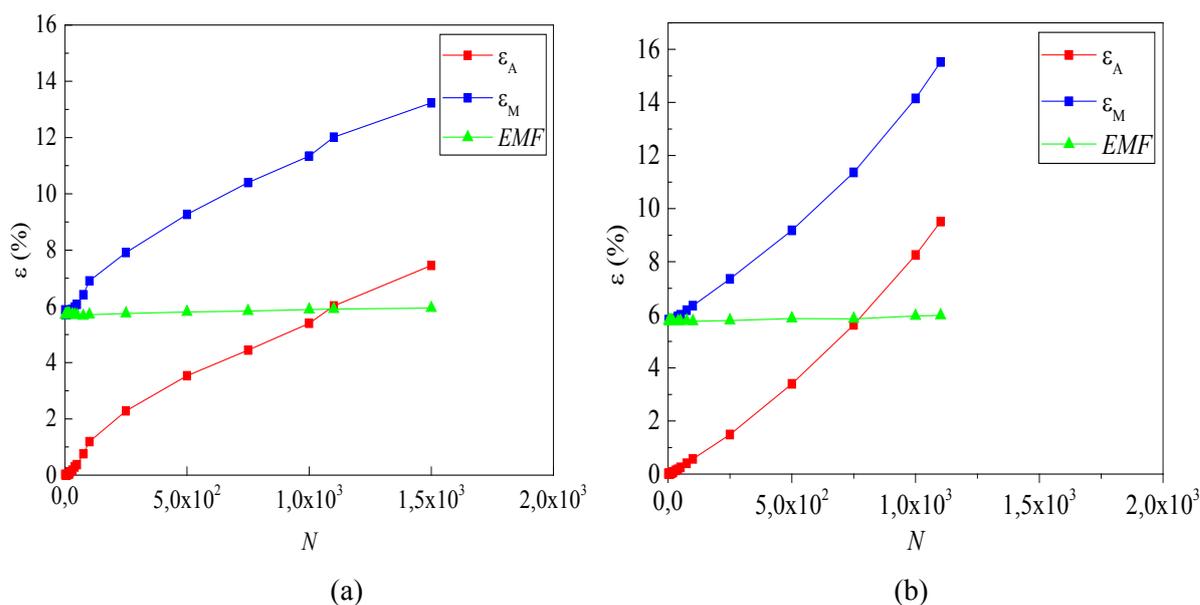


Figura 5.11 – Evolução das deformações, série B, tensão de 125 MPa (a) e 200 MPa (b).

Fonte: Autoria própria.

O gráfico da evolução N_f dos ensaios da série A e da série C, com tensões de 125 MPa, 150 MPa, 175 MPa e 200 MPa e tempos de tratamento TC6, TC12, TC24 e TC36 é apresentado na figura 5.12. Os dados dos gráficos são médias aritméticas de quatro ensaios realizados com a mesma carga e sob as mesmas condições de ciclagem termomecânica. Todas as curvas da evolução ε_A , ε_M e EMF dos ensaios de ciclagem da série C encontram-se no Apêndice C.

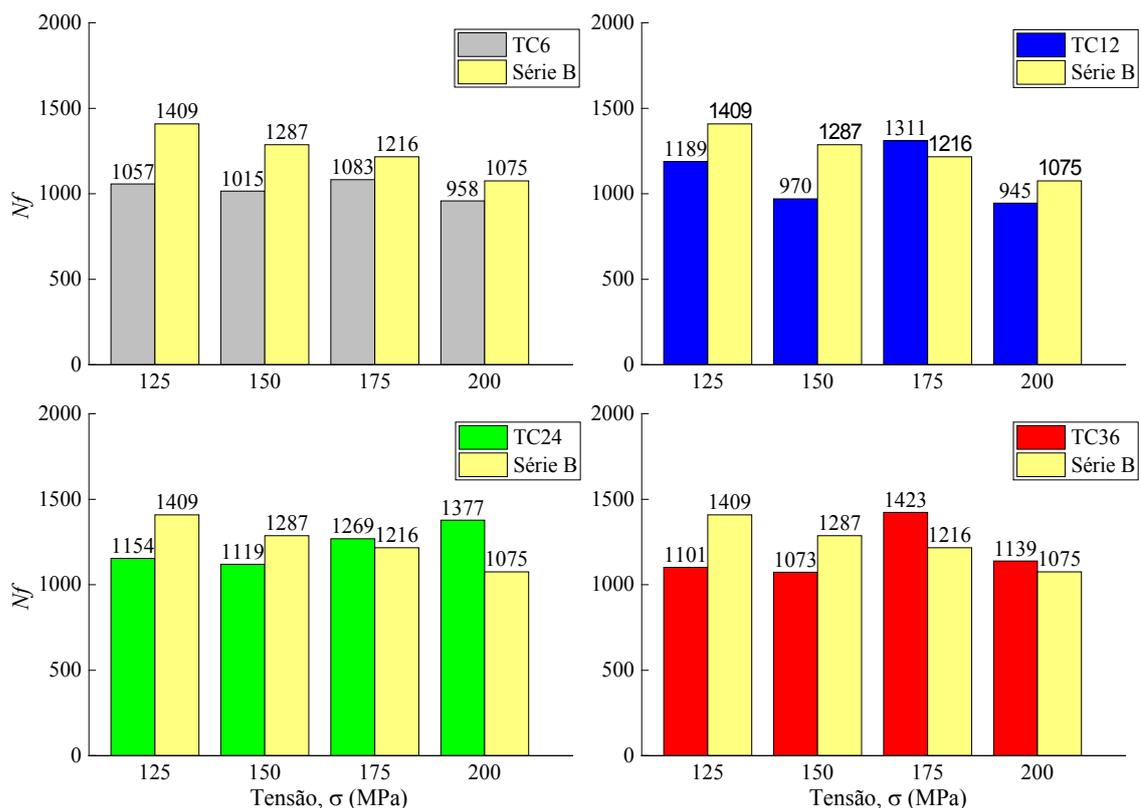


Figura 5.12 – N_f dos ensaios da séries B e C.

Fonte: Autoria própria.

O N_f sob carga constante relatado pela SAES, (vide tabela 4.1) é maior que 10^5 , número muito mais elevado do que o resultado deste estudo. Essa grande diferença também observada por MAMMANO & DRAGONI (2011) é explicada pela diferença nas condições sob as quais os dados foram produzidos. Por essa razão, para atingir um N_f maior, o material foi estabilizado a 150 MPa e 3,5% do curso. Os ensaios da SAES ocorreram a partir do fio todo deformado no estado martensítico e aquecido até a deformação de 3,5%, garantindo uma transformação parcial do material.

A partir dos dados das séries A, B e C e considerando médias aritméticas em quatro ensaios por série, verificou-se que, a série A possui um desempenho de fadiga maior que as séries B e C (figuras 5.12). Os benefícios sobre a vida à fadiga termomecânica decorrentes da ciclagem com transformação parcial foram discutidos por alguns autores (BERTACCHINI *et al*, 2009; LAGOUDAS *et al*, 2009; BENAFAN *et al*, 2014). Neste trabalho, a transformações de fase foram completas durante a ciclagem, produzindo para tensão de 150 MPa uma deformação recuperável média, $EMF \approx 5,5\%$ (vide tabelas 5.4 e 5.5). O pode explicar a diferença

entre o resultado das séries A e B foram as condições de ciclagem, ou seja, o resfriamento mais lento nos ensaios da série A e uma potência de aquecimento maior nos ensaios da série B.

Para efeito comparativo, a tabela 5.6 resume os dados quantificados dos ensaios da série B e C, com tensão de 125, 150, 175 e 200 MPa e tratamentos de TC6, TC12, TC24 e TC36. As curvas $\sigma \times N \times EMF$ dos ensaios da séries B e série C são representadas na figura 5.13.

Comparando-se o N_f da série B em relação ao N_f dos ensaios da série C, com 125 MPa, nota-se uma redução de 25%, 15,66%, 18,09% e 21,86% para TC6, TC12, TC24 e TC36, respectivamente. Por outro lado, ao comparar os valores N_f dos ensaios da série B (não tratado) em relação aos valores N_f da série C (tratado criogenicamente), com tensão de 150 MPa, nota-se uma redução média de 21,13%, 24,60%, 13,05% e 16,6%, entre TC6, TC12, TC24 e TC36, respectivamente. Em geral, a tendência foi uma redução da vida em fadiga para os dois níveis de tensão nominal, 125 e 150 MPa. Porém, os valores absolutos de N_f são bem próximos.

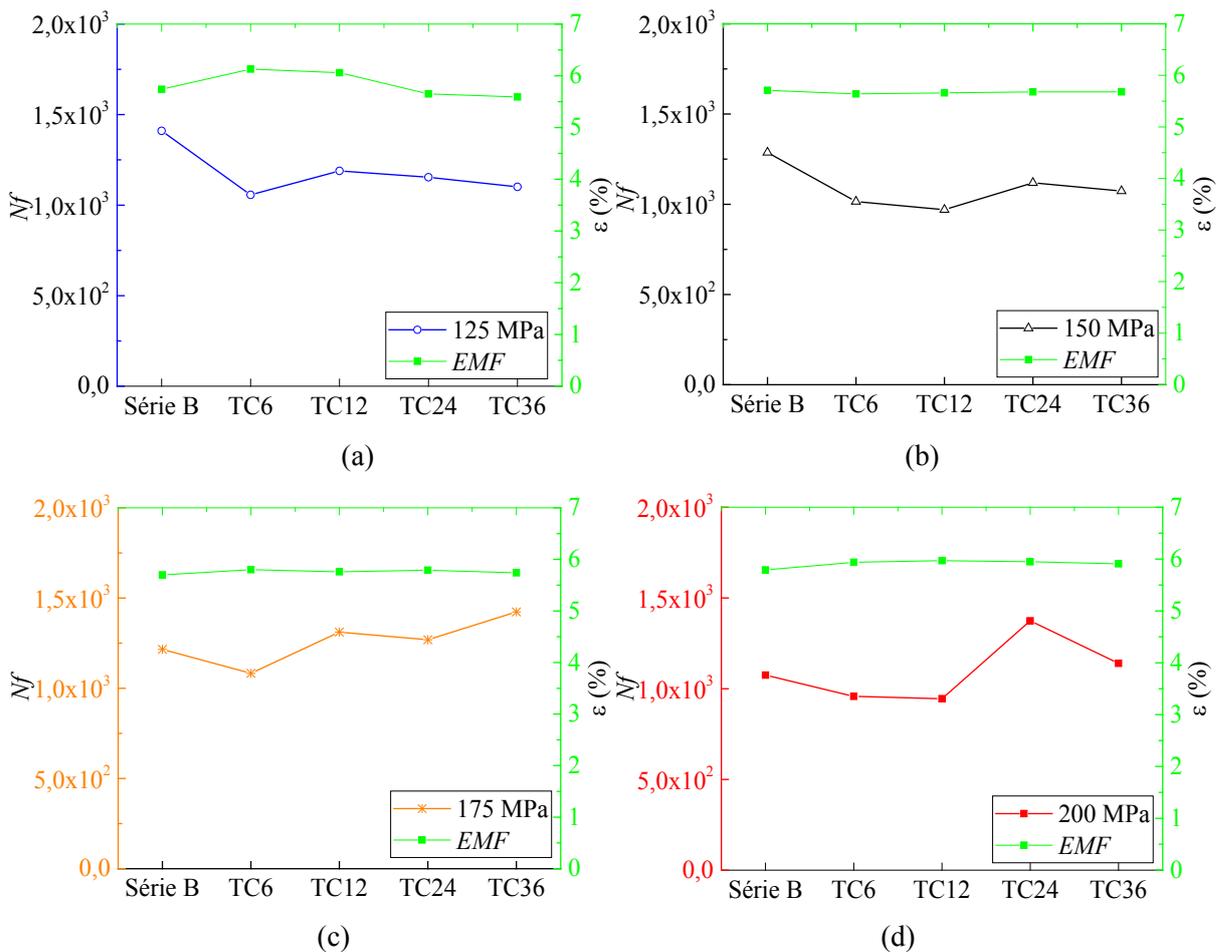


Figura 5.13 - Curvas $\sigma \times N \times EMF$, séries B e C: (a) 125, (b) 150, (c) 175 e (d) 200 MPa.

Fonte: Autoria própria.

Comparando-se o N_f da série B em relação ao N_f dos ensaios da série C, com 175 MPa, nota-se uma redução média N_f de 10,9% em TC6 e aumentos de 7,8%, 4,3% e 17,04% entre os ensaios TC12, TC24 e TC36, respectivamente. Ao comparar o N_f dos ensaios da série B em relação aos N_f da série C, com tensão de 200 MPa, notou-se uma redução média de 10,8% e 12% entre os ensaios TC6 e TC12, respectivamente. Aumentos médios do número de ciclos de 27,8% e 6% foram observado para os ensaios TC24 e TC36, respectivamente.

Tabela 5.6. Resultados médios das séries B e C, com tensão de 125,150,175 e 200 MPa.

Identidade de ensaio/Média	Tensão uniaxial aplicada, σ (MPa)	$N_{f,vida}$	\overline{EMF} (%)	ΔEMF (%)	ε_A no último ciclo antes da falha, ε_P (%)	ε_M no último ciclo antes da falha (%)
NTC (B)	125	1410	5,74	0,11	7,30	13,23
TC6 (C)		1057	6,15	1,01	16,96	23,43
TC12 (C)		1189	6,06	-0,16	7,5	13,55
TC24 (C)		1154	5,65	1,36	9,8	15,75
TC36 (C)		1101	5,59	0,50	8,37	14,25
NTC (B)	150	1287	5,71	0,22	7,00	12,95
TC6 (C)		1015	5,64	0,28	11,80	17,50
TC12 (C)		970	5,66	0,35	12,96	18,87
TC24 (C)		1119	5,68	0,34	12,07	18,15
TC36 (C)		1073	5,68	0,33	12,12	18,08
NTC (B)	175	1216	5,70	0,055	8,13	14,06
TC6 (C)		1083	5,80	0,25	8,42	14,46
TC12 (C)		1311	5,76	0,28	7,81	13,8
TC24 (C)		1269	5,79	0,22	7,41	13,37
TC36 (C)		1423	5,74	0,25	5,93	11,88
NTC (B)	200	1075	5,79	-0,243	9,54	15,52
TC6 (C)		958	5,94	0,41	12,13	18,4
TC12 (C)		945	5,97	-0,112	16,81	22,62
TC24 (C)		1374	5,95	0,10	13,41	18,99
TC36 (C)		1140	5,91	0,20	13,25	19,30

Fonte: Autoria própria.

A figura 5.14 representa a variação total de *EMF*, ao final dos ciclos, para as condições de ciclagem termomecânica estabelecidas nas séries de ensaios A e B. Na mesma plotagem, confronta-se esse resultado com o resultado de MAMMANO & DRAGONI (2014), usando o mesmo material em carga constante e amplitude de deformação limitada a 3% e 4%. A figura 5.15 representa a variação de *EMF*, ao final dos ensaios, para as séries de ensaios B e C.

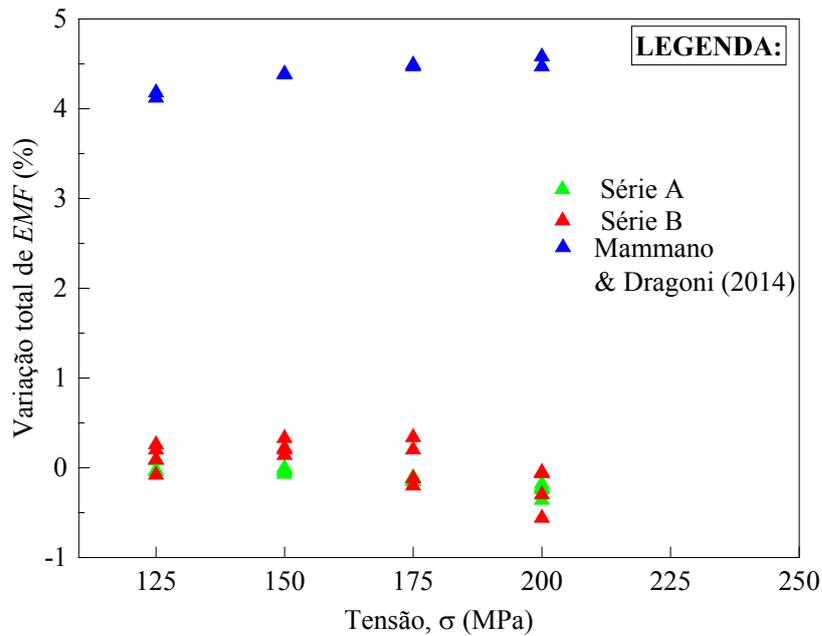


Figura 5.14 – Variação de *EMF* durante os ensaios.

Fonte: Autoria própria.

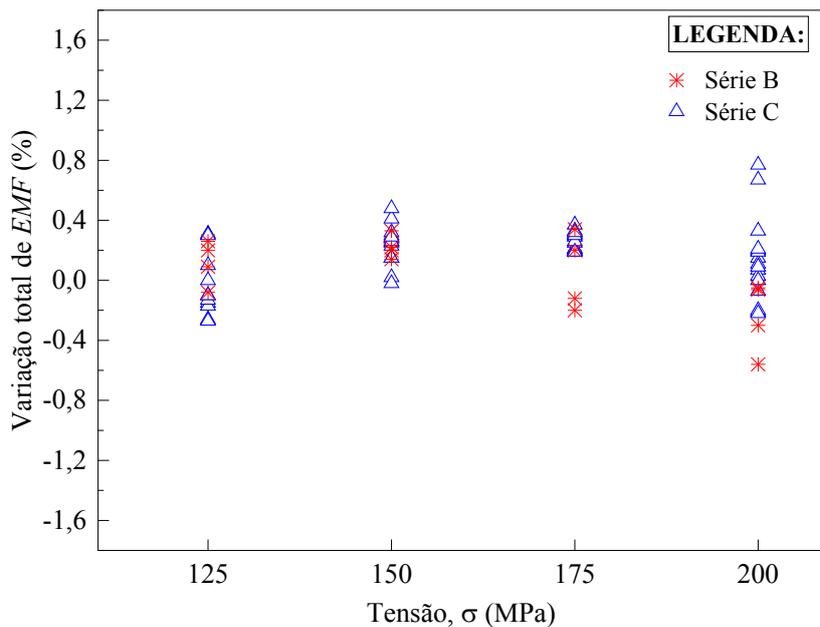


Figura 5.15 – Variação de *EMF* das séries B e C.

Fonte: Autoria própria.

A tendência foi diminuição *EMF* com o aumento da tensão aplicada, tanto nos ensaios da série A quanto nos ensaios da série B. A variação *EMF* total dos 32 ensaios do material não tratado foi inferior a 1%. Os ensaios dos CPs A15 e B14, ambos com tensão de 200 MPa, apresentaram maior variação de *EMF*: decréscimo de 0,36% e decréscimo 0,56%, respectivamente. A tendência do resultado de MAMMANO & DRAGONI (2014), diferentemente das séries A e B, foi aumento de *EMF* com a tensão aplicada (figura 5.14).

Em resumo, entre os ensaios das séries A e B, verificou-se que o *EMF* não sofreu uma variação acentuada, ou seja, o fio atuador apresentou diminuição da deformação recuperável abaixo de 1%. Embora a variação seja pequena, verificou-se maior evolução de ε_A , ε_M entre os ensaios com tensão de 200 MPa. Esse resultado condiz com a literatura (SAIKRISHNA *et al*, 2013; LAGOUDAS *et al*, 2009; MAMMANO & DRAGONI 2011; 2014). De acordo com ELAHNIA (2016), a diminuição da deformação recuperável das LMFs ocorre devido ao acúmulo de deformações plásticas residuais que causam deslizamentos na estrutura cristalina do material.

Por outro lado, entre os ensaios da série C, verificou-se aumentos da vida à fadiga funcional em grande parte dos ensaios. Tanto a amplitude quanto os aumentos do *EMF* observados durante a ciclagem foram superiores a série B. Para tensão de 125 MPa, verificou-se que a média *EMF* dos CPs TC6 e TC12 foi da ordem de 6% acima dos CPs NTC. As variações de *EMF* observados durante a ciclagem para tensão de 125 MPa foram: aumento de 1%, redução de 0,16%, 1,36% e 3,3%, para os CPs TC6, TC12, TC24 e TC36, respectivamente. Para tensão de 200 MPa, verificou-se que a média *EMF* entre os CPs tratados foi em torno de 2,6% acima dos CPs NTC. Notou-se aumentos de 7%, 0,4%, 1,6 % e 3,1% para os CPs TC6, TC12, TC24 e TC36, respectivamente. As análises foram até o milésimo ciclo.

A pequena variação nas deformações recuperáveis (figura 5.14) quando a tensão aplicada aumenta de $\sigma = 175$ MPa para $\sigma = 200$ MPa sustenta a conclusão de BIGEON e MORIN (1996), que o *EMF* (medida pela deformação diferencial) atinge um máximo em ligas de NiTi para uma tensão aplicada em torno de 200 MPa. MAMMANO & DRAGONI (2011; 2014) também notaram uma certa estabilidade do *EMF* em grande parte dos seus ensaios cíclicos com o mesmo material investigado. No entanto, esses autores observaram redução do *EMF* ao final dos ensaios cíclicos com deformação limitada a 3 e 4% que tendem a apresentar maior vida em fadiga estrutural.

5.5 Fadiga Estrutural

As figuras 5.16 e 5.17 representam as curvas S-N traçadas com base nos dados da série A e B. Ambas as curvas, em escala logarítmica, exibem a relação entre tensão aplicada e o ciclo em que ocorre o rompimento. O eixo X representa $\log(N)$ e eixo Y corresponde o $\log(\sigma)$.

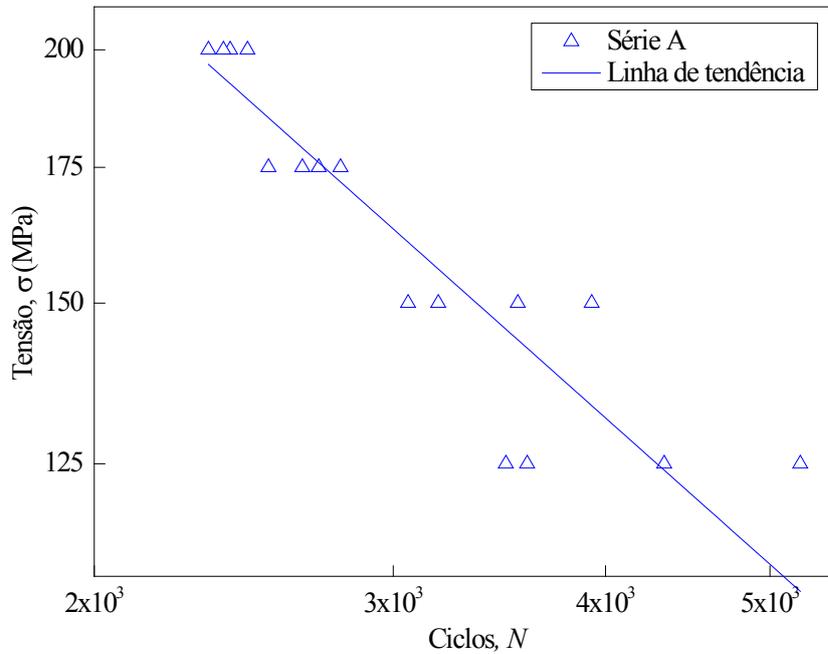


Figura 5.16 – Curva S-N dos ensaios da série A.

Fonte: Autoria própria.

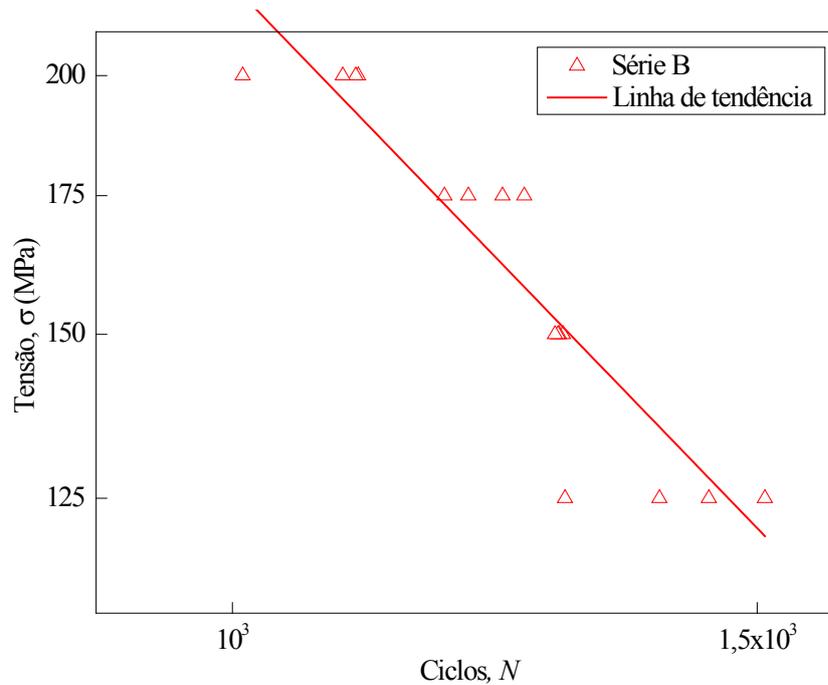


Figura 5.17 – Curva S-N dos ensaios da série B.

Fonte: Autoria própria.

Na tabela 5.7 são apresentados os dados das curvas das séries A e B, respectivamente (figuras 5.16 e 5.17) e na tabela 5.8 a dispersão dos valores N_f para os ensaios dessas séries. Com base na disposição dos 16 pontos da curva S-N da figura 5.16, verifica-se que a vida em fadiga do material é influenciada pela tensão mecânica aplicada, diminuindo a vida à medida que os níveis de tensão aumentam. Outro ponto importante observado na curva é que, para tensões acima de 150 MPa, a dispersão dos pontos é mais agrupada. Contrariamente ao observado em tensões mais elevadas, a dispersão dos pontos tende a aumentar à medida que o nível de tensão diminuiu. Nesse âmbito, verifica-se um desvio padrão maior nos ensaios com tensão aplicada de 125 MPa (tabela 5.8).

Tabela 5.7. Dados das curvas S-N das séries A e B.

Equação da série A	$\sigma = a \cdot x^b$	Valor
R ²	0,84308	-
A	a	63871,96234
A	b	-0,74563
Equação da série B	$\sigma = a \cdot x^b$	Valor
R ²	0,84289	-
A	a	6,54733E6
A	b	-1,49039

Fonte: Autoria própria.

Tabela 5.8. Dispersão dos valores de vida das séries A e B.

Tensão aplicada, σ (MPa)	N_f médio série A	Desvio padrão amostral, s A	N_f série B	Desvio padrão amostral, s B
125	4159	794,0	1409	91,42
150	3432	389,5	1287	3,30
175	2673	109,5	1216	33,29
200	2396	52,7	1075	44,86

Fonte: Autoria própria.

De modo semelhante a série A, a curva S-N da série B aponta uma diminuição de N_f com o aumento da tensão (figura 5.17). Este fato corrobora com os resultados disponíveis na literatura, por exemplo: MAMMANO & DRAGONI, (2011; 2014) para o mesmo material, ou

seja, o fio *SmarFlex*[®]150. Não foram realizados ensaios com tensões de 100, 75 e 50 MPa e por isso, não foi observado entre as tensões aplicadas uma tensão mínima abaixo da qual não ocorreu falha do material, ou seja, tensão de limite de fadiga.

