



PROJETO DE GRADUAÇÃO

EFEITO DE TRATAMENTO CRIOGÊNICO NO COMPORTAMENTO CÍCLICO DA LIGA Ni₅₄Ti SOB CARREGAMENTO TERMOMECÂNICO

Por
Letícia Contaifer de Moraes

Brasília, 23 de Novembro de 2017

UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA

**FACULDADE DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA**

UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA
Faculdade de Tecnologia
Departamento de Engenharia Mecânica

PROJETO DE GRADUAÇÃO

EFEITO DE TRATAMENTO CRIOGÊNICO NO COMPORTAMENTO CÍCLICO DA LIGA Ni₅₄Ti SOB CARREGAMENTO TERMOMECÂNICO

POR

Letícia Contaifer de Moraes

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

Banca Examinadora

Prof. Edson Paulo da Silva, UnB/ ENM (Orientador)

Prof. Palloma Vieira Muterle, UnB/ ENM

Prof. Jorge Luiz de Almeida Ferreira, UnB/ ENM

Brasília, 23 de Novembro de 2017

Agradecimentos

Agradeço ao Prof. Edson Paulo da Silva pela dedicação e paciência na orientação em todas as etapas do trabalho, desde a sua concepção até os mínimos detalhes que foram fundamentais para realização do projeto.

Agradeço ao Grupo de Materiais Inteligentes – GmatI, alunos do Prof. Edson, que me ajudaram e ofereceram conselhos importantes de prática e teoria sobre ligas com memória de forma. Agradeço ao doutorando Tadeu Castro da Silva e mestrando Arthur Pinheiro Barcelos por me auxiliarem em todos os momentos no uso da bancada experimental.

Por fim, agradeço a minha família e amigos por apoiarem as minhas decisões e sempre oferecerem suporte.

Letícia Contaifer de Moraes

RESUMO

As ligas com memória de forma (LMF) são materiais inteligentes que apresentam grande potencial para o uso como atuadores. Nessa aplicação, as LMFs estão sujeitas a ciclagem termomecânica. Além da falha estrutural por fadiga, a ciclagem também pode causar alterações no efeito memória de forma (fadiga funcional). O presente trabalho analisou os efeitos de tratamento criogênico no comportamento cíclico de fios de Ni₅₄Ti de 0,15 mm de diâmetro sob carregamento termomecânico. Comparações foram feitas entre o número de ciclos até a falha, evolução da deformação recuperável e plástica de corpos de prova tratados e não tratados para avaliar os efeitos do tratamento criogênico. Verificou-se que a deformação aumenta com a ciclagem, devido a um acúmulo de deformação plástica, mas a deformação recuperável se mantém praticamente constante. O tratamento criogênico não causou grande variação no número de ciclos até a falha e diminuiu a deformação plástica e a deformação recuperável.

ABSTRACT

Shape memory alloys (SMA) are intelligent materials with great potential for actuating. As actuators, the SMA are subject to thermomechanical cycling. In addition to structural failure due to fatigue, the cycling may also cause changes in the shape memory effect (functional fatigue). This work analyzed the effect of cryogenic treatment in the cyclic behavior of Ni₅₄Ti wires of 0,15 mm diameter under thermomechanical cycling. The number of cycles until failure, recoverable strain and plastic strain evolution of treated and as-received samples were compared in order to evaluate the cryogenic treatment effect. It was verified that the strain increases due to plastic strain accumulation during the cycling. However, the recoverable strain behavior was nearly constant. The cryogenic treatment didn't greatly affect the number of cycles until failure, but it decreased the plastic strain and the recoverable strain.

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	1
1.1	OBJETIVOS	2
1.2	METODOLOGIA	3
1.3	ESTRUTURA DO TEXTO	3
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
2.1	TRANSFORMAÇÕES MARTENSÍTICAS	5
2.1.1	MARTENSITA E AUSTENITA	5
2.1.2	FENOMENOLOGIA DA TRANSFORMAÇÃO	7
2.2	COMPORTAMENTO TERMOMECÂNICO DAS LMF	9
2.3	EFEITO MEMÓRIA DE FORMA (EMF)	10
2.4	FADIGA	11
2.4.1	MECANISMOS DAS FALHAS POR FADIGA	13
2.4.2	CURVA $S - N$	14
2.4.3	CURVA $\epsilon - N$	16
2.4.4	FADIGA EM LMF	17
2.5	TRATAMENTO CRIOGÊNICO	23
3	MÉTODOS E MATERIAIS	26
3.1	MATERIAIS	26
3.2	LEVANTAMENTO DE DADOS	26
3.2.1	PROCEDIMENTO PARA CARACTERIZAÇÃO TÉRMICA	26
3.2.2	BANCADA DE TESTES	28
3.2.3	PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	30
3.3	PROCEDIMENTO PARA O TRATAMENTO CRIOGÊNICO	32
3.4	PROCEDIMENTO DE ANÁLISE	34
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	37
4.1	CARACTERIZAÇÃO TÉRMICA	37
4.2	COMPORTAMENTO CÍCLICO	38
5	CONCLUSÃO	42
5.1	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	42
6	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	44

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 - Gráfico esquemático da variação da fração de martensita durante ciclos de aquecimento e resfriamento.....	6
Figura 2.2 - Diagrama de Fases do NiTi (Fonte: OTSUKA e REN (1999), modificado).....	6
Figura 2.3 - Estrutura atômica esquemática da austenita e martensita (Fonte: ALBANO (2013))	7
Figura 2.4 - Esquema da transformação martensítica na LMF sem aplicação de carga	8
Figura 2.5 - Esquema do processo de pseudoplasticidade com o estado da martensita em detalhe	9
Figura 2.6 - Gráfico esquemático do efeito pseudoelástico	10
Figura 2.7 - Gráfico esquemático do efeito memória de forma (Fonte: LAGOUDAS, et al. (2008), modificado).....	11
Figura 2.8 - Casos de ciclagem com amplitude de tensão constante (Fonte: DOWLING (2007), modificado).....	12
Figura 2.9 - Exemplo de curva $S - N$ (Fonte: NORTON, 2013).....	14
Figura 2.10 - Curva $S - N$ esquemática de um material que apresenta limite de fadiga bem definido (A) e outro não definido (B).....	15
Figura 2.11 - Parâmetros de danos funcionais no ciclo de pseudoelasticidade (Fonte: MALETTA, et al. (2014), modificado).....	18
Figura 2.12 --Evolução da curva de pseudoelasticidade com a ciclagem (Fonte: MALETTA, et al (2014), modificado).....	19
Figura 2.13 - DSC de Ni50,5Ti recozido após 1, 10, 20, 50 e 100 ciclos térmicos (Fonte: PELTON (2011) modificado).....	20
Figura 2.14 - Ciclos térmicos de um fio de NiTi sob tensão constante de 200 MPa (Fonte: MILLER e LAGOUDAS (2000), modificado)	21
Figura 2.15 - Temperaturas de transformação de fase de uma LMF obtidas a partir de um ciclo térmico (Fonte: LAGOUDAS, et al. (2008), modificado)	21
Figura 2.16 - Curva S-N de um ensaio com tensão constante e ciclagem térmica de um fio de Ni54Ti46 (Fonte: MAMMANO e DRAGONI. (2014), modificado)	22
Figura 2.17 - Evolução da deformação no fio em ensaio de ciclagem térmica com tensão constante de 100 e 200 MPa (Fonte: MAMMANO e DRAGONI(2014), modificado)	22
Figura 2.18 - Histórico de temperatura do tratamento criogênico (Fonte: BALDISSERA e DELPRETE, 2008, modificado)	25
Figura 3.1 - Curva esquemática de Fluxo de calor x Temperatura	27
Figura 3.2 - Fluxograma dos ensaios realizados.....	28
Figura 3.3 - Desenho CAD 3D da carcaça da bancada (Fonte: SILVA (2016), modificado)	29
Figura 3.4 - Esquematização básica do ensaio (Fonte: MAMMANO e DRAGONI., (2014), modificado)	31
Figura 3.5 - Curva de tensão-deformação da martensita. (Fonte: MAMMANO e DRAGONI (2011), modificado).....	31
Figura 3.6 - Esquema do tanque de tratamento criogênico (Fonte: SILVA et al (2016), modificado)	32
Figura 3.7 - Tanque de nitrogênio líquido.....	33
Figura 3.8 - Histórico de temperatura do tratamento criogênico	33
Figura 3.9 - Gráfico esquemático da curva de Deformação-Temperatura de uma LMF sob tensão constante	34
Figura 3.10 - Esquematização da deformação do fio.....	35
Figura 4.1 - Evolução da deformação média para CP CR a 151 MPa	39
Figura 4.2 - Evolução da deformação média para CP TC a 151 MPa.....	39
Figura 4.3 - Evolução da deformação plástica média na fase martensita de CP TC e CP CR a 151 MPa	40
Figura 4.4 - Deformação plástica a diferentes tensões (MAMMANO e DRAGONI, 2014) ..	41

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 - Aplicações de LMF e vida em fadiga esperada (Fonte: EGGELER, et al. (2004))	17
Tabela 4.1 - Propriedades térmicas do material investigado	37
Tabela 4.2 - Resultados médios para CPs de 0,15 mm de diâmetro como recebidos	38
Tabela 4.3 - Comparação entre CP TC e CR.....	39
Tabela 4.4 - Número de ciclos até a falha observados por Mammano e Dragoni (2014)	41

LISTA DE SÍMBOLOS

Símbolos Latinos

A	Temperatura de transformação da austenita	[°C]
A	Área	[mm ²]
e	Deformação de engenharia	[mm/mm]
E	Módulo de elasticidade	[GPa]
H	Calor latente de transformação	[J/g]
l	Comprimento	[mm]
M	Temperatura de transformação da martensita	[°C]
N	Número de ciclos	
P	Carga	[N]
Q	Fluxo de Calor	[mW]
R	Razão de tensão	
S	Tensão de engenharia	[MPa]
T	Temperatura	[°C]
t	Tempo	[s]

Símbolos Gregos

σ	Tensão verdadeira	[MPa]
Δ	Varição entre duas grandezas similares	
θ	Taxa de variação de temperatura	[°C/h]
ε	Deformação verdadeira	[mm/mm]
δ	Parâmetro de deformação plástica	[mm/mm]

Subscritos

0	Inicial
a	Alternado
C	Carregado
d	Crítico
e	Elástico
f	Fim
i	Primeiro ciclo
min	Mínimo
m	Médio
max	Máximo
NC	Não carregado
p	Plástico
s	Início

Siglas

CAD	<i>Computer-Aided Design</i> (Desenho assistido por computador)
CAIQ	Central Analítica do Instituto de Química da UnB
CP	Corpo de prova
CR	Como recebido

DAQ	<i>Data Acquisition</i> (Aquisição de dados)
DCT	<i>Deep Cryogenic Treatment</i> (Tratamento Criogênico Profundo)
DSC	<i>Differential Scanning Calorimeter</i> (Calorimetria Diferencial de Varredura)
EDX	Espectrometria de Fluorescência de Raios X por Energia Dispersiva
EMF	Efeito Memória de Forma
FAC	Fadiga de alto ciclo
FBC	Fadiga de baixo ciclo
LMF	Liga com memória de forma
PE	Pseudoelasticidade
SCT	<i>Shallow Cryogenic Treatment</i> (Tratamento Criogênico Raso/Subzero)
TC	Tratamento criogênico

Outros

A Amplitude de tensão [Mpa]

1 INTRODUÇÃO

As ligas com memória de forma (LMF) são classificadas como materiais inteligentes e são tipicamente utilizadas como atuadores. Os materiais considerados inteligentes são aqueles que possuem propriedades (mecânicas, elétricas, óticas, etc) que podem responder a estímulos externos de maneira controlada. Em LMF, o efeito memória de forma permite que deformação seja recuperada através do estímulo térmico. Além disso, essas ligas também apresentam uma recuperação semelhante quando submetidas a aplicação e alívio de tensão através do efeito da pseudoelasticidade (LAGOUDAS, et al., 2008).

A memória de forma é exclusiva das LMF. Desde sua descoberta, se tornou um desafio aos engenheiros descobrir modos úteis de utilizar a capacidade de transformar energia térmica em mecânica feita possível pela memória de forma. Entre as aplicações industriais, pode-se destacar o uso como atuadores, união de tubos, parafusos, fixadores, amortecedores e aplicações aeroespaciais (LAGOUDAS, et al., 2008; VAN DER WIJST, 1992).

Fe-Mn-Si, Cu-Zn-Al e Cu-Al-Ni são LMF exploradas comercialmente, mas devido a instabilidade e comportamento pobre sob carregamento termodinâmico, o NiTi é preferido em relação a essas ligas (JANI, et al., 2014). A liga NiTi, é utilizada em aplicações médicas e odontológicas por ser um material biocompatível e resistente à corrosão. Os efeitos memória de forma e pseudoelástico do NiTi são usados como arcos de aparelhos odontológicos, brocas para realização de canais em dentes, catéteres para procedimentos cirúrgicos pouco invasivos, tratamentos ortopédicos, entre outros (LAGOUDAS, et al., 2008; OTSUKA e WAYMAN, 1998).

Como qualquer outro material, as LMF são alvo de muitos estudos para o seu melhor entendimento e para buscar melhoria e otimização de suas propriedades mecânicas. O estudo da fadiga nas LMF começou com Melton et al. (1979). Miyazaki et al. (1999) realizaram experimentos com fios de NiTi e TiNiCu em ensaios de fadiga por flexão rotativa no regime pseudoelástico em várias temperaturas.

