



# **PROJETO DE GRADUAÇÃO**

**EFEITO DA TEMPERATURA DE ENVELHECIMENTO  
SOBRE A MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES  
MECÂNICAS DE UM LIGA NiTi PSEUDOELÁSTICA**

Por,

**Paulo Herrera**

Brasília, 17 de Dezembro de 2013.

**UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA**

FACULDADE DE TECNOLOGIA

DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA

UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA

## PROJETO DE GRADUAÇÃO

# EFEITO DA TEMPERATURA DE ENVELHECIMENTO SOBRE A MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES MECÂNICAS DE UM LIGA NiTi PSEUDOELÁSTICA

POR,

**Paulo Herrera**

Relatório submetido como requisito parcial para obtenção  
do grau de Engenheiro Mecânico.

### **Banca Examinadora**

Prof. Palloma Vieira Muterlle, UnB/ ENM (Orientador)

\_\_\_\_\_

Prof. Edson Paulo Silva, UnB/ENM

\_\_\_\_\_

Prof. Emmanuel Pacheco Rocha Lima, UnB

\_\_\_\_\_

Brasília, 17 de Dezembro de 2013.

---

## RESUMO

O objetivo deste estudo é verificar a influência das temperaturas de envelhecimento sobre as propriedades mecânicas de uma liga de NiTi pseudoelástica com 56,5% de Ni, bem como a influência destes tratamentos nas fases presentes e microestrutura da liga. Para caracterizar a liga de estudo no estado como recebido e após envelhecimento a 350°C, 450°C, 550°C e 600°C, os seguintes ensaios foram realizados: análise microestrutural, microscopia eletrônica de varredura (MEV), calorimetria diferencial de varredura (DSC), medição do módulo de elasticidade e amortecimento interno.

Dos resultados obtidos observou-se que a amostra T350 (envelhecida a 350°C ) apresentou uma fase intermediária, uma elevada dureza (36,8 HRC) e um baixo módulo de elasticidade quando comparado com as outras amostras. No entanto, a amostra T600 não possui fase intermediária em suas transformações de fases e possui menor dureza e maior módulo de elasticidade que a amostra em estado como recebido.

---

## ABSTRACT

The main ambition of this study is to verify the influence of aging temperatures on the mechanical properties of a NiTi pseudoelastic alloy with 56,5% of Ni, as well as the influence of the aforesaid heat treatments on the temperatures of the transformation phases and in the microstructure. To characterize the study in the as received state alloy and after ageing at 350° C 450° C, 550° C and 600° C, the following tests were performed: micro structural analysis, scanning electron microscopy (SEM), differential scanning calorimetry (DSC), measuring the elasticity module and internal damping. The results obtained showed that the sample T350 (aged at 350° C) presented a R phase, a high hardness (HRC 36.8) and a low modulus of elasticity when compared with the other samples. However, the sample T600 didn't had intermediate phase in their phase transformations and has less hardness and higher modulus of elasticity that the sample in a State as received.

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço primeiramente a Deus.

Agradeço também aos meus pais, Paulo e Stela, a minha irmã Isabella e toda a minha família que sempre esteve presente e me apoiou durante o tempo de trabalho.

Agradeço também a todos os meus amigos, Hugo, Brenno, Sarah, Christiane, Lucyanna, Eduard, Rodrigo, Luimar, Matheus, Danilo, Gabriel, Vicente, Henrique, Lucas e especialmente aos Barulhentos que estiveram presente na maior parte da minha vida acadêmica, dando bastante apoio e força.

Agradeço a minha orientadora Professora Palloma e ao Professor Edson, pela paciência, apoio e conhecimento compartilhado.

Ao CNPQ e a FINEP (processo 4) pelo apoio financeiro.

Sou muito grato a todos,

Paulo Herrera.

# SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO .....</b>	<b>1</b>
1.1	Contexto e Motivação.....	1
1.2	Objetivo.....	2
1.3	Metodologia.....	2
1.4	Apresentação .....	2
<b>2</b>	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....</b>	<b>3</b>
2.1	Histórico das Ligas com Memória de Forma .....	3
2.2	Ligas com Memória de Forma (LMF) .....	3
2.3	Ligas Ni-Ti .....	7
2.3.1	Fases Presentes .....	7
2.3.2	Tratamento Térmico .....	8
2.4	Calorimetria Diferencial de Varredura.....	10
<b>3</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>	<b>12</b>
3.1	Material Utilizado.....	12
3.2	Tratamento Térmico .....	12
3.3	Metalografia .....	13
3.4	Dureza Rockwell .....	13
3.5	Calorimetria Diferencial de Varredura.....	14
3.6	Fluorescência de Raios-X .....	15
3.7	Módulo de Elasticidade e Amortecimento (Sonelastic) .....	15
<b>4</b>	<b>RESULTADOS.....</b>	<b>16</b>
4.1	Fluorescência de Raios-X (FrX).....	16
4.2	Análise Microestrutural .....	16
4.3	Microscopia .....	19
4.4	Dureza .....	20
4.5	Temperaturas de Transformação De Fases .....	21
4.6	Módulo de Elasticidade e Amortecimento .....	26
<b>5</b>	<b>CONCLUSÃO .....</b>	<b>28</b>
5.1	Conclusões .....	28
<b>6</b>	<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>29</b>

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Temperaturas de transformação e estado da liga.....	4
Figura 2 - Diagrama de memória de forma. Fonte: Lagoudas, (2008) (Modificado).....	5
Figura 3 - Diagrama da pseudoelasticidade. Fonte: Lagoudas, (2008) (Modificado). ....	6
Figura 4 - Exemplo de estrutura (a) austenita e (b) martensita. Fonte: Falvo (2005).....	7
Figura 5 - Diagrama de fases das ligas de NiTi. Fonte: Otsuka & Wayman (1998) (modificada)....	8
Figura 6 - Curvas de DSC (Ti-50,6 %Ni): (a) solubilizada e tratada a 1000°C por 1 hora seguida de têmpera em água, (b)-(f) envelhecida a 450°C por 1, 11, 24, 73 e 150 horas respectivamente (Otsuka & Ren, 2005).....	9
Figura 7 - DSC de dois fornos.....	10
Figura 8 - Durômetro Zwick Roell ZH 250.....	13
Figura 9 - Ciclos Térmicos.....	14
Figura 10 - Análise EDS da amostra CR.....	17
Figura 11 - Análise EDS dos precipitados das amostras tratadas termicamente: (A) T350, (B) T450, (C) T550 e (D) T600.....	18
Figura 12 - Microestrutura dos CP's tratados termicamente (aumento de 100x).....	19
Figura 13 - MEV das amostras T350 (A) e T600 (B).....	20
Figura 14 - Gráfico comparativo das durezas.....	21
Figura 15 - Curva de DSC da amostra CR.....	22
Figura 16 - Curva de DSC da amostra T350.....	23
Figura 17 - Curva de DSC da amostra T450.....	24
Figura 18 - Curva de DSC da amostra T550.....	24
Figura 19 - Curva de DSC da amostra T600.....	25
Figura 20 - Temperaturas de transformação de fase e histerese.....	26
Figura 21 - Módulo de elasticidade e amortecimento.....	27

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Propriedades da liga de NiTi fornecida pelo fabricante.....	12
Tabela 2 - Nomenclatura dos corpos de prova.....	12
Tabela 3 - Composição da liga de NiTi CR.....	16
Tabela 4 - Composição da liga.....	17
Tabela 5 - Composição do precipitado.....	17
Tabela 6 - Tamanho de grão.....	20
Tabela 7 - Dureza Rockwell C.....	20
Tabela 8 - Temperaturas de transformação de fase e histerese.....	25
Tabela 9 - Módulo de elasticidade.....	26
Tabela 10 - Resultados obtidos.....	27

# LISTA DE SÍMBOLOS E SIGLAS

## Símbolos Latinos

$18R$	Estrutura de fase	
$A_s$	Temperatura de transformação austenítica inicial	[°C]
$A_f$	Temperatura de transformação austenítica final	[°C]
$B_2$	Estrutura de fase	
$B19'$	Estrutura de fase	
$M_s$	Temperatura de transformação martensítica inicial	[°C]
$M_f$	Temperatura de transformação martensítica final	[°C]
$R$	Estrutura de fase	

## Símbolos Gregos

$\beta$	Estrutura de fase	
$\Delta HT$	Histerese de temperatura	
$\sigma^{A_s}$	Tensão de transformação austenítica inicial	
$\sigma^{A_f}$	Tensão de transformação austenítica final	
$\sigma^{M_s}$	Tensão de transformação martensítica inicial	
$\sigma^{M_f}$	Tensão de transformação martensítica final	

## Siglas

ASTM	American Society for Testing and Materials
CR	Como recebida
DSC	Calorimetria diferencial de varredura
EMF	Efeito de memória de forma
FRX	Fluorescência raios-X
LMF	Liga com efeito de memória de forma
NiTiNOL	Liga de níquel e titânio
NOL	Naval Ordnance Laboratory
SE	Superelasticidade
TT	Tratamento térmico



# 1 INTRODUÇÃO

## 1.1 CONTEXTO E MOTIVAÇÃO

As ligas com memória de forma tem sido foco de muitas pesquisas e estudos na ultima década devido a suas características incomuns e as grandes possibilidades de utilização em diversas áreas do desenvolvimento tecnológico (Otsuka & Wayman, 1998). Esse tipo de liga possui a capacidade de recuperar a sua forma inicial através de um mecanismo termoativado, que se beneficia das transições das fases presentes na liga. Uma característica determinante destas ligas são as suas temperaturas de transformação de fase, uma vez que essas temperaturas determinam como a liga irá reagir às tensões as quais ela será submetida.

As ligas com memória de forma possuem duas características principais, denominadas de memória de forma e pseudoelasticidade, que são determinadas por sua temperatura de transformação de fase. A memória de forma ocorre quando a liga é deformada e, após ser aquecida a uma determinada temperatura, retoma a sua forma inicial. A característica de pseudoelasticidade se dá quando a liga retorna a sua forma inicial logo após o carregamento ter sido removido, sem a necessidade de se aquecer a liga (Otsuka & Wayman, 1998).

Dentre as ligas existentes, a liga de NiTi se destaca por ter boas propriedades mecânicas e possuir as propriedades de memória de forma de maneira acentuada. Apesar de ainda possuir um alto custo e uma difícil usinabilidade, essa liga tem sido aplicada em várias áreas de pesquisa e da indústria. Pelo fato de essas propriedades especiais serem importantes para o desenvolvimento de novas tecnologias e produtos, outras ligas têm sido desenvolvidas e estudadas.

Outra liga que apresenta o efeito de memória de forma é a liga de CuAlBe. Apesar de não possuir as propriedades tão pronunciadas quanto as ligas de NiTi, essa liga apresenta um menor custo e uma maior conformabilidade. Outra característica importante é a possibilidade de se controlar facilmente suas temperaturas de transformação a partir da concentração do Be (Balo, 2002).

Neste trabalho será realizada a caracterização da liga de NiTi buscando um maior entendimento da influência das temperaturas de envelhecimento em suas propriedades. Para tanto, foram realizados diferentes tratamentos térmicos de envelhecimento e analisadas as alterações de comportamento microestrutural e mecânico da liga. As temperaturas do tratamento térmico realizado têm como referência Villamarin (2013). Neste estudo foi realizada a caracterização metalográfica da liga no estado como recebido e com tratamentos térmicos, calorimetria diferencial de varredura, fluorescência de raios-X, medição do módulo de elasticidade e dureza.

## **1.2 OBJETIVO**

O objetivo deste estudo é avaliar a influência das temperaturas de envelhecimento sobre as propriedades mecânicas (dureza, módulo de elasticidade, amortecimento) de uma liga de NiTi pseudoelástica com 56,5% de Ni, bem como a influência destes tratamentos nas fases presentes e microestrutura da liga.

## **1.3 METODOLOGIA**

As amostras foram submetidas ao tratamento térmico de envelhecimento nas temperaturas de 350°C, 450°C, 550°C e 600°C por um tempo de 30 minutos.