Para efeito de comparação da tensão com o número de ciclos tem-se, na figura 5.18, as curvas S-N das séries A e B na mesma área de plotagem com uma quantidade de 16 pontos cada. Apesar da série B apresentar uma sensibilidade maior a tensão do que a série A, verificou-se que a tendência de ambas é de redução da vida com o aumento da tensão aplicada. Essa observação é consenso na literatura sobre fadiga termomecânica em ligas NiTi (MAHTABI *et al*, 2015). Entretanto, as condições de aquecimento e resfriamento deslocam as curvas horizontalmente, como foi observado no estudo de MAMMANO & DRAGONI (2015).

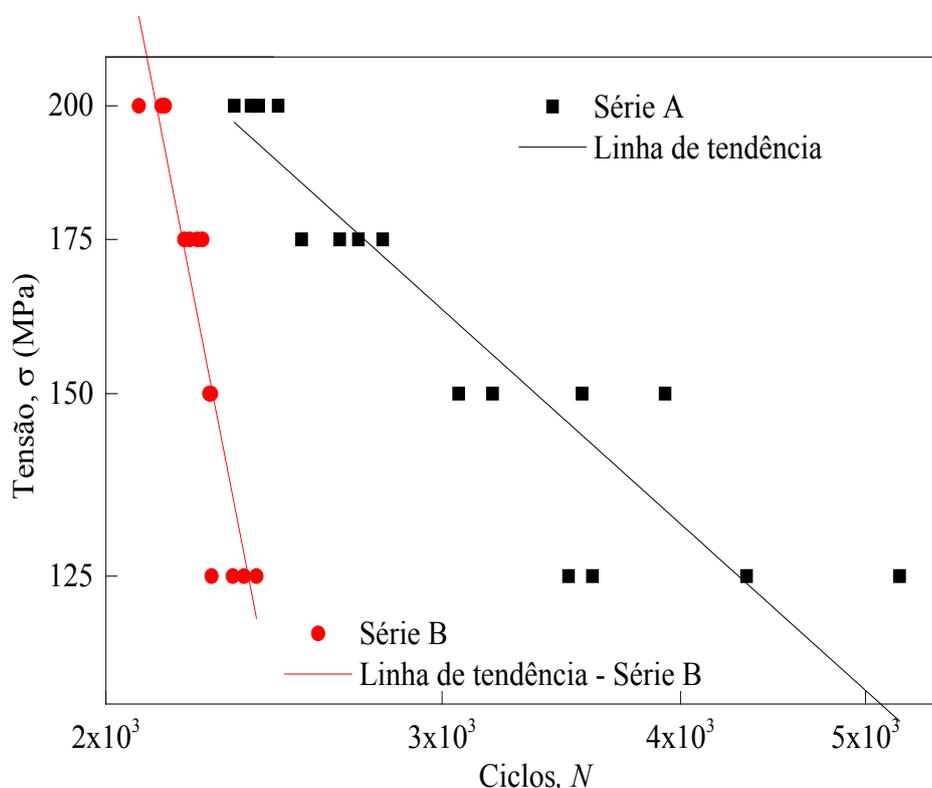


Figura 5.18 – Curva S-N dos ensaios das séries A e B.

Fonte: Autoria própria.

As figuras 5.19 a 5.21 representam as curvas S-N traçadas com base em 64 ensaios cíclicos da série C, com suas respectivas equações de ajuste. Na mesma plotagem, a curva foi confrontada com os resultados de fadiga da série B, ou seja, ensaios sob mesmas condições para o material não tratado e excluindo o resultado dos ensaios dos CPs tratados por 24 horas. Os dados expressos nas curvas foram ajustados de acordo com a norma ASTM *Standard* E-739-10 (2015) e cada curva possui uma quantidade de pontos que garantem maior confiabilidade.

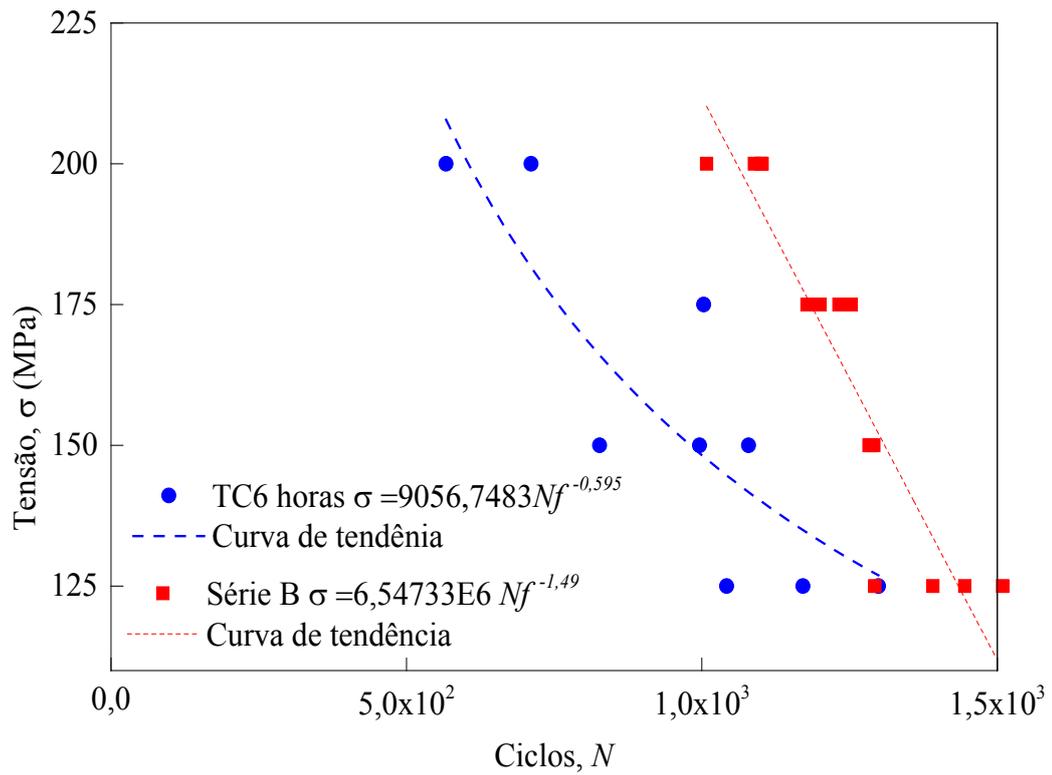


Figura 5.19 – Curva S-N dos CPs tratados por 6 horas (TC6).

Fonte: Autoria própria.

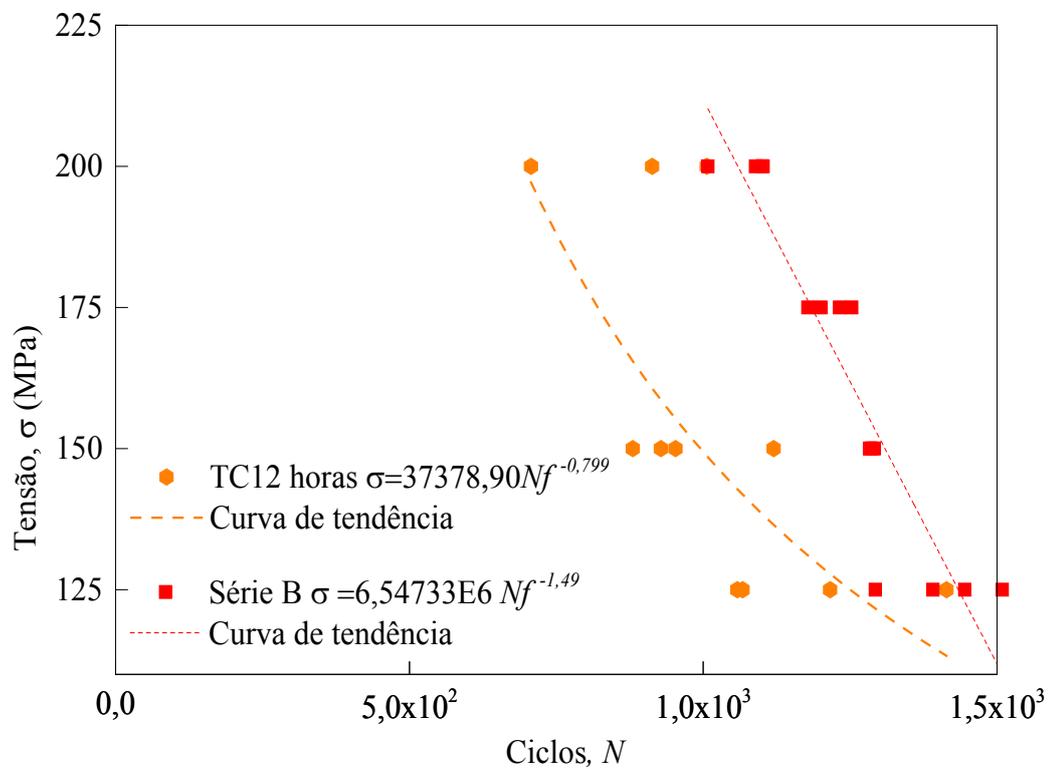


Figura 5.20 – Curva S-N dos CPs tratados por 12 horas (TC12).

Fonte: Autoria própria.

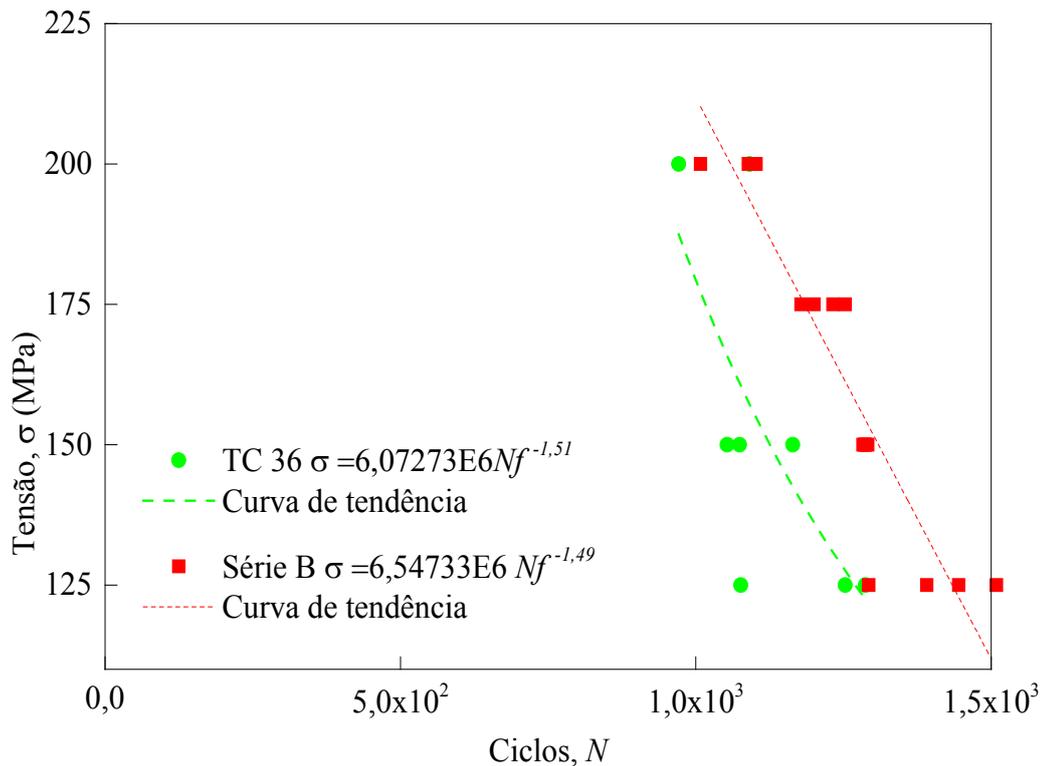


Figura 5.21 – Curva S-N dos CPs tratados por 36 horas (TC36).

Fonte: Autoria própria.

Com base nos pontos da curva S-N da figura 5.19, percebe-se que a vida à fadiga do material tratado (CP TC6) é bem menor do que a vida do material não tratado (série B). Nesse caso, o tratamento criogênico causou alteração de propriedades do material, que possivelmente favoreceu à redução da vida. A diferença foi mais expressiva para tensões mais elevadas. O mesmo ocorreu com os CPs tratados por 12 horas (TC12), vide figura 5.20. Essa condição de tratamento produziu valores mais elevados de N_f em relação aos CPs tratados por 6 horas e se aproximou do resultado do material não tratado (série B). Por outro lado, o resultado dos CPs tratados por 36 horas, vide figura 5.21, aponta uma menor alteração de N_f , sendo o resultado que mais se aproximou do resultado do material não tratado.

O gráfico da figura 5.22 reuniu todos os dados válidos dos ensaios para os CPs tratados e não tratados (séries B e C). A curva foi ajustada com 16 pontos da série B e pelo menos 9 pontos em cada curva dos ensaios da série C. Comparando-se qualitativamente as curvas S-N dos CPs tratados com a curva dos CPs não tratados e desconsiderando os pontos dispersos, notou-se que a vida em fadiga da liga $Ni_{54}Ti_{46}$ foi influenciada pelo tratamento criogênico e sua proporcionalidade foi alterada pelos tempos de imersão em nitrogênio líquido.

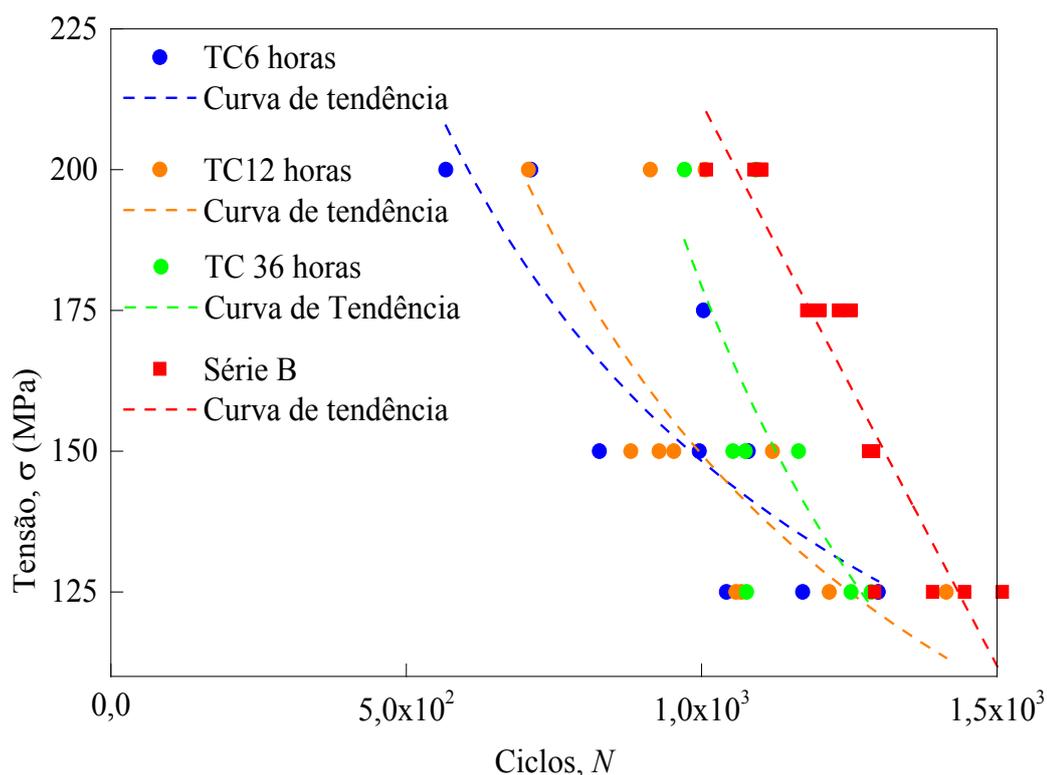


Figura 5.22 – Curva S-N dos CP tratados e não tratado criogenicamente.

Fonte: Autoria própria.

O tratamento criogénico diminuiu o número de ciclos do CP com o tempo de imersão, sendo a maior redução média de 25% em relação ao CP não tratado para um tempo de imersão de 6 horas. Nesse sentido, a liga $Ni_{54}Ti_{46}$ tornou-se cada vez menos eficiente à medida que foi submetida ao menor tempo de tratamento criogénico e semelhante a outras ligas metálicas, o valor de N_f tende a diminuir com o aumento da tensão. A medida quantitativa de dispersão dos valores de N_f para os ensaios da série C são apresentados na tabela 5.9.

Segundo DUERING & PELTON, (1994) o amortecimento da liga $Ni_{57}Ti_{43}$ é afetado por tratamentos criogénicos e tem a intensidade aumentada com o tempo de imersão em nitrogênio líquido. Essa observação é compatível com o resultado de CASTILHO, (2017). Esse autor ao analisar a influência do tratamento criogénico em propriedades da mecânicas das ligas $Ni_{57}Ti_{43}$ e $Ni_{55}Ti_{45}$, verificou que o fator de amortecimento é afetado pelo tratamento e pelo tempo de imersão. Os aumentos observados no estudo foram de 8,79% e 119% em relação ao material não tratado no tempo de imersão de 24 horas, para ligas $Ni_{57}Ti_{43}$ e $Ni_{55}Ti_{45}$, respectivamente. Neste mesmo estudo foi observado que o tratamento em nitrogênio líquido acima de 36 horas de imersão não produziram alterações nas propriedades dessas ligas.

Tabela 5.9. Dispersão dos valores de vida da série C.

CP	Tensão aplicada, σ (MPa)	N_f médio série C	Desvio padrão amostral, s C
TC6	125	1057,25	249,92
TC12	125	1188,75	166,73
TC36	125	1101,25	102,82
TC6	150	1014,75	141,37
TC12	150	970,25	104,32
TC36	150	1073,25	67,63
TC6	200	958,5	382,93
TC12	200	945	186,88
TC36	200	1135,5	149,18

Fonte: Autoria própria.

A figura 5.23 representa a evolução média ε_p em função de N_f durante os 16 ensaios ciclos (série B). Nas curvas, o eixo X representa $\log(N_f)$ e $Y \log(\varepsilon_p)$. Após os 10 primeiros ciclos, verifica-se um crescimento das deformações acumuladas com a evolução dos ciclos.

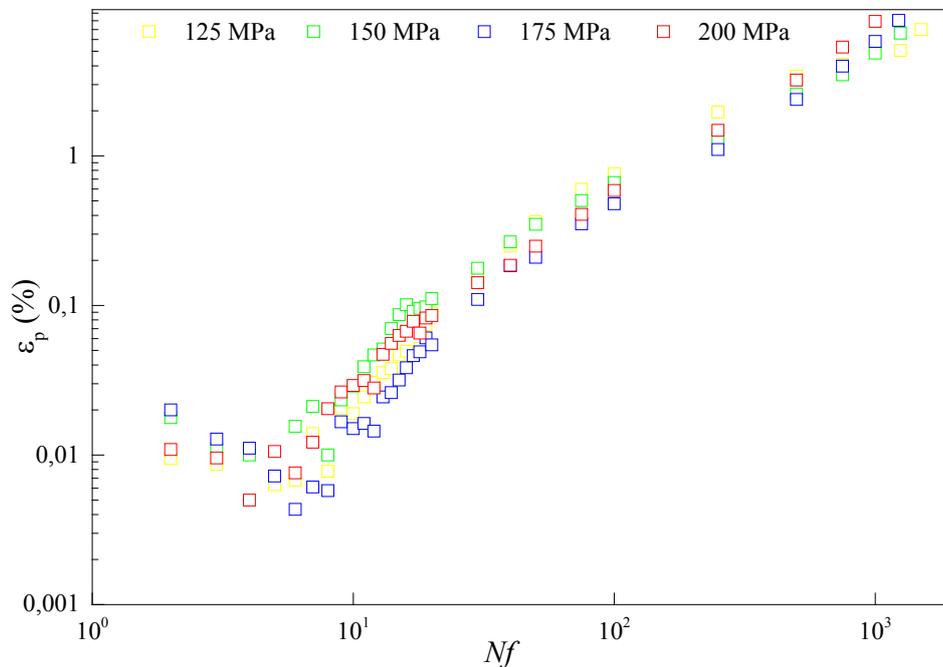


Figura 5.23 – ε_p versus N_f dos CPs não tratados.

Fonte: Autoria própria.

Essa observação é compatível com o resultado obtido por MAMMANO & DRAGONI, (2014) que identificaram um aumento linear da deformação plástica acumulada em ensaios

cíclicos utilizando o mesmo material, como representado na figura 5.24. Entretanto, os dados de vida em fadiga desses autores apresentaram valores mais elevados em comparação com os valores deste trabalho (figura 5.23). Por exemplo, uma vida de 8710 ciclos e uma deformação que resultou em um alongamento do comprimento de cerca de 0,45% foi obtido sob tensão $\sigma=150$ MPa.

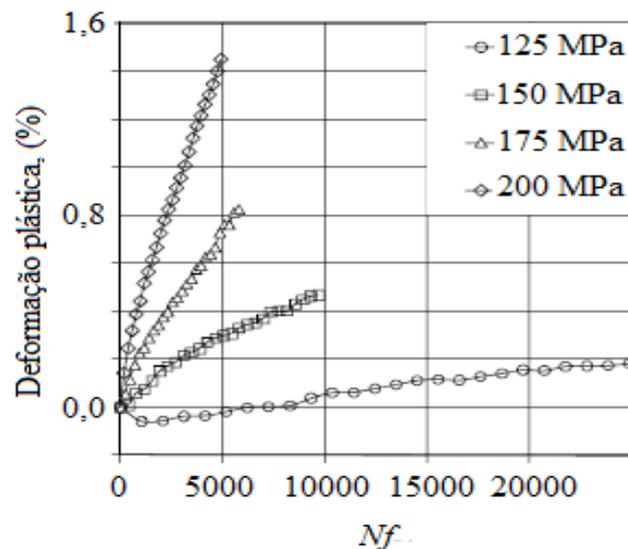


Figura 5.24 – Deformação plástica acumulada.

Fonte: Adaptado de MAMMANO & DRAGONI, (2014).

Comparando o resultado de MAMMANO & DRAGONI, (2014) com o resultado deste trabalho, verifica-se uma vida de 3434 ciclos e deformação média acumulada de 2,3% para série A, sob mesmo patamar de tensão. A diferença é ainda maior quando a comparação é feita para os ensaios da série B, que apresentaram N_f menor. A grande diferença notada nos dados de vida em fadiga pode ser explicada pelas condições de ciclagem em que os dados foram obtidos. Além disso, os ensaios de MAMMANO & DRAGONI, (2014) foram realizados em tensão constante e amplitude de deformação limitada a 3% e 4%.

Nesse âmbito, WHEELER *et al*, (2013) testaram amostras equiatômicos de NiTi para analisar efeitos do processamento e carregamento na vida, além de mecanismos de falhas localizadas. As partes de vida em fadiga foram analisadas para cada amostra tratada. As amostras submetidas a tratamentos térmicos com temperaturas mais baixas e menos tempo apresentaram resposta mais frágil, onde as deformações da austenita e martensita aumentaram lentamente e a falha ocorreu com deformação acumulada abaixo de 20%. As amostras tratadas termicamente a temperaturas mais altas por períodos mais longos apresentaram uma resposta dúctil, onde deformações acumuladas foram rapidamente geradas. No entanto, a falha da

amostra não ocorreu até que as deformações acumuladas ultrapassassem 75%. Por outro lado, amostras que foram tratadas termicamente por duas horas a 375 °C exibiram uma resposta favorável à fadiga com uma vida útil maior e deformações irrecuperáveis entre 35% e 37%.

O acúmulo de deformações plásticas devido à fadiga termomecânica ainda não é totalmente compreendido (PHILLIPS *et al*, 2018; KANG & KAN, 2017). A literatura reporta que às deformações nos pontos de temperatura máxima e mínima se acumulam progressivamente na direção da tensão constante com o aumento do número de ciclos térmicos e o acúmulo de tais deformações torna-se mais evidente com o aumento da tensão aplicada (MILLER & LAGOUDAS 2000, SALLEB *et al*, 2013, BENAFAN *et al*, 2014). Em geral, a resistência à fadiga do material está relacionado à dificuldade de criar e acumular defeitos durante ciclos martensíticos induzidos termicamente (HORNBOGEN, 2004).

As figuras 5.25 a 5.27 representam as curvas da evolução média ε_p em função de N_f para o material tratado por 6, 12 e 36 horas, respectivamente. Na mesma plotagem, cada curva foi confrontada com o resultado da deformação plástica acumulada ao longo dos ensaios da série B, ou seja, o material não tratado criogenicamente nas mesmas condições. Essas características de resposta à fadiga estão de acordo com o estudo de PELTON *et al*, (2011), que sugere que deslocamentos induzidos termicamente se acumulam à medida que as interfaces de martensita se movem pela amostra ou quando se reduz a carga aplicada nos casos lineares.

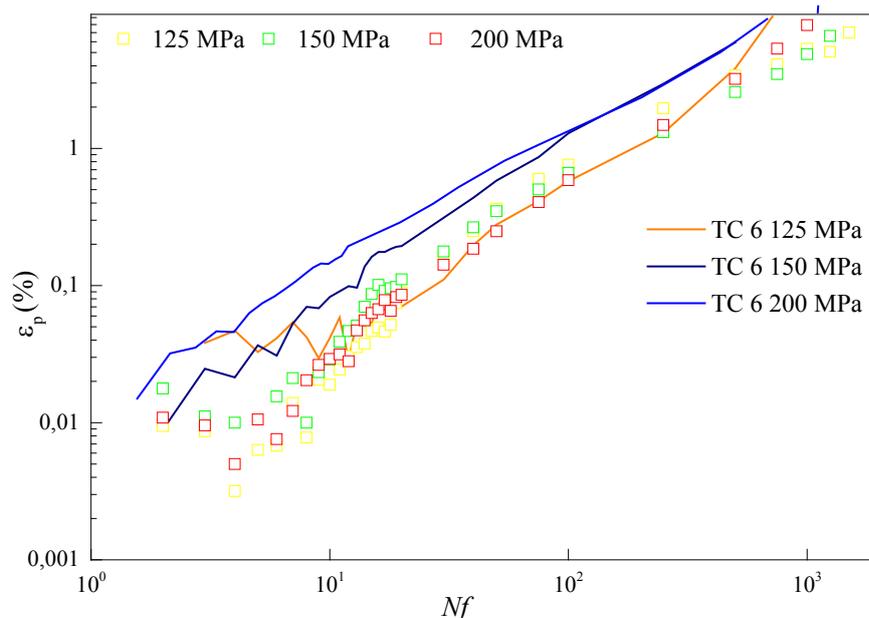


Figura 5.25 – ε_p versus N_f dos CP não tratados e tratados por 6 horas.

Fonte: Autoria própria.

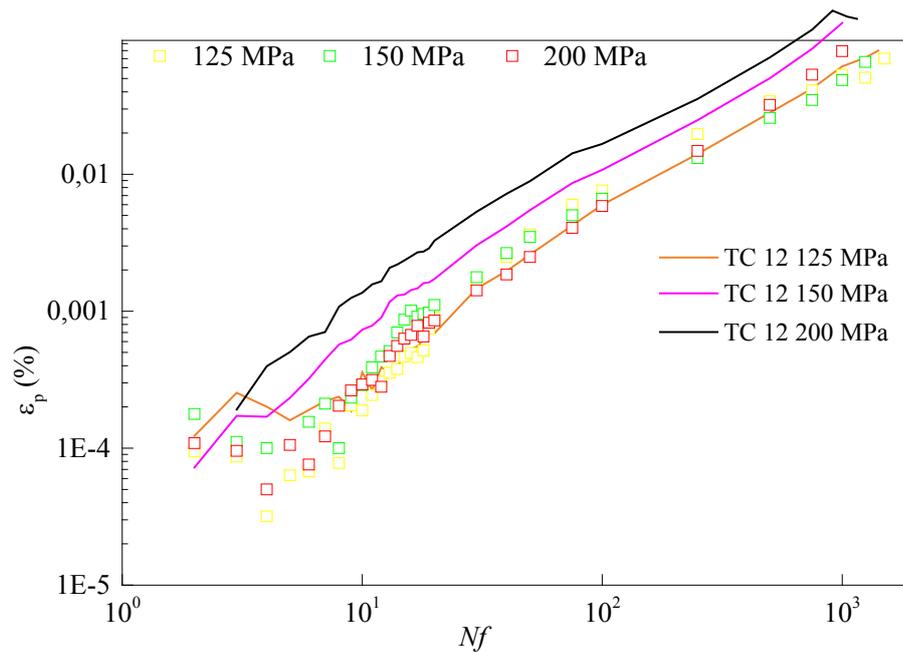


Figura 5.26 – ε_p versus Nf dos CP não tratados e tratados por 12 horas.