Eggeler et al. (2004) publicou um trabalho completo sobre a fadiga estrutural e térmica de fios e placas de NiTi em ensaios por flexão e tração, além de se aprofundar também na fadiga funcional do material, fenômeno em que as propriedades envolvidas no efeito de memória de forma são afetados pela ciclagem termo-mecânica. Horbogen (2004) publicou um artigo sobre

o mesmo assunto, comentando também sobre a microestrutura do material afetado pela fadiga funcional. Mais recentemente, Pelton (2011), Maletta et al. (2014) e Mammano e Dragoni (2011;2014) também realizaram trabalhos com o mesmo tema. Os resultados dos artigos apontam para alterações em temperaturas de transformação, deformação recuperável, energia dissipada, energia recuperada e vida com a ciclagem tanto térmica quanto mecânica.

Para obter propriedades ótimas do NiTi, Vinothkumar et al. (2007) e Singh et al. (2013) propuseram utilizar tratamento criogênico para dispositivos para uso em aplicações endodônticas, pois a liga se danifica facilmente por ter baixa dureza quando comparada ao aço inoxidável (SINGH, et al., 2013). Foram realizados ensaios com brocas para realização de canal em dentes reais, observando melhorias na eficiência de corte e resistência ao desgaste.

O tratamento criogênico é uma prática que envolve uma tecnologia não muito complexa ou cara, é amigável ao meio ambiente e não é tóxica nem explosiva (PATIL e TATED, 2012). Inicialmente, o tratamento criogênico foi utilizado em metais ferramenta, nos quais foram observadas melhorias na dureza e durabilidade. Depois, passou a ser aplicado em mancais, engrenagens, armas, facas, partes de motores de corrida, brocas, entre outros, com o objetivo de melhorar propriedades mecânicas como a resistência ao desgaste e a dureza em equilíbrio com a tenacidade (BALDISSERA e DELPRETE, 2008).

Em ligas NiTi tratadas criogenicamente, Albano (2013) e Da Cruz Filho (2016) verificaram alterações em propriedades mecânicas e térmicas como módulo de elasticidade, fator de amortecimento, dureza e temperaturas características, mas sem comentários sobre comportamento sob fadiga. Além disso, enquanto o tratamento criogênico causa alterações em diversas propriedades, são poucos os estudos que exploram os efeitos do tratamento no comportamento no efeito memória de forma em vez do comportamento pseudoelástico. É nítido como os estudos dos efeitos do tratamento criogênico sobre LMF é recente e é nesse contexto que esse trabalho busca contribuir.

1.1 OBJETIVOS

O presente trabalho tem como objetivo investigar os efeitos de tratamento criogênico no comportamento cíclico da liga Ni₅₄Ti. Para a análise dos efeitos, buscou-se comparar o número de ciclos até a falha e a evolução da deformação recuperável e deformação plástica de corpos de prova tratados criogenicamente e como recebidos.

1.2 METODOLOGIA

Esse trabalho se baseia em uma análise comparativa experimental do comportamento cíclico da liga Ni₅₄Ti. A comparação foi feita com base na curva $e-N$ do material tratado criogenicamente e como recebido e no número de ciclos até a falha N_f .

1.3 ESTRUTURA DO TEXTO

O texto foi dividido em cinco capítulos: introdução, revisão bibliográfica, definição de materiais e métodos, resultados e discussões e conclusão. Com essa estrutura, buscou-se estabelecer no capítulo 1 contextualização e definição de objetivos do trabalho; no capítulo 2 foi definida uma base teórica a respeito dos fenômenos de efeito memória de forma e aspectos microestruturais relacionados, além dos fenômenos por trás do tratamento criogênico e fadiga. Com os conceitos clarificados, os materiais e métodos foram detalhados no capítulo 3 e os resultados dos experimentos foram expostos e discutidos no capítulo 4. No capítulo 5, foi feita uma conclusão a cerca do que foi abordado e foram sugeridos temas para trabalhos futuros. .

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

As LMF são um grupo de materiais que apresentam a capacidade de recuperar deformações de até 10% além da deformação elástica com o aquecimento acima de determinada temperatura característica ou com a retirada da carga (DUERIG, et al., 1990).

Ao recuperar sua forma apenas com o aquecimento, o efeito permite que a mudança de forma nas LMF ocorra mesmo sob alta tensão (LAGOUDAS, et al., 2008). LMF são capazes de recuperar completamente entre 6 e 8% de deformação (VAN DER WIJST, 1992), enquanto materiais metálicos, de forma geral, apresentam deformação recuperável (elástica) menor que 0,2% (NORTON, 2013).

O comportamento das LMF foi inicialmente observado em uma liga $Au_{47,5}Cd$ por Chang e Read em 1951 e em seguida em ligas NiTi, InTi, CuZn e CuAlNi (OTSUKA, et al., 1998). Em 1963, durante pesquisas em busca de material com propriedades adequadas para proteção contra o calor, a *Naval Ordnance Laboratory* (NOL) observou a memória de forma das ligas NiTi. A partir desse momento, a memória de forma começou a ser profundamente estudada e aplicada em projetos de engenharia. A primeira aplicação comercial de sucesso foi um acoplamento para tubulações para o avião de combate a jato F-14 em 1969 (JANI, et al., 2014).

A capacidade das LMF de produzir um efeito mecânico através de um estímulo térmico faz com que elas sejam muito exploradas pela capacidade de atuação, especialmente quando as aplicações exigem grande deformação (LEO, 2007). Em aplicações robóticas, são utilizados microatuadores de LMF e nas aplicações aeroespaciais são utilizados atuadores de altas temperaturas. A capacidade de absorver energia das LMF também faz com que elas sejam muito empregadas em arnotecedores em automóveis e aeronaves (JANI, et al., 2014).

As ligas NiTi são biocompatíveis. Portanto, não causam respostas inflamatórias ou alérgicas no corpo humano. Aplicações de Ti são comuns na odontologia e ortopedia por ser um elemento biocompatível, mas o NiTi só possui essa propriedade pela camada de TiO_2 que é formada na liga durante a oxidação do Ti, evitando o envenenamento do indivíduo por Ni (LAGOUDAS, et al., 2008). Aplicações do NiTi na medicina incluem instrumentos cirúrgicos, implantes e arcos ortodônticos. A maioria das aplicações, como *stents* e os arcos ortodônticos, exploram a capacidade da LMF de recuperar a forma com o alívio de carga devido à natureza isotérmica do corpo humano. A memória de forma induzida termicamente é

utilizada em filtros de veia cava (Simon Nitinol) (DUERIG, et al., 1999) e espátulas para operações no cérebro (FISCHER, et al., 2004).

2.1 TRANSFORMAÇÕES MARTENSÍTICAS

A transformação martensítica é o principal mecanismo responsável pela memória de forma. O processo é uma transformação de fase não-difusiva ou displaciva entre as fases austenita e martensita do material (OTSUKA, et al., 1998).

O termo martensita em si tem origem no nome do metalurgista alemão Adolf Martens, o primeiro a observar a transformação martensítica em aço por volta de 1890 (LAGOUDAS, et al., 2008). Inicialmente, os nomes “austenita” e “martensita” representavam apenas fases observadas no aço, sendo que a martensita em particular estava associada a um processo de endurecimento por meio de têmpera (VAN DER WIJST, 1992). Com o desenvolvimento da engenharia de materiais, ambas as fases acabaram sendo generalizadas para as fases mãe e produto da transformação sólido-sólido chamada martensítica (DUERIG, et al., 1990).

Transformações martensíticas diretas, da fase mãe para a fase produto, podem ser observadas em diversos materiais metálicos e não metálicos (VAN DER WIJST, 1992), mas a capacidade de realizar a transformação da fase produto de volta para a fase mãe (transformação inversa) é observada apenas nas LMF. A essa transformação de fase reversível dá-se o nome de termoelástica (OTSUKA, et al., 1998).

2.1.1 MARTENSITA E AUSTENITA

As LMF podem existir em duas fases: austenita e martensita. A mudança de fase ocorre de acordo com temperatura da liga em relação a suas temperaturas características (Fig. 2.1) (VAN DER WIJST, 1992). Existem quatro temperaturas características de transformação de fase notáveis nas LMF: Temperatura de início de formação de martensita (M_s), temperatura final de formação de martensita (M_f), temperatura de início de formação de austenita (A_s) e temperatura final de formação de austenita (A_f).

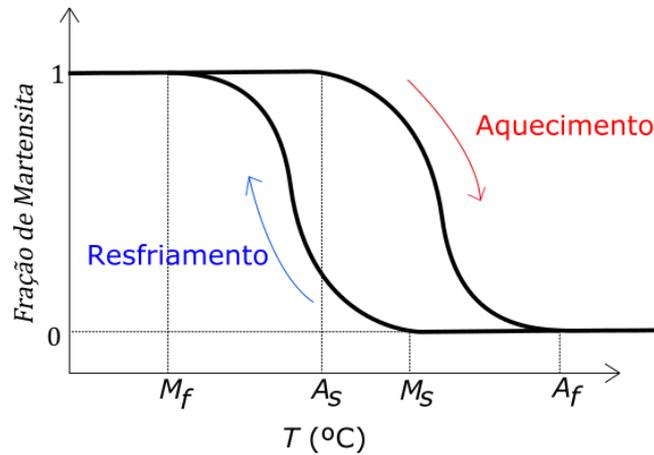


Figura 2.1 - Gráfico esquemático da variação da fração de martensita durante ciclos de aquecimento e resfriamento

Livre de carga, a partir do resfriamento da austenita, a martensita começa a ser formada em M_s . Até M_f , martensita e austenita coexistem e então tem-se apenas a fase martensítica quando a temperatura é menor que M_f . Com o aquecimento, a austenita começa a se formar na temperatura A_s até que ela seja a única fase presente após A_f (LAGOUDAS, et al., 2008). Existe histerese associada à transformação martensítica como pode ser observado na Fig (2.1) na diferença de temperatura de transformação de fase no aquecimento em relação ao resfriamento. Essa histerese térmica é quantificada como a diferença entre as temperaturas A_f e M_s (OTSUKA, et al., 1999).

A Figura (2.2) apresenta o diagrama de fases para o sistema NiTi. As ligas NiTi que apresentam memória de forma tem composição aproximadamente equiatômicas de Ni e Ti (VAN DER WIJST, 1992).

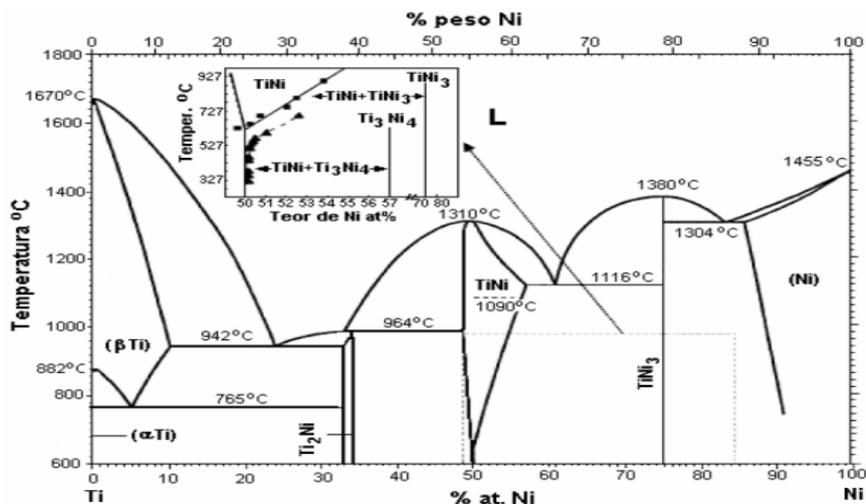


Figura 2.2 - Diagrama de Fases do NiTi (Fonte: OTSUKA e REN (1999), modificado)

As ligas NiTi apresentam estrutura cúbica B2 na fase austenítica e estrutura monoclinica B19' na fase martensita (Fig 2.3). É possível observar fases adicionais no resfriamento, como a fase intermediária de estrutura cristalina romboédrica fase R (VAN DER WIJST, 1992). Quando as ligas NiTi são recozidas para reduzir defeitos provenientes do seu processo de fabricação, por exemplo, precipitados que se originaram no tratamento térmico podem ser responsáveis pela formação da fase R (LAGOUDAS, et al., 2008).

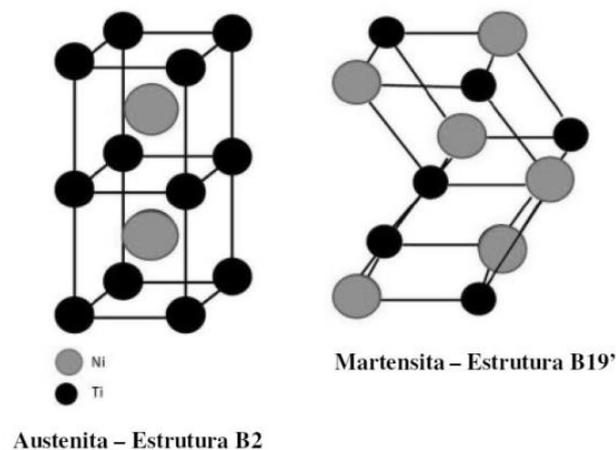


Figura 2.3 - Estrutura atômica esquemática da austenita e martensita (Fonte: ALBANO (2013))

2.1.2 FENOMENOLOGIA DA TRANSFORMAÇÃO

As transformações martensíticas são um tipo de transformação de fase em sólidos classificadas como não difusivas ou displacivas. Portanto, a composição química das fases mãe e produto são as mesmas, uma vez que não há difusão. Os átomos se movimentam na transformação martensítica de maneira cooperativa em apenas curtas distâncias agindo independentes do tempo (VAN DER WIJST, 1992; DUERIG, et al., 1990).