Para caracterizar a liga de estudo no estado como recebido e após envelhecimento os seguintes ensaios foram realizados: análise micro estrutural, microscopia eletrônica de varredura (MEV), calorimetria diferencial de varredura (DSC), medição do módulo de elasticidade e amortecimento interno.

## **1.4 APRESENTAÇÃO**

Nesse trabalho, é apresentada a revisão teórica de embasamento do trabalho, os métodos utilizados para os ensaios realizados, os resultados obtidos e uma análise detalhada destes resultados.

No capítulo 2 é apresentado o embasamento bibliográfico utilizado no desenvolvimento do trabalho, no capítulo 3 são explicados os procedimentos utilizados de maneira detalhada, no capítulo 4 são apresentados os resultados obtidos nos procedimentos realizados e no capítulo 5 são apresentadas as conclusões detalhadas.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 HISTÓRICO DAS LIGAS COM MEMÓRIA DE FORMA

As transformações martensíticas nos sistemas de Fe-C, irreversíveis, foram amplamente estudadas na época de 1900, após terem sido descobertas por Adolf Martens em 1890 (Lagoudas, 2008). Ligas com a propriedade de efeito de memória de forma foram descobertas somente na década de 30, quando Ölander observou na liga de Au-Cd o efeito superelástico (Otsuka & Wayman, 1998).

Posteriormente, a partir da observação experimental da estrutura martensítica termicamente reversível nas ligas de CuAl e CuZn, Kurdjumov e Khandros introduziram o conceito de transformação martensítica termoelástica, explicando a transformação reversível da martensita (Kurdjumov et al, 1949). O efeito de memória de forma foi observado pela primeira vez em uma liga de Au-Cd (Chang & Read, 1951).

A utilização mais comercial desse tipo de ligas ocorreu só depois da descoberta da liga de Ni-Ti, por Buehler, que em 1963 pesquisava materiais com a capacidade de serem utilizados na blindagem contra o calor (Lagoudas, 2008). Após verificar que a liga de NiTi possuía boas propriedades mecânicas, foi possível observar a propriedade de memória de forma da liga, uma vez que esta podia recuperar sua forma inicial depois de ser submetida a determinadas temperaturas. O termo "efeito de memória de forma" (EMF) foi atribuído a essa propriedade de recuperação de forma e, por ter sido descoberta no Naval Ordnance Laboratory (NOL), essa liga de NiTi foi denominada NiTiNOL. A descoberta dessa liga aumentou o interesse e os estudos das propriedades e capacidade das ligas com efeito de memória de forma (LMF) (Lagoudas, 2008).

Foi possível observar que no âmbito das ligas que apresentam propriedades de EMF, há várias possibilidades de aplicação e estudo, como atuadores mecânicos, aparelhos ortodônticos e até antenas de celular. Nota-se, então, que as LMF tem um vasto potencial de utilização, inclusive no que tange à sua comercialização.

### 2.2 LIGAS COM MEMÓRIA DE FORMA (LMF)

Ligas com memória de forma são consideradas materiais inteligentes por possuírem a capacidade termoelástica de recuperar sua forma inicial após sofrerem deformação (Lagoudas, 2008). As LMF possuem dois tipos de mecanismo de recuperação da forma inicial: memória de forma e pseudoelasticidade. Ambos os mecanismos funcionam a partir de transformações martensíticas. Além dessa propriedade de recuperação, essas ligas também apresentam um alto grau de amortecimento (Lagoudas, 2008).

As transformações martensíticas sem difusão atômica são responsáveis pela reversibilidade da forma. Uma LMF possui quatro temperaturas principais que a caracterizam, definidas por Otsuka e Wayman (1988) e estabelecidas na norma ASTM F 2005-5, sendo:

- Temperatura martensítica final ( $M_f$ );
- Temperatura martensítica inicial ( $M_s$ );
- Temperatura austenítica inicial ( $A_s$ );
- Temperatura austenítica final ( $A_f$ ).

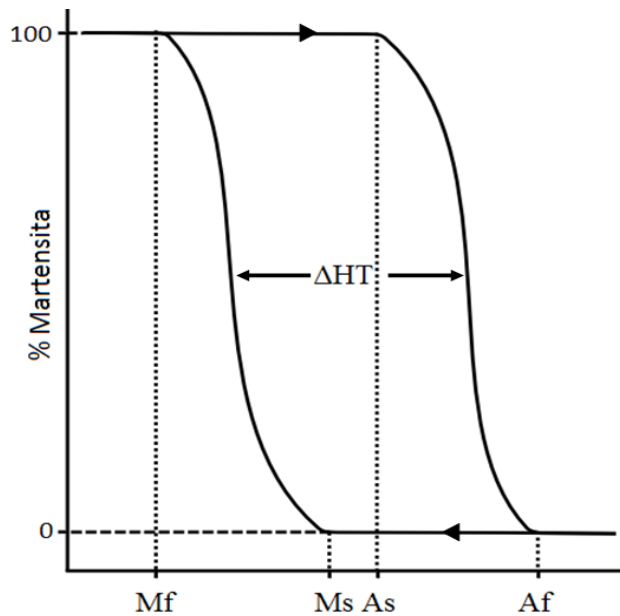


Figura 1 - Temperaturas de transformação e estado da liga.

A Figura 1 apresenta um diagrama da fração volumétrica de martensita presente em uma LMF, sem a presença de tensões externas, em relação à temperatura em que essa liga se encontra. As temperaturas indicam quando se inicia e quando se finaliza a transformação de cada fase.

Ao se alcançar a temperatura  $A_s$  da liga, a transformação austenítica é iniciada, ou seja, a martensita presente na liga começa a se transformar gradualmente em austenita, até que a temperatura  $A_f$  seja alcançada e se obtenha apenas austenita na estrutura da liga. Durante o resfriamento da liga ocorre a transformação reversa da estrutura. Quando a temperatura chega a  $M_s$  ocorre a transformação gradual da austenita presente na liga em martensita, tendo apenas martensita na liga quando a temperatura  $M_f$  é alcançada (Otsuka & Wayman, 1998).

A diferença entre as temperaturas  $M_s$  e  $A_s$  é devida à energia adicional que o material requer para que se inicie a nucleação da fase martensítica. A histerese da temperatura, denominada  $\Delta HT$ , se dá pela diferença entre a temperatura média de  $A_s-A_f$  e  $M_s-M_f$ . A  $\Delta HT$  determina a faixa de temperatura necessária para que se passe de uma fase a outra, sendo que uma liga com menor histerese requer uma

menor faixa de temperatura para que as suas transformações de fase ocorram. Essa histerese é devida à energia elástica armazenada durante o processo de transformação (Martínez, 2001).

A classificação da liga como superelástica ou memória de forma está diretamente ligada ao tipo de transformação martensítica que a liga possui. Uma liga com memória de forma deverá estar em estado martensítico à temperatura em que a mesma for utilizada e uma liga com a propriedade de superelasticidade (também chamada de pseudoelasticidade) deve se encontrar em estado completamente austenítico na temperatura de trabalho.

Ao se aplicar uma tensão em uma LMF que se encontra em estado martensítico, abaixo de  $A_s$ , ocorre uma transformação da martensita auto-acomodada inicial, por cisalhamento dos planos, que tem como resultado uma martensita de alinhamento diferente, denominada martensita rearranjada (Lagoudas, 2008). Esse efeito é denominado de quasiplasticidade, pois quando a tensão que atua sobre o corpo é removida a liga permanece em um estado martensítico rearranjado. Assim, a martensita rearranjada não se torna novamente martensita auto-acomodada apenas removendo-se a tensão aplicada, sendo necessário que a liga seja levada a uma temperatura acima da temperatura  $A_f$  para que ocorra o efeito de memória de forma. Esse mecanismo de memória de forma é exemplificado na Figura 2.

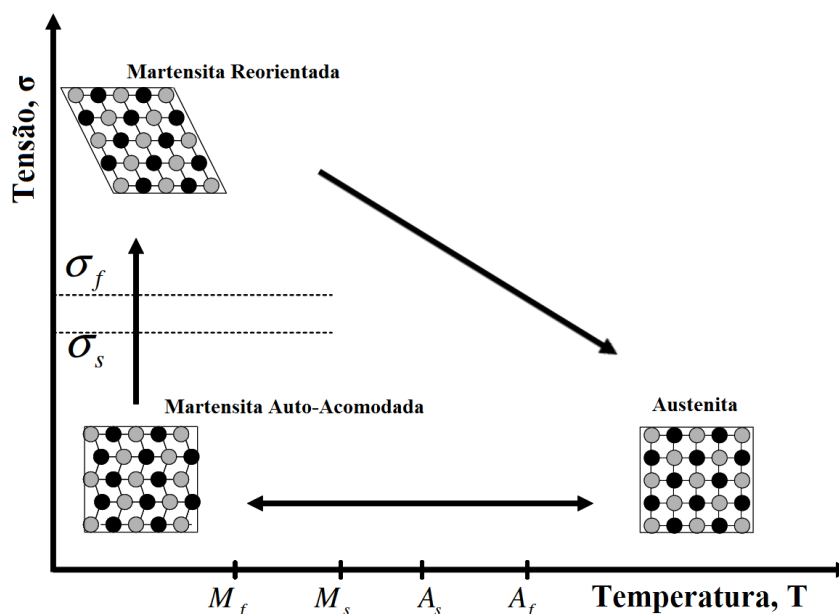


Figura 2 - Diagrama de memória de forma. Fonte: Lagoudas, (2008) (Modificado).

Quando se aplica uma tensão em uma liga a uma temperatura acima de  $A_f$ , onde a mesma se encontra em uma fase austenítica estável, ocorre uma transformação da austenita em martensita induzida por tensão, e ao se descarregar a tensão a liga retorna ao seu estado austenítico inicial, recuperando sua forma inicial; caracterizando-se, assim, a superelasticidade (SE) da liga. O mecanismo de pseudoelasticidade é ilustrado na Figura 3.

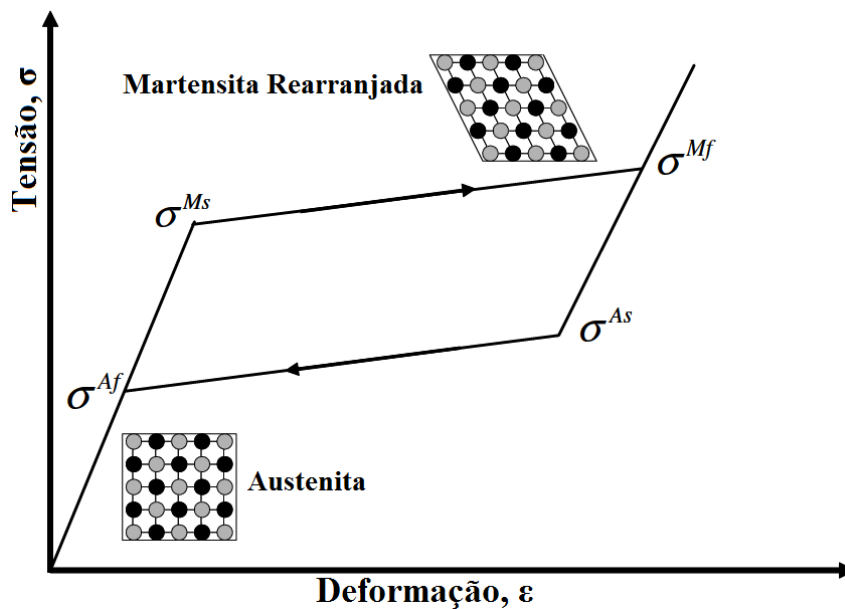


Figura 3 - Diagrama da pseudoelasticidade. Fonte: Lagoudas, (2008) (Modificado).

É possível observar na Figura 3 que ao se aplicar uma tensão em uma LMF que se encontra a uma temperatura acima de  $A_f$ , ocorre primeiramente uma deformação elástica. Ao continuar aplicando a força, se dá início a transformação da fase austenita em martensita decorrente da tensão aplicada ( $\sigma^{Ms}$ ), tendo a transformação completa em martensita quando a tensão chega a  $\sigma^{Mf}$ . Mesmo após chegar a  $\sigma^{Mf}$  o material ainda pode ser deformado, sem prejuízos em sua recuperação, até uma deformação máxima  $\epsilon_m$ , sendo que uma tensão que ocasione uma deformação maior que  $\epsilon_m$  irá causar a deformação plástica desse material e posteriormente a sua ruptura (Strandberg, 2006). O valor das tensões e deformações varia de acordo com a temperatura onde se aplicou o teste e a composição da liga testada.