Fonte: Autoria própria.

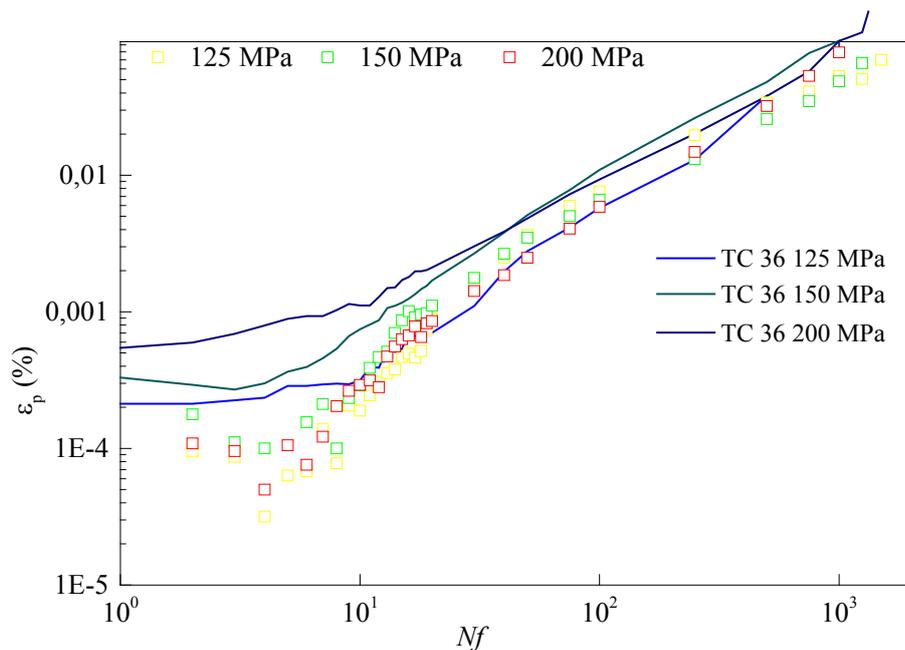


Figura 5.27 – ε_p versus Nf do material tratado por 36 horas.

Fonte: Autoria própria.

Através da análise das figuras (curvas ε_p x Nf) é possível notar que o tratamento criogênico aparentemente afetou a deformação plástica do material durante a ciclagem. Após as oscilações nos primeiros ciclos, todas as curvas apontam um crescimento de ε_p acumulada durante o processo de ciclagem (até o último ciclo antes da falha), que aumenta drasticamente

à medida que N_f sobe de 10 para 10^3 ciclos. Esse aumento acentuado da taxa média de deformação plástica ($\epsilon_p \times N_f$) sinaliza que o material apresenta uma melhor propriedade dúctil a alta temperatura. Resultados semelhantes foram relatados por alguns estudos anteriores (BERTACCHINI *et al*, 2009; HORNBOGEN, 2004; BIGEON & MORIN, 1996). Estes estudos apontam que a amplitude de deformação sofrida pelo material durante a ciclagem termomecânica afeta fortemente o número de ciclos suportados até a falha.

Para esclarecer a evolução da deformação os parâmetros ϵ_A , ϵ_M , ϵ_p , e ϵ_{rec} , que descrevem as deformações nas fases martensita e austenita, deformação recuperável e deformação plástica acumulada são ilustradas no gráfico da figura 5.28. Trata-se das curvas de histerese deformação *versus* temperatura em três diferentes ciclos do material tratado por 6 horas e tensão constante de 150 MPa. A curva de histerese obtida se correlaciona favoravelmente com a curva relatada por BORLANDELLI *et al*, (2015), para o fio do mesmo fabricante (SAES *SmartFlex*[®] de 0,2 mm) e com a curva representada na figura 2.17, obtida por QIN *et al*, (2019), que recentemente investigaram os comportamentos estruturais e funcionais de fadiga em fios LMF Ni_{49,8}Ti_{50,2} em peso e 0,3 mm de diâmetro.

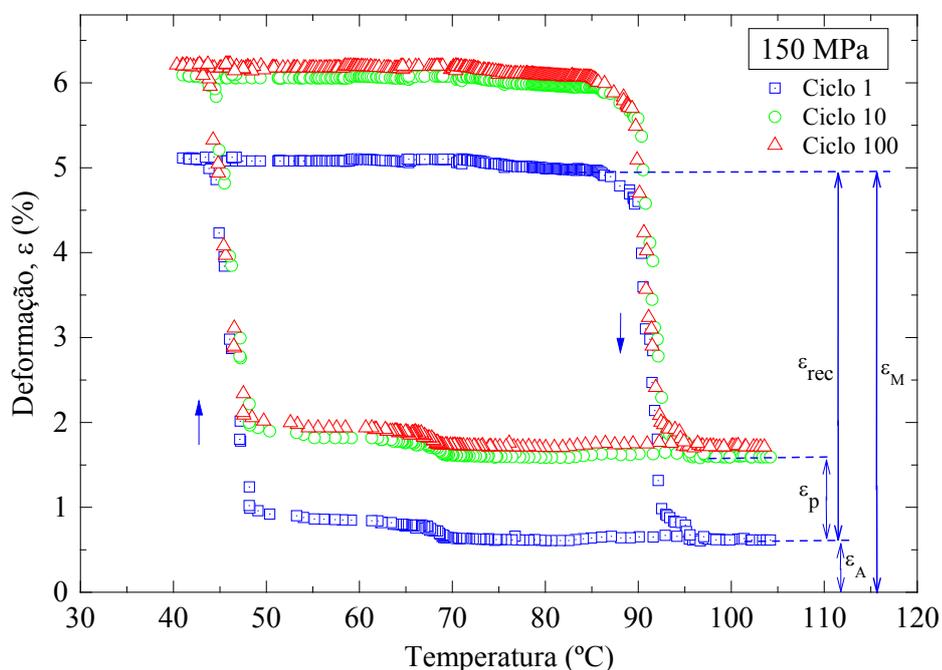


Figura 5.28 – Curva deformação *versus* temperatura (TCR 6 horas, 150 MPa).

Fonte: Autoria própria.

Com a análise da figura 5.28, verificou-se que a transformação de fase ocorre de forma completa. A ciclagem com tensão aplicada de 150 MPa implicou em uma deformação

acumulada máxima de 0,27% durante o ciclo inicial e percebeu-se uma deformação de cerca de 0,84% em relação ao comprimento de austenita descarregada, como observado por MAMMANO & DRAGONI, (2015). Por outro lado, um aumento acentuado de ϵ_p (0,611%~1,711%) entre o primeiro e o centésimo ciclo indica que o fio acumula deformações permanentes à medida que os ciclos evoluem. O aumento de ϵ_M foi mais contido (5,8%~6,81%), enquanto ϵ_A aumenta consideravelmente, de modo que ϵ_{rec} diminui progressivamente.

Assim, quando carregada mecanicamente sob condição isotérmica, a LMF produz deformação macroscópica via transformação da fase martensítica para austenítica ou através da reorientação das variantes da martensita (SCHICK JR, 2009; LAGOUDAS, 2008). Com a evolução dos ciclos, os deslocamentos empilhados causam o acúmulo de deformação plástica na martensita e na austenita (YU C *et al*, 2014). As tensões residuais locais que são induzidas por deslocamentos na fase martensita também desencadeiam as transformações reversas subsequentes que contribuem para a maior parte da fadiga nos primeiros ciclos (PERKINS & MUESING, 1983; LI & ANSELL, 1983).

Conforme tabela 5.3, as temperaturas M_s , M_f do TCR6 deslocaram positivamente 12,27% e 8,5%, respectivamente, com relação ao material não tratado. Enquanto, por outro lado, A_s e A_f se mantiveram praticamente estáveis, levando a uma redução de histerese de 9%. Comparando as temperaturas obtidas via DSC para os CPs TC6 com às temperaturas observadas no laço de histerese térmica durante o primeiro ciclo (figura 5.28), verificou-se, no caso das temperaturas M_s e M_f , aumentos de 6% e 4,1%, respectivamente. A_s e A_f aumentam 7,1% e 9% respectivamente. Quando a comparação é feita entre o centésimo ciclo, verificou-se aumentos menores: 3,6%, 3,2%, 6,7% e 8,3 % para M_s , M_f , A_s e A_f , respectivamente.

O laço de histerese térmica vai se deslocando para cima e depois de certos ciclos foi percebido uma resposta estável de tensão-deformação e energia de dissipação relativamente menor. O aumento das temperaturas características durante o primeiro ciclo é devido principalmente a influência da tensão aplicada durante a transformação de fase. Essa afirmação pode ser comprovada por outros resultados da literatura para fios SAES *SmartFlex*[®] (FUMAGALLI *et al*, 2009; BORLANDELLI *et al*, 2015; MAMMANO & DRAGONI, 2014). Porém, analisando as temperaturas características entre o ciclo 1 e o ciclo 100, nota-se uma leve diminuição com a evolução dos ciclos termomecânicos, vide figura 5.29. De acordo com resultados apresentados por PELTON *et al*, (2012) essas propriedades térmicas tendem a diminuir com os ciclos térmicos.

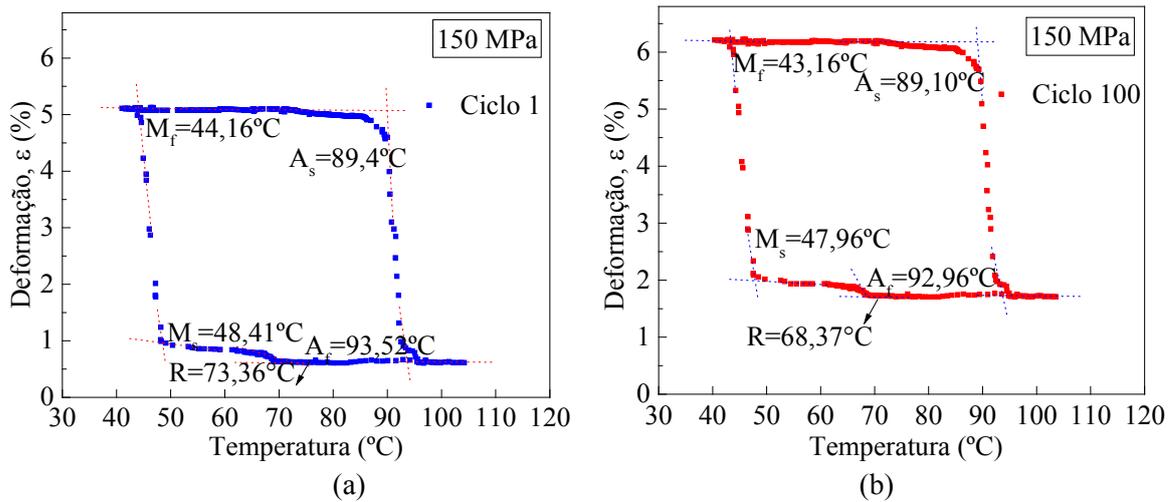


Figura 5.29 – Curva ε versus T no primeiro e centésimo ciclo.

Fonte: Autoria própria.

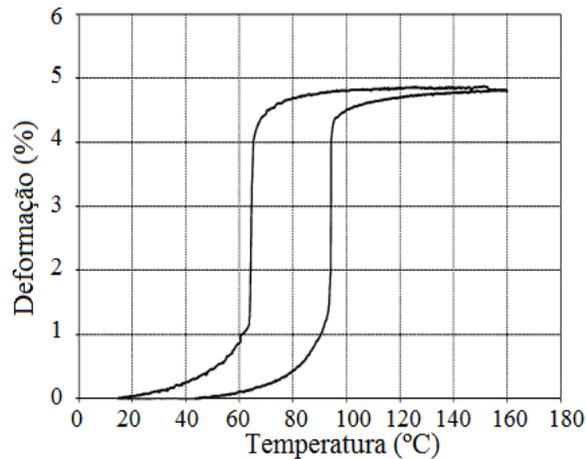


Figura 5.30 – Curva $\varepsilon \times T$ fio LMF *SmartFlex*[®] não tratado.

Fonte: Pat. no. WO2005/106441 SAES Getters, (2018).

Identificou-se o coeficiente Clausius-Clapeyron por meio da curva tensão *versus* temperatura do material não tratado. O coeficiente C^A foi de $8,3 \text{ MPa}/^\circ\text{C}$ contra o valor de $8,2 \text{ MPa}/^\circ\text{C}$ do fabricante (SAES Getters, 2018). Ambos os valores estão situados dentro da faixa típica de $3\text{-}20 \text{ MPa}/^\circ\text{C}$ para ligas Nitinol (STACHOWIAK & MCCORMICK, 1988; DUERING & ZADNO, 1990; FUMAGALLI *et al*, 2009).

A curva ε - T do fio investigado é representado na figura 5.30. FUMAGALLI *et al*, (2009) relatam dois problemas relacionados ao ensaio de histerese térmica a saber: a duração do ensaio (um único ciclo entre 15 a 150°C a uma taxa de $1^\circ\text{C}/\text{min}$ dura mais de 4 horas) e o comprimento máximo utilizável, ou seja, em um sistema típico de histerese, apenas amostras de cerca de $100\text{-}150 \text{ mm}$ podem ser analisadas. Por isso, a SAES Getters criou e patenteou um novo método que

foi usado no ensaio de histerese (vide figura 5.30), onde é possível controlar a qualidade do comprimento total do fio (Patente internacional n°. WO2005/106441).

A fadiga surge da movimentação dos planos cristalinos e apresenta três estágios: nucleação, propagação e fratura. De acordo com a literatura, (TANAKA *et al*, 1995; BELYAEV *et al*, 2012), a razão da fadiga funcional durante a ciclagem termomecânica é que, no resfriamento, as placas de martensita criam alta tensão interna local que pode exceder a tensão de escoamento nos volumes locais (JONES & DYE, 2011) e levar a nucleação, multiplicação e deslocamentos (PONS *et al*, 1990). Os deslocamentos se acumulam na fase martensita e iniciam a tensão residual local que desencadeia a formação e acúmulo da martensita nas proximidades defeituosas e essa martensita local não participa das transformações martensíticas reversas subsequentes (QIN *et al*, 2019).

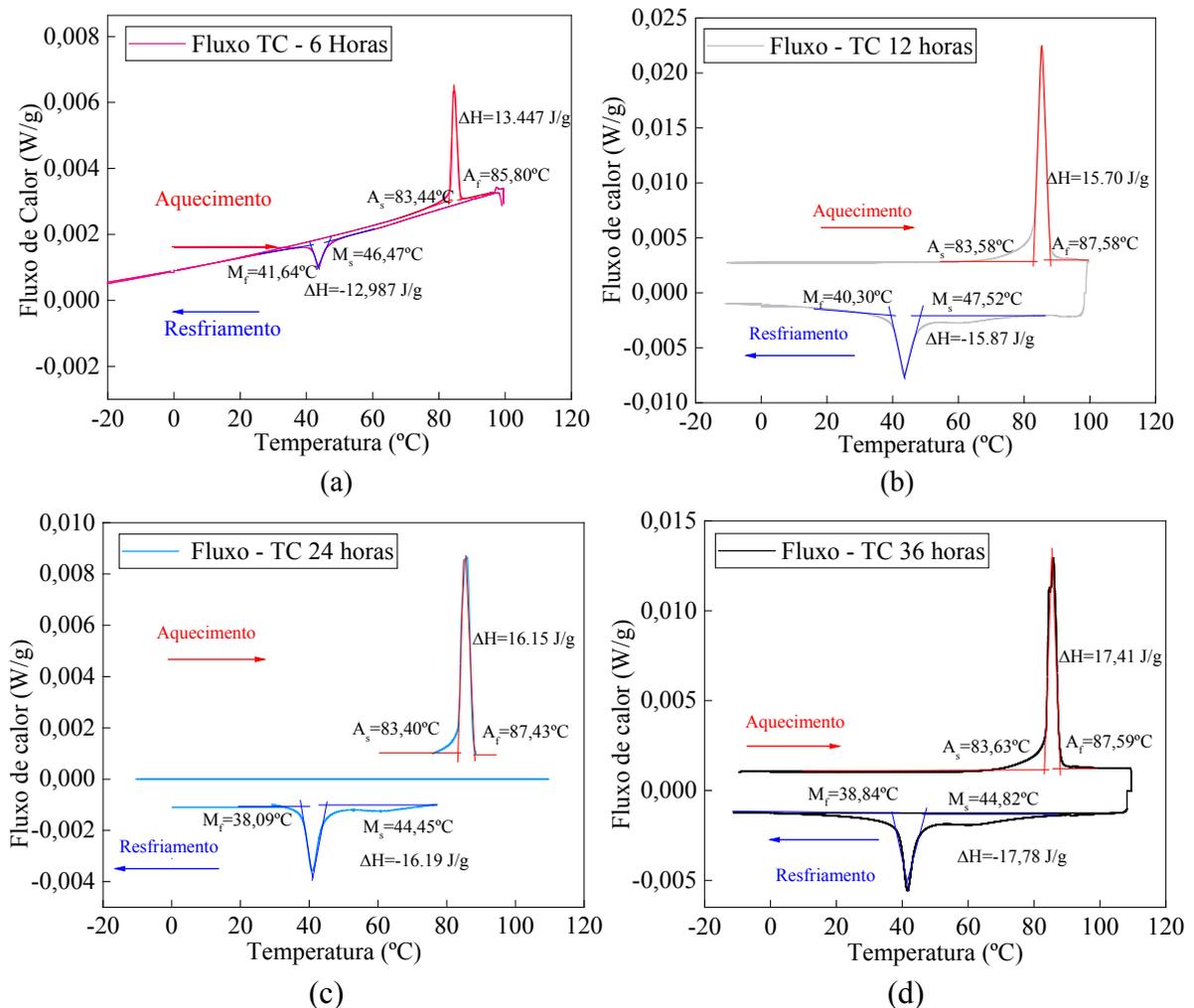


Figura 5.31 – Curvas DSC da liga Ni₅₄Ti₄₆ tratada criogenicamente: (a) 6 horas, (b) 12 horas, (c) 24 horas e (d) 36 horas.

Fonte: Autoria própria.

Como visto na figura 5.29, as temperatura M_s , M_f diminuem com a evolução dos ciclos. Por outro lado, analisando as curvas DSC da figura 5.31, verifica-se que o tratamento criogênico produziu aumentos em M_s , M_f . Isso significa que a força motriz da transformação martensita aumentou, dificultando a transformação de fase (MILLER & LAGOUDAS, 2000). Este fato explica a redução do número de ciclos em relação ao material não tratado, principalmente nos ensaios dos CPs tratados criogenicamente por 6 horas.

A figura 5.32 representa uma micrografia da seção fraturada da liga $Ni_{54}Ti_{46}$ não tratada e em fase martensítica). A origem das setas tracejadas destacam o ponto de iniciação e a direção de propagação da fissura por fadiga. Entre os ensaios válidos, todos os CPs fraturaram na parte central do comprimento útil, distante das extremidades presas.

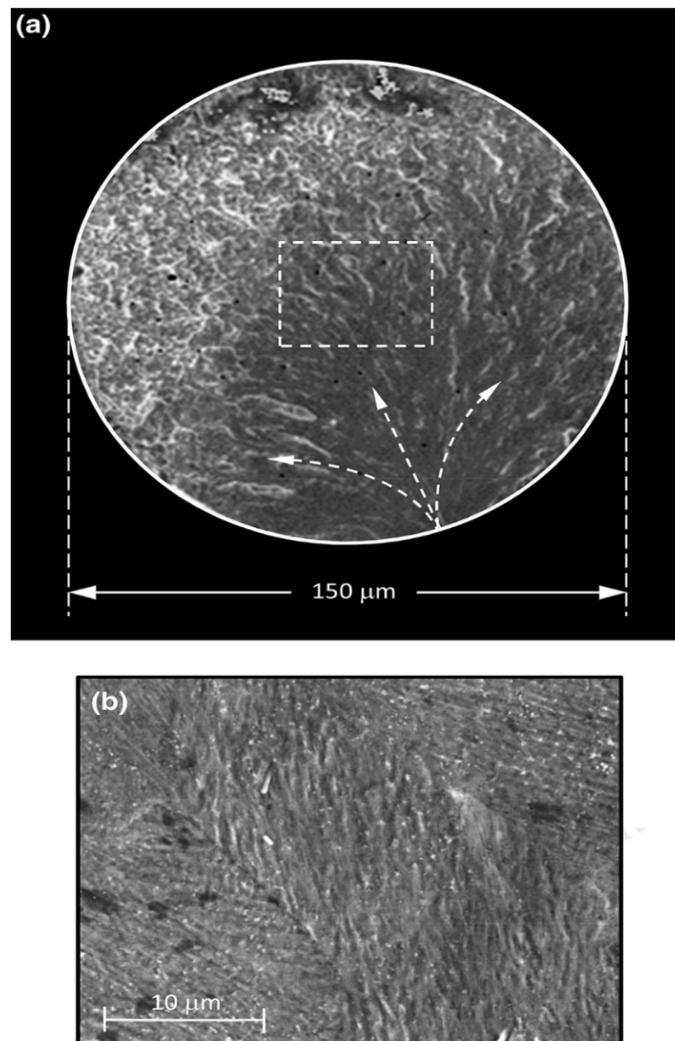


Figura 5.32 – Micrografia via microscopia eletrônica de varredura (MEV): (a) seção transversal fraturada da liga $Ni_{54}Ti_{46}$ e (b) detalhes da fase martensítica.

Fonte: adaptado de MAMMANO & DRAGONI (2014).

A superfície fraturada do material (figura 5.32), revela as marcas típicas da seção de propagação de fissuras (borda inferior) e as covas confirmando a ductilidade do material na ruptura (borda superior). Um detalhe da martensita foi mostrado na figura 5.32(b).

Nesse sentido, CASTILHO (2017) observou alterações microestruturais, tais como aumento do tamanho de grão e redução dos contornos de grão da liga $\text{Ni}_{55}\text{Ti}_{45}$ proporcionalmente ao tempo de imersão em nitrogênio líquido. As amostras tratadas tiveram aumentos de 1,25%, 1,57%, 2,20% e 2,20%. E conseqüentemente houve redução nos contornos de 0,9%, 1,6%, 2,1% e 2,4%, respectivamente para tratamentos com períodos de 12, 24, 36 e 48 horas de imersão, em relação a amostra não tratada. Além disso, o estudo apontou o aumento da fração martensítica como o principal mecanismo da microestrutura da liga $\text{Ni}_{55}\text{Ti}_{45}$ alterada pelo tratamento criogênico.

Aparentemente, os CPs tratados com menor tempo de imersão (6 e 12 horas) tornaram-se menos eficiente à ciclagem termomecânica. Com base nisso, pode-se inferir que, com o tratamento criogênico aplicado, alterações microestruturais geradas facilitaram o acúmulo de martensita irreversível. O acúmulo, por sua vez, tornou-se mais rápido devido ao processo de movimentação e deslocamentos internos ativados termicamente e como isso, maiores deformações plásticas foram formadas sob tensões relativamente baixas.

Estudos indicam que os fios atuadores LMF possuem maior vida em fadiga estrutural quando a transformação de fase martensita inversa e direta não é ultrapassada (MAMMANO & DRAGONI, 2015; LAGOUDAS *et al*, 2009). Em outras palavras, condições cíclicas severas como o aquecimento excessivo do material implicam em redução da vida. Isso pode ser confirmado através dos ensaios da série A, que tiveram maior vida em ciclagem termomecânica mais lenta. Esse entendimento ajuda explicar a diferença entre a vida em fadiga dos ensaios das séries B e C do presente trabalho e o resultado de MAMMANO & DRAGONI, (2014), para o mesmo material.

Neste trabalho, a taxa de aquecimento e resfriamento (velocidade de atuação) é diretamente dependente da corrente aplicada ao fio atuador. A corrente elétrica e o tipo de controle de corrente têm influência nítida na vida em fadiga estrutural do material (MAMMANO & DRAGONI, 2015). Em geral, o aquecimento por impulso de corrente em forma de rampa gera menor acúmulo de deformação plástica e maior vida em fadiga ao ser comparado com controle de corrente por impulso em forma de degrau (CASATI *et al*, 2011).

6. CONCLUSÕES

Neste trabalho, foi desenvolvida uma investigação sobre efeitos de tratameto criogênico profundo no comportamento cíclico de fios LMF *SmartFlex*[®] com 150 mm de diâmetro sob carregamento termomecânico. Os diversos ensaios cíclicos com carga constante (125 MPa, 150 MPa, 175 MPa e 200 MPa) possibilitaram estabelecer algumas conclusões, principalmente relativas ao tratameto criogênico profundo aplicado.

De um modo geral, os dados indicaram que o tratamento criogênico reduziu a vida à fadiga estrutural do material e a intensidade foi maior no material tratado pelo menor tempo de imersão. Essa diminuição foi associada ao maior acúmulo de deformações plásticas durante a ciclagem. Portanto, o fio atuador saturou mais rapidamente na condição de ciclagem com maior tensão e menor tempo de tratamento criogênico e as deformações plásticas acumuladas contribuíram para menor vida do material. A vida à fadiga do fio *SmartFlex*[®] foi de 10^3 ciclos. Verificou-se vida de até 5×10^3 , $1,5 \times 10^3$ e $1,4 \times 10^3$ para as séries de ensaios A, B e C, respectivamente. O resultado condiz com a literatura para deformações recuperáveis de até 5%.

A variação da deformação recuperável (*EMF*) observada durante os 32 ensaios cíclicos para o material não tratado (séries A e B) foi inferior a 1%. Diferentemente do material não tratado, em parte dos ensaios do material tratado foi observado aumentos médios de até 3% do *EMF*. No entanto, a influência do tratamento criogênico não foi impactante em todos os ensaios e sua aplicação ainda carece de novos estudos. Com isso, conclui-se que o fio *SmartFlex*[®] investigado sofreu fadiga funcional de baixa intensidade se comparado com resultados da literatura.

A curva S-N para o intervalo de tensão de 125 MPa, 150 MPa, 175 MPa e 200 MPa foi usada para avaliar a fadiga estrutural do material não tratado e tratado criogenicamente . Desse modo, percebeu-se que aumentos da carga aplicada tendem a ocasionar acúmulo mais acelerado de deformações plásticas. E, de forma geral, conclui-se que a carga aplicada e a taxa de aquecimento e resfriamento influenciaram a vida do material investigado. Embora a tensão aplicada seja constante, pequenas variações foram inevitáveis devido às forças de inércia geradas no processo de aceleração e parada do porta-carga. No entanto, a variação real observada não excedeu 5% da tensão nominal exigido pelo método JSME.