Livre de carga, na formação de martensita, as lamelas adquirem orientações diferentes, podendo formar até 24 variantes de ocorrência não simultânea para as ligas NiTi (OTSUKA, et al., 1998). Como a nova estrutura possui forma diferente da austenita ao seu redor, é

necessário um mecanismo que a “acomode” aos outros formatos, mesmo que ligas como NiTi não apresentem alterações de volume na transformação martensítica (DUERIG, et al., 1990) .

Nas LMFs, a maclagem (ou *twinning*), é o mecanismo de acomodação mais comum por permitir mudanças de forma de maneira reversível. Os átomos são orientados como em um plano espelhado com baixa energia entre suas ligações, permitindo que se movimentem com facilidade. Tem-se então a martensita maclada ou autoacomodada (OTSUKA, et al., 1998). Essa nova estrutura, quando aquecida acima de A_f , reverte para austenita como mostrado na Fig. (2.4).

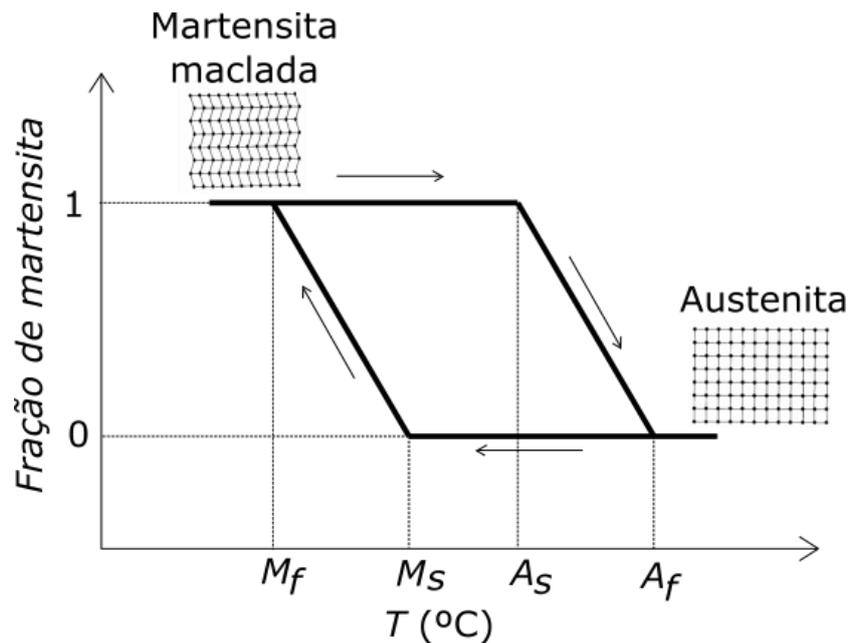


Figura 2.4 – Esquema da transformação martensítica na LMF sem aplicação de carga

As transformações martensíticas nas LMF são classificadas como termoelásticas. Nesse tipo de transformação, a martensita é formada com resfriamento e se transforma em austenita no aquecimento (VAN DER WIJST, 1992).

Se carga for aplicada à martensita maclada abaixo de M_f , as variantes presentes são submetidas a um processo de reorientação. A variante favorecida a se tornar a dominante será a melhor orientada em relação à carga. No limite, apenas uma variante estará presente após a reorientação, formando assim a martensita reorientada ou demaçada (*detwinned*) que se mantém mesmo após a retirada da carga (OTSUKA, et al., 1998).

O aquecimento acima de A_f da martensita reorientada também faz com que a mesma se transforme em austenita, resultando na completa recuperação da deformação sofrida na reorientação (OTSUKA, et al., 1998).

2.2 COMPORTAMENTO TERMOMECÂNICO DAS LMF

Abaixo de M_f , a aplicação de cargas de diferentes magnitudes resulta em diferentes comportamentos para uma LMF (Fig 2.5). Para cargas suficientemente altas, observa-se inicialmente um comportamento elástico (trecho 1-2). Ao atingir a tensão de reorientação da martensita σ_s , observa-se uma deformação a uma tensão praticamente constante (trecho 2-3). Essa deformação está associada a um processo de reorientação das variantes de martensita.

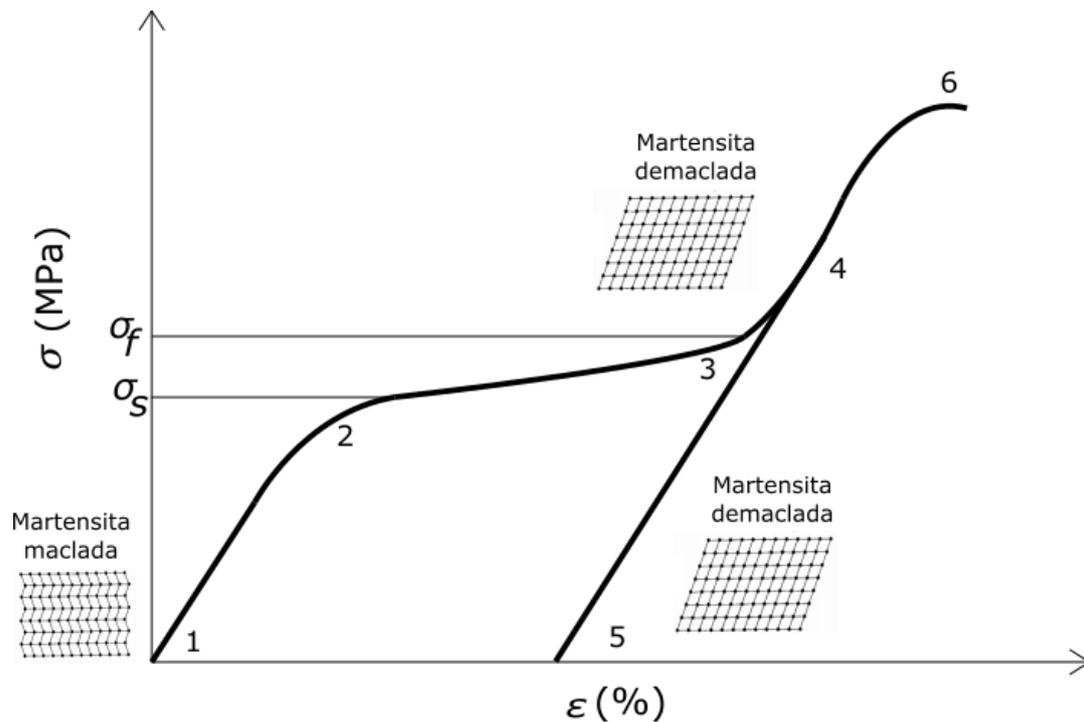


Figura 2.5 – Esquema do processo de pseudoplasticidade com o estado da martensita em detalhe

A martensita se encontra 100% reorientada a partir da tensão de fim de reorientação σ_f . Com o contínuo aumento da tensão após σ_f , observa-se novamente comportamento elástico (trecho 3-4) até que atinge-se a tensão de escoamento da martensita e o material sofre deformação plástica (trecho 4-6) (DUERIG, et al., 1990). O comportamento da martensita antes da fase plástica ilustrado na Fig. (2.5) (trechos 1-5) é chamado de pseudoplástico.

Enquanto a pseudoplasticidade é observada em temperaturas onde há 100% martensita, no fenômeno da pseudoelasticidade (PE) a transformação martensítica ocorre em temperaturas superiores a A_f . A formação de martensita nessas temperaturas é induzida mecanicamente ao atingir a tensão $\sigma_{A \rightarrow M}$ (Fig. 2.6, trecho 1-2-3). Quando a carga é retirada, a LMF retorna para a

fase austenítica na tensão $\sigma_{M \rightarrow A}$, (trecho 3-4-1) recuperando completamente toda a deformação pseudoelástica (trecho 1-2-3-4-1) (DUERIG, *et al.*, 1990).

Acima da temperatura M_d , não é mais observada formação de martensita independente da carga aplicada (VAN DER WIJST, 1992).

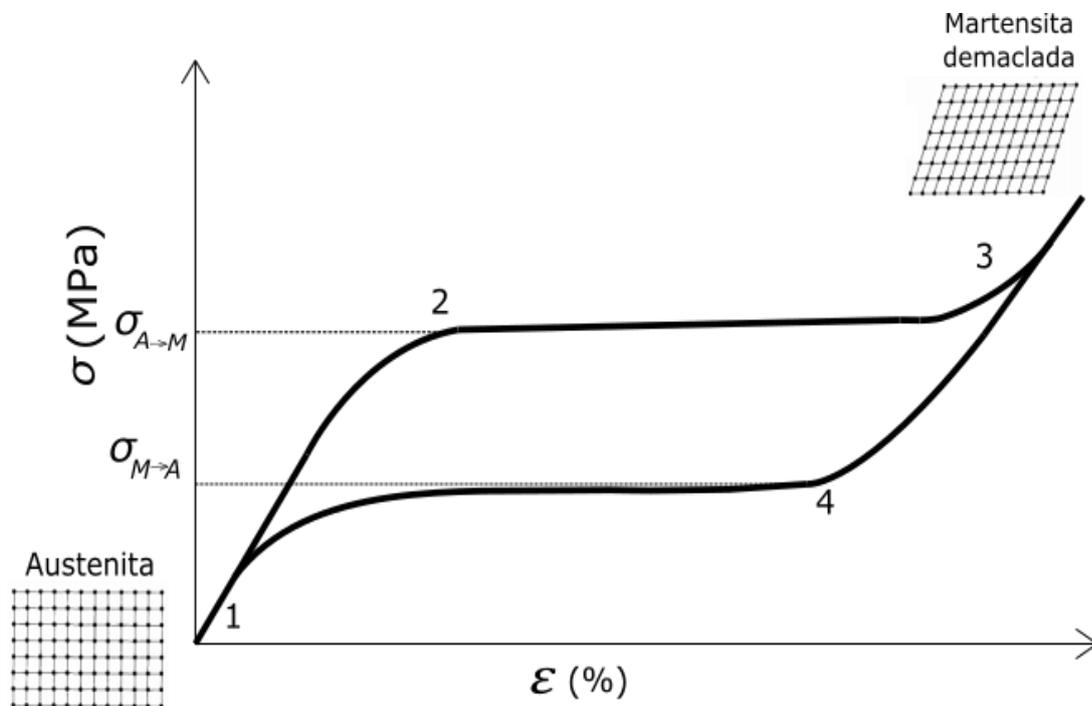


Figura 2.6 - Gráfico esquemático do efeito pseudoelástico

A inclinação dos trechos 1-2 e 3-4 da Fig. (2.6) representam o módulo de elasticidade E do material para as fases martensita e austenita respectivamente. Nas ligas NiTi, a austenita tem E 3 a 4 vezes maior do que o da martensita (VAN DER WIJST, 1992).

2.3 EFEITO MEMÓRIA DE FORMA (EMF)

O Efeito Memória de Forma (EMF) é definido como a recuperação da deformação pseudoplástica. Em resumo, a partir do resfriamento da estrutura austenítica até abaixo de M_f , obtém-se martensita maclada, que é reorientada com aplicação de carga abaixo de M_f . A recuperação de forma é feita aquecendo a martensita acima de A_f . A Figura (2.7) apresenta um gráfico esquemático Tensão x Deformação x Temperatura de uma liga NiTi que mostra o efeito.

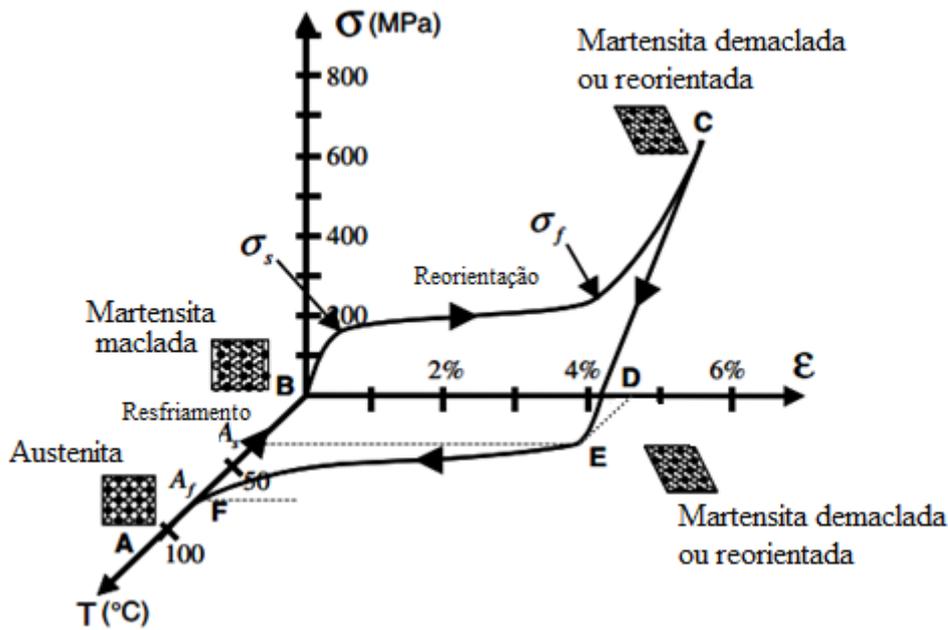


Figura 2.7 – Gráfico esquemático do efeito memória de forma (Fonte: LAGOUDAS, et al. (2008), modificado)

2.4 FADIGA

A ASTM define fadiga, em tradução livre, como um “*processo de mudanças estruturais progressivas, permanentes e localizadas em um material sujeito a condições que produzem tensões e deformações oscilantes em um ponto ou vários e que pode culminar em trincas ou completa fratura após um número suficiente de oscilações*” (STEPHENS e FUCHS, 2001).