Ao se descarregar a tensão aplicada na liga, a transformação reversa acontece, a martensita começa a sua transição na tensão  $\sigma^{As}$  e termina na tensão  $\sigma^{Af}$ , onde a liga se encontra totalmente sem tensões externas aplicadas, na fase austenítica e com sua forma inicial. É importante notar que a diferença entre a média das tensões  $\sigma^{Ms}-\sigma^{Mf}$  e  $\sigma^{As}-\sigma^{Af}$  também é determinada histerese, mas nesse caso a histerese é referente à diferença das médias das tensões de transformação de fases. A origem dessa histerese também se dá pela energia dissipada pela liga durante a transição de fases. A propriedade de amortecimento das ligas SE está ligada à transformação martensítica induzida por tensão, pois a energia necessária para se realizar a transformação aumenta o amortecimento (Otsuka & Ren, 2005).

Um fator importante é que quanto maior a temperatura em que se aplica a tensão, mais estável será a fase austenítica. Com esta fase mais estável será necessário que se aplique uma maior tensão à liga para se conseguir uma deformação (Otsuka & Wayman, 1998).

## 2.3 LIGAS NI-TI

Desde o descobrimento das LMF, a liga de NiTi rica em Ni ( $Ni > 50\%$ ) tem sido amplamente estudada, o que fez com que suas propriedades fossem conhecidas e muito bem estabelecidas (Otsuka & Ren, 2005). Por possuírem excelentes propriedades ligadas ao EMF, resistência à corrosão e boa biocompatibilidade, as ligas de NiTi tem tido uma crescente utilização nos campos industriais como o automotivo, aeroespacial e medicina. Por possuírem boas propriedades de EMF, a sua utilização na substituição de atuadores tem sido muito importante, uma vez que podem diminuir o custo, peso e aumentar a confiabilidade dos sistemas (Falvo, 2008). Essas ligas também têm sido utilizadas em sistemas de controle de vibração (Lagoudas, 2008).

Apesar de possuir as qualidades citadas anteriormente, a utilização dessa liga, por parte da indústria, tem uma difícil viabilidade devido ao custo elevado e aos parâmetros muito restritos ligados a sua manufatura, uma vez que pequenas alterações na composição ou no processamento termomecânico levam a grandes mudanças de comportamento da liga. O procedimento de conformação mecânica dessa liga também se mostra difícil e de alto custo, além do comportamento não linear dificultar o controle do comportamento da liga em situações adversas.

### 2.3.1 Fases presentes

A ligas de NiTi apresentam 2 fases que lhe são características, denominadas de austenita e martensita. É possível também o aparecimento de outra fase, denominada fase R, que é proveniente da presença de precipitados na matriz da liga.

No caso das ligas de NiTi ricas em Ni a fase austenita é do tipo B2, que apresenta uma estrutura cristalina cúbica de corpo centrado (Otsuka & Ren, 2005). Os parâmetros dessas ligas variam de acordo com a composição da liga, sendo difícil de estabelecer um parâmetro padrão. As fases martensita dessa liga são do tipo B19', tendo 24 variantes. Essas variações da martensita estão ligadas ao tipo de transformação sofrida pelo material.

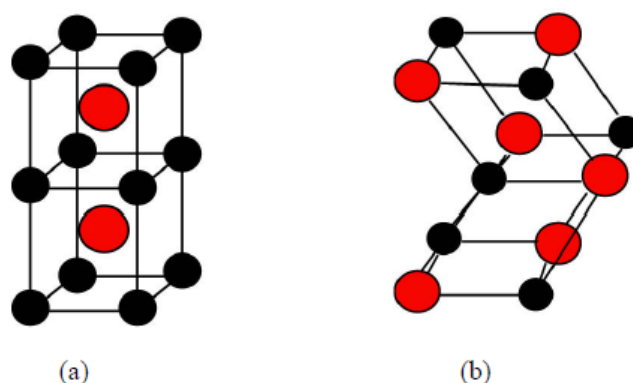


Figura 4 - Exemplo de estrutura (a) austenita e (b) martensita. Fonte: Falvo (2005).

A fase R presente em alguns tipos de ligas de NiTi é aceita como um tipo de transformação martensítica presente, pois possuem os mesmo mecanismos de transformação. Essa fase possui uma estrutura trigonal que pode ser descrita por conveniência como uma rede tipo hexagonal. A fase R é uma distorção ortorrômbica da fase mãe B2 na direção [111] (Andersan, 2006).

### 2.3.2 Tratamento térmico

Quando se deseja alterar as propriedades de um liga, o tratamento térmico é um procedimento muito utilizado, uma vez que possui um custo relativo baixo e afeta diretamente as propriedades físicas e a microestrutura das ligas. Esse tipo de procedimento consiste em se aquecer a liga até uma temperatura desejada e depois resfria-la, de maneira controlada. As definições do tratamento (temperatura máxima, taxa de aquecimento, taxa de resfriamento, tempo de tratamento e temperatura mínima) são definidas de acordo com a resposta da liga a esse tratamento e as propriedades finais desejadas.

Geralmente, as ligas de NiTi são submetidas a tratamentos térmicos com a finalidade de controlar a quantidade e os tipos de precipitados presentes na liga. As temperaturas e a duração do tratamento determinam qual o tipo e quantidade de precipitado estarão presentes na matriz da liga, alterando as temperaturas de ativação e a tensão necessária para essas transformações. A Figura 5 apresenta o diagrama de fases da liga de NiTi de acordo com a porcentagem de Ni.

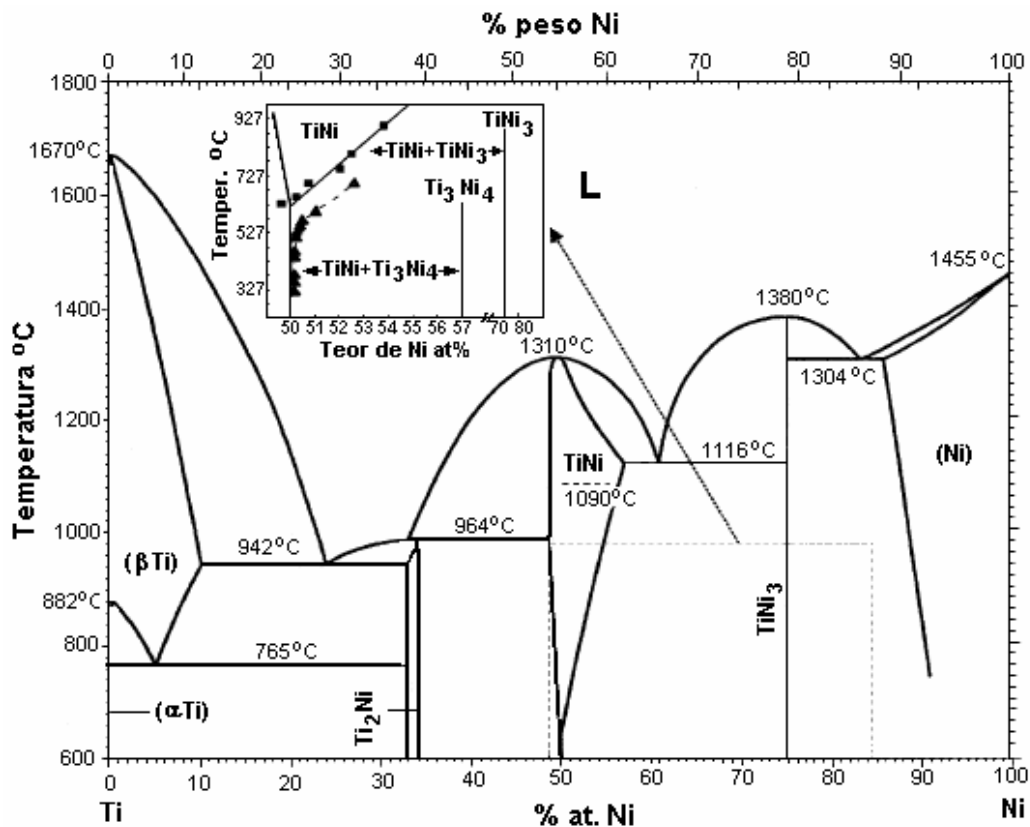


Figura 5 - Diagrama de fases das ligas de NiTi. Fonte: Otsuka & Wayman (1998) (modificada).



Ao se aplicar um tratamento com curta duração (30 minutos) a 300°C pode-se verificar a presença de precipitados de Ni<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub> (Otsuka & Ren, 2005). Como visto no diagrama de fase das ligas de NiTi, para ligas com 55% a 56% de Ni, para tratamentos com temperaturas de até aproximadamente 1000°C, haverá a precipitação de Ni<sub>3</sub>Ti. Ainda se mostra possível encontrar precipitados de Ni<sub>3</sub>Ti<sub>2</sub> em temperaturas intermediárias (Vargas, 2007). Tratamentos com temperaturas na faixa de 500°C a 600°C, ou com um longo envelhecimento na faixa de 300°C a 350°C, podem viabilizar o efeito de memória e forma nessas ligas (Andersan, 2006).

A presença de precipitados de Ni<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub>, devido ao tratamento térmico, na matriz da liga favorece o aparecimento de uma fase intermediária denominada fase R. A presença do precipitado faz com que ocorra um heterogeneidade na composição da matriz da fase B2 (austenita), desse modo originando a fase R (Otsuka & Ren, 2005). Quando a fase R está presente na liga, o processo de transformação de fase (martensita ↔ austenita) ocorre em duas etapas, sendo elas:

- Aquecimento: B19' para fase R e fase R para B2;
- Resfriamento: B2 para fase R e fase R para B19';

O aparecimento dessa fase R pode ser facilmente notado a partir de uma análise de DSC, onde será possível ver a temperatura inicial e final da transformação de todas as fases presentes na liga. Otsuka e Ren apresentam um conjunto de gráficos, Figura 6, de DSC com a mesma liga e diferentes tratamentos térmicos.

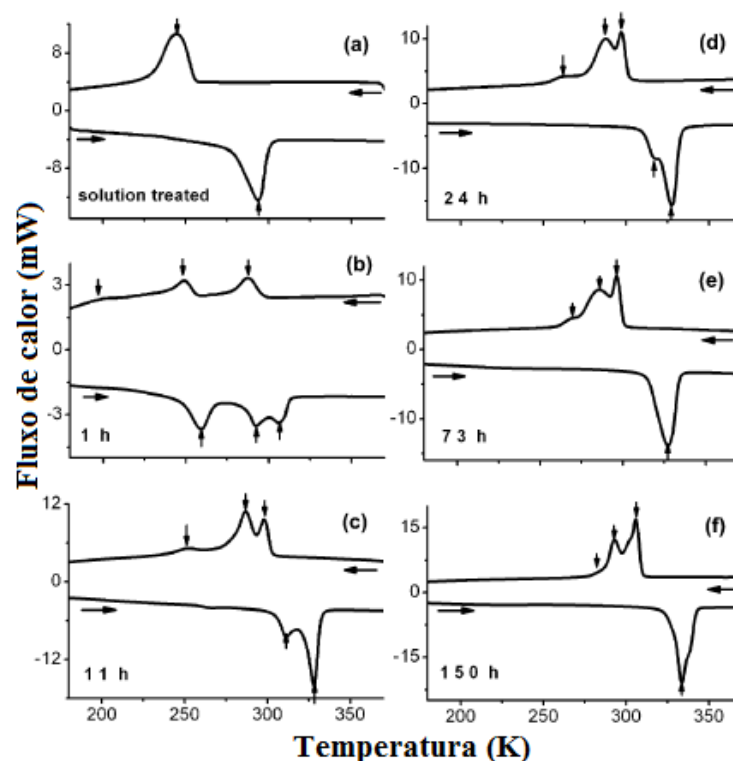


Figura 6 - Curvas de DSC (Ti-50,6 %Ni): (a) solubilizada e tratada a 1000°C por 1 hora seguida de têmpera em água, (b)-(f) envelhecida a 450°C por 1, 11, 24, 73 e 150 horas respectivamente (Otsuka & Ren, 2005).