7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Considerando que o controle preciso da ciclagem termomecânica de LMFs ainda é um desafio de grande relevância, novos esforços devem ser dedicados à investigação sobre a influência de tratamento no comportamento termomecânico cíclico das LMFs no futuro. Nesse sentido, sugere-se algumas linhas de investigação:

1. Avaliar o efeito do tratamento criogênico profundo na microestrutura do material logo após os ensaios cíclicos;
2. Avaliar a vida fadiga de outras LMFs, como por exemplo, $\text{Ni}_{57}\text{Ti}_{43}$ e $\text{Ni}_{55}\text{Ti}_{45}$, após tratamento criogênico profundo com diferentes tempos de imersão;
3. Avaliar os eventuais efeitos do tratamento criogênico nas propriedades termomecânicas da liga TiNiCu e CuAlBe .
4. Implementar um sistema de controle de aquecimento e resfriamento através da deformação recuperável do material.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AGBOOLA, B.O.; HARTL, D.J.; LAGOUDAS, D.C. (2012). A study of actuation fatigue of shape memory alloy. Artigo de conferência. *Proceedings of the ASME 2012 Smart Materials, 6 Adaptive Structures and Intelligent Systems*. 8 p.
- AKSELEN, O. M. (2010). Joining of shape memory alloys. In: Cismasiu C (ed.): *Shape Memory Alloys*, Rijeka: In Tech, pp. 183–210.
- ALBANO, F. B. L. **Influência do Tratamento Criogênico nas Propriedades Termomecânicas de Ligas NiTi**. Universidade de Brasília. Brasília, p. 66. 2013.
- ASHIUCHI, E. S. **Influência do Tratamento Térmico Criogênico na Fadiga sob Condições de Fretting no Al 7050-T7451**. Brasília: Universidade de Brasília, 2009.
- ARAÚJO, C.J.; MORIN, M.; GUÉNIN, G. (1997). Fatigue behavior of Ti-Ni-Cu thin wires. *J. Phys. IV France 07 (1997) C5-501-C5-506*.
- ASTM F2005-05 (2015). **Standard Test Method for Transformation Temperature of Nickel- Titanium Alloys by Thermal Analysis**, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2015.
- ASTM Standards. **Standard terminology relating to fatigue and fracture testing**. ASTM International, West Conshohocken, PA, 2000.
- ASTM Standard E739-10 (2015). **Standard Practice for Statistical Analysis of Linear or Linearized Stress-Life (S-N) and Strain-Life (epsilon-N) Fatigue Data**. ASTM International, 2015.
- BAILEY, C. A. **Advanced Cryogenics**. 3. ed. New York: Plenum Publishing Co., 1971.
- BASS, M.; MABE, J.H.; LAFRANCHI A.F.; ALLEN-PRINCE, M.; BENAFAN, O. Spanwise Adaptive Wing: Coupled Shape Memory Alloy Tubes for High Torque Applications. (2019). *Proceedings of the International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies*. 2 p. May 13-17, Konstanz, Germany, Springer.
- BARRON, R.F. Cryogenic treatment of metals to improve wear resistance. **Cryogenics**, v. 22, n. 8, p. 409-13, ago. 1982.
- BELYAEV, S.; RESNINA, N.; SIBIREV, A. (2012). Peculiarities of residual strain accumulation during thermal cycling of TiNi alloy. *J Alloy Compd*. Vol. 542 37–42.
- BENSELY, A. *et al.* Enhancing the wear resistance of case carburized steel (En 353) by cryogenic treatment. **Cryogenics**, v. 45, p. 747-754, 2006.
- BENAFAN, O. and MOHOLT, M.R. (2019). Spanwise Adaptive Wing: As Overview and Challenges of In-Flight Wing Flooding using Shape Memory Alloys. *SMST-2019: Proceedings*

of the *International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies*. 3 p. May 13-17, 2019, Konstanz, Germany, Springer.

BENAFAN, O.; NOEBE, R.D.; PADUA II, S.A.; BROWN D.W. VOGEL S., VAIDYANATHAN, R. (2014). Thermomechanical cycling of a NiTi shape memory alloy-macroscopic response and microstructural evolution. *International Journal of Plasticity*. Vol. 56, p. 99–118.

BERTACCHINI, O.W.; LAGOUDAS, D.C.; PATOOR, E. (2009). Thermomechanical transformation fatigue of TiNiCu SMA actuators under a corrosive environment – Part I: Experimental results. *International Journal of Fatigue*. Vol. 31, p. 1571-1578.

BERTACCHINI O W and LAGOUDAS DC, 2003 Fatigue life characterization of shape memory alloys undergoing thermomechanical cyclic loading *Proc. SPIE* 5053 612–24.

BERTACCHINI O, LAGOUDAS D, CALKINS F, MABE J (2008) Thermomechanical cyclic loading and fatigue life characterization of nickel rich niti shape-memory alloy actuators. In: *The 15th international symposium on: smart structures and materials and nondestructive evaluation and health monitoring*, pp 692916–692916, International Society for Optics and Photonics.

BIGEON MJ, MORIN M. Thermomechanical study of the stress assisted two way memory effect fatigue in TiNi and CuZnAl wires. *Scr Mater* 1996; 35:1373–8.

BO Z, LAGOUDAS DC. Thermomechanical modeling of polycrystalline SMAs under cyclic loading, Part I: Theoretical derivations. (1999). *International Journal of Engineering Science*. 37 (9):1089–1140.

BORLANDELLI, E.; SCARSELLI D.; NESPOLI, A.; RIGAMONTI, D.; BETTINI, P.; MORANDINI, M.; VILLA, E.; SALA, G.; QUADRIO, M. (2015). Design and experimental characterization of NiTi-based, highfrequency, centripetal peristaltic actuator. *Smart Materials and Structures*. Vol. 24, 10 p.

BRYSON, W. E. **Cryogenics. Cincinnati:** Hanser Gardner Publications, 1999.

BUDYNAS, R. G.; NISBETT, J. K. **Shigley's Mechanical Engineering Design**. 8a. ed. [S.l.]: McGraw Hill, 2006.

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

CASTILHO, W. S. **Contribuição à influência de tratamento criogênico em propriedades térmicas e mecânicas das ligas NiTi austenítica e martensítica com memória de forma**. Tese de Doutorado em Sistemas Mecatrônicos. Publicação T13, Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade de Brasília, Brasília, 2017.

COFFIN LF, TAVERNELLI JF. The cyclic straining and fatigue of metals. *Trans Met Soc AIME* 1959; 215:794–807.

COLLINS, D. N. **Cryogenic treatment of tool steels**. *Advanced Materials & Processes*, v. 12, p. H23-H29, 1998.

CRUZ FILHO, B. F. **Avaliação do efeito de tratamento criogênico em propriedades mecânicas e térmicas da liga Ni48Ti52**. Dissertação de Mestrado em Sistemas Mecatrônicos, Publicação ENM. DM-103/16, Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade de Brasília, Brasília, 2016.

D. DAS, K. K. RaAY, A. K. DUTTA, “Influence of Temperature of Sub-zero treatments on the Wear behavior of Die Steel”, *Journal of Wear*, 2009.

DA SILVA, T.C. and SILVA, E.P. (2015). Experimental Evaluation of the Emissivity of a NiTi Alloy. conferência. *SMST-2015: Proceedings of the International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies*. 3p. May 18-22, 2015, Oxfordshire, UK.

DA SILVA, T.C.; BARCELOS, A.P.; SILVA, E.P. (2017). Influence of thermal cycling on the phase transformation temperatures and latent heat of a NiTi shape memory alloy. Artigo de conferência. *SMST-2017: Proceedings of the International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies*. 2 p. November 15-19, 2017, San Diego, CA USA, Springer.

DELAEY, L.; KRISHNAN, V.R.; TAS, H.; WARLIMONT, H. (1974). Thermoplasticity, pseudoelasticity and the memory effects associated with martensitic transformations. Part 1: Structural and microstructural changes associated with the transformations. *Journal of Materials Science*. Vol. 9, p. 1521-1535.

DELLACORTE and WOZNIAK W.A. “Design and Manufacturing Considerations for Shockproof and Corrosion-Immune Superelastic Nickel-Titanium Bearings for a Space Station Application,” NASA/TM—2012-216015 and Proceedings of the 41st Aerospace Mechanism Symposium, Pasadena, California, May 2012.

D. M. PITT, J. P. DUNNE, E. V. WHITE, Sampson smart inlet SMA powered adaptive lip design and static test, *American Institute of Aeronautics and Astronautics* 1359 (2001) 1-11.

DOWLING, N.E. (2013). *Mechanical Behavior of Materials: Engineering Methods for Deformation, Fracture, and Fatigue*. 4. ed. *Upper Saddle River*: Pearson, 936 p.

DUERIG, T. W., MELTON, k.n., WAYMAN, CM. (1990). *Engineering Aspects of Shape Memory Alloys*. [S.l.]: Butterworth-Heinemann Ltd, 512p.

DUERIG, T.; PELTON, A.; STOCKEL, D. (1999) An overview of nitinol medical applications. **Materials Science and Engineering A**, v. 273-275, p. 149-160, 1999.

DUMASIA, C.; KULKARNI, V.A.; SONAL, K.; A Review on the Effect of Cryogenic Treatment on Metals. *International Research Journal of Engineering and Technology (IRJET)*, Vol. 04, 9 p. 2402-2406.

- EGGELER, G.; HORNBOKEN, E.; YAWNY, A.; HECKMANN, A.; WAGNER, M. (2004). Structural and functional fatigue of NiTi shape memory alloys. *Materials Science and Engineering A*. Vol. 378, p. 24-33.
- ELAHINIA, MOHAMMAD H. (2016). Shape memory alloy actuators: design, fabrication, and experimental evaluation. John Wiley & Sons, 283 p.
- ELAHINIA M, AHMADIAN M, ASHRAFIUON H. Design of a Kalman filter for rotary shape memory alloy actuators. *Smart Materials and Structures* 2004; 13:691.
- FUMAGALLI L.; BUTERRA F.; CODA, A. (2009). SmartFlex® NiTi wires for shape memory actuators, *Journal of Materials Engineering and Performance*. Vol. 18, p. 691-695.
- FUNAKUBO, H. **Shape memory alloys**. Gordon & Breach: New York. Traduzido da lingua japonesa por Kennedy, J. B., Stanford University. Tokyo: University of Tokyo, 1987.
- GANESH N, MANIPRAKASH S, CHANDRASEKARAN L, SRINIVASAN S, Srinivasa A (2011) Design and development of a sun tracking mechanism using the direct sma actuation. *JMech Des* 133:075001
- GOBBI, S. J. **Influência do tratamento criogenico na resistencia ao desgaste do aço para trabalho a frio AISI D2**. 96 f. Dissertação (Mestrado em Ciências Mecânicas) - Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade de Brasília, Brasília, 2009.
- GONTIJO, M. M; DA SILVA, E.P. Influence of Cryogenic Treatment on the Pseudoelastic Behavior of a NiTi Shape Memory Alloy. *The 8th Interncaional Conference on Advanced Functional Materials & Devices*. 3p. Aug 18-19, 2018 Leuven, Belgium.
- HAIZHI LI, WEIPING TONG, JUNJUN CUI, HUI ZHANG, LIQING CHEN, LIANG ZUO, “The Influence of Deep Cryogenic Treatment on the Properties of High-Vanadium Alloy Steel”, *Journal of Material Science & Engineering A*, 2016.
- HARTL, D. J.; LAGOUDAS D. C. (2007). Aerospace Application of Shape Memory Alloys. Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part G: *Journal of Aerospace Engineering*., vol. 221 no. 4 535-552
- HEBDA, D.; WHITE, S.R. (1995). Effect of training conditions and extended thermal cycling on nitinol two-way shape memory behavior. *Smart Materials and Structures*. Vol. 4, p. 298-304.
- HILL, R. E. *Large scale industrial applications of cryogenics*. Cleveland, OH: Burdett Oxygen Company, 1970, pp. 121,124.
- HIROSE S, IKUTA K, UMETANI Y. Development of a shape memory alloy actuator: performance assessment and introduction of a new composing approach. *Adv Rob* 1989; 3(1):3-16.

HODGSON, D. E.; WU, M. H.; BIERMANN R. J. **Shape Memory Alloys, Metals Handbook**. V. 2. Ohio: ASM International, p. 897-902, 1990.

HORNBOGEN, E. (2004). Review Thermo-mechanical fatigue of shape memory alloys, *J. Mater. Sci.* Vol. 39 (2) 385–399.

HUANG, W. M.; ZHANG, W. H.; GAO, X. Y. **Micro Mirror Based on Surface Relief Phenomenon in Shape Memory Alloys**. SPIE Vol. 4918, 2002, pp 155-161, 2002.

JANOCHA, H. **Adaptronics and Smart Structures Basics**, New York: Springer, 1999.

JHA, A.R. (2006). Cryogenic technology and applications. Butterworth-Heinemann, 296 p.

J. N. KUDVA, Overview of the darpa smart wing project, *Journal of Intelligent Material Systems and Structures* 15 (2004) 261-267.

JONES, N.G.; DYE, D. (2011). Martensite evolution in a NiTi shapememory alloy when thermal cycling under an applied load, *Intermetallics* Vol. 19 (10) 1348–1358.

JSME, 1981, “Standard method of statistical fatigue testing,” JSME S 002- 1981.

J. Y. Huang, Y. T. Zhu, X. Z. Liao, “Microstructure of Cryogenic Treated M2 Tool Steel”, *Materials Science and Engineering*, 2003.

KARHU M., LINDROOS T., Long-term behaviour of binary Ti–49.7Ni (at.%) SMA actuators - the fatigue lives and evolution of strains on thermal cycling, *Smart Mater. Struct.* 19 (11) (2010), 115019.

KAYNAK, Y.; KARACA, H.E.; NOEBE, R.D.; JAWAHIR, I.S. Tool-wear analysis in cryogenic machining of NiTi shape memory alloys: A comparison of tool-wear performance with dry and MQL machining. *Wear*, V. 306, n. 1–2, p. 51-63, ago. 2011.

KIM, J. W., GRIGGS, JA., JD REGAN, ELLIS, RA E CAI, Z., "Efeito do tratamento criogênico em instrumentos endodônticos de níquel-titânio", *Int. Endod. J.*, vol. 38 (6), pp 364-371, (2005).

K. IKUTA, **Micro/Miniature Shape Memory Alloy Actuator** IEEE-ICRA (1990).

KRISHNAN, V.R.; DELAEY, L.; TAS, H.; Warlimont, H. (1974). Thermoplasticity, pseudoelasticity and the memory effects associated with martensitic transformations. Part 2: The macroscopic mechanical behaviour. *Journal of Materials Science*. Vol. 9, p. 1536-1544.

K PRUDHVI & MRS. VENKATA VARA LAKSHMI, “Cryogenic Tool Treatment”, *Imperial Journal of Interdisciplinary Research (IJIR)*, 2016.

LAGOUDAS DC, LI C, MILLER DA, RONG L. Thermomechanical transformation fatigue of SMA actuators. In: Lynch CS, editor. *Proceedings of SPIE*, San Diego, CA, June 2000. Smart structures and materials: active materials: behavior and mechanics, vol. 3992; 2000. p. 420–9.

LAGOUDAS, D.C; MILLER, D.A.; RONG, L.; KUMAR, P.K. (2009). Thermomechanical fatigue of shape memory alloys. *Smart Materials and Structures*. Vol. 18, 12 p.

LAGOUDAS, D.C. (Editor). (2008). Shape memory alloys: modeling and engineering applications. *1st ed. New York: Springer*, 435 p.

LECCE L; CONCILIO A. (2015). Shape Memory Alloy ENGINEERING for Aerospace, Structural and Biomedical Applications. Butterworth-Heinemann, 1st Edition.

LEO, D. J. **Engineering Analysis of Smart Material Systems**. Hoboken: John Wiley & Sons, 2007.

LEVINE, J. Cryo processing equipment. Heat Treating Progress. **Heat Treating Progress**, jan. 2002. Disponível em: < <https://www.asminternational.org/news/magazines/htp-archive> > Acesso em nov.: 2017.

LEXCELLENT, C. (2013). Shape-memory Alloys Handbook. *Hoboken: John Wiley & Sons*, 379 p.

LI, J.C.; ANSELL, G.S. The effect of thermal cycling on the thermo-elastic martensitic transformation in a Cu-Zn-Al alloy, *Metall. Trans. A*. 14 (7) (1983) 1293–1297.

LIANG C, ROGERS C. One-dimensional Thermomechanical Constitutive Relations for Shape Memory Materials. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures* 1990; 1:207–34.

LOPES, L. A. A. **Influencia da Taxa de Resfriamento e do Tempo de Encharque Criogenico em Propriedades Termicas e Mecanicas de uma Liga NiTi**. Projeto de graduacao, Departamento de Engenharia Mecanica, Universidade de Brasilia, DF, p.70, 2014.

MABE J. H., CALKINS F. T., BUTLER G. W., 2006 “Boeing's Variable geometry chevron, morphing aerostructure for jet noise reduction, in: *47th AIAA/ASME/ASCE/AHS/ASC Structures, Structural Dynamics, and Materials Conference*, Vol. 2142, American Institute of Aeronautics and Astronautics, Newport, RI, pp. 1-19.

MAGELA, J. O. **Influencia de tratamentos termicos e mecanicos nas temperaturas de transformação martensitica em ligas Ni-Ti com efeito memoria de forma**. 126 f. Dissertacao (Mestrado) - Universidade Federal de Ouro Preto. Escola de Minas. Rede Tematica em Engenharia de Materiais. Ouro Preto, 2010.

MAHTABI MJ, SHAMSAEI N, MITCHELL MR. Fatigue of Nitinol: The state-of-the-art and ongoing challenges. *J Mech Behav Biomed Mater* 2015; **50**:228–254.

MALETTA, C.; SGAMBITERRA, E.; FURGIUELE, F.; CASATI, R.; TUISSI, A. (2014). Fatigue of pseudoelastic NiTi within the stress-induced transformation regime: a modified Coffin-Manson approach. *Smart Materials and Structures*. Vol. 21. 7 p.

MAMMANO, G. S.; DRAGONI, E. (2011). Functional fatigue of shape memory wires under constant-stress and constant-strain loading conditions. *Procedia Engineering*. Vol. 10, p.3692-3707.

- MAMMANO, G.S.; DRAGONI, E. (2014). Functional fatigue of Ni-Ti shape memory wires under various loading conditions. *International Journal of Fatigue*. Vol. 69, p. 71-83.
- MAMMANO, G.S., DRAGONI, E. (2015). Effect of stress, heating rate, and degree of transformation on the functional fatigue of Ni-Ti Shape Memory Wires. *Journal of Materials Engineering and Performance*. Vol. 24, p. 2709-2719.
- MARIANTE, G.R. (1999) Efeito do tratamento Criogênico nas propriedades mecânicas do aço rápido AISI M2, In: Dissertação de mestrado – PPGEM-UFRJ.
- MAVROIDIS C. (2002) Development of advanced actuators using shape memory alloys and electrorheological fluids *Res. Nondestruct. Eval* 14 1-32.
- MCNICHOLS J.L., P.C. JR., Brookes, J.S. Cory, J. Appl. Phys. 52 (1981) 7442.
- MELTON KN, MERCIER O. Fatigue of NiTi thermoelastic martensites. *Acta Metall* 1979; 27:137–44.
- MERTMANN M, VERGANI G. Design and application of shape memory actuators. *Eur Phys J Spec Top* 2008; 158:221-30.
- MERTMANN M, BRACKE A, HORNBOKEN. Influence of the thermal treatment on the stability of partially constrained recovery of NiTi Actuator wire. *J de Phys IV* 1995; C8.
- MILLER, D. A.; LAGOUDAS, D. C. Thermomechanical characterization of NiTiCu and NiTi SMA actuators: influence of plastic. **Smart Materials and Structures**, n. 9, p. 640-652, 2000.
- MIYAZAKI, S. *et al.* Fatigue Life of Ti-50 at.% Ni and Ti-40Ni-10Cu (at.%) shape memory alloy wires. **Materials Science & Engineering A**, n. 273, p. 658-663, Dezembro 1999.
- MOHAMMADI. Z; SOLTANI. M.K; SHALAV; ASGARY S. **A Review of the Various Surface Treatments of NiTi Instruments**. *Iranian Endodontic Journal*. (4):235-240, 2014.
- MOHAN L.; RENGANARAYANAN, S.; KALANIDHI. A.; **Cryogenic treatment to augment wear resistance of tool and die steel**. In: *Cryogenics*, v.41, p.149-155, 2001.
- MOREIRA, J.C.; AVILA, R.F.; GODOY, G.C.D.; ABRAO, A.M. **Influencia do tratamento criogenico na usinabilidade do aco rolamento ABNT 52100 temperado**. *Revista Materia*, v. 14 n. 3. p. 932-945, 2009.
- MOUMNI Z, HERPEN AV, RIBERTY P. Fatigue analysis of shape memory alloys: energy approach. *Smart Mater Struct* 2005; 14: S287.
- NAKAZAWA, H.; KODAMA S. Statistical S–N testing method with 14 specimens: JSME standard method for determination of S–N curves. *Stat Res Fatigue Fract* 1987:59–69.
- NISHIYAMA, Z., *Martensitic Transformation*, Academic Press, 1978.

- NORTON, R. L. **Projeto de Máquinas [recurso eletrônico]:** Uma abordagem integrada. 4a. ed. Porto Alegre: Bookman, 2013.
- OTSUKA, K.; WAYMAN, C.M., **Shape Memory Materials**, Cambridge: Cambridge University Press, 1998.
- OTSUKA, K; REN, X. Physical metallurgy of Ti-Ni based shape memory alloys. **Progress in Materials Science**, v.50, p. 511-678, 2005.
- OTSUKA, K.; WAYMAN, C M. *Shape Memory Materials*, Cambridge, UK: Cambridge University Press, pp. 49–96, 1999.
- OTUBO, J., NASCIMENTO, F. C., MEI, P. R., PAVIE L. P., KAUFMAN, M. J. **Influence of austenite grain size on the mechanical properties of stainless SMA**. Materials Transactions, JIM, v.43, n. 5, 2002, p. 916-919, 2002.
- PELTON, A.R.; HUANG, G.H.; MOINE, P.; SINCLAIR, R. (2012). Effects of thermal cycling on microstructure and properties in Nitinol. *Materials Science and Engineering A*. Vol. 532, p. 130-138.
- PELTON AR, DICELLO J, MIYAZAKI S. Optimisation of processing and properties of medical grade Nitinol wire. *Minim Invasive Ther Allied Technol* 2000; **9**:107–18.
- PELTON AR, SCHROEDER V, MITCHELL MR, GONG X-Y, BARNEY M, ROBERTSON SW. Fatigue and durability of Nitinol stents. *J Mech Behav Biomed Mater* 2008; **1**:153–64.
- PELTON A.R., G.H. HUANG, P. MOINE, R. SINCLAIR, Effects of thermal cycling on microstructure and properties in Nitinol, *Materials Science and Engineering A* 532 pp. 130–138, 2012.
- PERKINS J, MUESING WE. Martensitic transformation cycling effects in Cu–Zn–Al shape memory alloys. *Metall Trans A* 1983; **14**:33–6.
- PONS, J.; LOVEY, F.C.; CESARI, E. (1990). Electron microscopy study of dislocations associated with thermal cycling in a Cu Zn Al shape memory alloy, *Acta Metall. Mater.* Vol. 38 (12) 2733–2740.
- QIN, X.; ZHANG, X.; YAN, X.; WANG S.; ZHANG S.; GUO C.; JIANG J.; ZHANG, B.; HUANG D.; QI, M. (2019). Structural and functional fatigue behavior of Ni_{49.8}Ti_{50.2} (at. %) wires under various maximum heating temperatures: Experimental and modeling study. *Materials and Design*. Vol. 178, p. 1-13.
- RAO, A.; SRINIVASA, A.R.; REDDY, J.N. (2015). Design of Shape Memory Alloy (SMA) Actuators. *New York: Springer*, 130 p.
- ROBERTSON S.W.; MEHTA A, PELTON A.R.; RITCHIE R.O. Evolution of crack-tip transformation zones in superelastic Nitinol subjected to in situ fatigue: a fracture mechanics and synchrotron X-ray microdiffraction analysis. **Acta Mater** 2007; Vol. **55**:6198-6207.

ROBERTSON SW, RITCHIE RO. In vitro fatigue-crack growth and fracture toughness behavior of thin-walled superelastic Nitinol tube for endovascular stents: a basis for defining the effect of crack-like defects. *Biomaterials* 2007; 28:700–9.

RHYIM, Y.-M. *et al.*, Effect of deep cryogenic treatment on carbide precipitation and mechanical properties of tool steel. *Solid State Phenomena*, v. 118, p. 9-14, 2006.

ROGERS, C. A. Intelligent Materials. *Scientific American*, set, p.122-127, 1995.

RYHANEN, J. **Biocompatibility evaluation of nickel-titanium shape memory metal alloy.** Tese (PhD thesis) - University of Oulu, Finland, 1999.

SARTORI, C.H.; YOSHIDA, S.; FAGUNDES, M.G. (2006). Efeito do tratamento criogênico na tenacidade à fratura dos aços AISI M2, AISI D2 e aço para trabalho a frio com 8% Cr. In: 61º Congresso Anual da ABM, de 24 a 27 de julho de 2006, Rio de Janeiro- RJ.

SCHAFER, E. Effect of physical vapor deposition on cutting efficiency of nickel-titanium files. *Journal of Endodontics*, v. 28, p. 800-2, 2002.

SINGH, A.; CHANDAK, M.G.; SAXENA, A. Effect of cryogenic treatment on nickeltitaniumendodontic instruments. *International Journal of Dental Clinics*, v. 5 n. 1 p.4-7, 2013.

SINHA, A.; MONDAL, B.; MAJI, B, C.; CHATTOPADHYAY, P. P. Enhanced shape recovery in cryogenically treated martensitic Ti–Ni alloys. *Materials Science and Engineering: A*, v. 580, n.15 p.273-278, 2013.

SONG D, KANG G, KAN Q, YU C, ZHANG C. Non-proportional multiaxial transformation ratchetting of super-elastic NiTi shape memory alloy: experimental observations. *Mech Mater* 2014; 70:94–105.

SRINIVASAN, A. V. and MC FARLAND, D. M., **Smart Structures, Analysis and Design**, Cambridge University Press, 2001.

STEPHENS, R. I.; FUCHS, H. O. **Metal fatigue in engineering**. 2a. ed. Nova Iorque: John Wiley & Son, 2001.

STEPHENS, R.I.; FATEMI, A.; STEPHENS, R.R.; FUCHS, H.O. (2001). *Metal fatigue in Engineering*. 2. ed. *New York*: John Wiley & Sons, 472 p.

STOCKEL, D., 1990 “Shape Memory Actuators for Automotive Applications,” *Materials and Design*, vol. 11, no. 6, pp. 302–307.

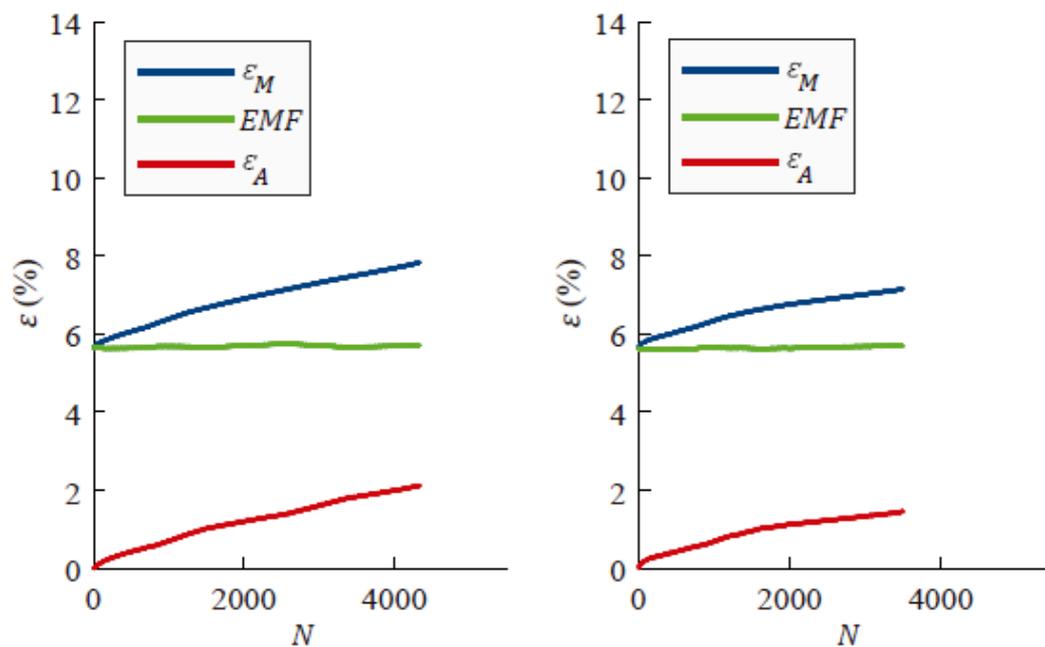
STRÓZ, D.; GORYCZKA, T.; MORAWIEC, H. Structure of the R phase in NiTi shape memory alloys. In: Morawiec, H. (Ed.). **Applied Crystallography**: Proceedings of the XVI, 2000.