Pela definição, a fadiga, em geral, ocorre quando o material está sujeito a carregamentos cíclicos. Essa ciclagem, mesmo em tensões menores que a tensão de ruptura do material, é suficiente para danificá-lo por gerar danos microscópicos que se acumulam. Carregamento cíclico consiste na aplicação de cargas que variam com o tempo e variam a tensão no material entre um nível mínimo σ_{min} e máximo σ_{max} que podem ser constantes ou não. A diferença entre eles é dada como $\Delta\sigma$ (DOWLING, 2007).

$$\Delta\sigma = \sigma_{max} - \sigma_{min}. \quad (1)$$

A média entre σ_{min} e σ_{max} equivale à tensão média σ_m , que pode ser nula caso a tensão seja completamente revertida como no caso a) da Fig. (2.8). A amplitude de tensão σ_a , ou tensão alternada, é definida pela diferença entre as tensões máximas e mínimas.

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

$$\sigma_a = \frac{\sigma_{max} - \sigma_{min}}{2}. \quad (3)$$

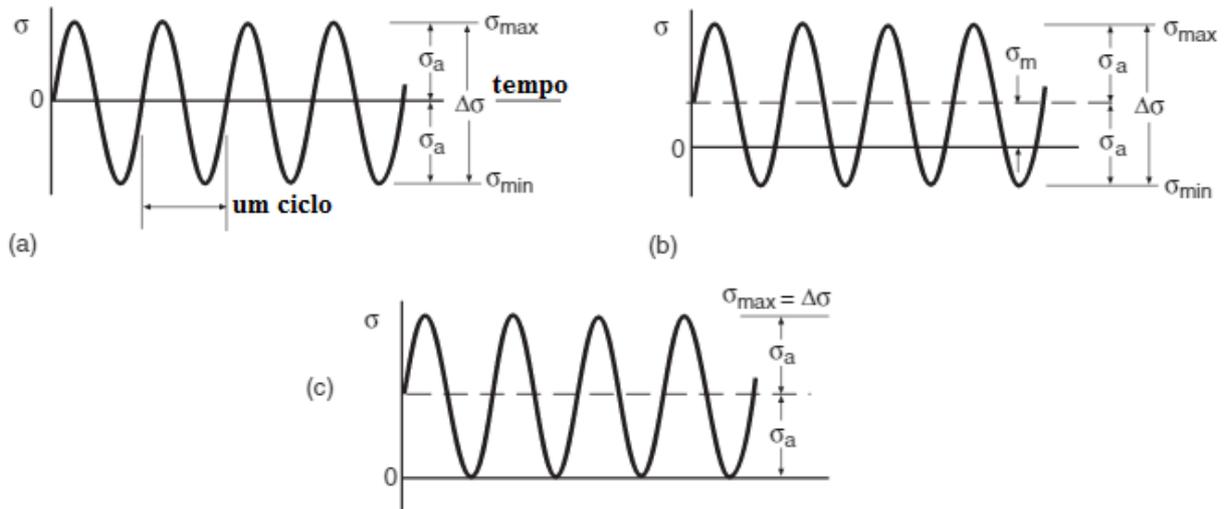


Figura 2.8 - Casos de ciclagem com amplitude de tensão constante (Fonte: DOWLING (2007), modificado)

A partir das relações das equações (2) e (3), obtém-se as relações:

$$\sigma_{max} = \sigma_m + \sigma_a. \quad (4)$$

$$\sigma_{min} = \sigma_m - \sigma_a. \quad (5)$$

Os comportamentos das curvas da Fig.(2.8) também podem ser descritos por uma razão de tensão R e uma razão de amplitude \mathcal{A} (DOWLING, 2007).

$$R = \frac{\sigma_{min}}{\sigma_{max}}, \quad (6)$$

$$\mathcal{A} = \frac{\sigma_a}{\sigma_m}. \quad (7)$$

Quando $R = -1$, tem-se a situação da Fig.(2.8) a) que indica tensão completamente alternada. $R = 0$ equivale a situação c) de “zero-a-tensão” (DOWLING, 2007).

Por definição, as tensões de tração são consideradas positivas e de compressão são negativas. Além disso, considera-se que tensões escritas com o símbolo σ são consideradas tensões instantâneas ou verdadeiras. Em um corpo sob carga uniaxial P ,

$$\sigma = \frac{P}{A}. \quad (8)$$

Em que A é a área instantânea da seção transversal. A notação S é reservada para tensões nominais ou de engenharia.

$$S = \frac{P}{A_0}, \quad (9)$$

onde A_0 é a área da seção transversal original do corpo.

Notação semelhante pode ser feita para deformação. ε é utilizado para deformações verdadeiras e e para deformações de engenharia. Considerando novamente carga uniaxial de um corpo com comprimento original l_0 , tem-se:

$$\varepsilon = \int_{l_0}^l \frac{dl}{l} = \ln\left(\frac{l}{l_0}\right), \quad (10)$$

$$e = \frac{l-l_0}{l_0}. \quad (11)$$

Para deformações de até 2%, S pode ser aproximado para a tensão instantânea σ e e para ε sem muitos erros (STEPHENS e FUCHS, 2001).

2.4.1 MECANISMOS DAS FALHAS POR FADIGA

As falhas por fadiga tipicamente ocorrem após contínua ciclagem seguida do crescimento de trincas até um ponto crítico que culmina na separação do componente ou da estrutura em duas ou mais partes (fratura). As trincas se formam e se desenvolvem preferencialmente em regiões de alta tensão e deformação, com variações bruscas de geometria, diferenças de temperatura, tensões residuais e imperfeições no material que podem existir desde a sua fabricação (STEPHENS e FUCHS, 2001).

Regiões microscópicas de concentração de tensão são propícias a sofrer deformação plástica mesmo sob tensões abaixo do limite de escoamento do material. Em metais, com o passar dos ciclos de tensão, essas regiões se multiplicam e se unem, formando trincas microscópicas (NORTON, 2013). Enquanto houver tensões de tração cíclicas o suficiente, o crescimento das trincas ocorre conforme o número de ciclos aumenta até causar a ruptura do material.

A análise da fadiga é feita de duas formas (SURESH, 1998):

- Curvas $S - N$,
- Curvas $\varepsilon - N$.

A escolha da curva a ser utilizada pode ser feita com base no número de ciclos esperados até a ruptura do material sob certa sollicitação. Dividem-se então dois grandes regimes: fadiga de baixo-ciclo (FBC) e fadiga de alto-ciclo (FAC) (NORTON, 2013). Um número exato de ciclos para cada regime não é claramente delimitado. Norton (2013) sugere 10^3 ciclos como o máximo para FBC e acima disso FAC.

2.4.2 CURVA $S - N$

A análise $S - N$ utiliza uma abordagem de fadiga com foco na tensão e usa a curva $S - N$ como um dos seus principais instrumentos de análise (Fig. 2.9). Essa curva é geralmente obtida ao plotar amplitudes de tensão pelo número de ciclos até a fratura, ou vida N_f , associada. A curva também pode ser chamada de curva de Wohler em homenagem a August Wohler, um dos primeiros engenheiros a estudar o fenômeno da fadiga por volta de 1850 (DOWLING, 2007). Esse modelo é geralmente utilizado com FAC (NORTON, 2013).

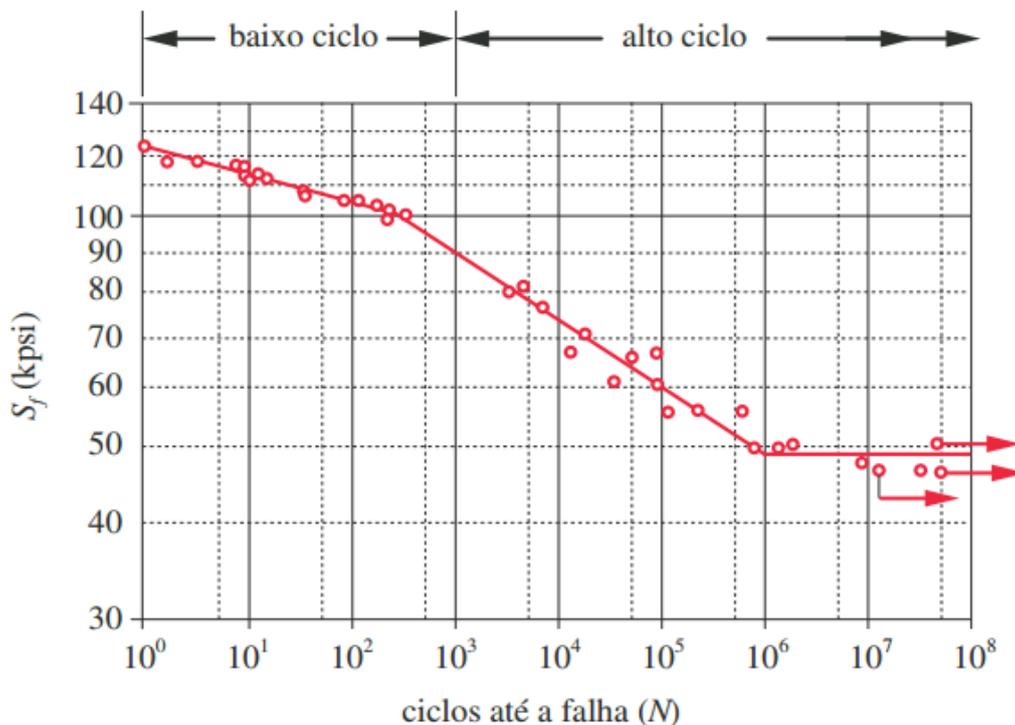


Figura 2.9 - Exemplo de curva $S - N$ (Fonte: NORTON, 2013)

A curva $S - N$ costuma ser utilizada com eixos em escala log-simples ou log-log para obter uma melhor leitura, uma vez que a ordem do número de ciclos até a falha pode variar intensamente conforme a tensão aplicada (DOWLING, 2007). Os pontos podem ser ajustados em uma reta quando apenas a vida está em escala logarítmica através da Eq. (12):

$$\sigma_a = C + D \log(N_f), \quad (12)$$

sendo σ_a a amplitude da tensão aplicada no ensaio, N_f os ciclos até a falha e C e D são constantes.

Para escala log-log, tem-se

$$\sigma_a = \sigma'_f (2N_f)^b, \quad (13)$$

onde σ'_f é uma constante aproximadamente igual a tensão de fratura e b é a inclinação da curva (DOWLING, 2007).

Para um certo material investigado, as curvas $S - N$ podem ou não apresentar uma tensão mínima abaixo da qual não há falha, formando uma reta horizontal na curva para essa tensão (Fig. 2.10). Esse valor é chamado Limite de Fadiga (S_e) (DOWLING, 2007) e depende do material, acabamento superficial, formato do espécime, tipo de carregamento, corrosão ou outros fatores ambientais agressivos, tensões residuais, tensões médias e concentradores de tensão (STEPHENS e FUCHS, 2001).

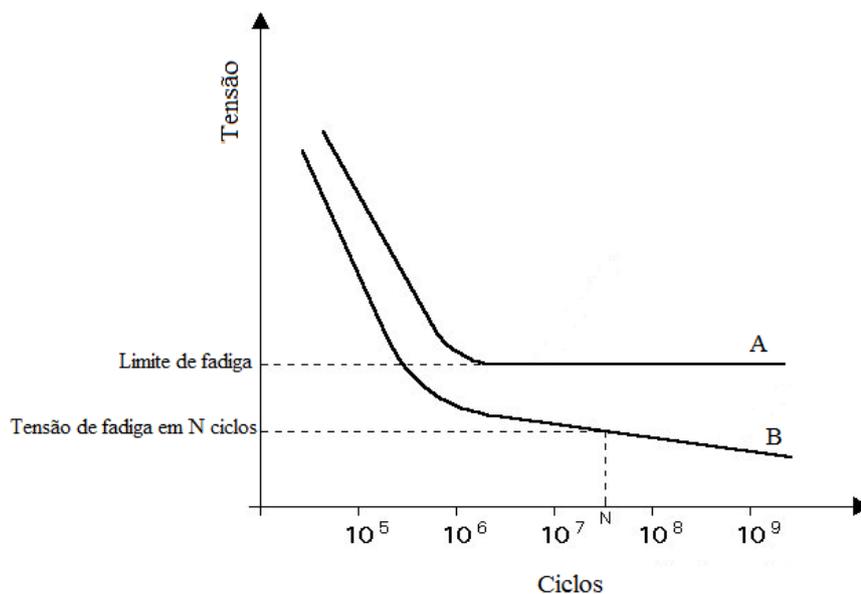


Figura 2.10 - Curva $S - N$ esquemática de um material que apresenta limite de fadiga bem definido (A) e outro não definido (B)

Com o conhecimento de S_e , um componente pode ser desenvolvido para que as tensões sobre ele nunca o ultrapassem e satisfaça um critério de projeto para vida infinita, ou seja, as tensões são mantidas em um patamar tal que não leva o material a falhar por fadiga (NORTON, 2013). O S_e pode ainda ser aumentado com tratamentos térmicos e mecânicos apropriados (STEPHENS e FUCHS, 2001).