Tratamentos de recozimento que possuem uma faixa de temperatura de 300°C a 500°C podem elevar a dureza da liga, rica em Ni, por favorecer o aparecimento dos precipitados de Ni<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub> (Ducos, 2006). Esses precipitados, além de endurecer a liga, também dificultam o deslizamento das discordâncias, que favorecem o comportamento superelástico da liga (Otsuka & Ren, 2005; Ducos, 2006).

É possível fazer a solubilização dos precipitados de Ni<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub>, solubilizando a fase R, com um tratamento em uma temperatura mais elevada ou com um envelhecimento mais longo (Villamarin, 2013). Após a solubilização da fase R, a curva de DSC apresentara apenas uma transformação no aquecimento e uma transformação no resfriamento, referentes à transformação austenita/martensita.

## 2.4 CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE VARREDURA

A Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC) é uma técnica termoanalítica que utiliza o cálculo da diferença de energia necessária para aquecer dois corpos a uma mesma temperatura, sendo um desses corpos a referência e o outro o material a ser analisado.

O princípio de funcionamento do DSC consiste da análise de quantidade, maior ou menor, de energia necessária para a transformação de fases entre os dois corpos sendo comparados. A partir da diferença de energia necessária para aquecer os corpos, é possível traçar um gráfico de fluxo de calor por temperatura, permitindo assim a análise dos pontos característicos das transformações. A Figura 7 apresenta um DSC com dois fornos da PerkinElmer.



Figura 7 - DSC de dois fornos.

Esta técnica é muito utilizada na caracterização das transformações endotérmicas e exotérmicas dos materiais. No caso das LMF, a fase endotérmica se inicia no aquecimento na temperatura  $A_s$  e é finalizada na temperatura  $A_f$ , e a fase exotérmica ocorre durante o resfriamento, tendo seu início na temperatura  $M_s$  e finalizando na temperatura  $M_f$ . Com o gráfico de fluxo de calor por temperatura obtido com a utilização do DSC é possível fazer a caracterização das temperaturas de transformação de fase das ligas.

# 3 MATERIAIS E MÉTODOS

## 3.1 MATERIAL UTILIZADO

Foi estudada uma liga NiTi pseudoeástica adquirida da empresa Nimesis Techonlogy. Na Tabela 1 são apresentadas as propriedades da liga no estado como recebida fornecidas pelo fabricante.

**Tabela 1 - Propriedades da liga de NiTi fornecida pelo fabricante.**

<b>Código</b>	<b>Material</b>	<b>Diâmetro</b>	<b>Af</b>	<b>Composição</b>
LM0390	NiTi	10 mm	-15 °C	Ni 55.9% - Ti

## 3.2 TRATAMENTO TÉRMICO

A liga de NiTi foi submetida ao tratamento térmico de envelhecimento e, para a realização do mesmo, um forno Nabertherm GmbH LHT 04/17, do Laboratório de Materiais da Universidade de Brasília (UnB), foi utilizado. A rampa de aquecimento foi de 10°C/min partindo da temperatura ambiente até atingir as temperaturas desejadas (350°C, 450°C, 550°C e 600°C). O forno foi mantido nas temperaturas citadas por 45 minutos, a fim de se estabilizar a temperatura interna, e os CP's de NiTi foram mantidos por 30 minutos na temperatura determinada e depois resfriados rapidamente em água à temperatura ambiente (25°C). As escolhas das temperaturas de tratamento térmico foram determinadas de acordo com a tese de mestrado de Villamarin (2013), onde as mesmas temperaturas são utilizadas e são justificadas de acordo com (Otsuka, 2005), que cita a temperatura de 425°C como referência.

Na Tabela 2 se encontram as nomenclaturas dos corpos de prova (CP's).

**Tabela 2 - Nomenclatura dos corpos de prova**

<b>Sigla</b>	<b>Condição</b>
<b>CR</b>	LM0048 como recebida
<b>T350</b>	Tratada a 350°C
<b>T450</b>	Tratada a 450°C
<b>T550</b>	Tratada a 550°C
<b>T600</b>	Tratada a 600°C

### 3.3 METALOGRAFIA

As ligas de NiTi tratadas termicamente foram cortados em CP's menores para serem utilizadas em diferentes tipos de procedimentos. Os CP's foram preparados de acordo com a norma padrão *Standard Guide for Preparation of Metallographic* (ASTM E3-11). As amostras foram cortadas utilizando-se uma *cut-off* Struers Secotom-15 com disco Struers 01S20, a uma velocidade de disco de 3000rpm e avanço de 0,01 mm/s.

Para a metalografia e análise no MEV as amostras foram embutidas a frio e posteriormente lixadas e polidas de acordo com o padrão estabelecido pela norma. Os CP's foram submetidos a um ataque químico durante 14 minutos, utilizou-se um reagente de composição:

- 50 ml de água destilada;
- 5 ml de HF;
- 6 ml de HNO<sub>3</sub>;
- 3 ml CH<sub>3</sub>VOOH.

As imagens foram adquiridas com a utilização de um microscópio ótico Olympus BX51 e uma câmera Canon EOS60D. Para analisar o tamanho de grão foram feitas várias linhas (de tamanhos conhecido) sobre a imagem adquirida e contabilizadas as intersecções com os grãos, como a técnica descrita na norma NBR-1323.

### 3.4 DUREZA ROCKWELL

Para a caracterização da liga, como recebida e também a tratada termicamente, se realizou o ensaio de dureza Rockwell C em todos os CP's.



Figura 8 - Durômetro Zwick Roell ZH 250.

Os ensaios foram realizados em uma Zwick Roell ZH 250, mostrada na Figura 8, do Laboratório de Materiais da UnB. Foram feitos sete ensaios para cada peça, tendo com resultado final a média dos valores obtidos.

### 3.5 CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE VARREDURA

O equipamento utilizado foi um calorímetro modelo DSC 8500 da marca PerkinElmer, do Laboratório de Materiais Inteligentes da UnB, com a utilização do *software* Pyris, fornecido pelo fabricante, para a análise dos dados. Esse calorímetro possui uma faixa de operação de  $-70^{\circ}\text{C}$  a  $750^{\circ}\text{C}$  e dois fornos, aumentando a precisão das medidas de diferença de fluxo de calor entre os corpos. Foram utilizados cadinhos de alumínio de volume padrão com tampa, também da marca PerkinElmer.

As amostras analisadas foram cortadas e depois lixadas para que coubessem no cadinho com tampa. Após estarem com as medidas desejadas, os corpos de prova foram submetidos a um banho ultrassônico em acetona para que não houvesse impurezas. As amostras foram manipuladas com a utilização de pinças para não serem contaminadas, colocadas nos cadinhos de alumínio e tampadas. Antes da realização dos ensaios o forno foi limpo, através do procedimento padrão, e recalibrado.

Os ensaios foram realizadas a uma atmosfera de 20ml/min de nitrogênio e a seguinte rotina para os ensaios realizados::

- Aquecimento até  $100^{\circ}\text{C}$  e estabilização por 3 minutos ( $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$ );
- Resfriamento até  $-70^{\circ}\text{C}$  e estabilização por 3 minutos ( $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$ );
- Segundo aquecimento até  $100^{\circ}\text{C}$  e estabilização por 3 minutos ( $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ );
- Resfriamento até  $-70^{\circ}\text{C}$  ( $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ).

O primeiro ciclo de aquecimento foi realizado para estabilizar as amostras. Os resultados obtidos foram retirados do segundo ciclo. A Figura 9 apresenta o gráfico dos ciclos utilizados.

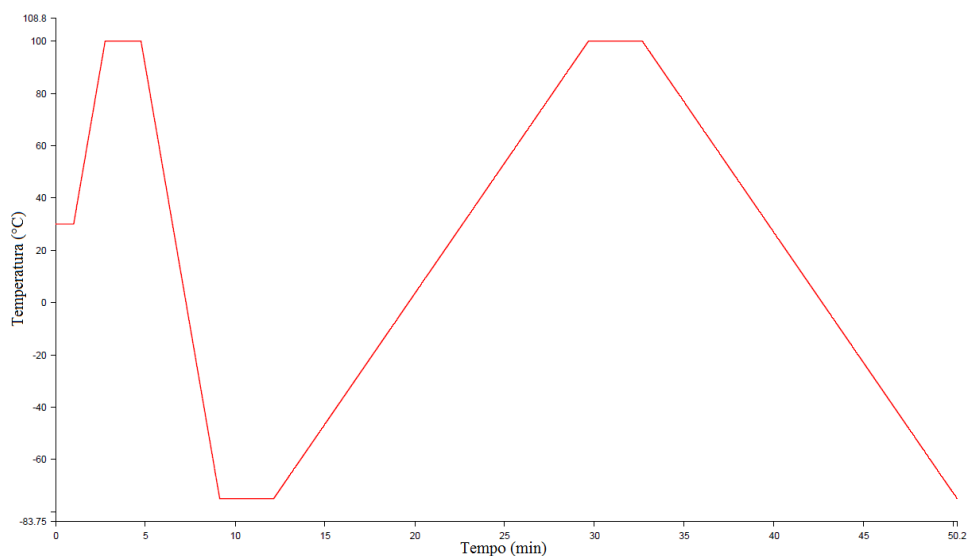


Figura 9 - Ciclos Térmicos.

### 3.6 FLUORESCÊNCIA DE RAIOS-X

A fluorescência de raios-x (FRX) é uma técnica, não destrutiva, utilizada para quantificar e qualificar os elementos químicos presentes em um liga.

As amostras submetidas ao FRX foram cortadas, lixadas e submetidas a um banho ultrassônico em acetona para que as impurezas fossem removidas. O equipamento utilizado foi um FRX modelo EDX-720 do Departamento de Química da Universidade de Brasília.

### 3.7 MÓDULO DE ELASTICIDADE E AMORTECIMENTO (SONELASTIC)

Para a aquisição do módulo de elasticidade e amortecimento foi utilizado o aparelho para a caracterização não destrutiva *Sonelastic*®, que mede estas propriedades dos materiais a partir das frequências naturais de vibração obtidas pela técnica de excitação por impulso. Os CP's possuíam forma cilíndrica, com raio de 10mm e 110 mm de comprimento, dimensão necessária para a realização do ensaio.

Os CP's foram medidos e pesados, após foram colocados no equipamento que mede os parâmetros através da captação do som emitido pelo CP ao receber uma pequena pancada mecânica de um pulsador (controlada automaticamente).

O módulo de elasticidade e o amortecimento são calculados a partir de um *software* fornecido em conjunto com o equipamento utilizado. Esse *software* capta o sinal sonoro por meio de um captador acústico e faz a medição do módulo de elasticidade a partir das frequências naturais de vibração (frequências de ressonância) e do amortecimento por meio do decremento logarítmico a partir da taxa de atenuação do sinal.

## 4 RESULTADOS

### 4.1 FLUORESCÊNCIA DE RAIOS-X (FRX)

A amostra de NiTi foi submetida ao ensaio de FRX. A Tabela 3 apresenta a composição da liga de NiTi CR.

Tabela 3 - Composição da liga de NiTi CR.

Elemento	Composição (% peso)
	CR
Ni	56,423
Ti	41,924
Al	0,748
Si	0,496
Ca	0,242
Fe	0,131
Co	0,000
S	0,038

A partir dos resultados obtidos no ensaio de FRX, pode-se observar que a amostra apresenta uma composição semelhante à indicada pelo fabricante, apesar de apresentar uma concentração alta de Al para um material comercial.

### 4.2 ANÁLISE MICROESTRUTURAL

Foi realizada análise semi-quantitativa da composição química por Espectroscopia de Energia de Raios-X (EDS) em várias áreas das amostras para poder comparar com os resultados encontrados no ensaio de FRX e para verificar se acontece algum tipo de mudança de concentração de acordo com os tratamentos realizados. Também foram analisados os precipitados presentes em cada uma das amostras.

A Figura 10 apresenta os pontos de onde as análises foram feitas para a amostra CR (*Spot1* precipitado e *Spot2* a matriz) e o espectro obtido da análise do precipitado presente nesta amostra.