- SUN Q., HWANG K., “Micromechanics modeling for the constitutive behavior of polycrystalline shape memory alloys I Derivation of general relations”, *J. Mech. Phys. Solids*, vol. 41, no. 1, pp. 1-17, 1993.
- SURBERG, C.H., STRATTON, P., LINGENHÖLE, K., (2008) “The effect of some heat treatment parameters on the dimensional stability of AISI D2. In: *Cryogenics*, v.48, p.42-47, p42-47.
- TADAKI T, TAKAMORI M, SHIMIZU K. Thermal cycling effect in Cu–Zn–Al shape memory alloys with B2 and DO3 type ordered structures in parent phase. *Trans Jpn Inst Met* 1987; **28**:120–8.
- TAMURA, H.; MITOSE, K.; SUSUKI, Y. (1995). Fatigue properties of Ni-Ti shape memory alloy springs. *Journal de Physique IV*. Vol. 5, p. C8-617 – C8-622.
- TANAKA K.; F. NISHIMURA F.; HAYASHI, T.; TOBUSHI H.; C. LEXCELLENT, C. (1995). Phenomenological analysis on subloops and cyclic behavior in shape memory alloys under mechanical and/or thermal loads, *Mech. Mater.* Vol. 19 (4) 281–292.
- TOBUSHI H, Hachisuka T, Yamada S, Lin P-H. Rotating-bending fatigue of a TiNi shape-memory alloy wire. *Mech Mater* 1997; **26**:35–42.
- TOBUSHI H., SHIMENO Y., HACHISUKA T., TANAKA K., “Influence of strain rate on superelastic properties of Ti-Ni shape Memory alloy”, *Mech of Mat.*, vol. 30, pp. 141-150, 1998.
- VAN DER WIJST MWM, SCHREURS PJG, VELDPAUSS FE. Application of computed phase transformation power to control shape memory alloy actuators. *Smart Materials and Structures* 1997; **6**:190.
- VAN HUMBEECK, J., (2001). Shape memory alloys: a material and a technology. *Advanced Engineering Materials*. Vol. 3, p. 837-850.
- VAN HUMBEECK, J., (1991). Cycling effects, fatigue and degradation of shape memory alloys. *Journal de Physique IV*. Vol. 1, p. C4-189-C4-197.
- VAIDYANATHAN R, DUNAND DC, RAMMAURTY U. Fatigue crack-growth in shapememory NiTi and NiTi–TiC composites. *Mater Sci Eng A* 2000; **289**:208–16.
- VENGATESH. M, SRIVIGNESH R, PRADEEP BALAJI. N. R. KARTHIK, “Review on Cryogenic Treatment of Steels”, *International Research Journal of Engineering and Technology*, 2016.
- VINOTHKUMAR, T, DEIVANAYAGAM K., GOPALAKRISHNAN P, ARUNACHALAM R.; **Microstructure of cryogenically treated martensitic shape memory nickel-titanium alloy.** *Journal of Conservative Dentistry* 18.4 2015.

- VINOTHKUMAR TS, KANDASWAMY D, PRABHAKARAN G, RAJADURAI A. **Mechanical behavior of deep cryogenically treated martensitic shape memory nickel titanium rotary endodontic instruments.** Eur J Dent.;10 (2):183-7, 2016.
- WALIA, H.M.; BRANTLEY, W.A.; GERSTEIN, H. An initial investigation of the bending and torsional properties of Nitinol root canal files. **Journal of Endodontics**, v. 14, n. 7, p. 346 - 351, 1988.
- WAYMAN, C. M. **Engineering aspects of shape memory alloys.** Tiptree: Butterworth-Heinemann, 369-393, 1990.
- WILKES KE, LIAW PK. The fatigue behavior of shape-memory alloys. JOM 2000; **52**:45–51.
- WILLIAMS E, SHAW G, ELAHINIA M. Control of an automotive shape memory alloy mirror actuator. *Mechatronics*. 2010;**20** (5):527–534.
- WURZBACH. R. N.; DEFELICE, W. **Improving component wear performance through cryogenic treatment.** In: Lubrication Excellence, Noria Corporation, 2004.
- WU M.H., SCHETKY L. M., Industrial applications for shape memory alloys, in *SMST-2000: in Proceedings of the International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies*. P. 171-182. April 30 to 04 May 2000, Pacific Grove, CA USA, Springer.
- YAMAUCHI, K.; OHTAKA, I.; TSUCHIYA, K.; MIYAZAKI, S. (2011). Shape memory and superelastic alloys: Technologies and applications. *Padstow*: Woodhead Publishing, 208 p.
- YAZDIZADEH M, SKINI M, HOSEINI GOOSHEH SM, JAFARZADEH M, SHAMOHAMMADI M, RAKHSHAN V. **Effect of Deep Cryogenic Treatment on Cyclic Fatigue of Endodontic Rotary Nickel Titanium Instruments.** Iran Endod J.;12(2):216-9, 2017.
- YIN, HAO.; LIU, PAN. (2017). Effects of Grain Size on Fatigue and Wear Behaviors of NiTi Shape Memory Alloy. Artigo de conferência. *SMST-2017: in Proceedings of the International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies*. 2 p. November 15-19, 2017, San Diego, CA USA, Springer.h
- YOICHI H., TAKASHI M, MAKISHI W., MATSUNAGA T, ESASHI M. In: Cismasiu C, editor. Shape memory alloys. Sciyo; 2010.
- YU, C.; KANG, G.; KAN, Q. (2014). Crystal plasticity based constitutive model of NiTi shape memory alloy considering different mechanisms of inelastic deformation, *Int J Plasticity* Vol. 54 132–162.
- ZIÓŁKOWSKI, A. (2015). Pseudoelasticity of Shape Memory Alloys. 1st Edition *Butterworth Heinemann*, Elsevier, 246 p.

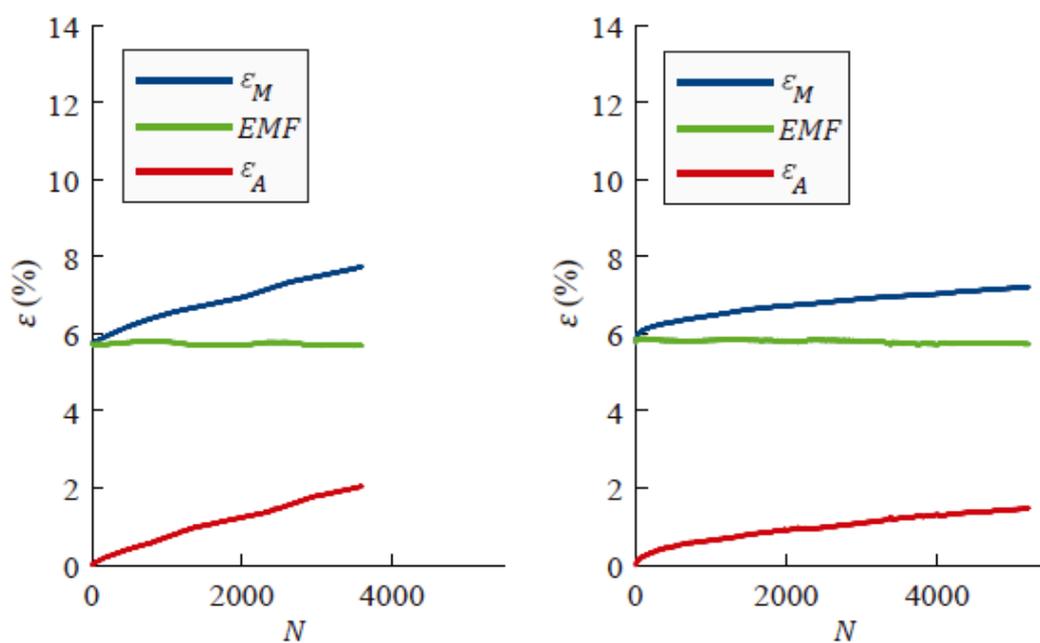
APÊNDICE A – Resultados dos Ensaios de Ciclagem Termomecânica – Série A

Série A: Tensão nominal 125 MPa



(a)

(b)

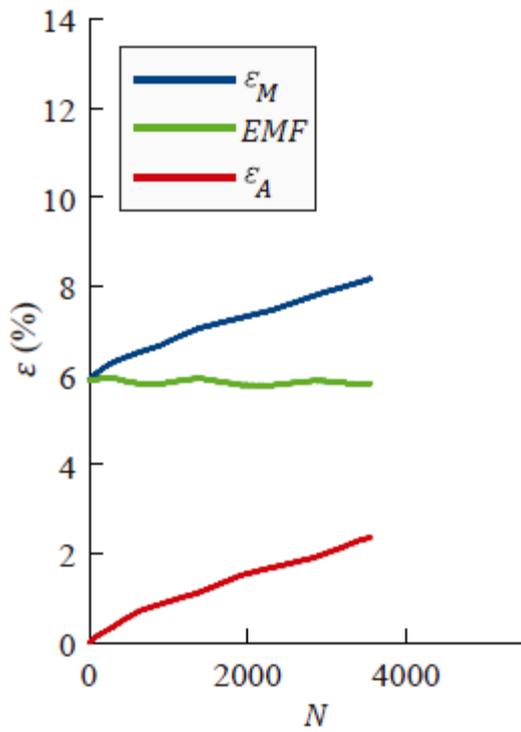


(c)

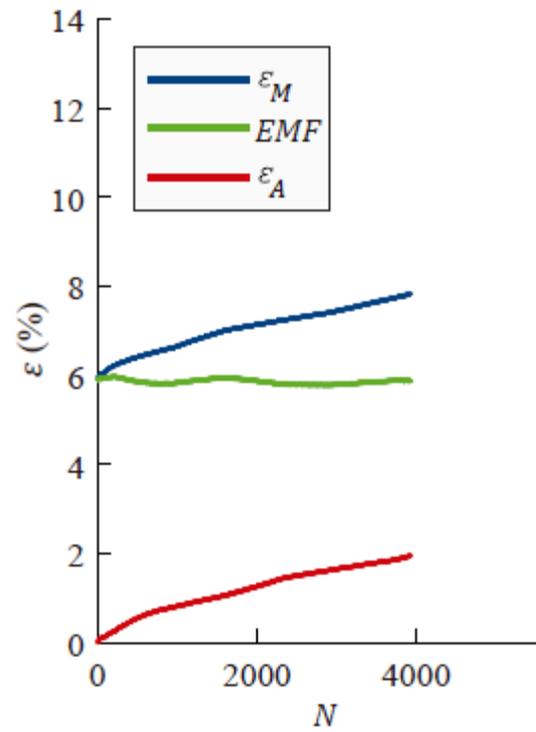
(d)

– Curva evolução das deformações, Série A, 125 MPa. (a) CP_NTCA1; (b) CP_NTCA2; (c) CP_NTCA3; (d) CP_NTCA4.

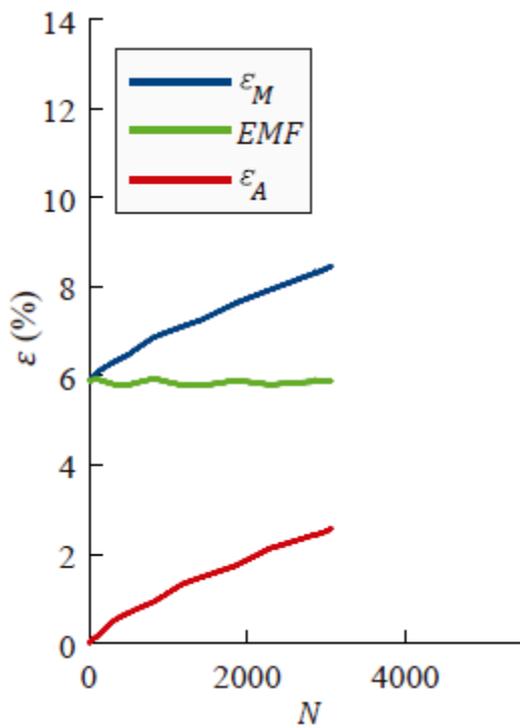
Série A: Tensão nominal 150 MPa



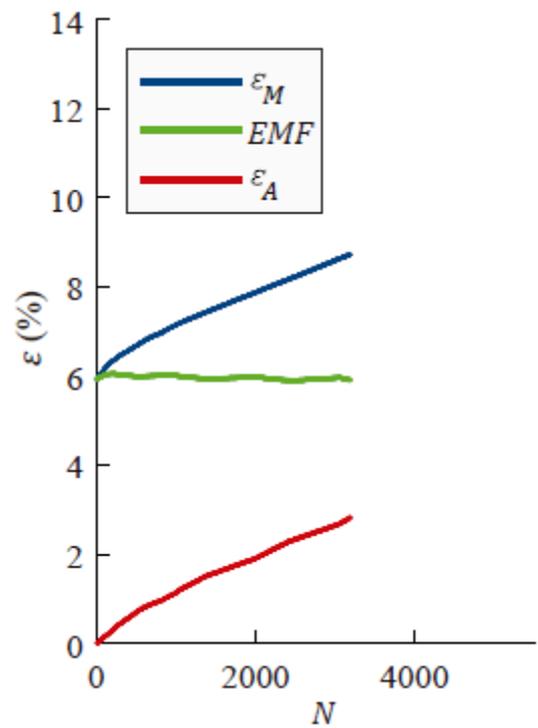
(a)



(b)



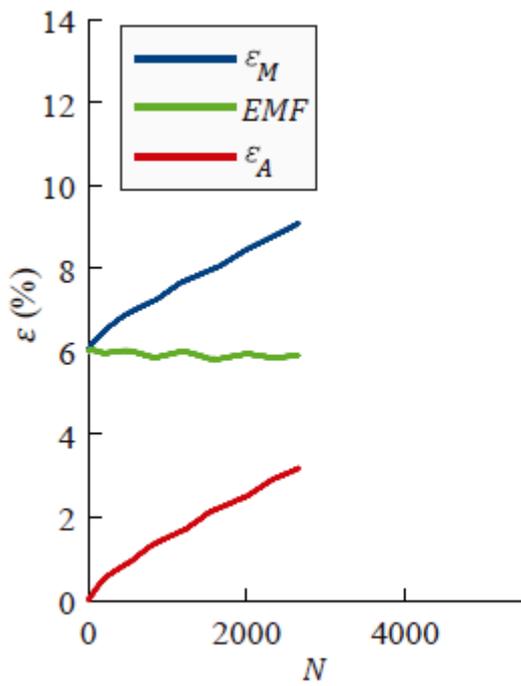
(c)



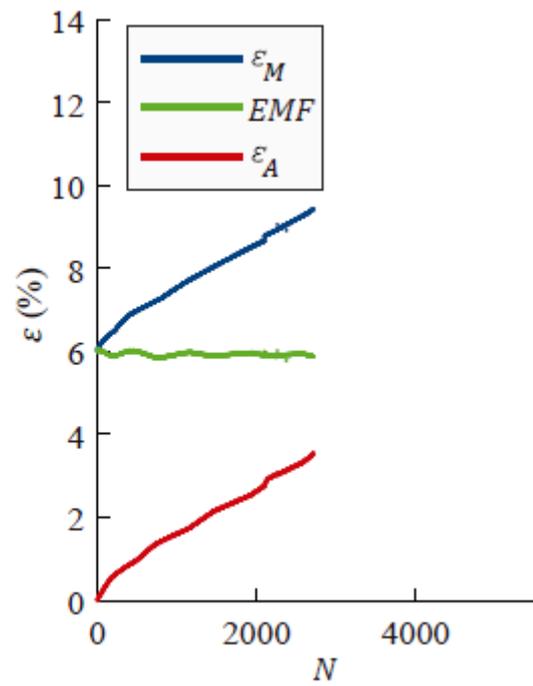
(d)

– Curva evolução das deformações, Série A, 150 MPa. (a) CP_NTA5; (b) CP_NTCA6; (c) CP_NTCA7; (d) CP_NTCA8.

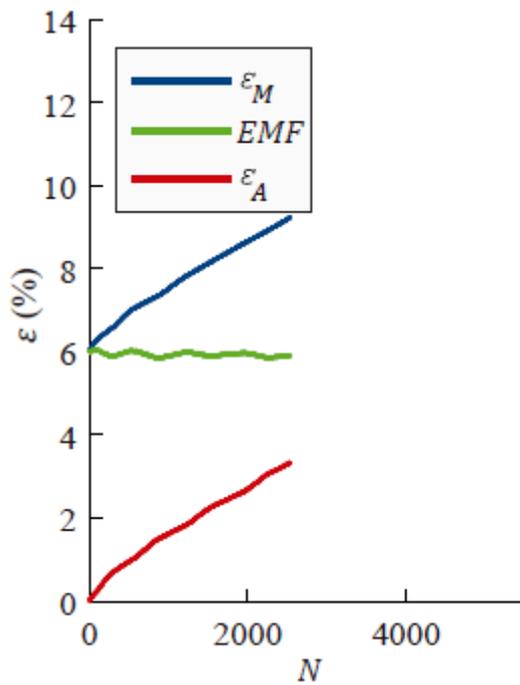
Série A: Tensão nominal 175 MPa



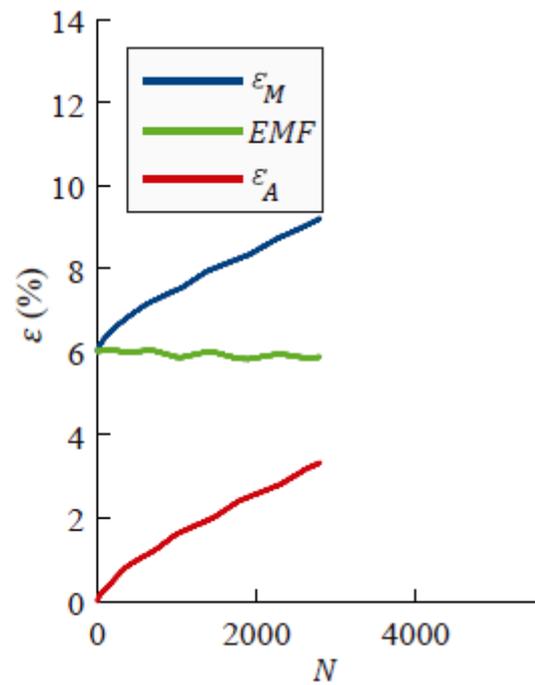
(a)



(b)



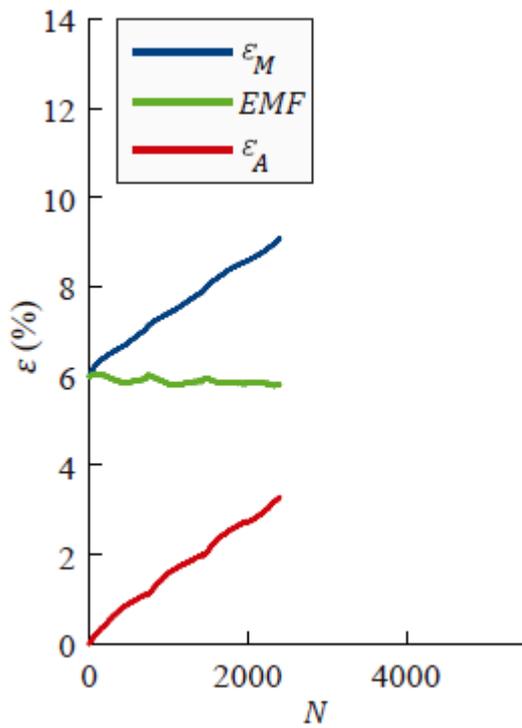
(c)



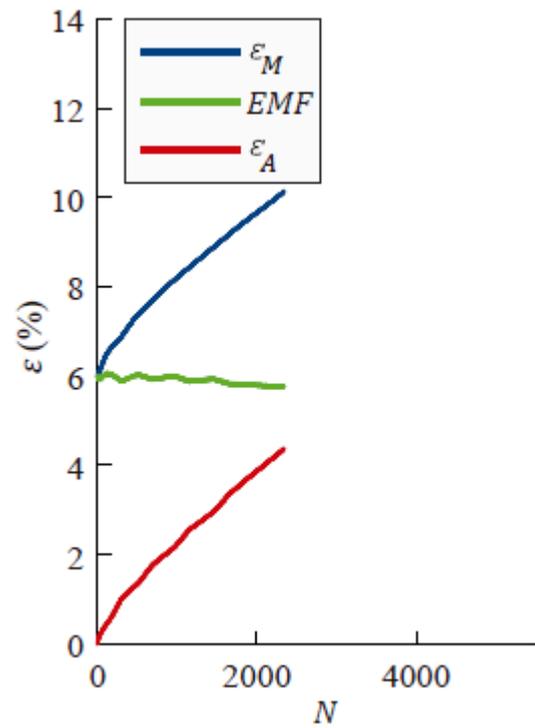
(d)

– Curva evolução das deformações, Série A, 175 MPa. (a) CP_NTCA9; (b) CP_NTCA10; (c) CP_NTCA11; (d) CP_NTCA12.

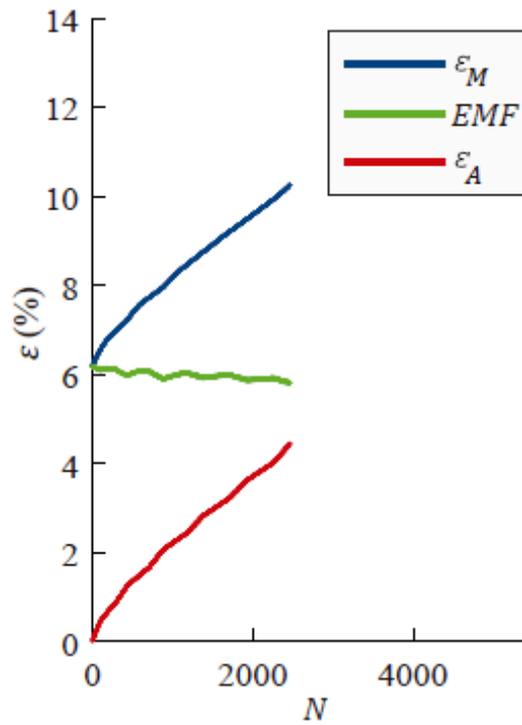
Série A: Tensão nominal 200 MPa



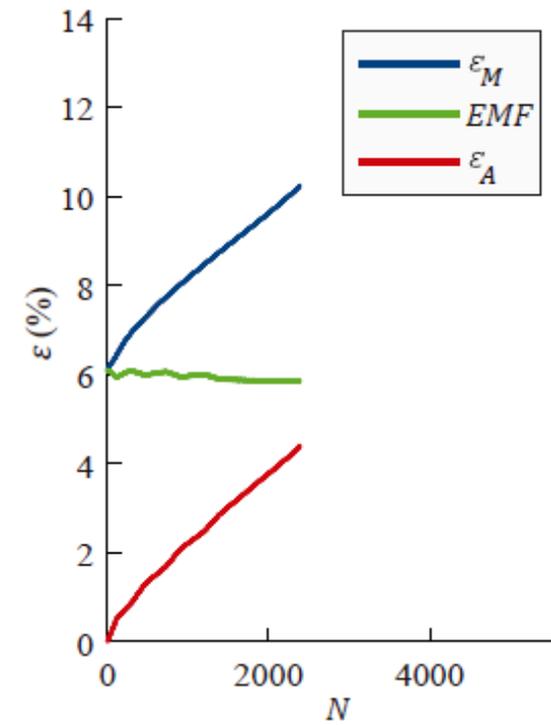
(a)



(b)



(c)

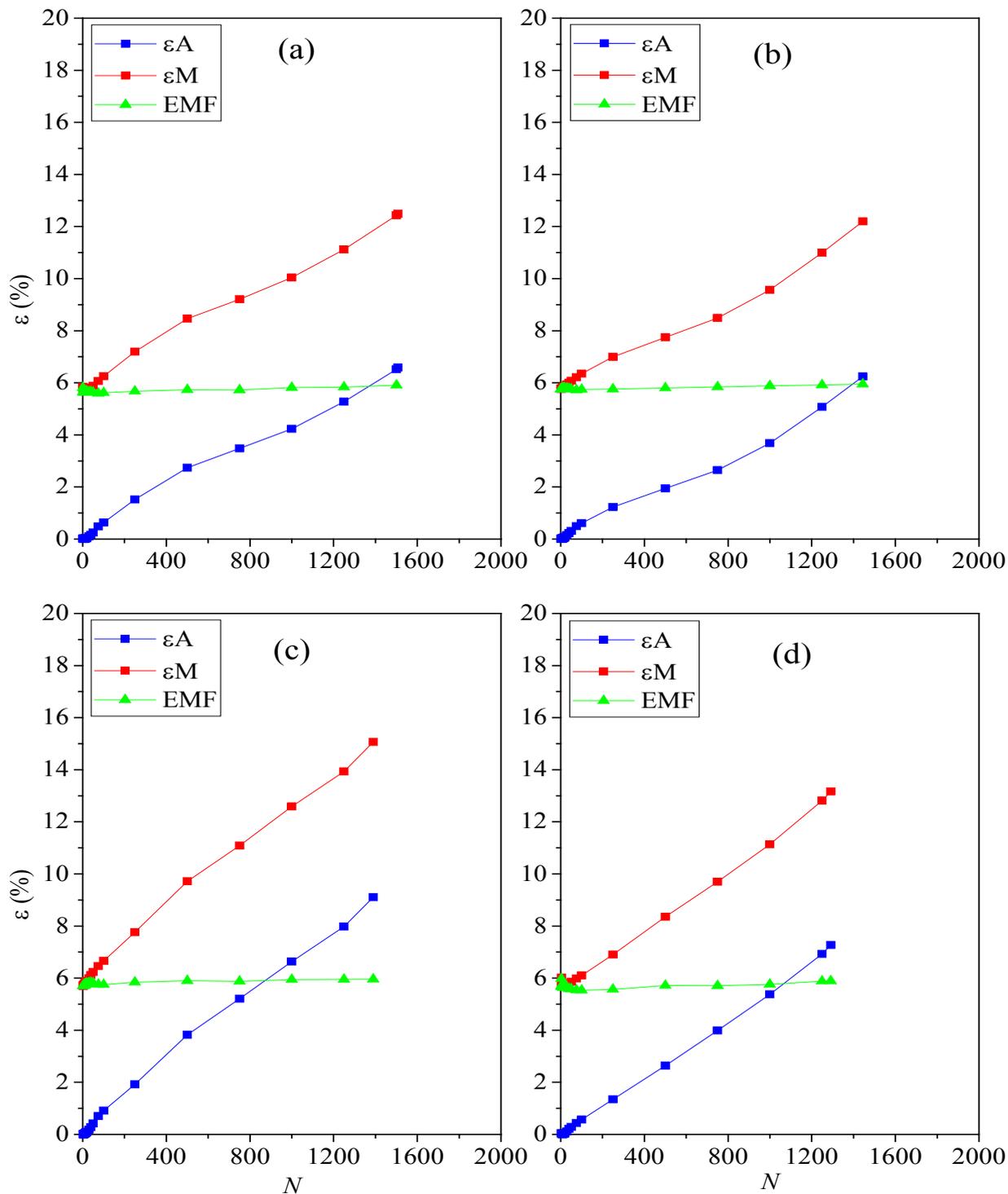


(d)

– Curva evolução das deformações, Série A, 200 MPa. (a) CP_NTCA13; (b) CP_NTCA14; (c) CP_NTCA15; (d) CP_NTCA16.