2.4.3 CURVA $\varepsilon - N$

Uma abordagem baseada na deformação permite considerar os efeitos do escoamento localizado no material de maneira detalhada. Quando altas tensões são envolvidas e vidas curtas são esperadas, a deformação plástica domina o comportamento do material (DOWLING, 2007). Uma análise com base na tensão não consegue modelar adequadamente fenômenos de deformação. Portanto, o modelo deformação-número de ciclos é o preferido para FBC (NORTON, 2013), mas também pode ser utilizado em regimes de altos-ciclos por ser um modelo que explora diretamente o mecanismo principal da falha por fadiga, que é o escoamento localizado seguido da formação de trincas (BUDYNAS e NISBETT, 2006).

Em trabalhos independentes, Coffin (1954) e Manson (1954), estudaram e estabeleceram uma caracterização da fadiga baseada na amplitude de deformação elástica. O logaritmo da amplitude de deformação plástica, $\Delta\varepsilon_p/2$, plotado contra o logaritmo do número de ciclos revertidos até a falha, $2N_f$, resulta em uma relação linear para materiais metálicos (SURESH, 1998):

$$\frac{\Delta\varepsilon_p}{2} = \varepsilon'_f (2N_f)^c, \quad (14)$$

em que ε'_f é o coeficiente de ductilidade de fadiga que corresponde à deformação verdadeira na fratura em uma reversão e c é o expoente de ductilidade de fadiga necessário para tornar a vida $2N_f$ proporcional à amplitude de deformação plástica verdadeira (BUDYNAS e NISBETT, 2006). Sabendo ainda que a amplitude de deformação total em um teste com amplitude de deformação constante, $\Delta\varepsilon/2$, é a soma das amplitudes de deformação plástica e elástica, tem-se:

$$\frac{\Delta\varepsilon}{2} = \frac{\Delta\varepsilon_e}{2} + \frac{\Delta\varepsilon_p}{2}. \quad (15)$$

Em relação à deformação elástica, nota-se que:

$$\frac{\Delta \varepsilon_e}{2} = \frac{\Delta \sigma}{2E} = \frac{\sigma_a}{E}. \quad (16)$$

Combinando com a Eq. (13) obtém-se:

$$\frac{\Delta \varepsilon_e}{2} = \frac{\sigma_f'}{E} (2N_f)^b, \quad (17)$$

onde σ_f' é o coeficiente de resistência a fadiga, a tensão verdadeira correspondente à fratura em uma reversão, e b é o expoente de resistência à fadiga responsável por realizar a mesma função de c , mas relacionado a deformação elástica.

Combinando as equações (14), (15) e (17), pode-se obter uma equação para a deformação total usando os componentes elásticos e plásticos:

$$\frac{\Delta \varepsilon}{2} = \frac{\sigma_f'}{E} (2N_f)^b + \varepsilon_f' (2N_f)^c. \quad (18)$$

A Equação (18), ou relação de Coffin-Manson, é a base para a abordagem $\varepsilon - N$. Ela já foi utilizada em diversas aplicações industriais de maneira que os coeficientes e expoentes para alguns metais comuns de engenharia se encontram tabelados (SURESH, 1998).

2.4.4 FADIGA EM LMF

Qualquer material de engenharia submetido a carregamento cíclico é suscetível ao desenvolvimento de danos microscópicos e isso não é diferente para as LMF (EGGELER, et al., 2004). A Tabela (2.1) lista algumas aplicações de LMF sob ciclagem mecânica, efeitos presentes na aplicação e a vida N_f esperada. Considerando essas aplicações, tem-se FAC.

Aplicação	Efeito	Vida em fadiga N_f esperada
Válvula térmica	EMF	10^4
Posicionamento	EMF 2 sentidos	10^5
Garra robótica	EMF 2 sentidos	10^6
Fio ortodôntico	PE	10^5
<i>Stents</i>	PE	10^8
Amortecimento, fricção interna	PE	10^8

Tabela 2.1 - Aplicações de LMF e vida em fadiga esperada (Fonte: EGGELER, et al. (2004))

No estudo da fadiga em LMF, também é necessário levar em consideração a possível alteração de propriedades com a ciclagem térmica, mecânica ou termomecânica. Como a

fadiga para essas ligas não se limita apenas a falhas estruturais, fala-se em fadiga funcional ao se tratar das perdas das propriedades funcionais (EGGELER, et al., 2004; RAMAIAH, et al., 2011). É de grande importância entender os dois tipos de fadiga para um dimensionamento seguro de componentes que empreguem LMF (EGGELER, et al., 2004).

Quanto à ciclagem mecânica, Maletta et al. (2014) realizaram experimentos no regime de PE e observaram mudanças nas propriedades do NiTi após ciclagem. A Figura (2.11) apresenta um gráfico que mostra as propriedades do material modificadas pela ciclagem. A Figura (2.12) mostra a evolução da curva pseudoelástica do ciclo 1 até a estabilização da histerese depois do ciclo i .

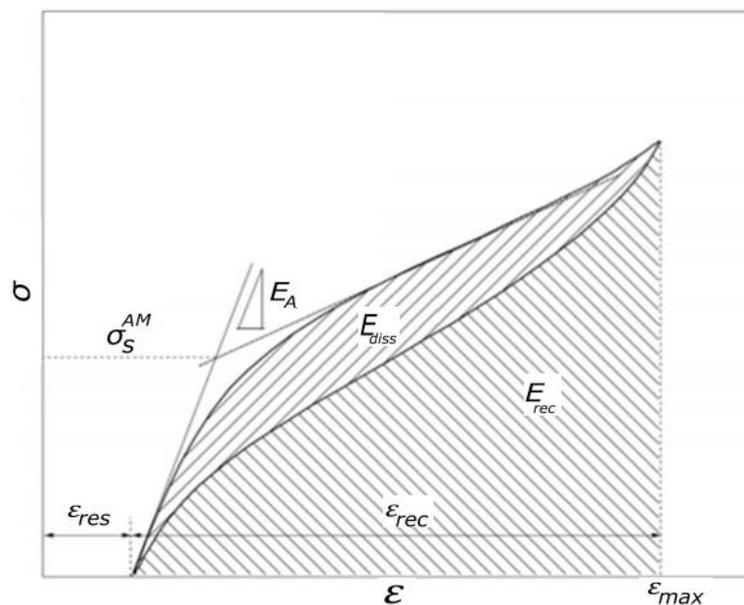


Figura 2.11 - Parâmetros de danos funcionais no ciclo de pseudoelasticidade (Fonte: MALETTA, et al. (2014), modificado)

Entre as propriedades alteradas na PE, tem-se (MALETTA, et al., 2014) :

- E_{rec} - Energia recuperada: Energia recuperada ao final do ciclo de carregamento e descarregamento;
- E_{diss} -Energia dissipada: Energia liberada no ciclo de carregamento e descarregamento;
- ϵ_{rec} - Deformação recuperada: Deformação recuperada no descarregamento devido ao efeito da PE;
- ϵ_{res} - Deformação residual: Deformação não recuperada no descarregamento.
- E_A - Módulo de Young da austenita: Parâmetro de rigidez da austenita;

- σ_s^{AM} - Tensão de transformação direta: Tensão necessária para obter martensita induzida por tensão.

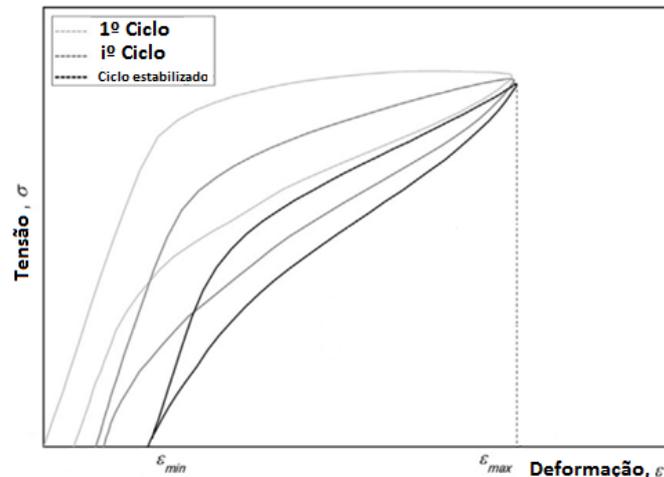


Figura 2.12 —Evolução da curva de pseudoelasticidade com a ciclagem (Fonte: MALETTA, et al (2014), modificado)

Na Figura (2.12), é possível observar que, até a estabilização da histerese, energia dissipada e recuperada diminuem e a deformação residual aumenta, diminuindo a deformação recuperada como consequência. A tensão de transformação direta diminui e o módulo de Young também se altera.

Às modificações observadas, Maletta et al (2014) atribuem diversos fenômenos. Para o acúmulo de deformação plástica, tem-se a deformação plástica já esperada pela deformação martensítica nos primeiros ciclos em conjunto com defeitos na rede cristalina durante a ciclagem. Esses defeitos, que são deslocamentos na estrutura cristalina, aumentam por unidade de volume e acabam por formar variantes de martensita que se estabilizam e não retornam para austenita com o alívio de carga (MALETTA et al., 2014; EGGELER et al., 2004). Os mesmos fatores contribuem para a diminuição da energia dissipada, energia recuperada, redução do módulo de Young e redução da tensão de transformação. Outras alterações na microestrutura responsáveis pela fadiga funcional incluem o próprio processo de maclagem e deformações plásticas por escorregamento (MALETTA et al., 2014).

Em LMF, a ciclagem térmica é realizada para induzir as transformações martensíticas em aplicações EMF. Ao induzir contínuas transformações de fase através de variações na temperatura em um ensaio com ciclagem puramente térmica, tem-se como consequência fadiga funcional. Alterações na microestrutura como presença de deslocamentos ocorrem e alteram propriedades como temperaturas de transformação (PELTON, 2011). Na Figura

(2.13), tem-se várias curvas obtidas em um experimento realizado por Pelton (2011) em uma liga Ni_{50,5}Ti com ciclagem puramente térmica, mostrando variações nas temperaturas de transformação após determinados ciclos.

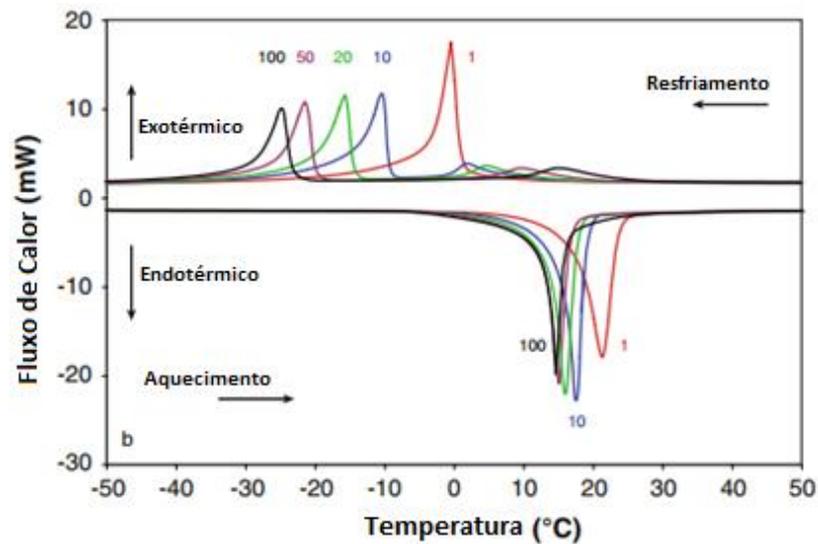


Figura 2.13 – DSC de Ni_{50,5}Ti recozido após 1, 10, 20, 50 e 100 ciclos térmicos (Fonte: PELTON (2011) modificado)

A LMF pode ser submetida também a esforço mecânico (constante ou alternado) simultaneamente à ciclagem térmica em uma ciclagem termomecânica. Nesse caso, fadiga ocorre, mas o comportamento das trincas é alterado do caso clássico pela fadiga funcional devido a mudanças de fase durante a ciclagem (RAMAIAH, et al., 2011). Como a fadiga não acontece como consequência apenas da ciclagem mecânica, ela é considerada não convencional nessa situação.

As curvas da Fig. (2.14) foram obtidas em um experimento com ciclagem térmica do NiTi com tensão constante. Cada curva descreve um ciclo térmico completo da EMF. O ciclo inicial mostra uma recuperação completa da deformação sofrida, mas a continua ciclagem causa acúmulo de deformação plástica. Na Figura (2.14), observa-se aproximadamente 4,02% de deformação acumulada. Quando o material é carregado abaixo da tensão de escoamento, esse resultado é atribuído à deformação plástica em regiões microscópicas de concentração de tensão que contribui para a progressiva formação de martensita que não muda de fase com o aquecimento (MILLER e LAGOUDAS, 2000).

A partir dos ciclos térmicos como na Fig. (2.14), é possível obter valores das temperaturas de transformação de fase quando o material está sob tensão M_s^σ , M_f^σ , A_s^σ e A_f^σ (LAGOUDAS, et al., 2008). Para isso, tangentes são traçadas como na Fig. (2.15). Usando essa técnica,

podem ser analisadas as mudanças nas temperaturas características e na histerese térmica com o passar da ciclagem.