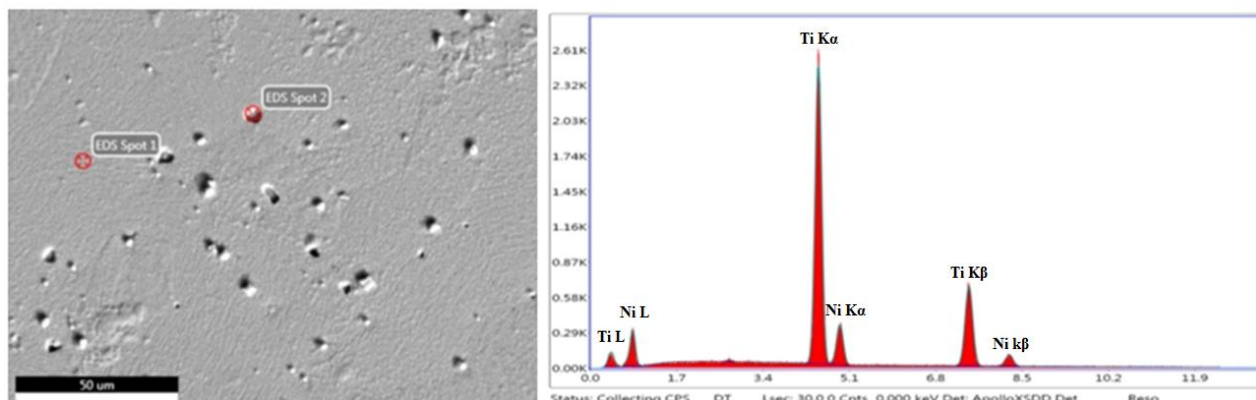


Figura 10 - Análise EDS da amostra CR.

Os valores semi-quantitativos da composição da matriz de cada uma das amostras estudadas estão na Tabela 4.

Tabela 4 - Composição da liga.

<b>Liga</b>			
<b>Amostra</b>	<b>Ni (% peso)</b>	<b>Ti (% peso)</b>	<b>Erro</b>
CR	55,78	44,22	± 0,01
T350	56,37	43,63	± 0,01
T450	55,93	44,07	± 0,01
T550	56,15	43,85	± 0,01
T600	56,04	43,96	± 0,01

A Tabela 5 apresenta os valores das composições dos precipitados presentes em todas as amostras analisadas.

Tabela 5 - Composição do precipitado.

<b>Precipitado</b>			
<b>Amostra</b>	<b>Ni (% peso)</b>	<b>Ti (% peso)</b>	<b>Erro</b>
CR	28,84	71,16	± 0,01
T350	7,42	92,58	± 0,01
T450	21,86	78,14	± 0,01
T550	14,70	85,30	± 0,01
T600	15,74	84,26	± 0,01

Os dados obtidos para a composição dos precipitados (provavelmente compostos de  $\text{NiTi}_2$ ) mostram que estes são ricos em titânio, diferindo assim da composição da matriz, que é rica em níquel.

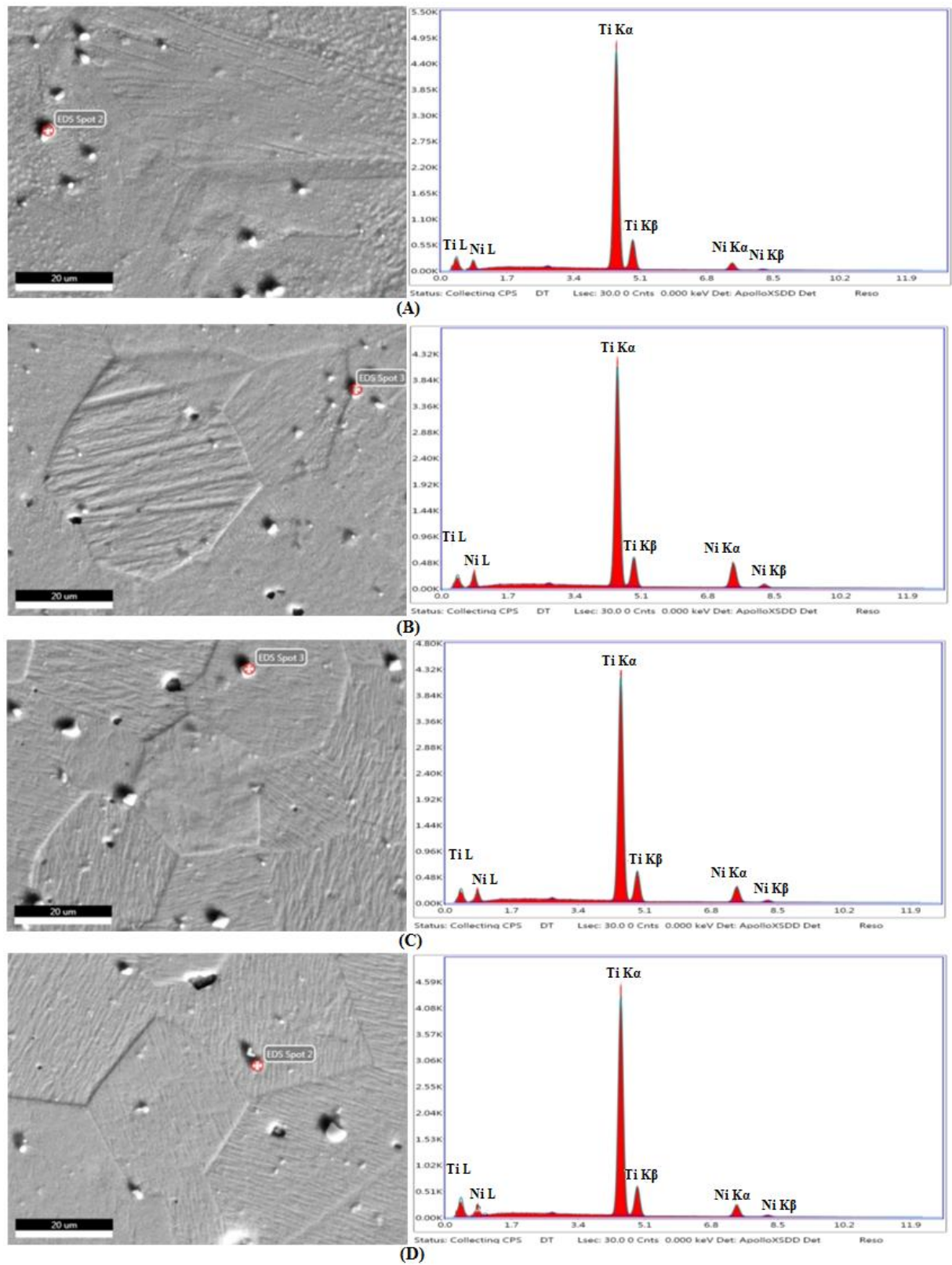


Figura 11 - Análise EDS dos precipitados das amostras tratadas termicamente: (A) T350, (B) T450, (C) T550 e (D) T600.

O espectro de raios-x para cada uma das amostras tratadas termicamente se encontram na Figura 11. É possível verificar a presença dos precipitados em todas as ligas que foram testadas.

### 4.3 MICROSCOPIA

A análise metalográfica foi realizada com o objetivo de investigar a influência da temperatura de envelhecimento sobre o tamanho de grão e quantidade de precipitados presentes nas ligas.

Na Figura 12 estão presentes as imagens obtidas com a utilização do microscópio ótico das amostras tratadas termicamente. É possível notar que os grãos aumentam de tamanho à medida que a temperatura de tratamento aumenta. Os tamanhos de grão foram medidos para todos os CP's e se encontram na Tabela 6.

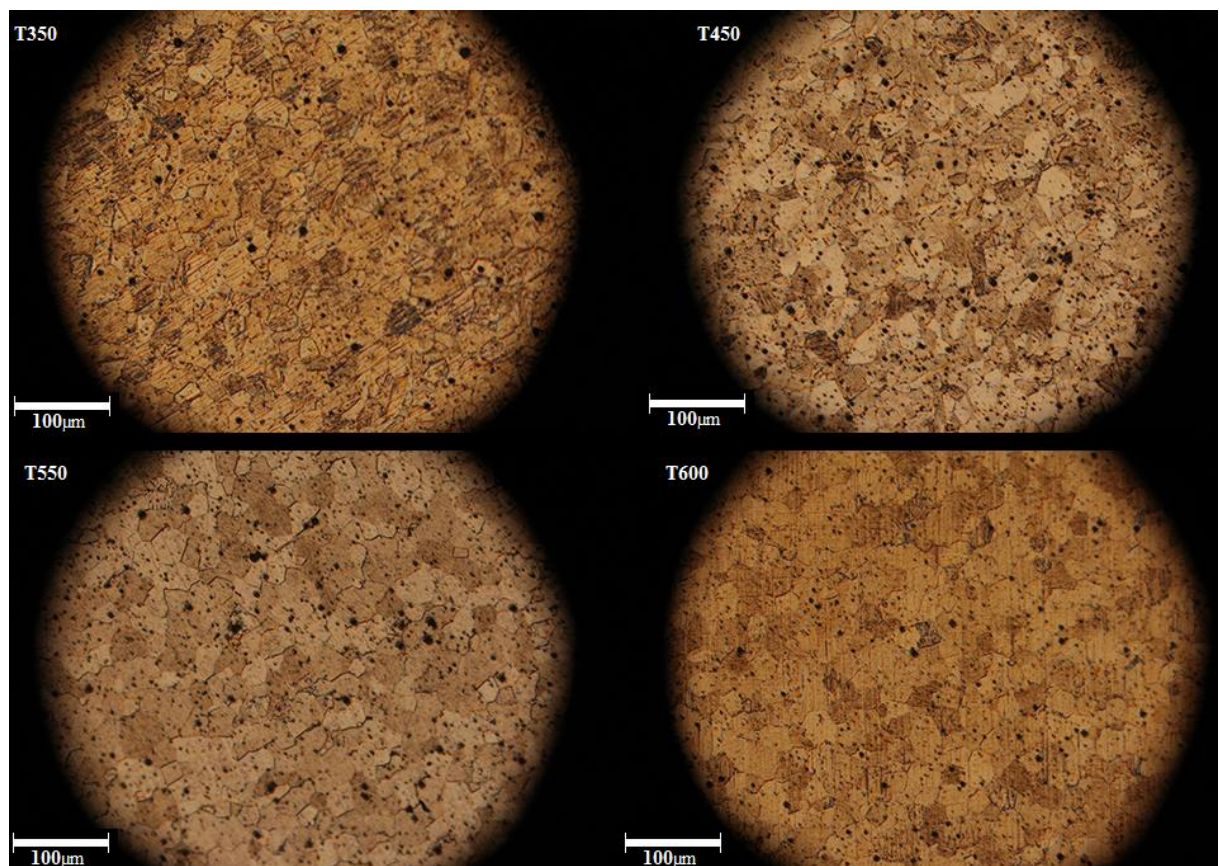
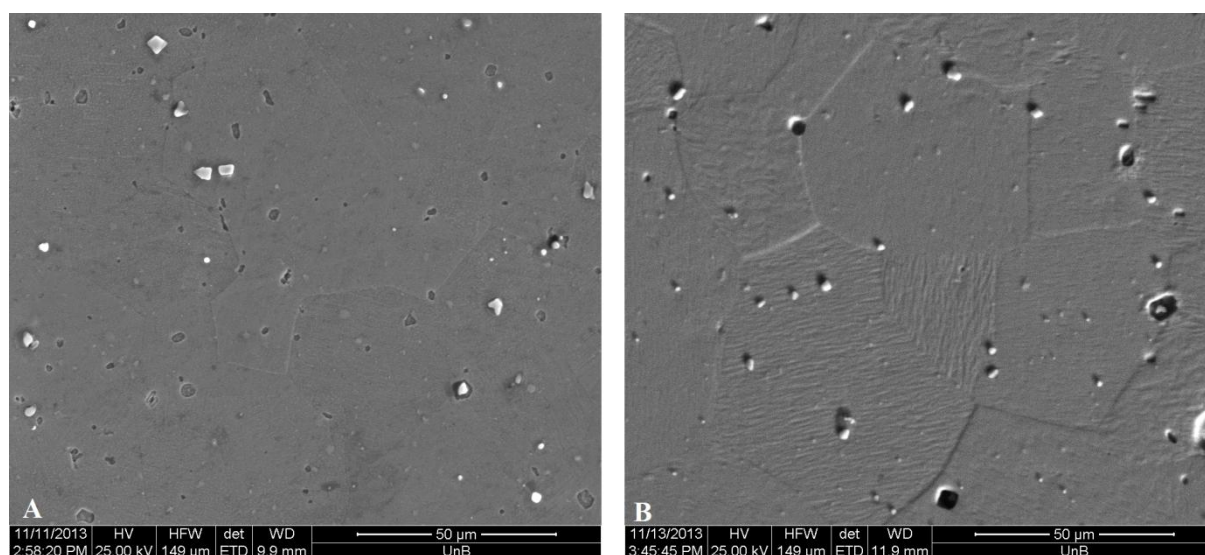


Figura 12 - Microestrutura dos CP's tratados termicamente (aumento de 100x).