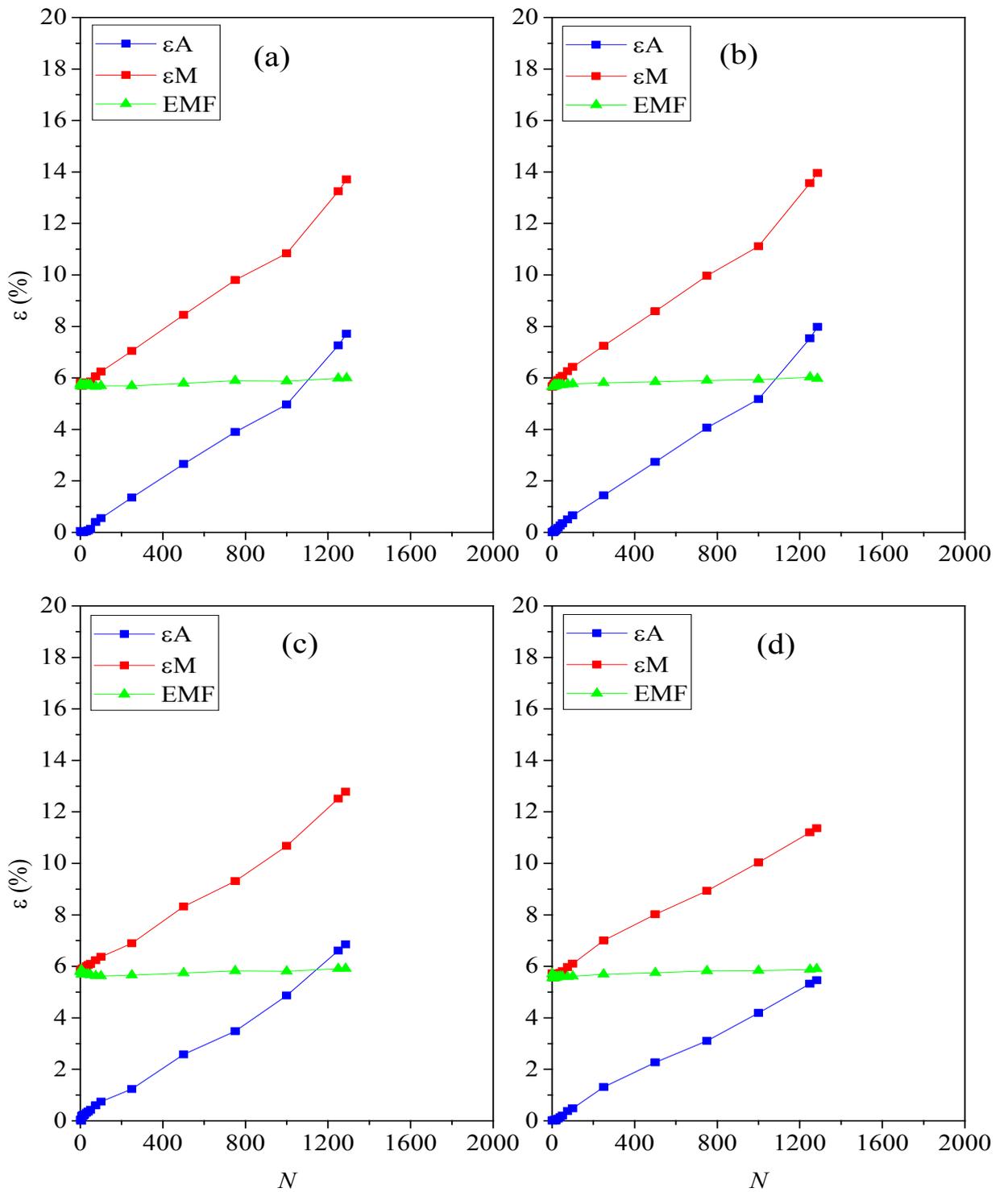
APÊNDICE B – Resultados dos Ensaios de Ciclagem Termomecânica – Série B

Série B, NTC: Tensão nominal 125 MPa



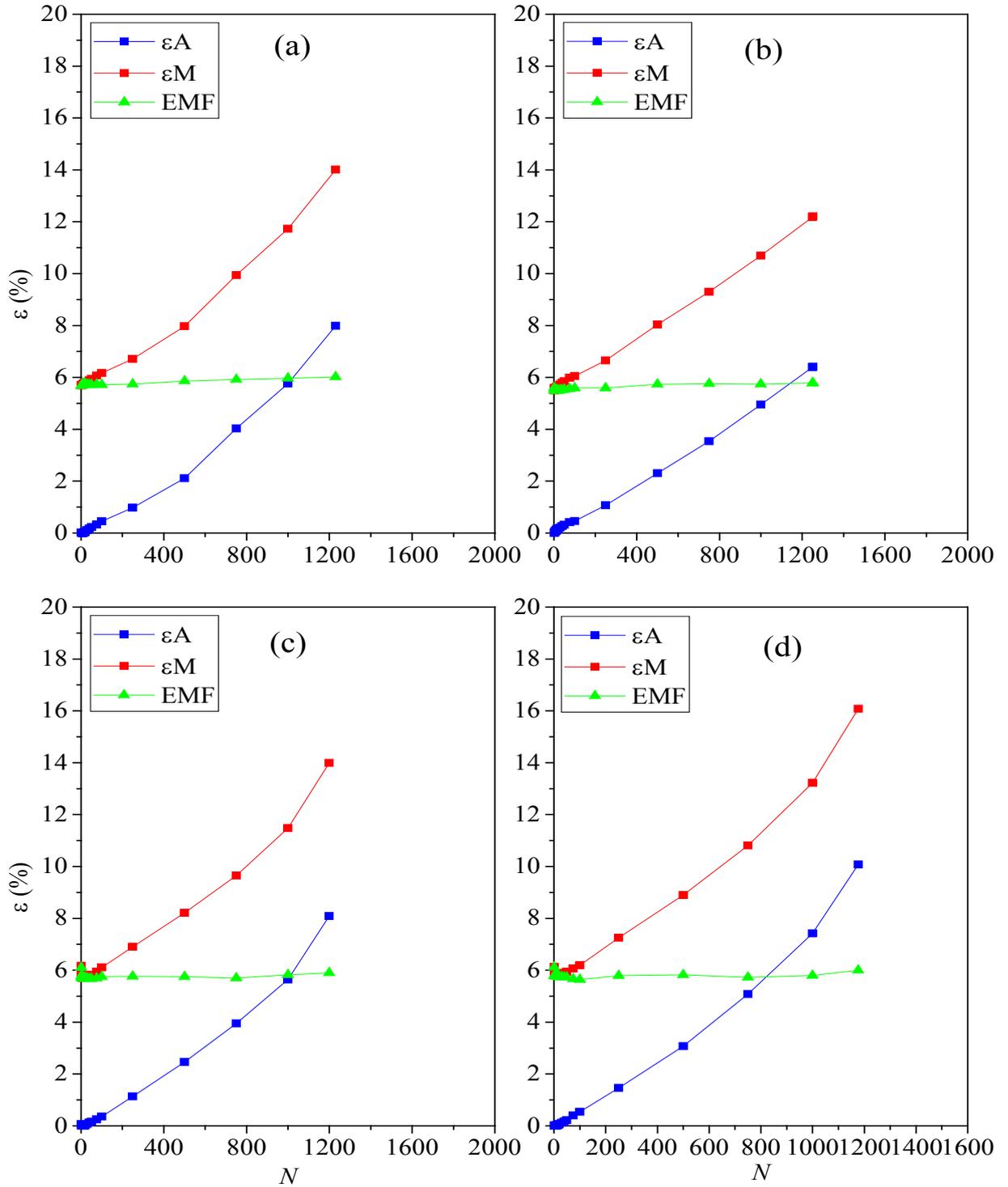
– Curva evolução das deformações, Série B, 125 MPa. (a) CP_NTCB1; (b) CP_NTCB2; (c) CP_NTCB3; (d) CP_NTCB4.

Série B, NTC: Tensão nominal 150 MPa



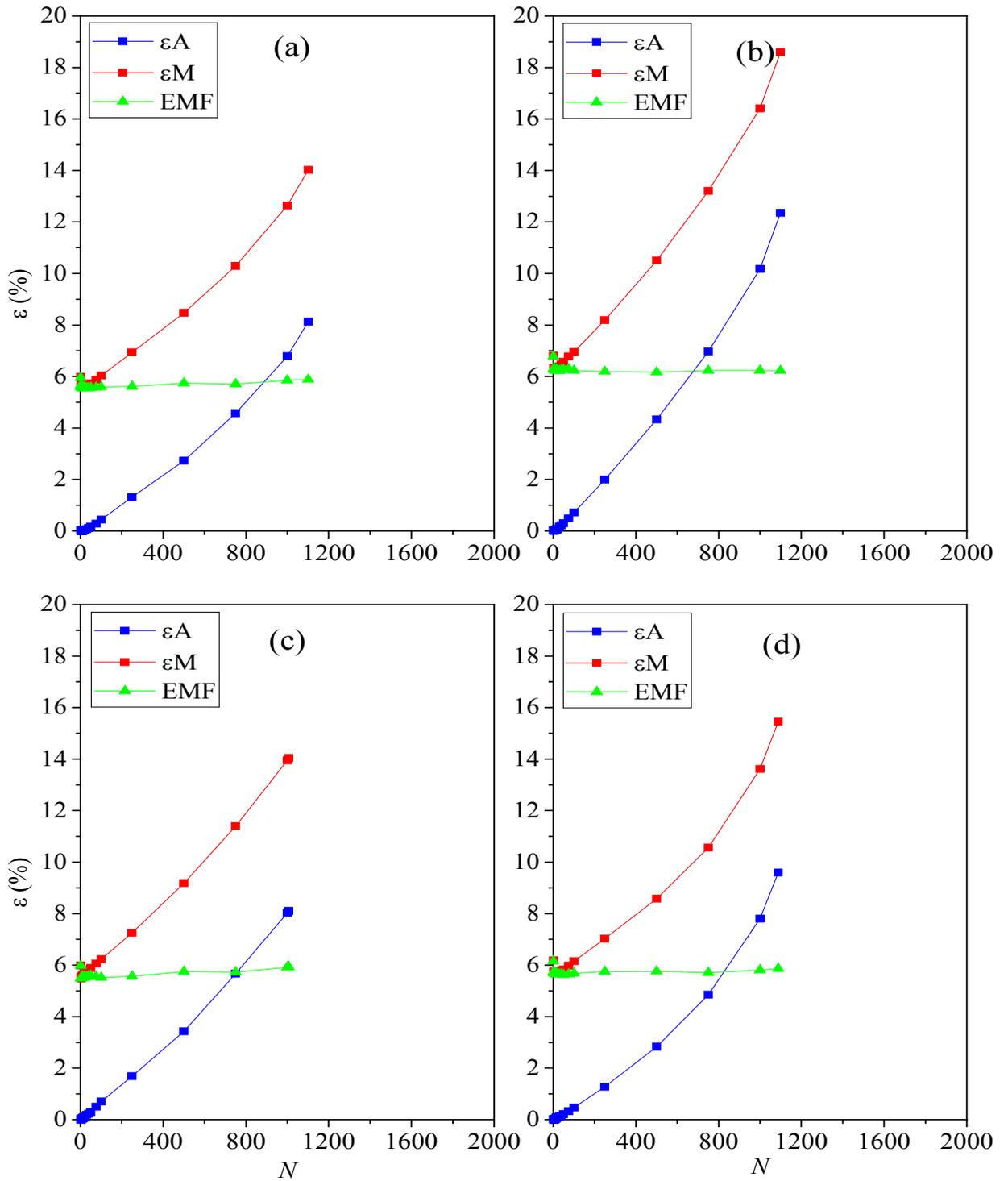
– Curva evolução das deformações, Série B, 150 MPa. (a) CP_NTCB5; (b) CP_NTCB6; (c) CP_NTCB7; (d) CP_NTCB8.

Série B, NTC: Tensão nominal 175 MPa



– Curva evolução das deformações, Série B, 175 MPa. (a) CP_NTCB9; (b) CP_NTCB10; (c) CP_NTCB11; (d) CP_NTCB12.

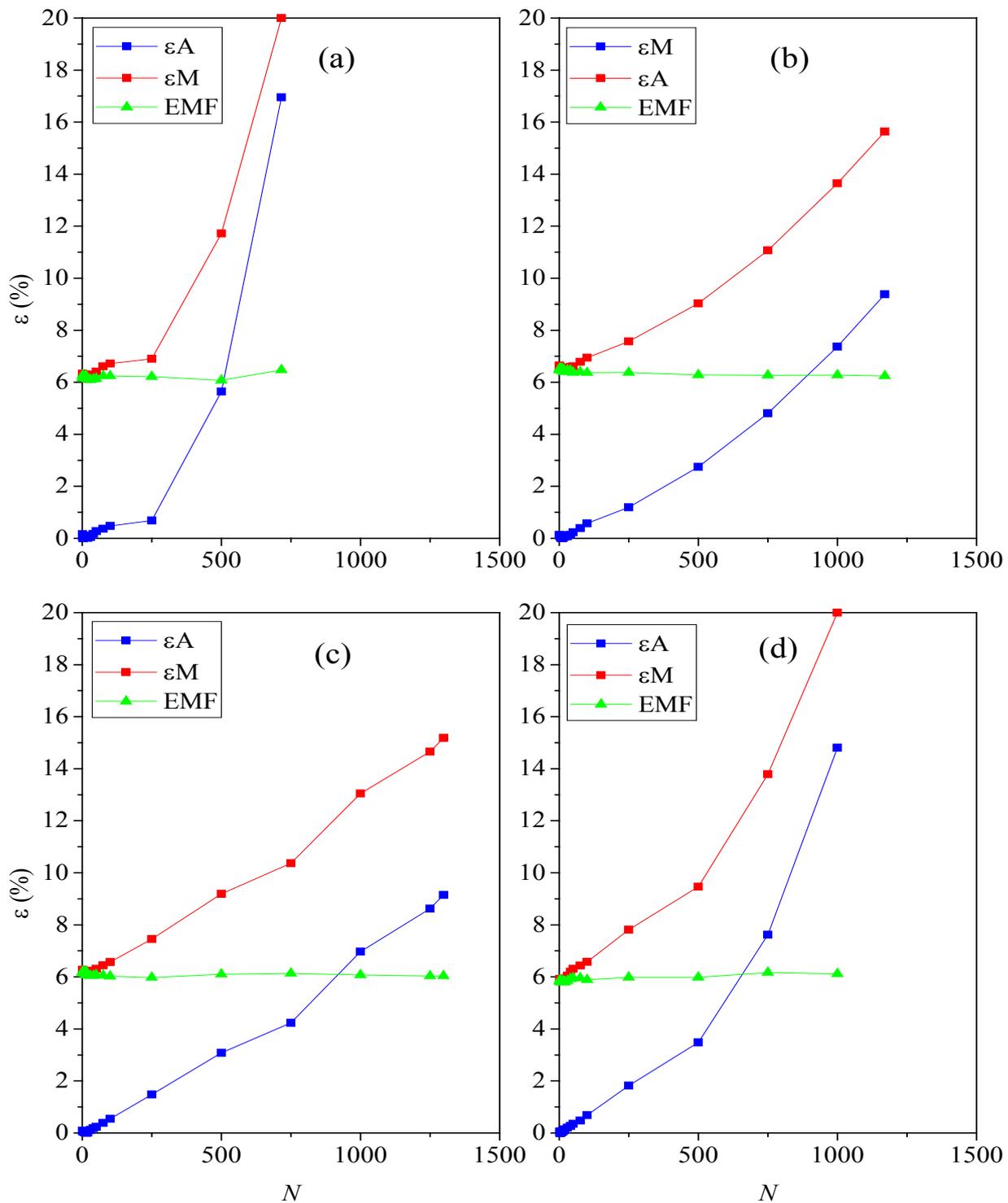
Série B, NTC: Tensão nominal 200 MPa



– Curva evolução das deformações, Série B, 200 MPa. (a) CP_NTCB13; (b) CP_NTCB14; (c) CP_NTCB15; (d) CP_NTCB16.

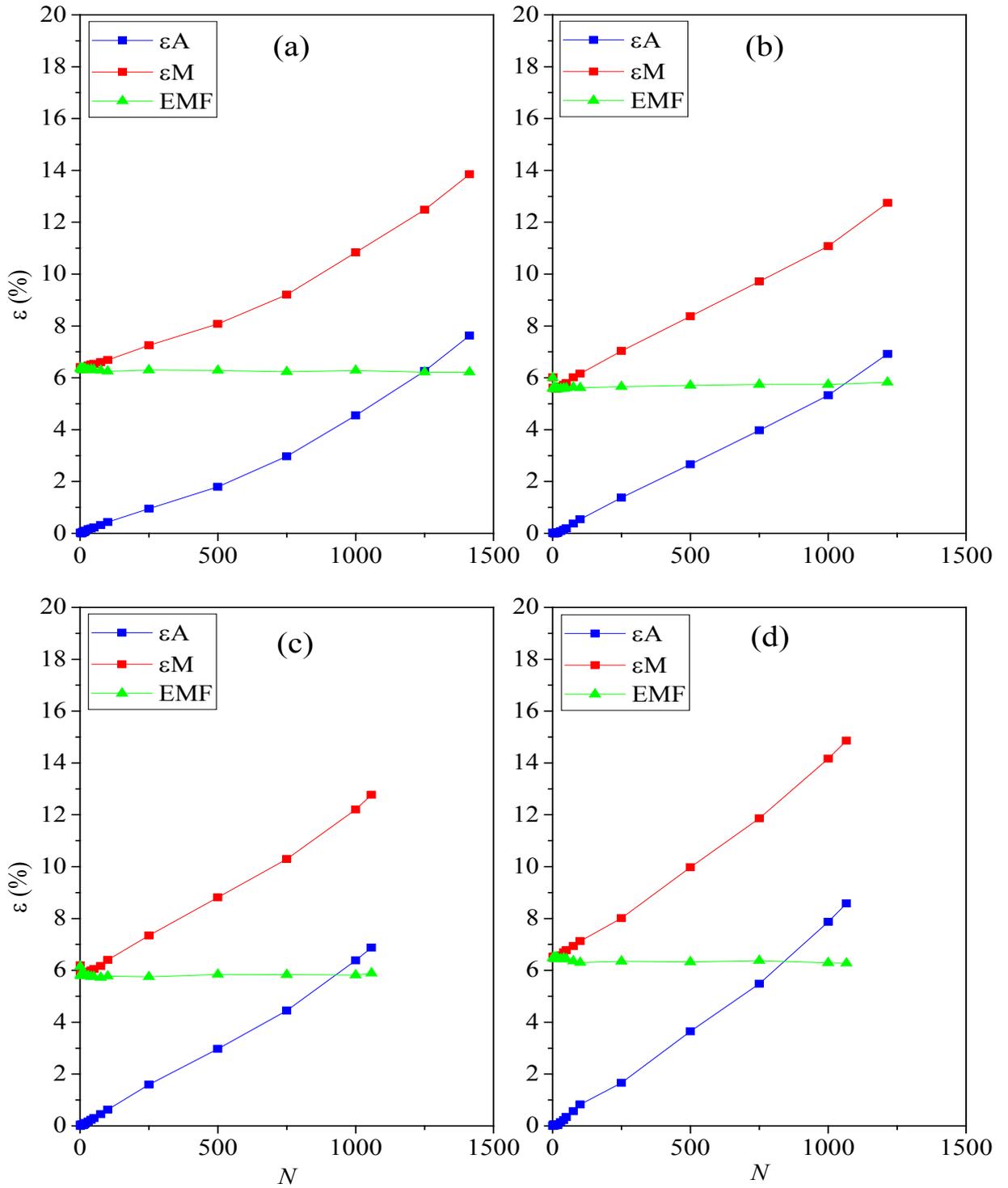
APÊNDICE C – Resultados dos Ensaios de Ciclagem Termomecânica – Série C

Série C, TC6: Tensão nominal 125 MPa



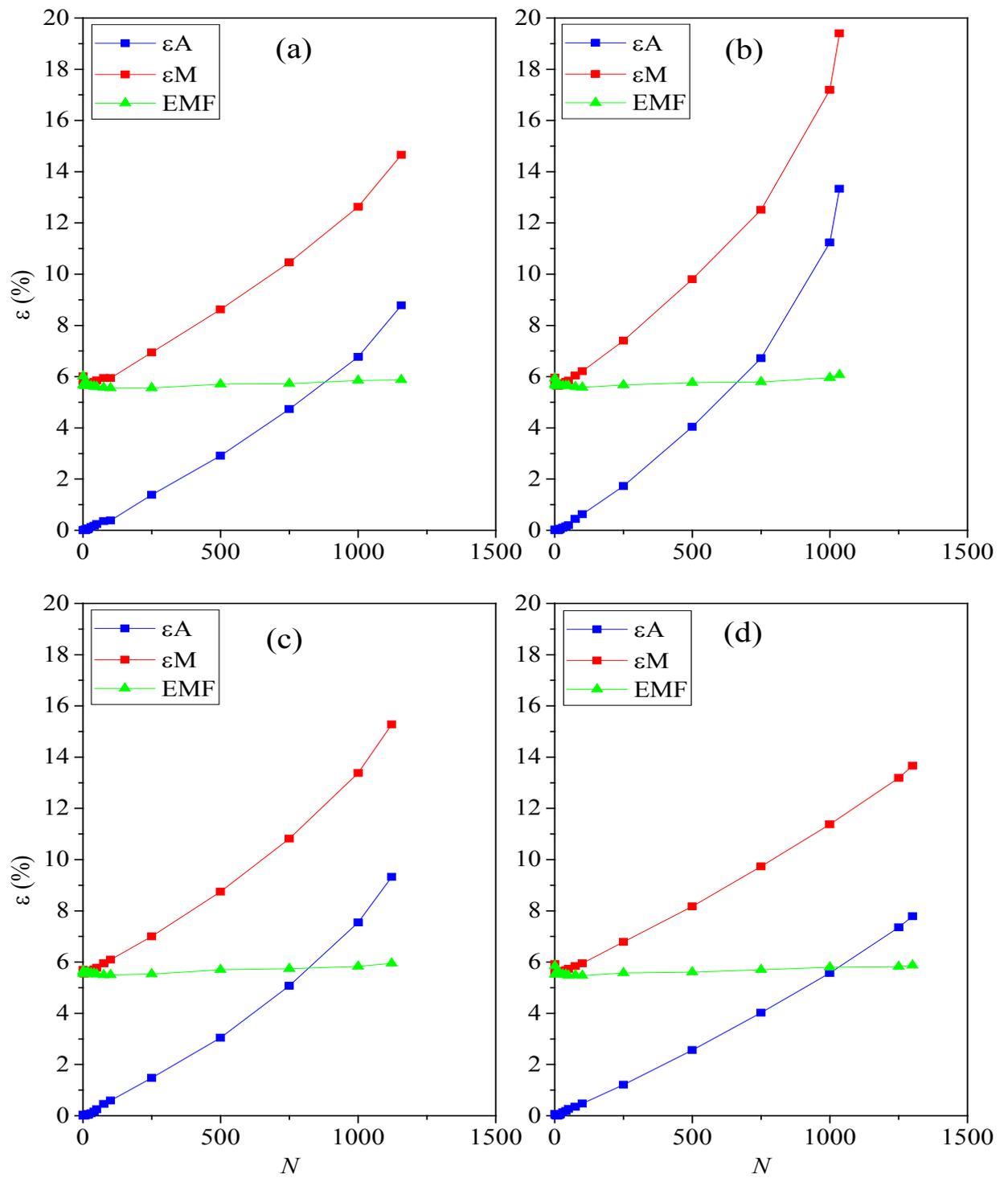
– Curva evolução das deformações, Série C, TC6, 125 MPa. (a) ensaio C1; (b) ensaio C2; (c) ensaio C3; (d) ensaio C4.

Série C, TC12: Tensão nominal 125 MPa



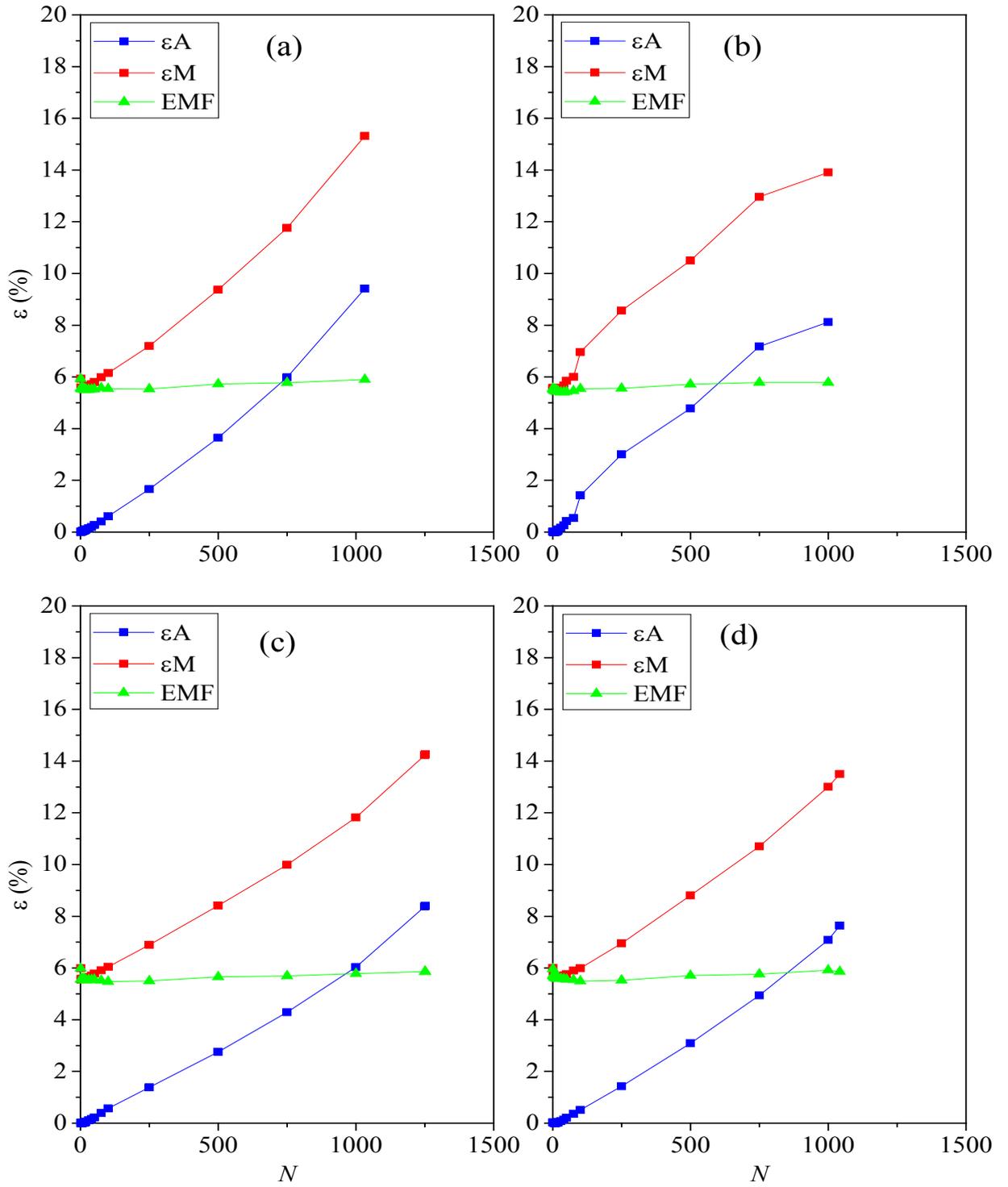
– Curva evolução das deformações, Série C, TC12, 125 MPa. (a) ensaio C5; (b) ensaio C6; (c) ensaio C7; (d) ensaio C8.