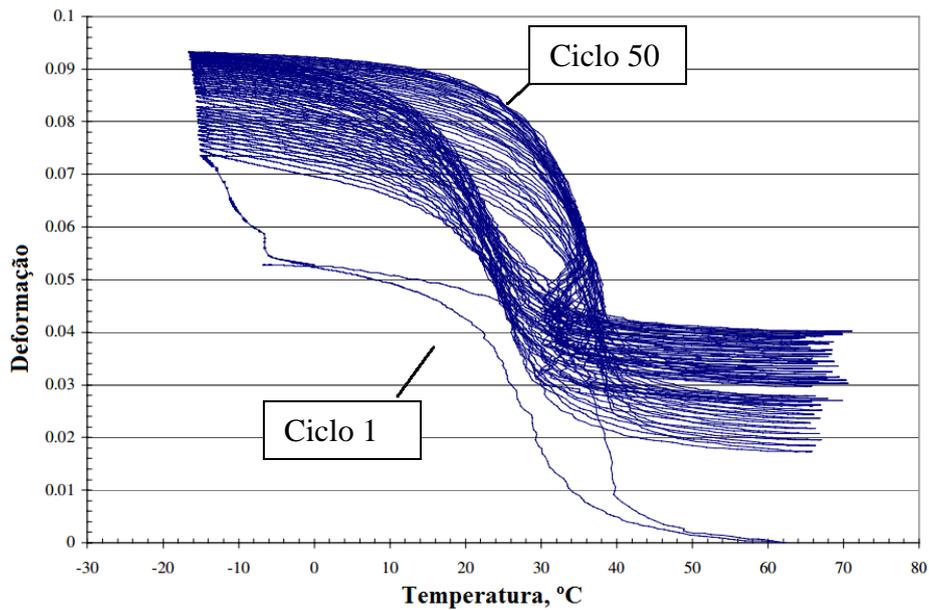


Figura 2.14 - Ciclos térmicos de um fio de NiTi sob tensão constante de 200 MPa (Fonte: MILLER e LAGOUDAS (2000), modificado)

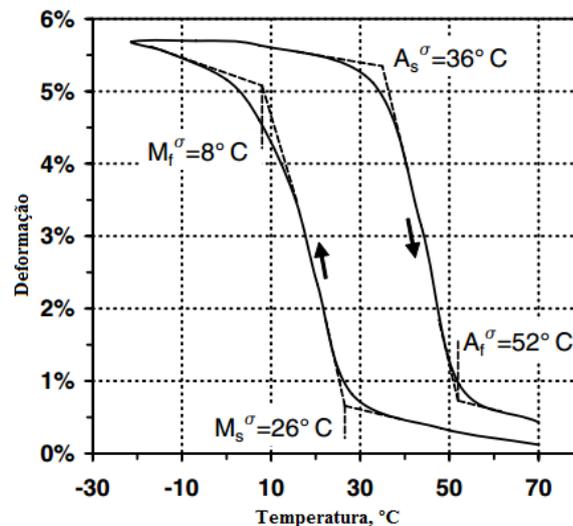


Figura 2.15 - Temperaturas de transformação de fase de uma LMF obtidas a partir de um ciclo térmico (Fonte: LAGOUDAS, et al. (2008), modificado)

A Figura (2.16) mostra 3 curvas $S - N$ construídas com experimentos de ciclagem térmica à tensão constante com deformação limitada em 4%, 3% e ilimitada em fios de 0,150 mm de diâmetro de $Ni_{54}Ti_{46}$ realizados por Mammano e Dragoni (2014). Os resultados obtidos indicam um limite de resistência a fadiga bem definido para o material investigado.

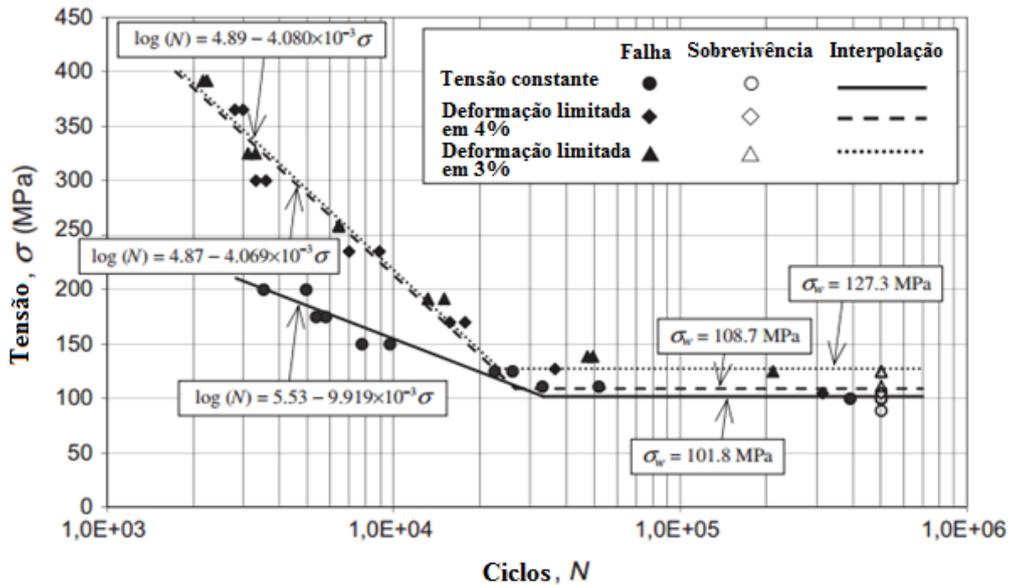


Figura 2.16 – Curva S-N de um ensaio com tensão constante e ciclagem térmica de um fio de Ni54Ti46 (Fonte: MAMMANO e DRAGONI. (2014), modificado)

Além da curva $S - N$, Mammano e Dragoni (2014) obtiveram resultados quanto à deformação do material investigado. Foi observado que, no caso sem restrição na deformação, a deformação recuperada diminui com o passar dos ciclos para tensões abaixo de 125 MPa devido a um aumento em ε_A (deformação de engenharia na fase austenita). A Figura (2.17) mostra o comportamento da deformação com a ciclagem termomecânica para o material submetido a tensão constante de 100 e 200 MPa. ε_M corresponde a deformação de engenharia em martensita e EMF é a diferença entre ε_M e ε_A . Nota-se que no ensaio com 200 MPa a EMF permanece praticamente constante pois ε_A e ε_M aumentam praticamente na mesma taxa.

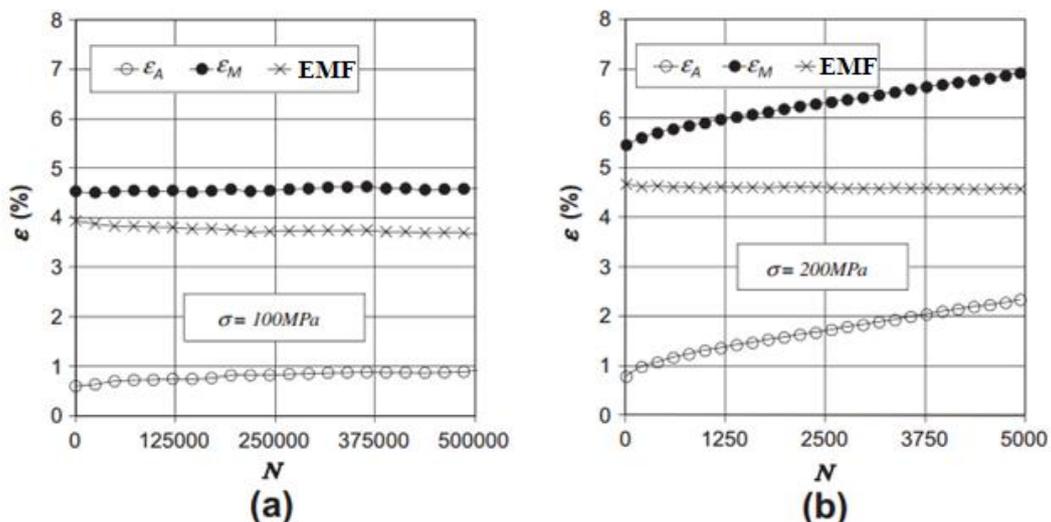


Figura 2.17 – Evolução da deformação no fio em ensaio de ciclagem térmica com tensão constante de 100 e 200 MPa (Fonte: MAMMANO e DRAGONI(2014), modificado)

2.5 TRATAMENTO CRIOGÊNICO

Barron (1999) define criogenia como o conjunto de estudos de baixas temperaturas tipicamente aceitas como abaixo de $-150\text{ }^{\circ}\text{C}$ (123 K), como sugerido pelo *National Institute for Standards and Technology*, por ser mais frio que a temperatura de ebulição de gases como hélio, hidrogênio e nitrogênio.

Temperaturas criogênicas causam efeitos na matéria de tal forma que podem ser utilizadas como tratamento térmico, dando origem ao tratamento criogênico. As baixas temperaturas aliviam tensões e eliminam defeitos na estrutura cristalina causados pela aplicação de tensões sob o material com base na Terceira Lei da Termodinâmica. A partir do princípio que a entropia é nula na temperatura zero absoluto, baixas temperaturas fazem com que o material assumira um estado de equilíbrio e entropia mínima, refinando e uniformizando grãos, diminuindo distâncias interatômicas e enfim retirando defeitos (PATIL e TATED, 2012).

A técnica de tratamento consiste em uma única exposição do material à temperaturas criogênicas por um certo período de tempo para então retorná-la para a temperatura ambiente (WALE e WAKCHAURE, 2013). Em geral, espera-se ao final do tratamento um aprimoramento das propriedades mecânicas como dureza e resistência ao desgaste, à corrosão, à tensões e à fadiga (PATIL e TATED, 2012). Diferentemente de tratamentos superficiais, as modificações ocorrem no interior do material (BENSELY, et al., 2007).

Enquanto vários tempos de exposição e temperaturas criogênicas são possíveis, Bensely et al (2007) definem dois tipos de tratamento criogênico:

1. Tratamento criogênico subzero ou tratamento criogênico raso (*Shallow Cryogenic Treatment - SCT*): Utiliza temperaturas por volta de $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ (193 K),
2. Tratamento criogênico profundo (*Deep Cryogenic Treatment – DCT*): Realizado a $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ (77 K), temperatura do nitrogênio líquido (YUN, et al., 1998).

Desenvolvido por volta de 1930 (YUN, et al., 1998), o SCT é geralmente utilizado para remover tensões residuais introduzidas durante processos de laminação, extrusão, forja, austenitização, etc. Por serem métodos comuns na indústria, o SCT é o método mais popular de tratamento criogênico (ASHIUCHI, 2009). Ele também é aplicado em peças utilizadas para trabalhos de precisão para manter a estabilidade dimensional (BENSELY, et al., 2007).

O DCT começou a ser utilizado por volta de 1970 e foram obtidos diversos resultados (YUN, et al., 1998). Mais melhorias de propriedades mecânicas podem ser obtidas conforme a diminuição da temperatura, portanto o DCT também é utilizado quando se deseja boa estabilidade dimensional (PATIL e TATED, 2012).

Em aços, geralmente, o DCT é realizado em peças que passaram por tratamento de têmpera. O papel do DCT nesse caso é transformar em martensita a austenita instável retida no material proveniente da têmpera. Ele realiza também a precipitação de carbonetos ultra finos, promovendo mudanças nas propriedades mecânicas mencionadas (PATIL e TATED, 2012; WALE e WAKCHAURE, 2013).

Resultados ótimos para o tratamento criogênico dependem da temperatura mínima, taxa de resfriamento, tempo de imersão, taxa de aquecimento em temperatura ambiente, além de temperatura e taxa de aquecimento para o revenimento se realizado (DARWIN, et al., 2008). A escolha dos parâmetros dependem do material e aplicação envolvidos (PATIL e TATED, 2012).

Taxas de resfriamento utilizadas variam entre 0,35 a 3 K/min. Rapidez excessiva é evitada por tender a causar trincas por meio de choque térmico. Enquanto é difícil encontrar um consenso quanto à melhor taxa devido à grande gama de materiais testados, geralmente pesquisadores concordam em mantê-las lentas para evitar trincamento e promover melhorias na resistência ao desgaste como provaram Barron et al. (1980) e Kalsi et al. (2010) em seus experimentos (PATIL e TATED, 2012).

O tempo de imersão, ou encharque, precisa ser longo o suficiente para que a transformação da austenita em martensita ocorra, os carbonetos precipitem e o estado de energia mínimo seja atingido. Esses resultados podem ser obtidos em períodos de 8 a 40 horas de imersão ou mais com resultados variados por material testado (PATIL e TATED, 2012).

A Figura (2.18) esquematiza o tratamento criogênico em forma de gráfico Temperatura x Tempo. É válido notar que a temperatura real se difere da nominal devido a limitações no isolamento do aparato experimental (BALDISSERA e DELPRETE, 2008).

Da Cruz Filho (2016) realizou uma análise das propriedades de uma barra de $Ni_{48}Ti_{52}$ com tratamento criogênico profundo a $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ em diferentes tempos de imersão para comparação com uma amostra não tratada. Os experimentos foram feitos a uma taxa de resfriamento e aquecimento de $18\text{ }^{\circ}\text{C/h}$ e relataram queda na dureza, módulo de elasticidade, calor latente,

histerese térmica e temperaturas de transformação, mas aumento no amortecimento. As variações se intensificaram conforme o tempo de imersão cresceu (12, 18 e 24 horas). É sugerido que as alterações tenham sido causadas por formação de precipitado Ti_2Ni e aumento no tamanho dos grãos.