**Tabela 6 - Tamanho de grão.**

<b>Amostra</b>	<b>Tamanho de Grão (<math>\mu\text{m}</math>)</b>
CR	$30,95 \pm 0,48$
T350	$41,68 \pm 0,86$
T450	$42,70 \pm 0,69$
T550	$49,86 \pm 0,45$
T600	$52,58 \pm 0,72$

A Figura 13 a seguir apresenta as imagens obtidas através do MEV das amostras nas condições T350 e T600 com aumento de 1000 vezes. É possível ver o aumento do tamanho de grão mais nitidamente.



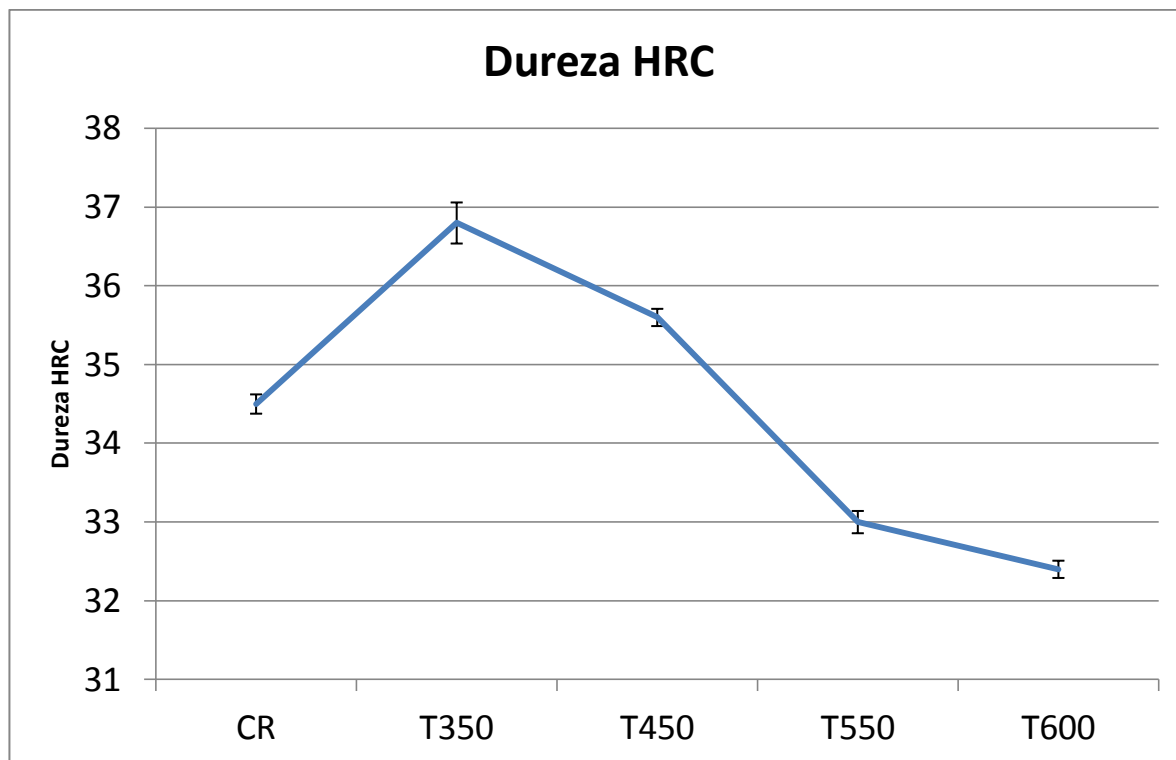
**Figura 13 - MEV das amostras T350 (A) e T600 (B).**

#### **4.4 DUREZA**

Para a caracterização da liga de NiTi, CR e tratadas termicamente, foram realizados ensaios de dureza Rockwell C. A Tabela 7 mostra os valores obtidos.

**Tabela 7 - Dureza Rockwell C.**

<b>Amostras</b>	<b>Durezas</b>
CR	$34,5 \pm 0,12$
T350	$36,8 \pm 0,26$
T450	$35,6 \pm 0,11$
T550	$33,0 \pm 0,14$
T600	$32,4 \pm 0,11$



**Figura 14 - Gráfico comparativo das durezas.**

A Figura 14 mostra um gráfico comparativo entre as durezas das amostras, em estado como recebido e após tratamento térmico. A partir deste gráfico é possível observar que a dureza aumenta após o tratamento térmico a 350°C e depois decresce até um valor mínimo de 32,44 HRC quando tratada a 600°C. As amostras T350 e T450 apresentam dureza superior a amostra CR..

Este aumento de dureza encontrado deve-se, provavelmente, ao aumento de precipitados na liga e, consequentemente, ao aparecimento da fase R (Villamarin, 2013). A diminuição da dureza se deve, possivelmente, ao aumento do tamanho grão por efeito do envelhecimento e pela provável dissolução dos precipitados.

#### **4.5 TEMPERATURAS DE TRANSFORMAÇÃO DE FASES**

Todas as amostras foram submetidas ao ensaio de DSC com a finalidade de identificar as fases presentes e as temperaturas de transformação de cada uma dessas fases. Para facilitar a análise e comparação dos dados a curva de DSC de cada uma das amostras é apresentada com uma breve descrição e as temperaturas e histerese de temperatura são mostradas no final.

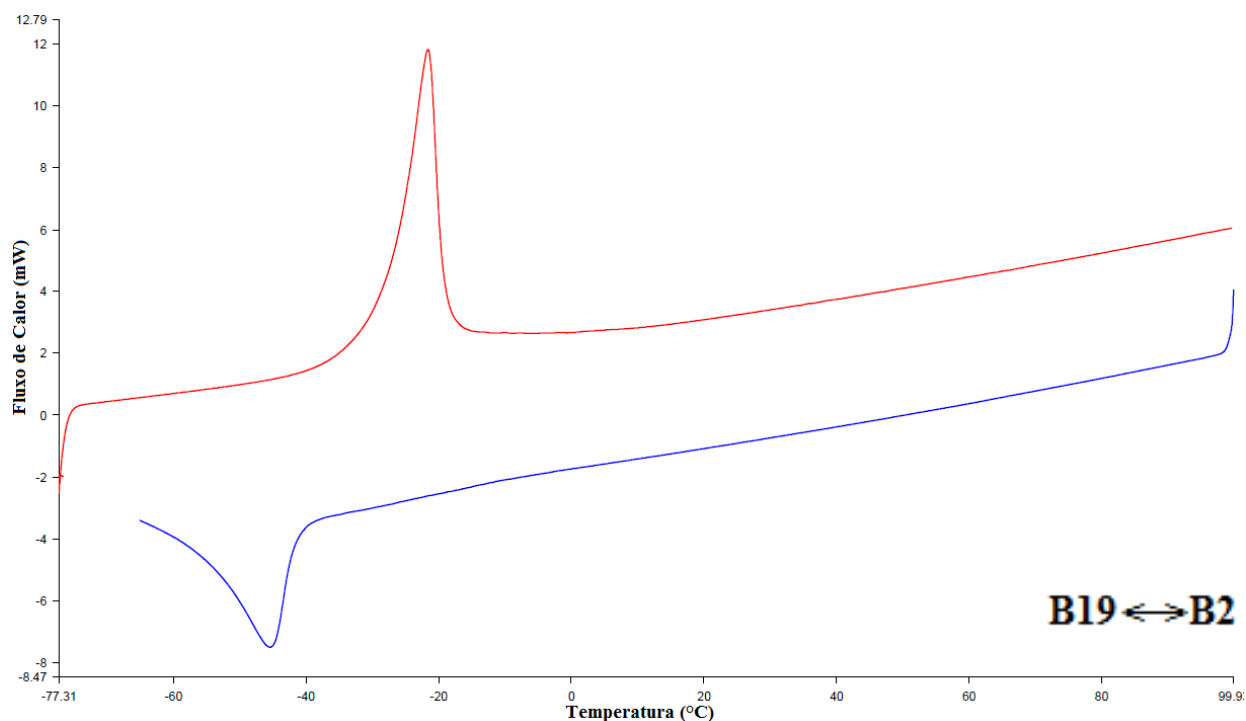


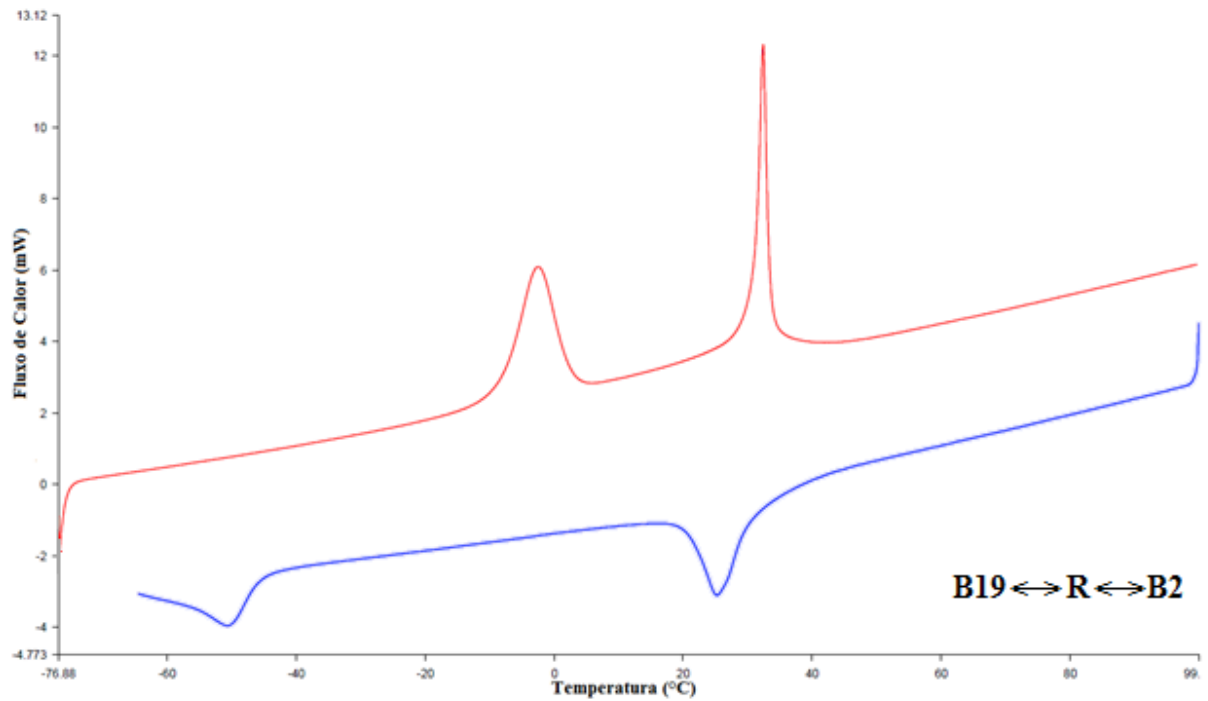
Figura 15 - Curva de DSC da amostra CR.