Série C, TC24: Tensão nominal 125 MPa



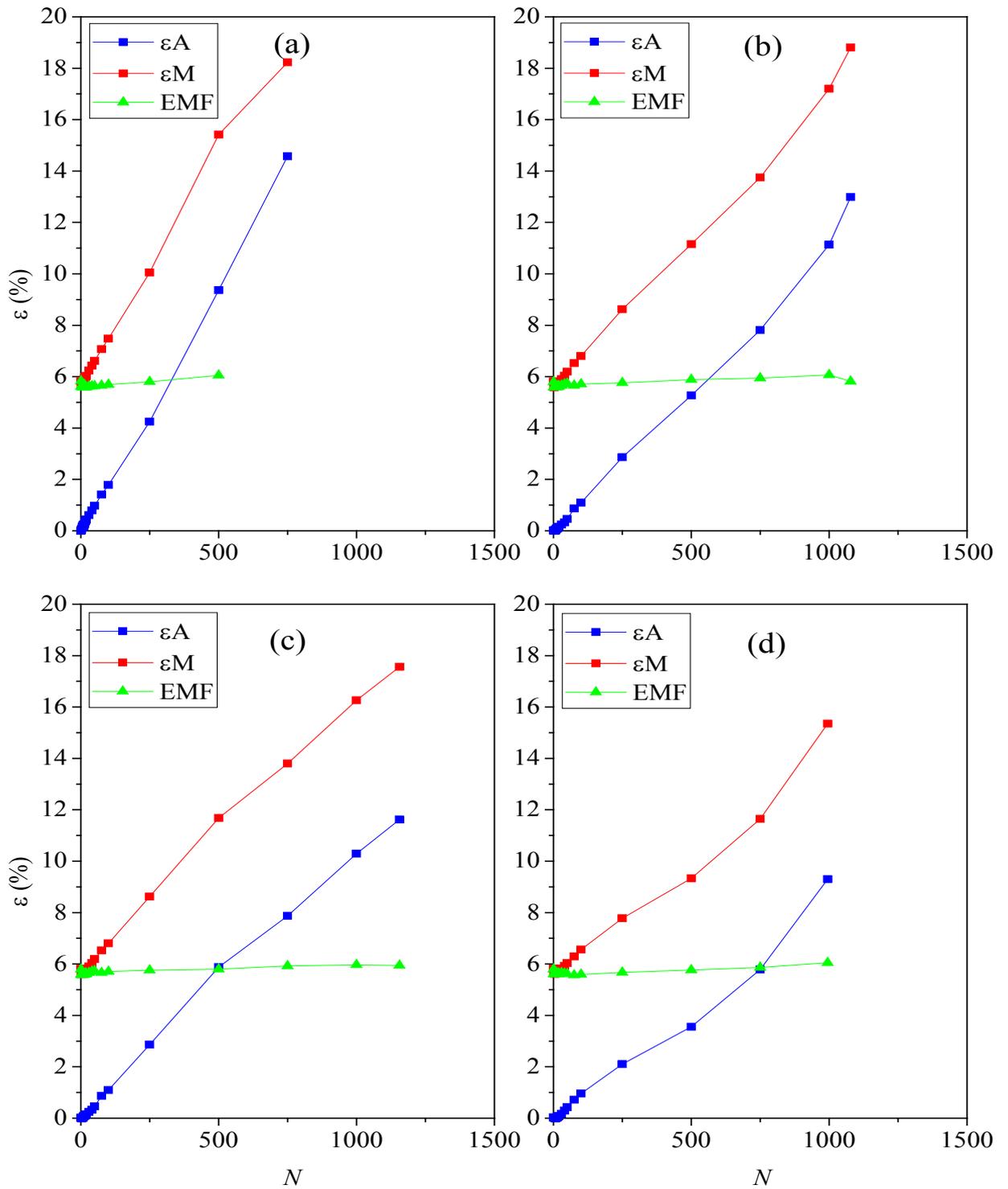
– Curva evolução das deformações, Série C, TC24, 125 MPa. (a) ensaio C9; (b) ensaio C10; (c) ensaio C11; (d) ensaio C12.

Série C, TC36: Tensão nominal 125 MPa



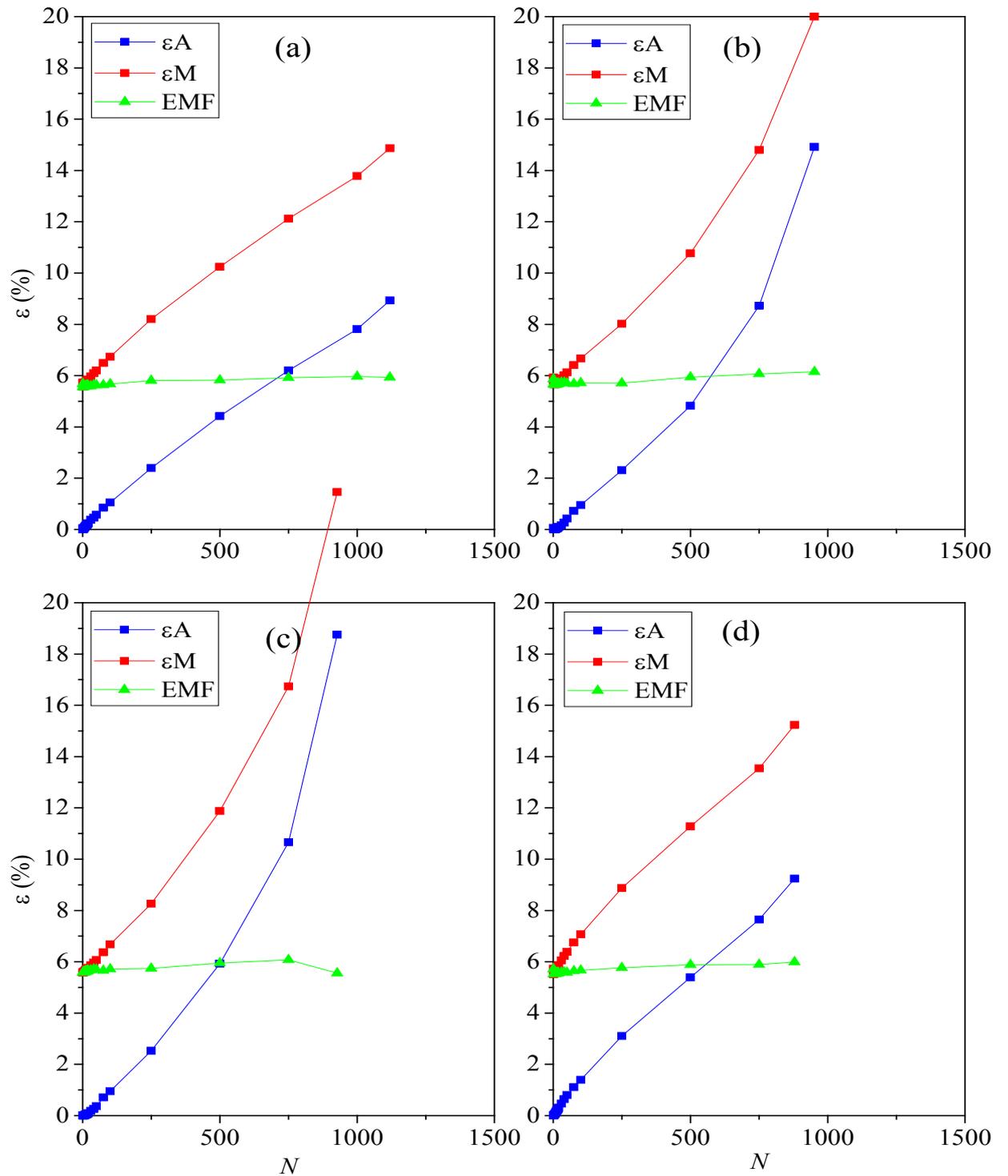
– Curva evolução das deformações, Série C, TC36, 125 MPa. (a) ensaio C13; (b) ensaio C14; (c) ensaio C15; (d) ensaio C16.

Série C, TC6: Tensão nominal 150 MPa



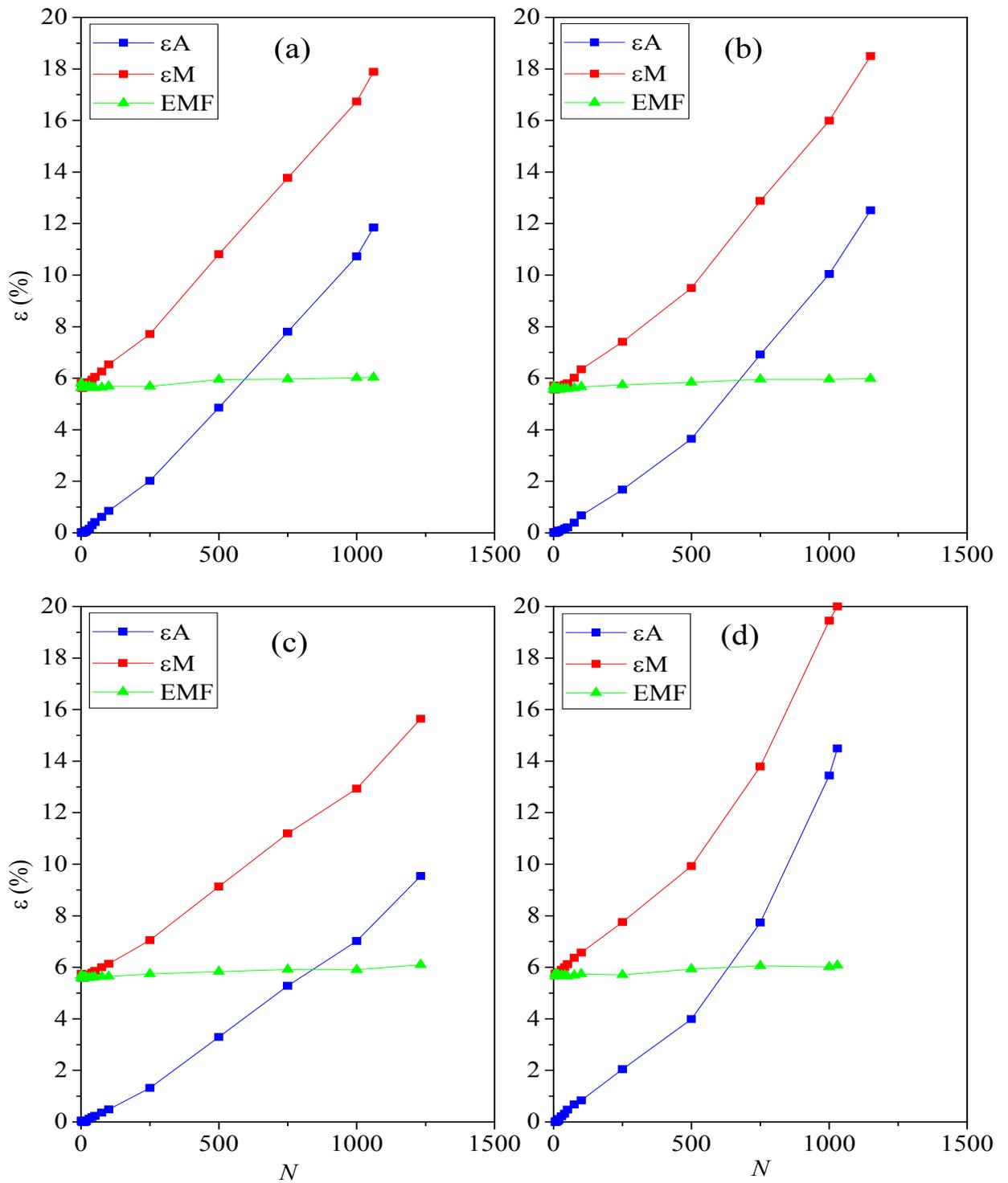
– Curva evolução das deformações, Série C, TC6, 150 MPa. (a) ensaio C17; (b) ensaio C18; (c) ensaio C19; (d) ensaio C20.

Série C, TC12: Tensão nominal 150 MPa



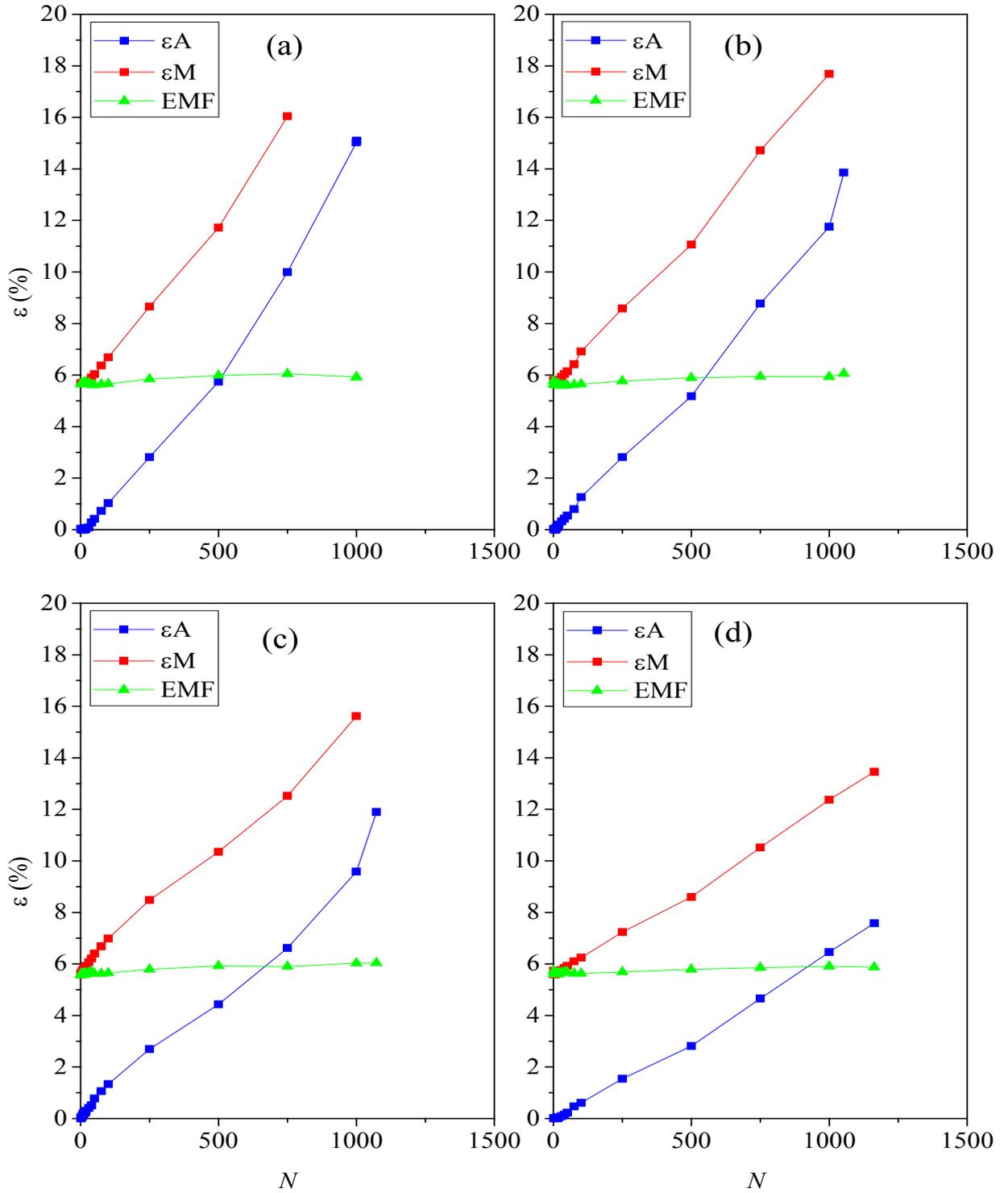
– Curva evolução das deformações, Série C, TC12, 150 MPa. (a) ensaio C13; (b) ensaio C14; (c) ensaio C15; (d) ensaio C16.

Série C, TC24: Tensão nominal 150 MPa



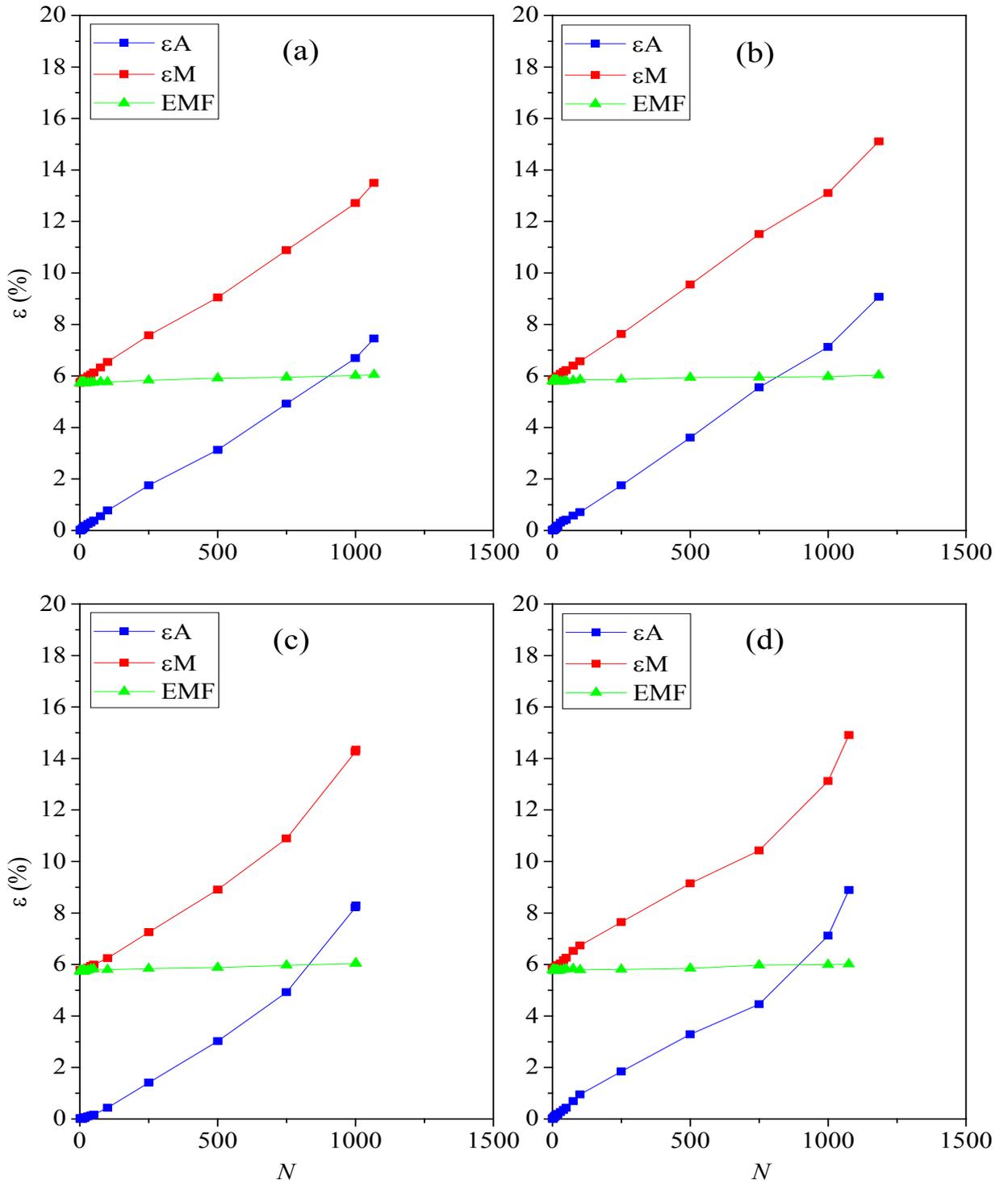
– Curva evolução das deformações, Série C, TC24, 150 MPa. (a) ensaio C13; (b) ensaio C14; (c) ensaio C15; (d) ensaio C16.

Série C, TC36: Tensão nominal 150 MPa



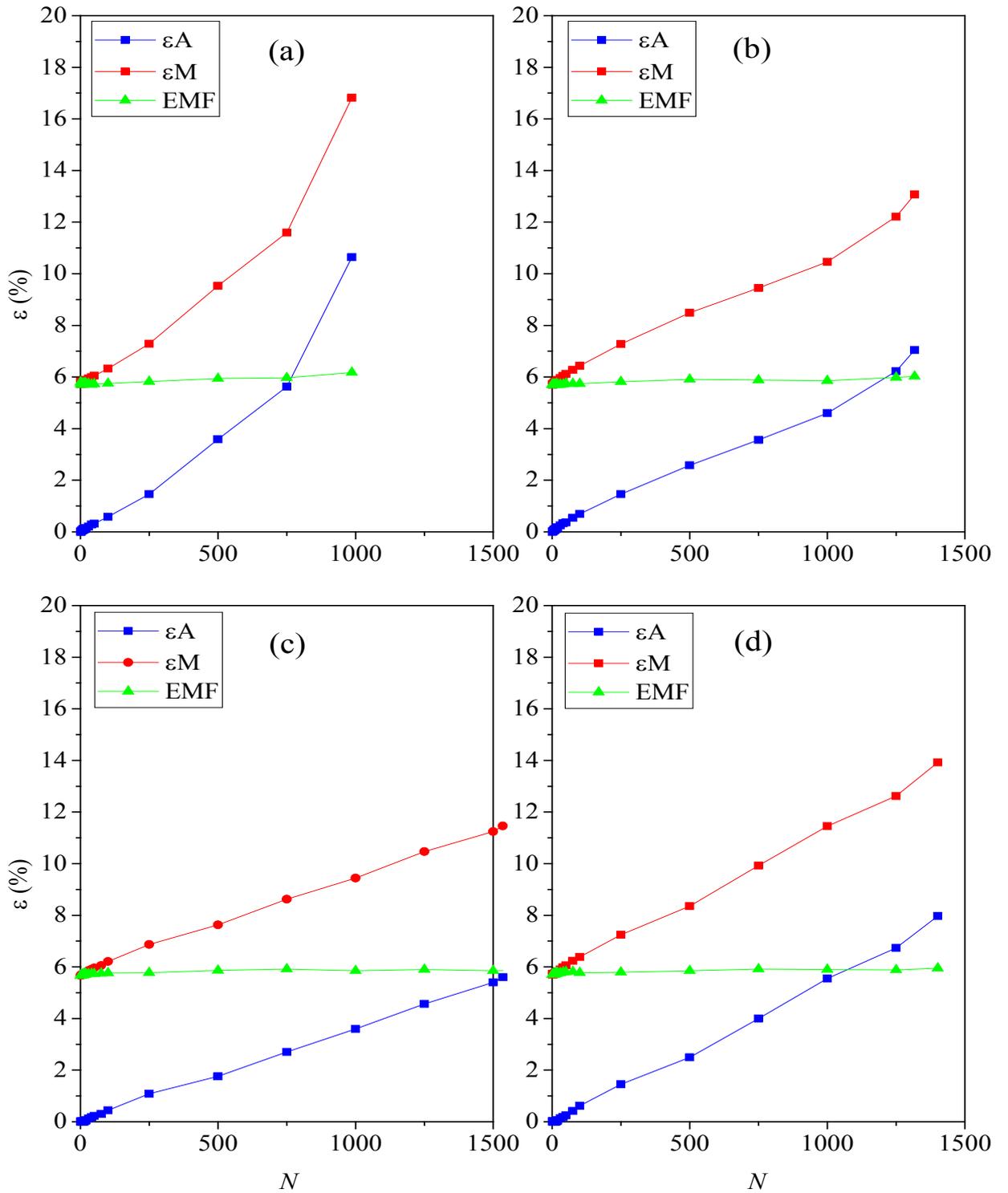
– Curva evolução das deformações, Série C, TC36, 150 MPa. (a) ensaio C13; (b) ensaio C14; (c) ensaio C15; (d) ensaio C16.

Série C, TC6: Tensão nominal 175 MPa



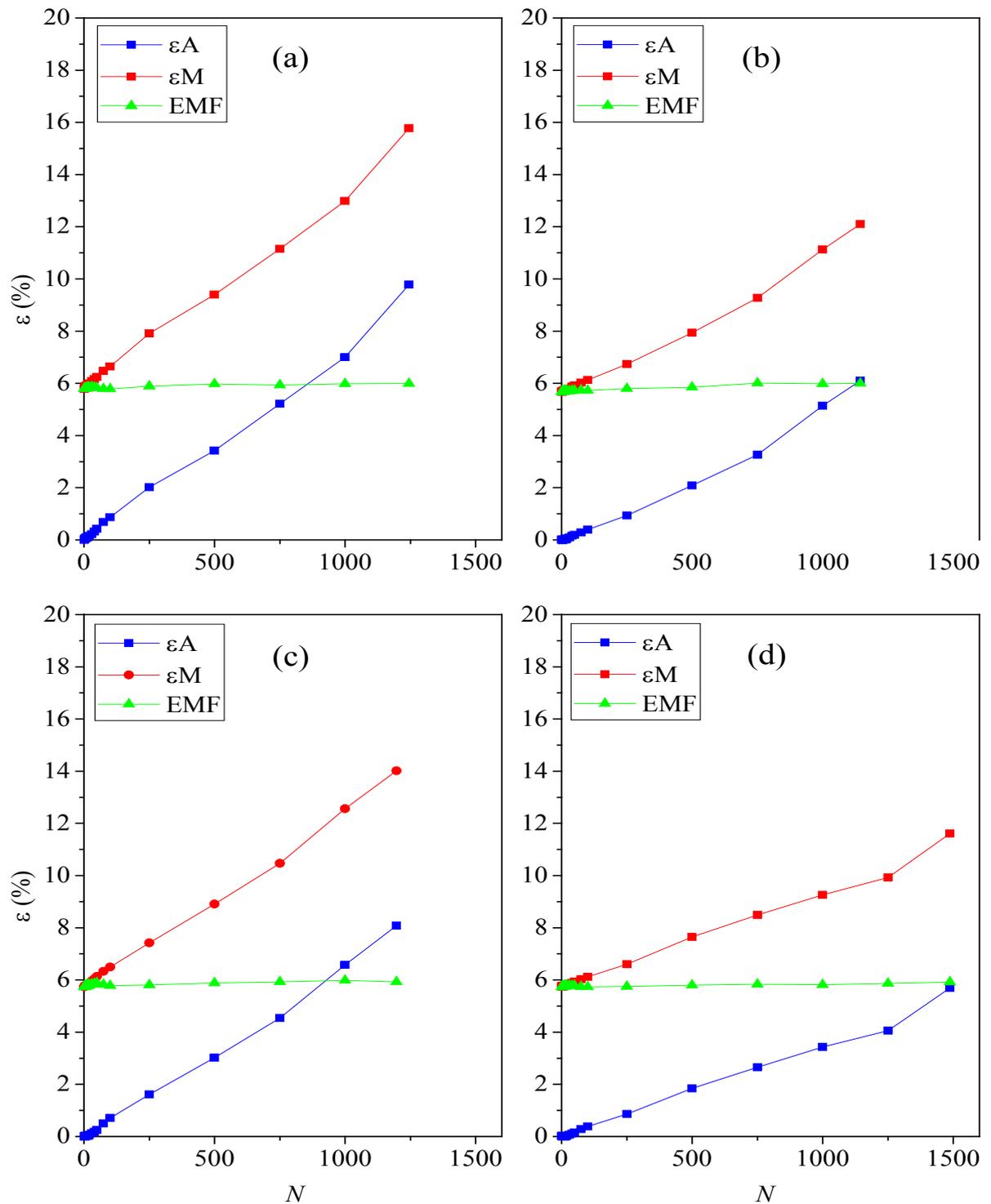
– Curva evolução das deformações, Série C, TC6, 175 MPa. (a) ensaio C13; (b) ensaio C14; (c) ensaio C15; (d) ensaio C16.