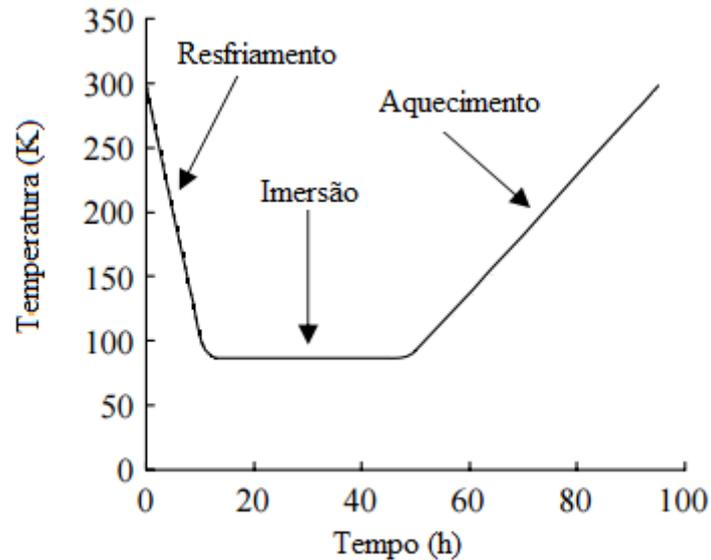


Figura 2.18 – Histórico de temperatura do tratamento criogênico (Fonte: BALDISSERA e DELPRETE, 2008, modificado)

Em 12 horas de imersão de $Ni_{55}Ti_{44}$ e mesma taxa de resfriamento e aquecimento de Da Cruz Filho, Albano (2013) verificou manutenção do módulo de elasticidade, aumento do fator de amortecimento, pequeno aumento da dureza e também alterações nas temperaturas de transformação. Lopes (2014) verificou aumento nas temperaturas de transformação de fase do NiTi em tratamentos criogênicos em tempos variando de 15 minutos a 24 horas sem diferença significativa causada pelo tempo de encharque.

3 MÉTODOS E MATERIAIS

Para verificar o comportamento em fadiga de uma LMF, buscou-se submeter um material que apresente memória de forma a ensaios com tensão constante e ciclagem térmica. Ao ciclar o material dessa forma, é possível observar a vida em fadiga, mudanças na evolução das temperaturas de transformação de fase, histerese térmica e deformação se monitorados e analisados corretamente. Nesse trabalho, foi utilizada uma bancada experimental que possui um sistema de aquecimento e resfriamento, além de conjuntos de sensores e um sistema de aquisição de dados para coletar informações a respeito das alterações nas propriedades do material decorrentes da fadiga estrutural e funcional. A mesma bancada foi utilizada para ensaios com espécimes tratados e não tratados criogenicamente.

O material escolhido para os ensaios, o NiTi em forma de fio, apresenta o efeito memória de forma desejado e é um material amplamente estudado. Para a análise dos resultados e comparação com a literatura disponível, buscou-se caracterizar a liga quanto a sua composição química, temperaturas de transformação de fase e comportamento tensão-deformação monotônico para compreender o estado da martensita (maclada ou reorientada) em cada tensão aplicada.

Neste capítulo são detalhadas as características dos materiais investigados, os componentes da bancada de testes e os procedimentos experimentais e de análise adotados.

3.1 MATERIAIS

Foi investigado neste projeto uma liga NiTi SMARTFLEX® com 54% de Ni em forma de fio de 0,15 mm de diâmetro martensita em temperatura ambiente. A composição química do fio foi fornecida pelo fabricante SAES Getters.

3.2 LEVANTAMENTO DE DADOS

3.2.1 PROCEDIMENTO PARA CARACTERIZAÇÃO TÉRMICA

Para o conhecimento das temperaturas de transformação de fase e calor latente de transformação, foi realizado o DSC (Calorimetria Diferencial de Varredura) do material como recebido e tratado criogenicamente no aparelho DSC 8000 Perkin Elmer®. De acordo com o fabricante, esse aparelho possui precisão de $\pm 0,008$ °C.

O DSC é um equipamento que possui dois fornos. Em um deles é colocado uma amostra do material a ser analisado e no outro uma referência. O DSC mantém a temperatura e taxa de aquecimento de ambos os fornos sempre iguais. Quando ocorre transformação martensítica direta, que é exotérmica, o equipamento reduz a quantidade de calor para a amostra para que a temperatura se mantenha igual à do forno de referência. Essa diferença de calor a menos enviado ao forno da amostra corresponde ao calor liberado na transformação. Na transformação reversa, que é endotérmica, ocorre o oposto.

Durante as transformações, picos e vales se formam no gráfico de Fluxo de calor(Q) x Temperatura(T). De acordo com a ASTM F2004-16, para obter as temperaturas de transformação de fase, devem ser traçadas retas tangentes às linhas de base e aos picos e vales formados no aquecimento e resfriamento. A interseção dessas retas indica as temperaturas de transformação. A área definida pela interseção dividida pela massa da amostra é o calor latente de transformação em J/g. A Figura (3.1) esquematiza um gráfico Fluxo de calor x Temperatura típico obtido no DSC para uma LMF.

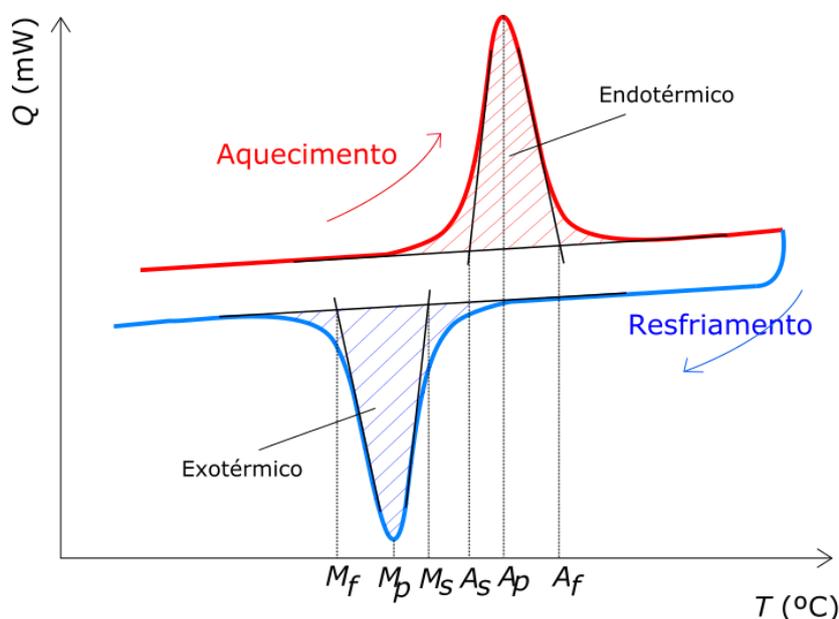


Figura 3.1 - Curva esquemática de Fluxo de calor x Temperatura

As taxas de aquecimento, resfriamento, temperaturas máximas e mínimas e isothermas foram mantidas as mesmas para todos os procedimentos realizados com DSC. Foi seguido um procedimento em 4 passos: Aquecimento de $-70,00\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $130,00\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $20,00\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$; Manter a $130,00\text{ }^{\circ}\text{C}$ por 1 minuto; Resfriar de $130,00\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $-70,00\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $-20,00\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ e manter em $-70,00\text{ }^{\circ}\text{C}$ por 2 minutos.

3.2.2 BANCADA DE TESTES

Os ensaios de fadiga foram realizados em uma bancada de testes de estrutura em alumínio equipada com sensores, sistema de aquecimento e resfriamento e um sistema de aquisição de dados. O uso de cada um dos equipamentos segue a Fig. (3.2) que esquematiza todo o ensaio desde a ciclagem térmica do fio até a geração de resultados gráficos. A Figura (3.3) mostra um CAD da estrutura da bancada.

Para a realização do experimento, o fio investigado foi conectado na parte superior da bancada por um parafuso com olhal junto à célula de carga. Na outra extremidade, o fio é carregado com um peso que forneça a tensão necessária para o ensaio. O aquecimento do fio é realizado por corrente elétrica fornecido por uma placa eletrônica e o resfriamento é feito com ventilação forçada por um ventilador e natural com o ambiente mantido em aproximadamente $19\text{ }^{\circ}\text{C}$.

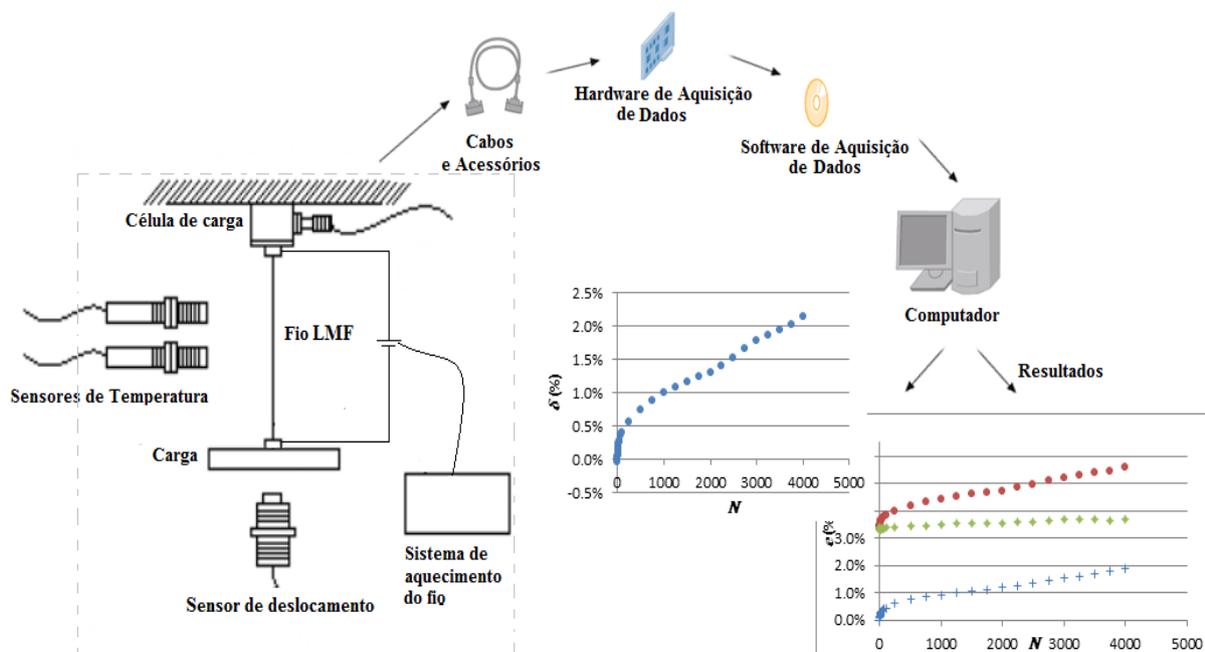


Figura 3.2 - Fluxograma dos ensaios realizados

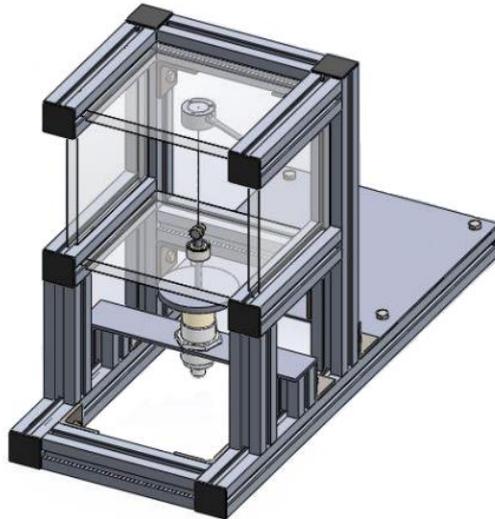


Figura 3.3 - Desenho CAD 3D da carcaça da bancada (Fonte: SILVA (2016), modificado)

Três sensores fazem parte da bancada para realizar a medição dos parâmetros principais. Eles se comunicam com o sistema para obter informações sobre as grandezas físicas e as convertem em sinais elétricos para que depois sejam interpretadas por um módulo de processamento e disponibilizadas no computador (processo de aquisição de dados – DAQ). Os sensores são indicados na Fig. (3.2) e explicados nos itens de 1 a 3.

1. Célula de Carga: Esse sensor é um transdutor de força. Ele é responsável por converter a força aplicada em um sinal elétrico, permitindo a sua leitura em um display como uma tela de computador após processamento.

Modelo: GL

Modo de funcionamento: Strain gage

Capacidade nominal: 5 kg

2. Sensor de temperatura: Utiliza tecnologia de detecção de radiação infravermelha do material para obter a temperatura do fio sem necessidade de contato.

Modelo: Micro-Epsilon CT-SF22

Modo de funcionamento: Detecção por reflexão

Temperatura de operação: -20 a 180 °C

3. Sensor de deslocamento indutivo: O sensor indutivo detecta, sem contato, posições de objetos metálicos a partir de um campo eletromagnético gerado por ele. Ao contabilizar pequenos deslocamentos, é possível obter a deformação do fio.