A Figura 15 apresenta a curva de DSC para a amostra CR. Pela curva é possível observar que a amostra se encontra em fase austenita à temperatura ambiente e, portanto, apresenta comportamento pseudoelástico. Utilizando o *software* do equipamento foi possível determinar as temperaturas de transformação a partir dos picos. Devido à limitação do equipamento utilizado as medidas só serão consideradas até a temperatura de  $-55^{\circ}\text{C}$ .

Por meio dos resultados obtidos, constatou-se que a temperatura  $A_f$  fornecida pelo fabricante ( $-15^{\circ}\text{C}$ ) está de acordo com a que foi medida pelo DSC ( $-19,08^{\circ}\text{C}$ ), apresentando uma diferença de  $-4,08^{\circ}\text{C}$  para a temperatura  $A_f$  da amostra CR.

É importante notar que a amostra como recebida apresentou apenas um pico no aquecimento e um no resfriamento, demonstrando a ausência de uma fase intermediária, ou seja, transformação direta austenita martensita.

A Figura 16 mostra a curva DSC da amostra T350, onde é possível ver que existem duas etapas no aquecimento e depois duas etapas no resfriamento. Os picos intermediários podem referir-se à fase R como constatado por Villamarin (2013). As temperaturas de início e fim do pico intermediário no aquecimento são  $-8,18^{\circ}\text{C}$  e  $2,62^{\circ}\text{C}$  e no resfriamento  $30,93^{\circ}\text{C}$  e  $20,31^{\circ}\text{C}$ . Assim, analisando o gráfico, pode-se concluir que a temperatura ambiente é possível ter fase R e austenita.



**Figura 16 - Curva de DSC da amostra T350.**

A curva DSC da amostra T450 (Figura 17) possui dois picos no resfriamento e um pico grande no resfriamento, que de acordo com a curva parece ser proveniente da soma de dois picos (marcado com um círculo pontilhado na Figura 17), ou uma sobreposição dos picos, já que o mesmo apresenta uma certa irregularidade.

Na curva de resfriamento verifica-se a transformação da fase intermediária com início a 23,05°C e término a 13,94°C; Isto indica que a liga possivelmente apresenta uma quantidade de fase R além de austenita a temperatura ambiente.

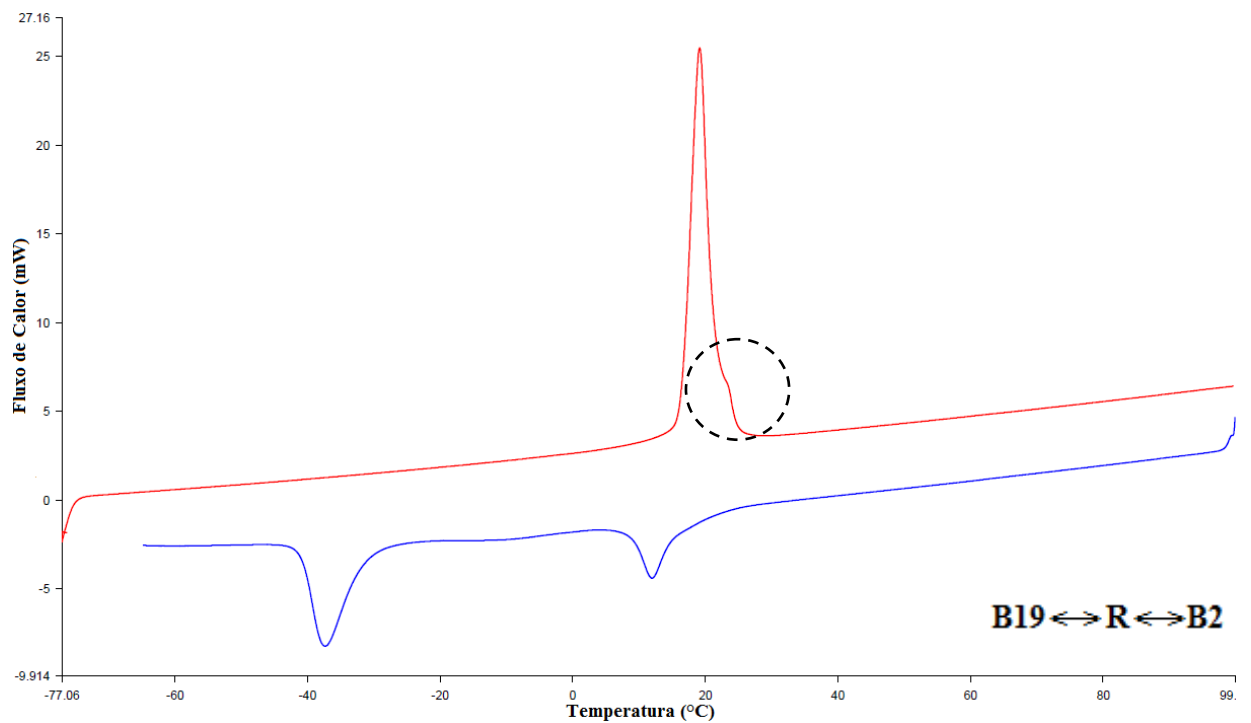


Figura 17 - Curva de DSC da amostra T450.

O DSC da amostra T550 (Figura 18) não apresenta uma fase intermediária e, portanto, apresenta apenas um pico no aquecimento e um pico no resfriamento, indicando uma transformação direta e presença de austenita a temperatura ambiente.

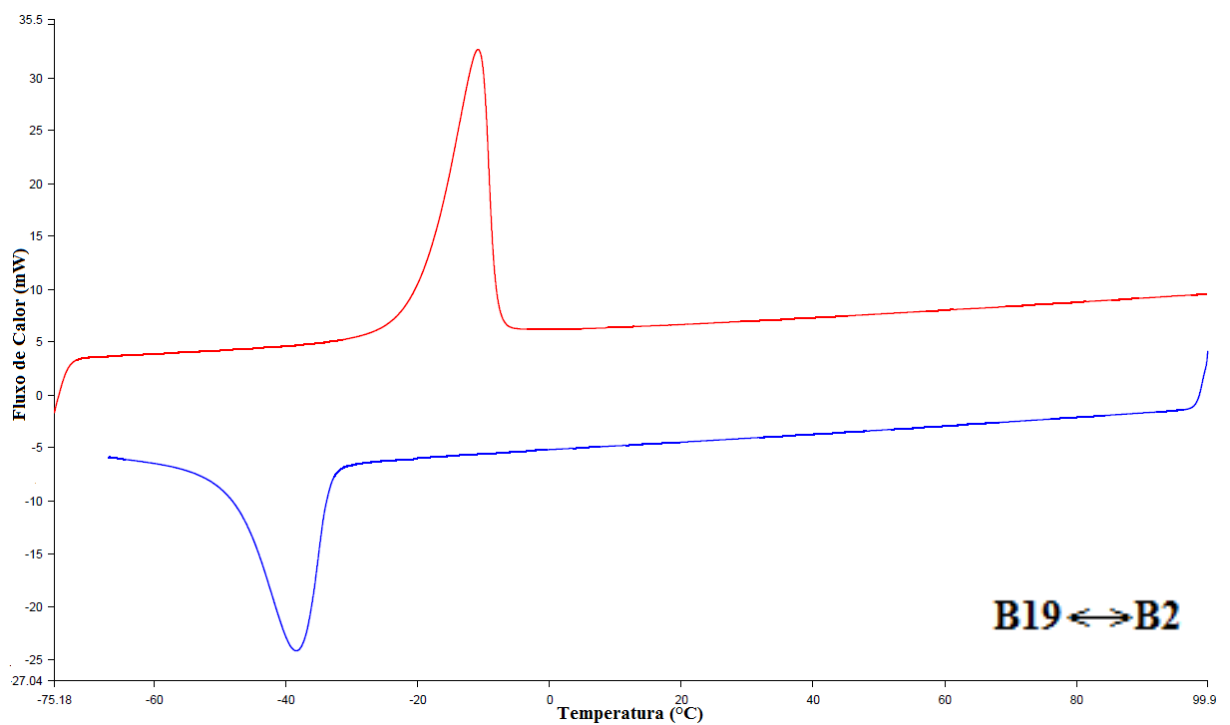


Figura 18 - Curva de DSC da amostra T550.



O último DSC realizado foi o da amostra T600, Figura 19, que também mostra a ausência de uma fase intermediária e estrutura austenita à temperatura ambiente.

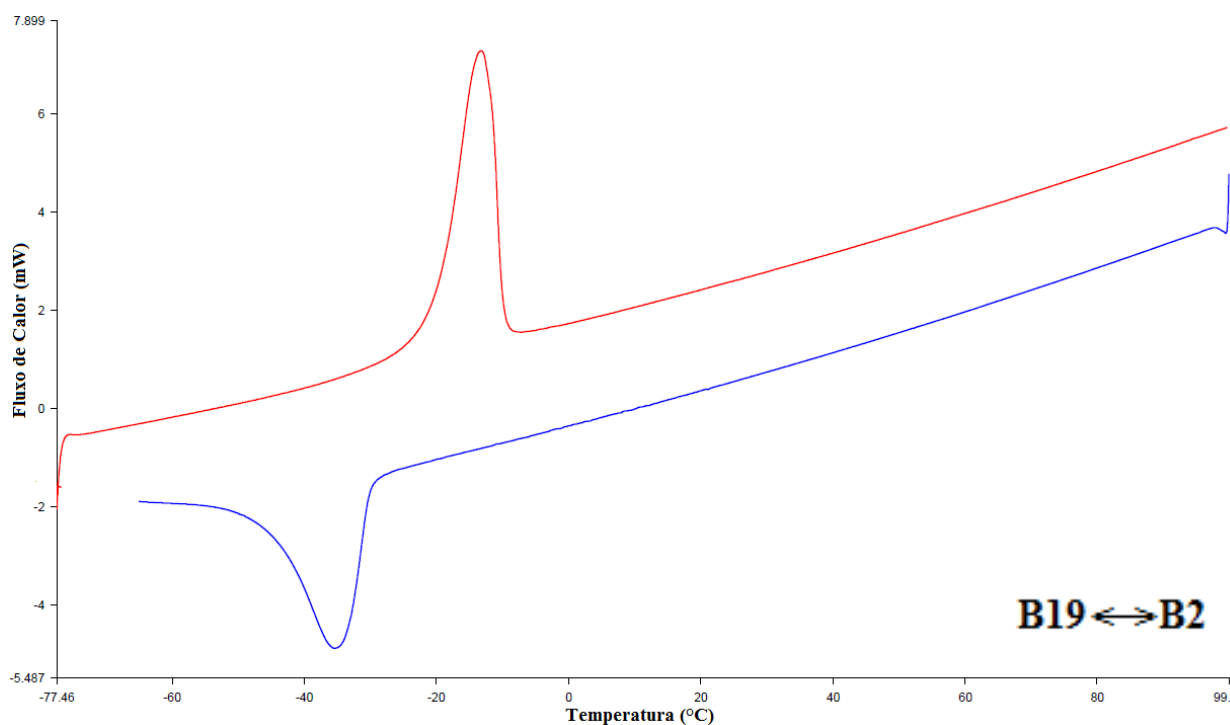


Figura 19 - Curva de DSC da amostra T600.

A partir da análise das curvas de DSC, é possível deduzir que o aumento da dureza das amostras T350 e T450 pode ser devido ao aparecimento de uma fase intermediária, que se acredita ser a fase R, que aparece junto com o aumento de precipitados na liga (Villamarin, 2013).

As temperaturas características de início de fim das transformações martensíticas e austeníticas se encontram na Tabela 8. A histerese ( $\Delta HT$ ) foi calculada, para cada uma das amostras, levando em consideração a temperatura média de cada uma das transformações, depois foi calculada a distância entre essas médias. Uma maior histerese significa uma maior faixa de temperatura para que se possa passar de uma transformação de fase completa para outra, ou seja, amostras com uma menor histerese necessitam de uma menor faixa de temperatura para que a transição de fases ocorra.

Tabela 8 - Temperaturas de transformação de fase e histerese.