Série C, TC12: Tensão nominal 175 MPa



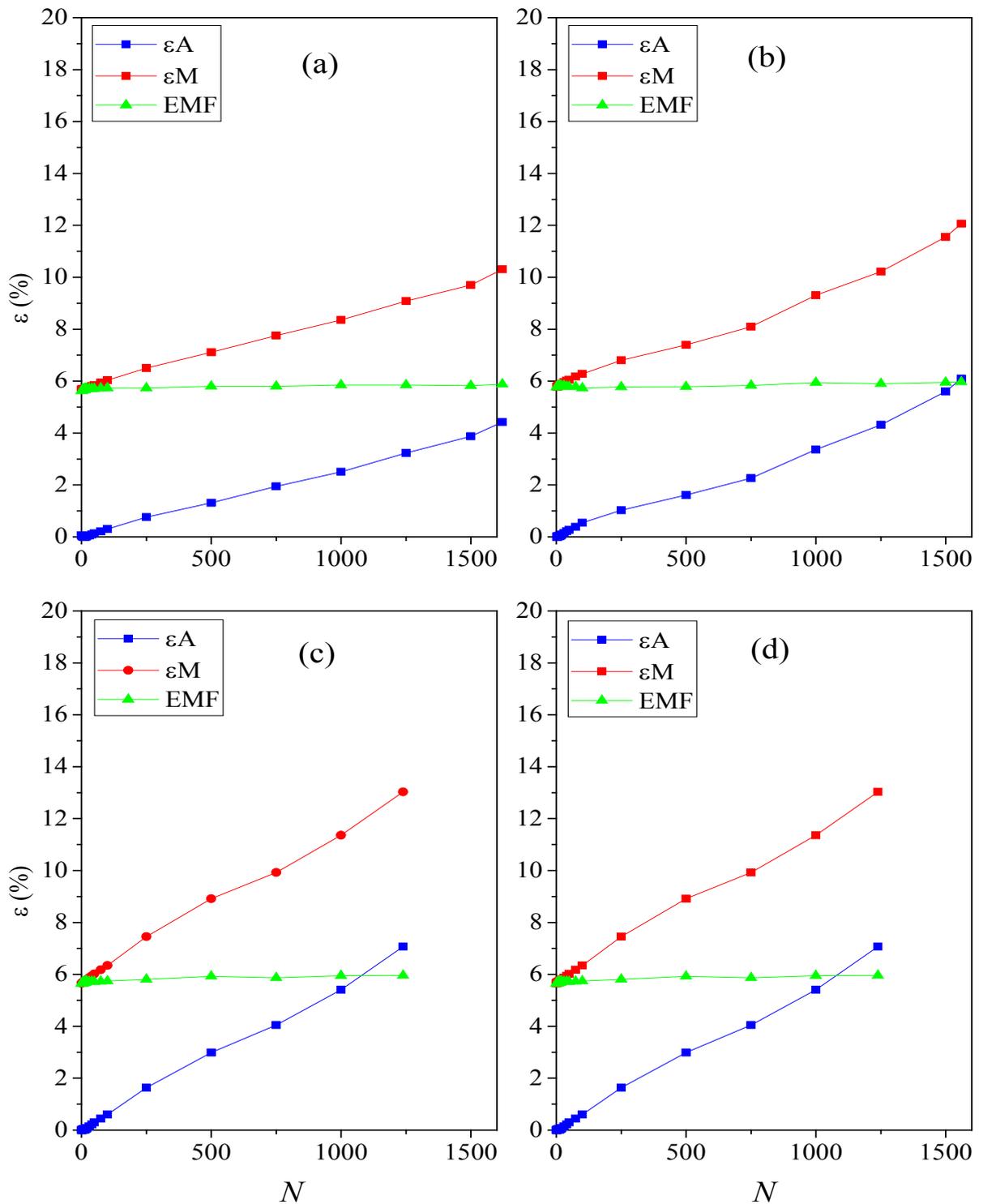
– Curva evolução das deformações, Série C, TC12, 175 MPa. (a) ensaio C13; (b) ensaio C14; (c) ensaio C15; (d) ensaio C16.

Série C, TC24: Tensão nominal 175 MPa



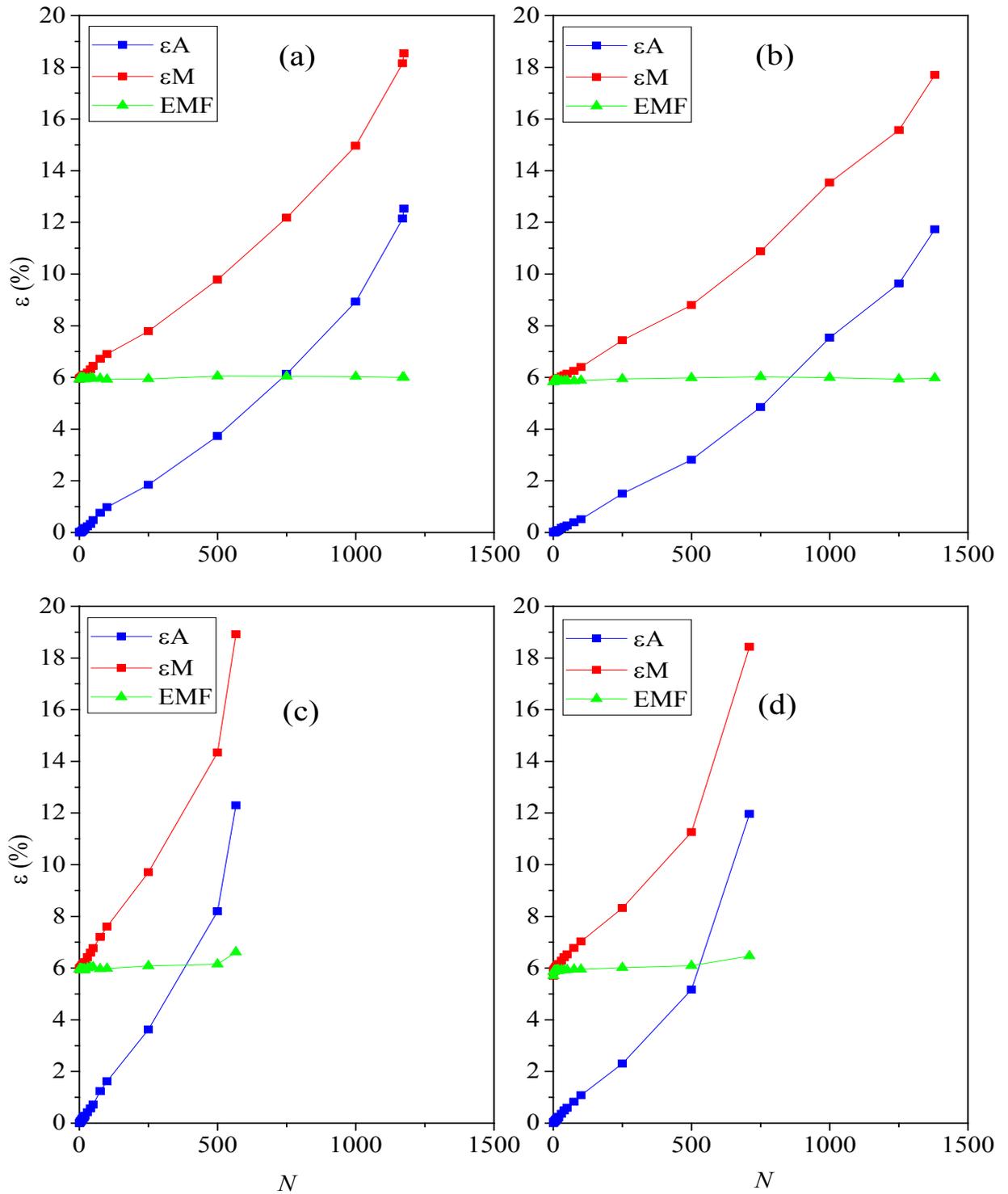
– Curva evolução das deformações, Série C, TC24, 175 MPa. (a) ensaio C13; (b) ensaio C14; (c) ensaio C15; (d) ensaio C16.

Série C, TC36: Tensão nominal 175 MPa



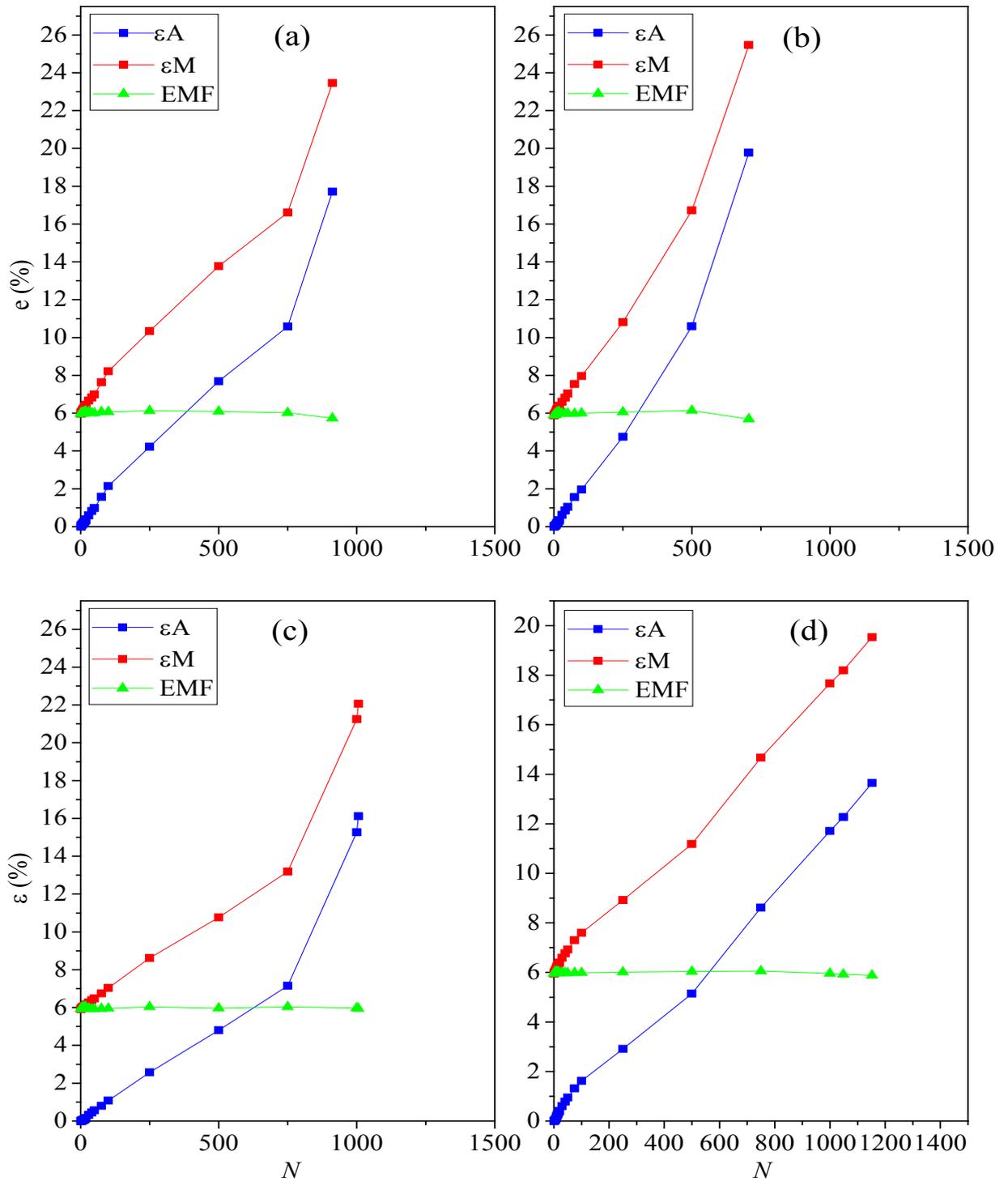
– Curva evolução das deformações, Série C, TC36, 175 MPa. (a) ensaio C13; (b) ensaio C14; (c) ensaio C15; (d) ensaio C16.

Série C, TC6: Tensão nominal 200 MPa



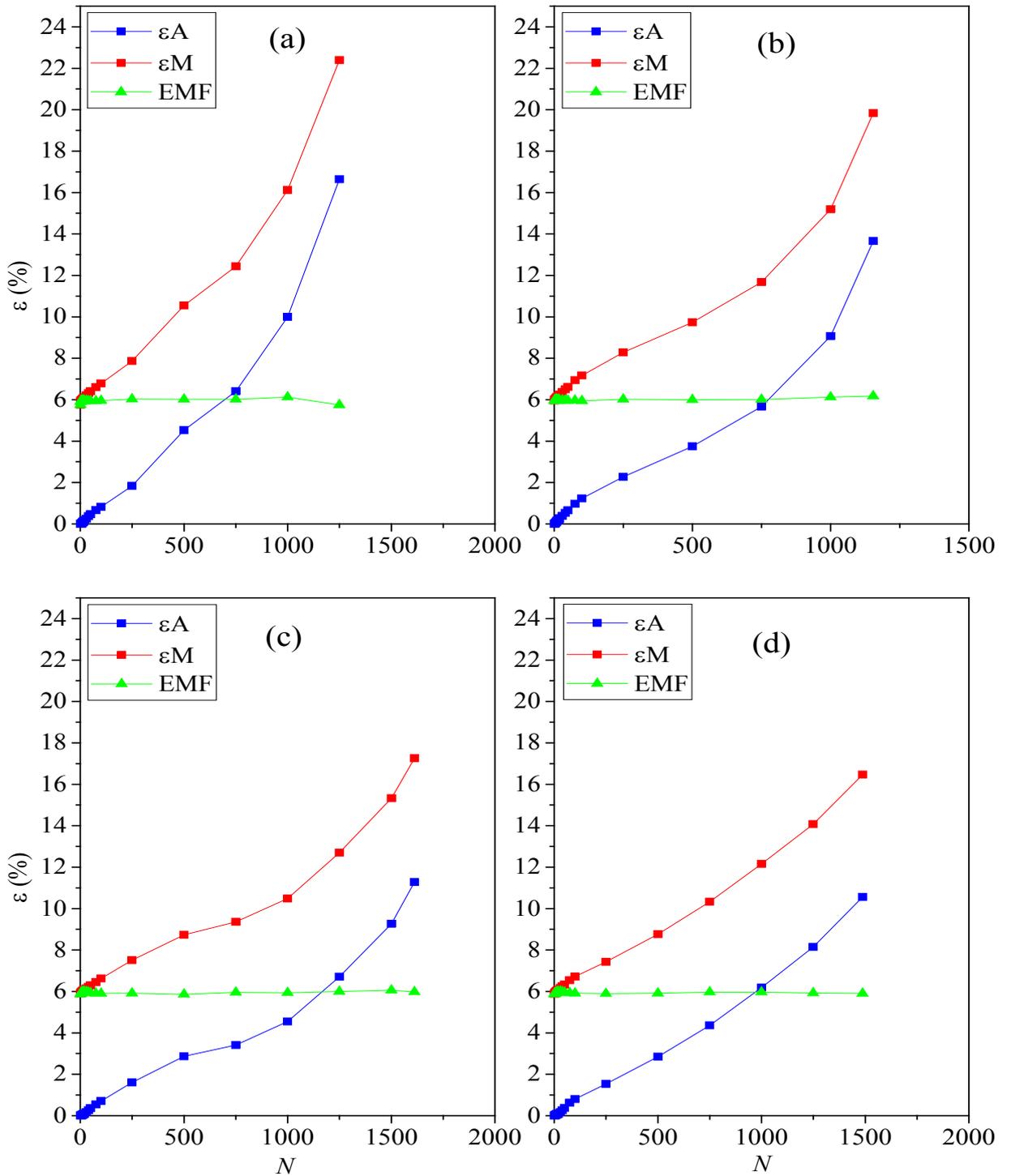
– Curva evolução das deformações, Série C, TC6, 200 MPa. (a) ensaio C1; (b) ensaio C2; (c) ensaio C3; (d) ensaio C4.

Série C, TC12: Tensão nominal 200 MPa



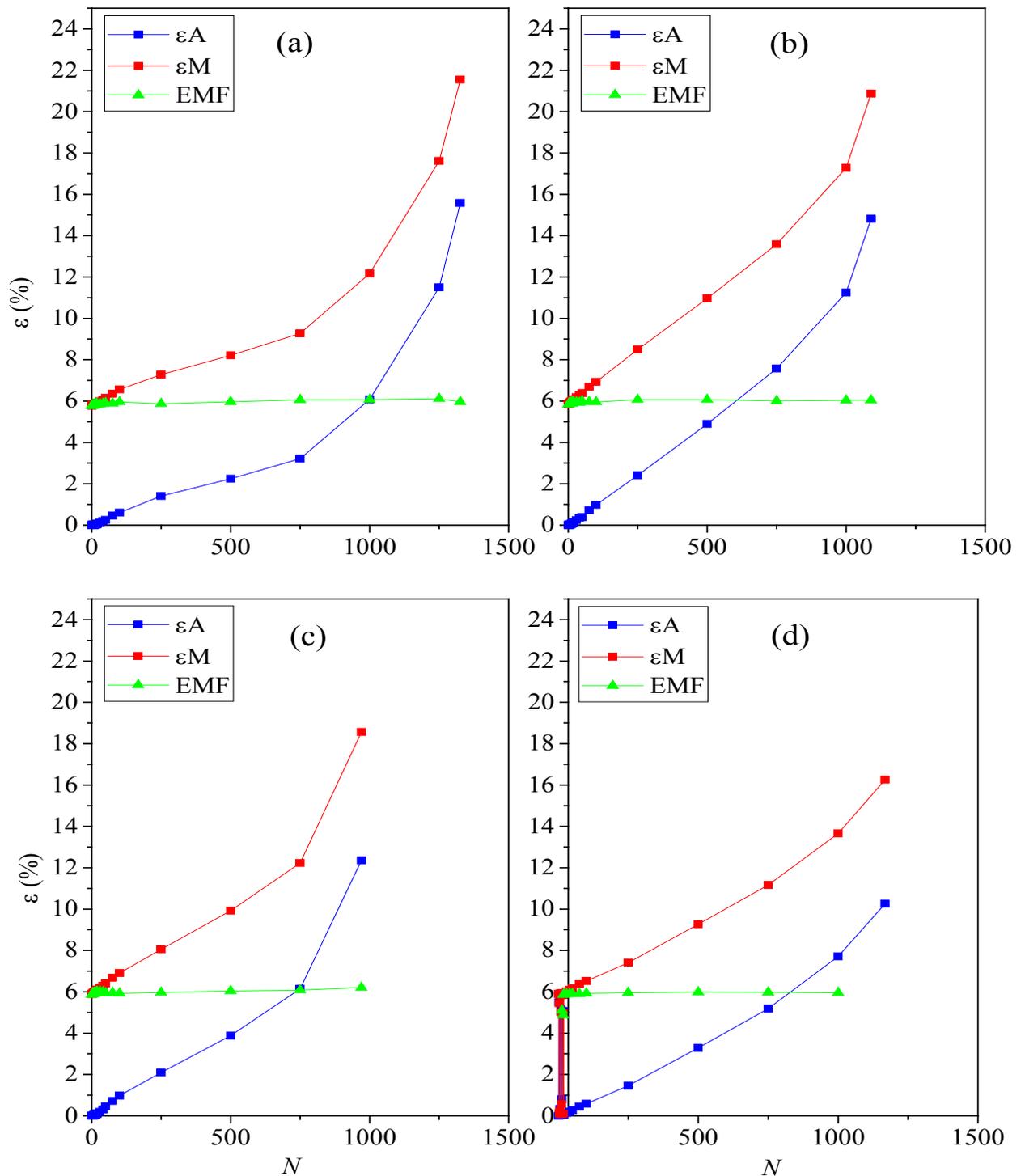
– Curva evolução das deformações, Série C, TC12, 200 MPa. (a) ensaio C5; (b) ensaio C6; (c) ensaio C7; (d) ensaio C8.

Série C, TC24: Tensão nominal 200 MPa



– Curva evolução das deformações, Série C, TC24, 200 MPa. (a) ensaio C9; (b) ensaio C10; (c) ensaio C11; (d) ensaio C12.

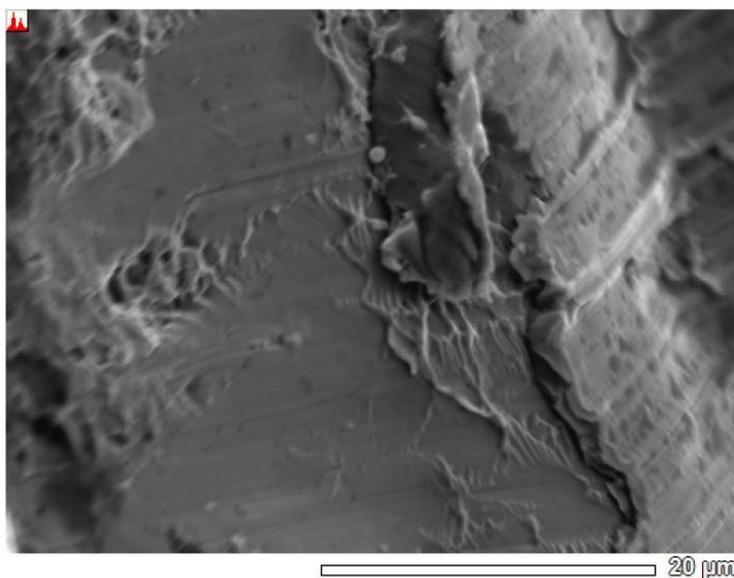
Série C, TC36: Tensão nominal 200 MPa



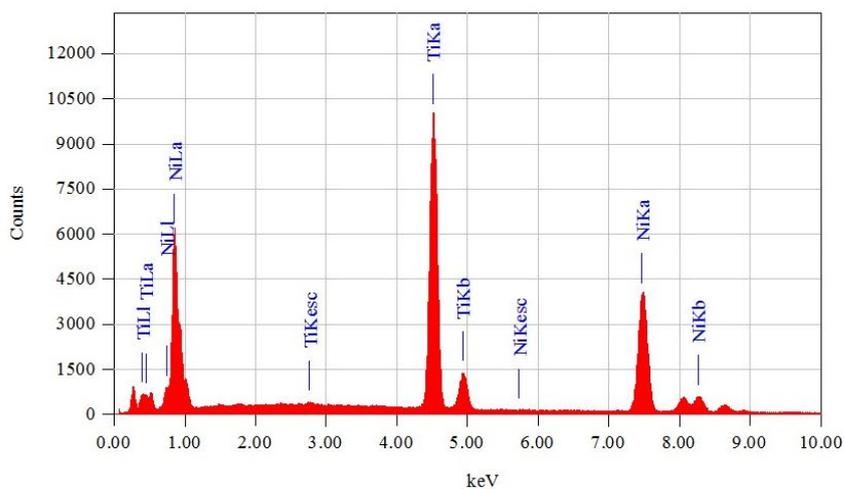
– Curva evolução das deformações, Série C, TC36, 200 MPa. (a) ensaio C13; (b) ensaio C14; (c) ensaio C15; (d) ensaio C16.

APÊNDICE D - Microanálise – Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)

Lab 1/1



Title : IMG1
 Instrument : 7100F
 Volt : 20,00 kV
 Mag. : x 2,700
 Date : 2019/09/19
 Pixel : 1024 x 768



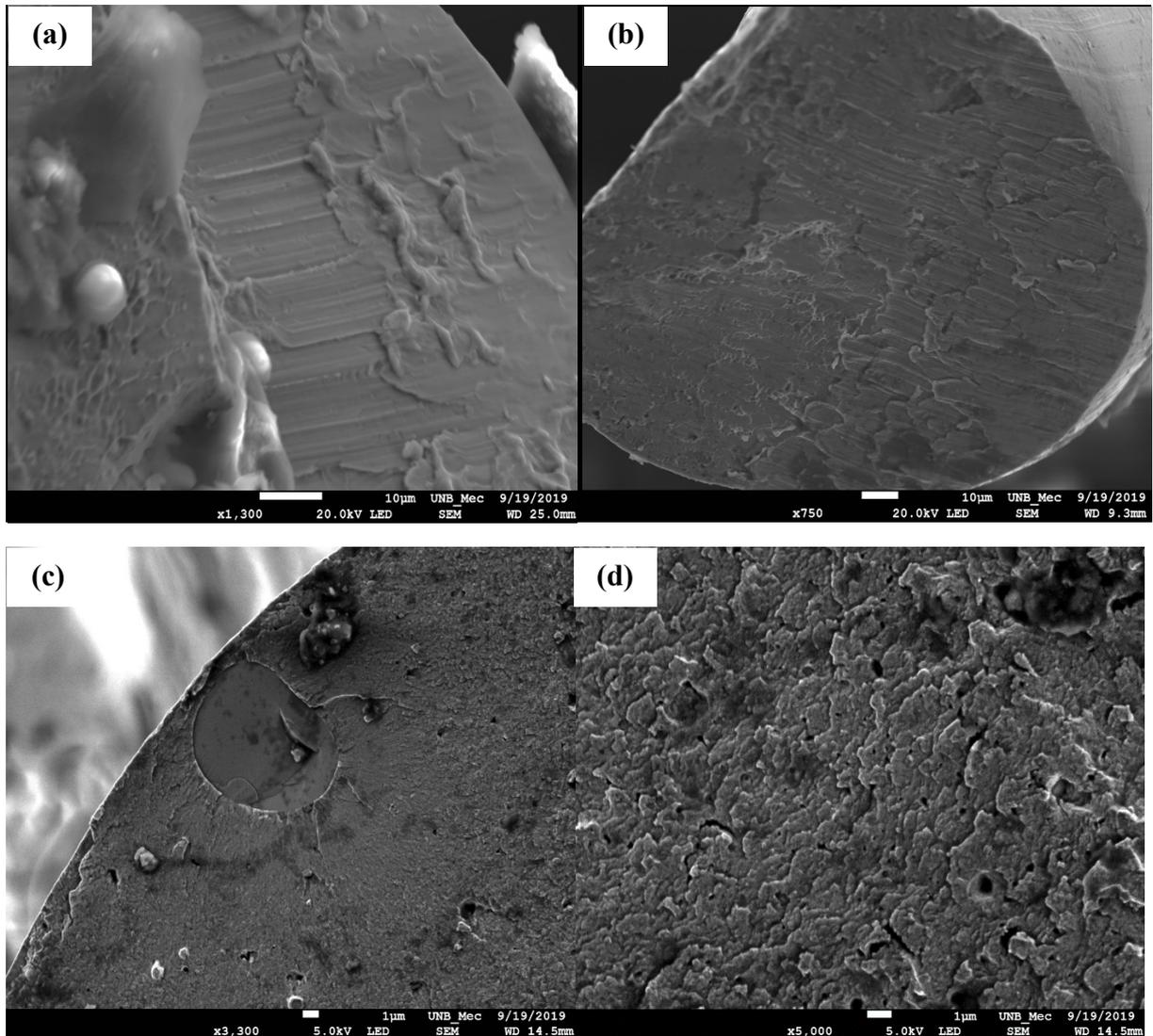
Acquisition Parameter
 Instrument : 7100F
 Acc. Voltage : 20.0 kV
 Probe Current: 1.00000 nA
 PHA mode : T2
 Real Time : 53.62 sec
 Live Time : 50.00 sec
 Dead Time : 6 %
 Counting Rate: 11841 cps
 Energy Range : 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.0934

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
Ti K	4.508	45.16	0.20	50.23				45.5121
Ni K	7.471	54.84	0.35	49.77				54.4879
Total		100.00		100.00				

APÊNDICE E -Micrografias



-Microscopia eletrônica de varredura (MEV): (a) tratamento 6 horas, (b) tratamento 12 horas, (c) seção fraturada do CP a 150 MPa e (d) seção fraturada do CP a 200 MPa.