Amostra	Ms (°C)	Mf (°C)	As (°C)	Af (°C)	$\Delta HT$ (°C)
CR	-41,42	-56,67	-27,8	-19,08	25,605
T350	-45,77	-58,36	31,01	33,51	84,325
T450	-31,36	-40,9	16,47	21,53	55,13
T550	-33,34	-48,03	-19,78	-8,12	26,735
T600	-29,93	-45,54	-20,19	-9,93	22,675

A Figura 20 mostra o gráfico com as temperaturas de transformação, quanto mais distantes os pontos maior será sua histerese. Desse modo, é possível verificar que as amostras T350 e T450 apresentam uma maior histerese do que as outras, sendo esse aumento na histerese devido ao aparecimento da fase intermediária nas transformações (fase R).

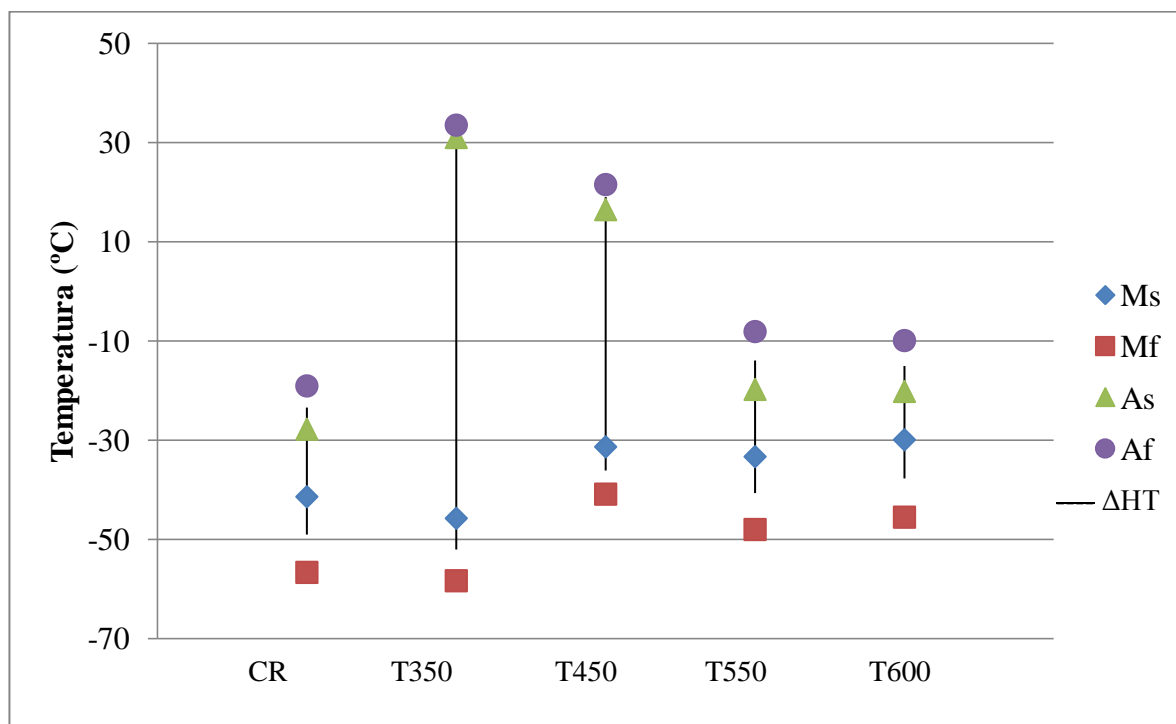


Figura 20 - Temperaturas de transformação de fase e histerese.

#### 4.6 MÓDULO DE ELASTICIDADE E AMORTECIMENTO

Para poder comparar melhor a influência dos tratamentos térmicos realizados nas propriedades mecânicas da liga, foi realizado o ensaio para a aquisição do módulo de elasticidade e do amortecimento de cada uma das amostras. Os resultados estão apresentados na Tabela 9.

Tabela 9 - Módulo de elasticidade.

Amostra	E (GPa)	Amortecimento	Frequência (HZ)
CR	73,61 ± 0,35	19,96 ± 0,02	2803,35
T350	42,19 ± 0,21	6541,25 ± 14,21	1787,42
T450	70,44 ± 0,34	1501,97 ± 11,25	2233,32
T550	72,32 ± 0,35	440,17 ± 12,27	2359,18
T600	71,47 ± 0,33	311,82 ± 11,87	2266,74

A amostra T350 apresentou o menor módulo de elasticidade e o maior amortecimento, que podem ser atribuídos à possível presença da fase R na liga e a maior histerese. Da mesma maneira que a amostra T450 ainda apresenta um amortecimento mais alto do que a T550 e T600, apesar de

possuírem um módulo de elasticidade muito próximo. A Figura 21 mostra os módulos de elasticidade e amortecimento para cada um dos CP's. Como as amostras CR, T550 e T600 são totalmente austeníticas a temperatura ambiente os resultados de módulo de elasticidade encontrados são coerentes com esta fase. Já a amostra T450 apresentou um módulo de elasticidade inferior às condições CR, T550 e T600, devido a uma provável quantidade de fase R presente a temperatura ambiente, o que poderá ser provado com uma análise de difratometria de raios-x.

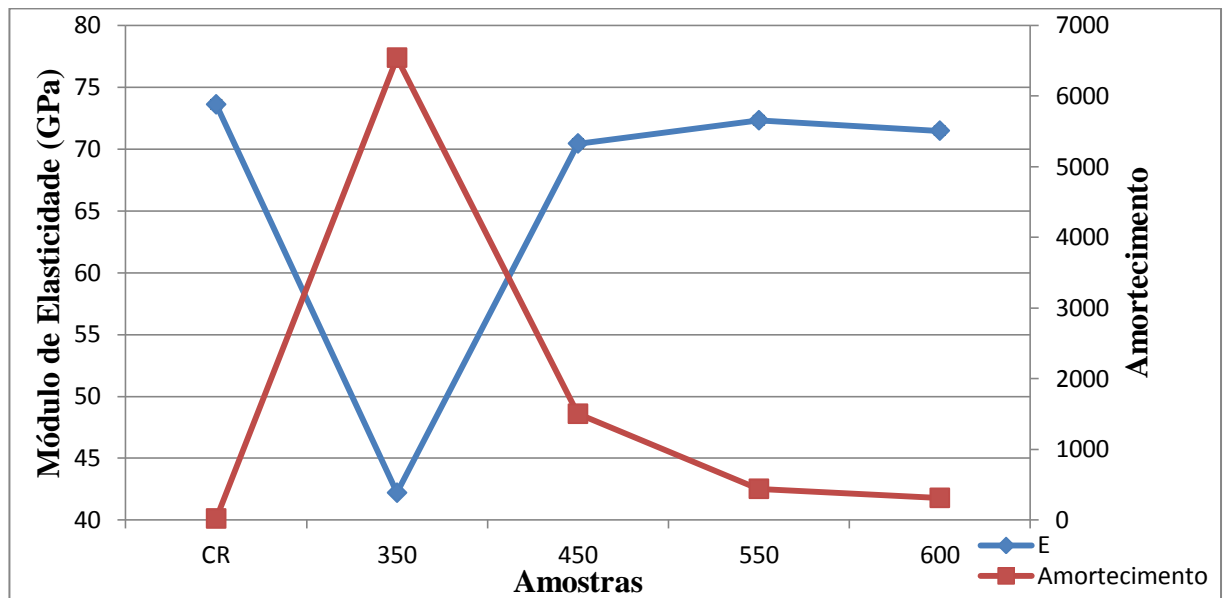


Figura 21 - Módulo de elasticidade e amortecimento.

Os resultados de módulo de elasticidade obtidos para as amostras CR, T550 e T600 refletem a diminuição de dureza e aumento de grão com o aumento da temperatura de tratamento térmico, levando a uma diminuição do módulo de elasticidade.

A Tabela 10 apresenta um resumo de todos os resultados obtidos nesse trabalho, facilitando a comparação.

Tabela 10 - Resultados obtidos.

Amostra	HRC	Tamanho de Grão ( $\mu\text{m}$ )	$\Delta\text{HT}$	Módulo de Elasticidade (Gpa)
<b>CR</b>	34,5	30,95	25,61	73,61
<b>T350</b>	36,8	41,68	84,32	42,19
<b>T450</b>	35,6	42,70	55,13	70,44
<b>T550</b>	33,0	49,86	26,74	72,32
<b>T600</b>	32,4	52,58	22,67	71,47

# 5 CONCLUSÃO

## 5.1 CONCLUSÕES

A liga no estado como recebido possui uma microestrutura austenítica com poucos precipitados ricos em Ti, provavelmente  $\text{NiTi}_2$ . O tamanho de grão encontrado foi de  $30,95 \pm 0,48 \mu\text{m}$ , uma dureza em torno de 34,5 HRC, com módulo de elasticidade de  $73,61 \pm 0,35 \text{ GPa}$ .

Depois de realizado o tratamento térmico de envelhecimento as propriedades, tanto mecânicas como microestruturais da liga, foram alteradas.

Quando tratado a  $350^\circ\text{C}$  a liga teve um aumento de 6,7% na dureza e de 34,6% no tamanho de grão. Este aumento de dureza pode ser relacionado ao possível aumento de precipitados na liga.

No mais, o tratamento térmico a  $350^\circ\text{C}$  proporcionou o aparecimento de uma fase intermediária, provavelmente fase R, obtendo assim uma liga austenita + fase R a temperatura ambiente.

Apesar da elevada dureza (36,8 HRC) em comparação com os demais CP's, a amostra T450 foi a que apresentou o menor módulo de elasticidade (57,31%) em relação ao estado CR.

Foi observado que com o aumento de temperatura de tratamento térmico o tamanho de grão da liga também aumenta e os precipitados da liga se solubilizam, eliminando a fase R, conseqüentemente diminuindo a dureza.

A presença da fase R, fase intermediária, na liga faz com que a histerese de transformação aumente, como observado para as condições T350 e T450.

A amostra T600 foi a que apresentou menor dureza (93,91%) em comparação com a CR, maior crescimento de grão (+69,89%) e módulo de elasticidade compatível com a amostra CR.

## 6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Andersan, S. (2006). Tratamentos termomecânicos de Ligas do Sistema Ni-Ti- Caracterização Estrutural e Optimização das Propriedades Associadas ao Efeito do Memória de Forma. *Tese de Doutorado, Universidade de Nova Lisboa* .

Chang, L. R. (1951). lastic deformation and difussionless phase changes in metals: the gold cadmium beta phase. *Trans. AIME. 191 (47)* , pp. 47-52.

Ducos, P. C. (2006). Transformações de fase em ligas de Níquel-Titânio para ortodontia. *Dissertação de Mestrado. Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro* .

Falvo, A., Furguele, F. M., & Maletta, C. (2008). Functional behaviour of a NiTi-welded joint: Two-way shape memory effect. *Materials Science and Engineering: A V.481-482* , pp. 647–650.

Kurdjumov, G., & Roitburd, A. (August de 1979). The nature of martensitic transformations. *Materials Science and Engineering, V.39* , pp. 141–167.

Lagoudas, D. C. (2008). *Shape Memory Alloys*. Springer Science+Business Media, LLC.

Martinez, S. (2001). Caracterización de aleaciones Base Ni-Ti producidas por solidificación rápida (Melt-Spinning). *Tesis de doctorado, Universidad de les Illes Balears, Palma* .

Otsuka, K., & Ren, X. (2005). Physical metallurgy of Ti–Ni-based shape memory alloys. *Progress inMaterials Science 50* , pp. 511–678.

Otsuka, K., & Ren, X. (1999). Recent developments in the research of shape memory alloys. *Intermetallics 7* , pp. 511 -528.

Otsuka, K., & Wayman, C. (1998). *Shape Memory Material*. Cambridge University press.

Strandberg, E. (2006). Caracterización de aleaciones de titânio com bajo modulo elástico y memoria de forma para aplicaciones biomédicas. *Tesis Maestria, Universitat Politècnica de Catalunya, España* .

Vargas, A. L. (2007). Deposição e Caracterização de Revestimentos de Ni-Ti e Ni-Ti/Nb para Aplicações Biomédicas. *Tese de mestrado - Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul* .

Villamarin, E. B. (2013). *Estudo das Variações Microestruturais de Uma Liga Pseudoelástica de Ni-Ti Tratada Termicamente*. (Dissertação de Mestrado em Ciências Mecânicas - UnB).