Modelo: Ima30-40NE1ZC0K

Modo de funcionamento: Geração de campo magnético

Alcance: 40 mm

Conectado aos sensores, um hardware de aquisição de dados recebe informações das grandezas medidas e as transmite para o computador como esquematizado na Fig. (3.2) onde todos os dados do ensaio são disponibilizados.

3.2.3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Para obter informações a respeito do comportamento das LMF durante a ciclagem termomecânica, corpos de prova de fios de Ni₅₄Ti tratados e não tratados criogenicamente foram submetidos ao seguinte procedimento:

1. Cortar um fio do material não deformado para obter um comprimento L de 100 mm. Prender ambas as suas extremidades com dispositivos que auxiliarão no posicionamento na bancada. Obtém-se um comprimento útil L_0 de aproximadamente 90 mm.
2. Conectar uma das extremidades do fio à célula de carga e configurar esta para zero.
3. Acoplar o porta-carga com cargas suficientes para que a tensão desejada seja atingida.
4. Fornecer calor ao fio até que se aqueça até 102 °C e então interromper esse fornecimento para que o fio esfrie até aproximadamente 18° C e o ciclo do EMF ocorra por completo (Fig.3.4).
5. Registrar o número de ciclos até a falha quando ocorre o rompimento do fio. Caso não ocorra fratura após 10^5 ciclos, encerrar o procedimento e registrar o caso como vida infinita.

Os tempos dedicados ao resfriamento e ao aquecimento foram determinados para garantir a transformação direta e reversa completas durante todo o ensaio com a maior frequência possível de ciclos. Para isso, os ciclos tiveram entre 16 e 13 segundos, com tempos de aquecimento e resfriamento divididos igualmente ou com mais tempo para o aquecimento caso a divisão não resulte em um número inteiro. A tensão utilizada no aquecimento foi de 6,4 V.

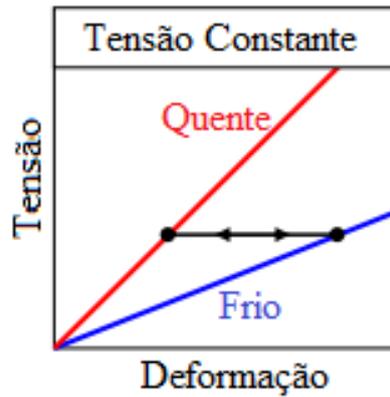


Figura 3.4 - Esquemática básica do ensaio (Fonte: MAMMANO e DRAGONI., (2014), modificado)

A definição de um comprimento útil para o fio menor que o comprimento real é necessária para que seja evitado contabilizar falhas em baixos ciclos causadas por influências externas com as garras que posicionam o corpo de prova. Os pontos de fixação nas extremidades do fio agem como concentradores de tensões e podem reduzir a vida em fadiga do material. Para garantir a confiabilidade dos resultados, apenas corpos de prova que sofreram ruptura a uma distância maior que 10 mm do local de fixação foram consideradas na análise (MAMMANO e DRAGONI, 2014).

Para conhecimento do comportamento sob tensão da martensita, foi utilizada como referência a curva experimental obtida por Mammano e Dragoni (2011) para um fio de NiTi do mesmo fornecedor, mesma composição e mesmo diâmetro (Fig 3.5).

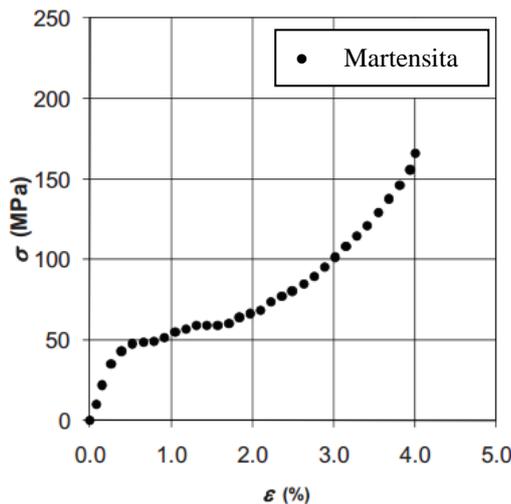


Figura 3.5 - Curva de tensão-deformação da martensita. (Fonte: MAMMANO e DRAGONI (2011), modificado)

Os níveis de tensão S usados no experimento foram escolhidos acima da tensão de reorientação da martensita. S é calculado de acordo com a Eq. (19), onde F é o peso do porta

carga somado com o peso de massas adicionadas a ele e A é a área da seção transversal do fio como recebido a temperatura ambiente.

$$S = \frac{F}{A} \quad (19)$$

Foi aplicada carga para um nível de tensão de 151 MPa em todos os corpos de prova. Buscou-se repetir o experimento com 3 corpos de prova distintos para que fossem obtidos dados suficientes para a identificação de erros de modo a validar o experimento.

3.3 PROCEDIMENTO PARA O TRATAMENTO CRIOGÊNICO

O tratamento criogênico foi realizado através da imersão completa dos corpos de prova em um tanque preenchido com nitrogênio líquido a -196°C (DCT). A Figura (3.6) apresenta uma esquematização de um tanque com capacidade para o tratamento de até 3 amostras simultaneamente. Para a realização da imersão das amostras no nitrogênio líquido, utilizou-se um recipiente em formato de copo que é mergulhado por completo no tanque. O modelo de tanque utilizado no experimento permite a inserção de 6 recipientes por vez (Fig. 3.7).

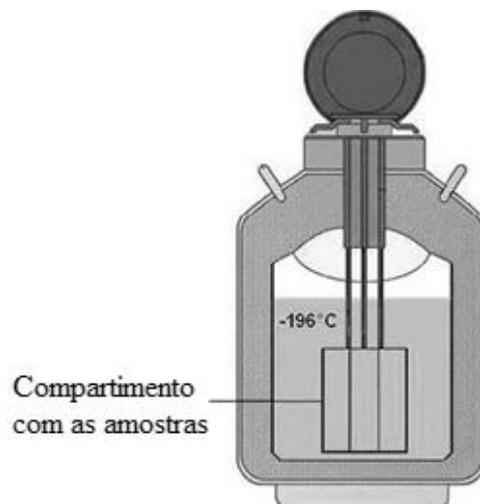


Figura 3.6 - Esquema do tanque de tratamento criogênico (Fonte: SILVA et al (2016), modificado)



Figura 3.7 - Tanque de nitrogênio líquido

O procedimento foi dividido em três passos: resfriamento até $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$, encharque e aquecimento até a temperatura ambiente (aproximadamente 26°C). Com o tanque cheio, os corpos de prova foram colocados no compartimento e inseridos no tanque onde permaneceram por 12 horas. Finalizado o tempo de encharque, os fios foram retirados do tanque para que retornasse para a temperatura ambiente. O histórico do tratamento é esquematizado na Fig. (3.8).

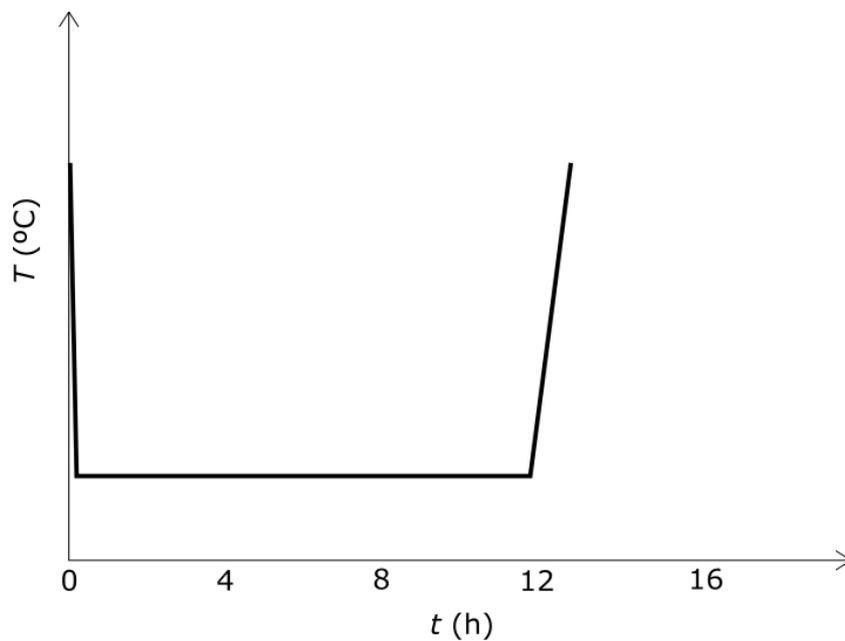


Figura 3.8 - Histórico de temperatura do tratamento criogênico

As taxas de aquecimento e resfriamento não foram controladas. A taxa de resfriamento foi estimada experimentalmente considerando que o corpo de prova, partindo da temperatura ambiente, atinge a temperatura final $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ assim que imerso totalmente no nitrogênio líquido devido ao seu pequeno diâmetro que rapidamente perde calor quando adentra o tanque. Portanto, a estimativa foi feita através do conhecimento do tempo até que o compartimento atinja a posição final e as temperaturas iniciais e finais, que foi de aproximadamente 5 segundos.

$$\theta = \frac{\Delta T}{\Delta t}, \quad (20)$$

$$\theta = \frac{-196-(26)}{5} = -44,4\text{ }^{\circ}\text{C/s},$$

em que θ é a taxa de resfriamento em $^{\circ}\text{C/s}$, ΔT é a variação de temperatura em $^{\circ}\text{C}$ e Δt é a variação do tempo em segundos.

3.4 PROCEDIMENTO DE ANÁLISE

A relação entre deformação e temperatura na ciclagem térmica de uma LMF sob tensão constante forma um laço de histerese característico no qual é possível identificar as fases austenita e martensita. Quando abaixo de M_f , a deformação atinge o valor máximo. O valor mínimo ocorre acima de A_f , onde a deformação sofrida é recuperada (Fig. 3.9).

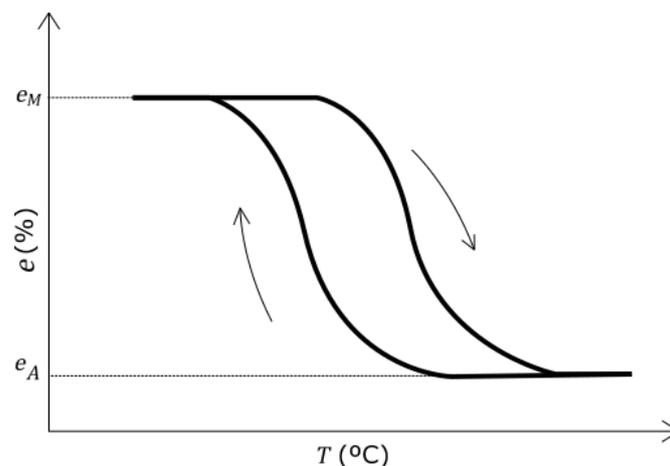


Figura 3.9 - Gráfico esquemático da curva de Deformação-Temperatura de uma LMF sob tensão constante

Nesse trabalho, foi realizado um procedimento de análise semelhante ao proposto por Mammano e Dragoni (2014). A deformação e a tensão calculados são os valores de

engenharia e e S_e no fio foi calculado como a diferença entre o comprimento do fio carregado (L_C) e o comprimento do fio no primeiro ciclo na fase austenita (L_{CAi}) em relação ao comprimento do material descarregado na fase martensita (L_{NCM}) que equivale a L_0 (Fig. 3.10).

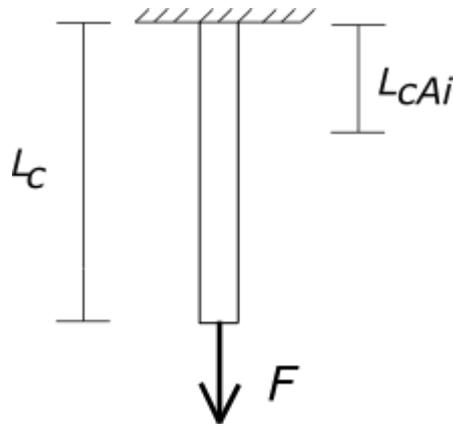


Figura 3.10 - Esquematização da deformação do fio

$$e = \frac{L_C - L_{CAi}}{L_{NCM}} \quad (21)$$

Explorando essa relação, definiu-se a deformação na fase martensita como a aquela que ocorre em temperaturas menores que M_f . Nesse momento, o fio se encontra deformado pela carga.

$$e_M = \frac{L_{CM} - L_{CAi}}{L_{SCM}} \quad (22)$$

A deformação pode ser definida de maneira semelhante para a austenita. Em temperaturas maiores que A_f , tem-se:

$$e_A = \frac{L_{CA} - L_{CAi}}{L_{SCM}} \quad (23)$$

Ao estabelecer o comprimento não deformado da austenita como o comprimento mínimo do fio, obtém-se uma medida para a deformação recuperada EMF através da diferença entre e_M e e_A .

$$EMF = e_M - e_A \quad (24)$$

Para a medição da deformação plástica acumulada no corpo de prova, foi estabelecido um parâmetro δ definido como a diferença entre e_M em um ciclo N e e no segundo ciclo (MAMMANO e DRAGONI, 2014).

Os valores percentuais de EMF , δ , e_A e e_M serão explorados no capítulo 4 para análise da evolução da deformação ao longo da ciclagem. Além disso, serão comparados os números de ciclos até a falha e o efeito da variação de tensão em corpos de prova como recebidos.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 CARACTERIZAÇÃO TÉRMICA

Corpos de prova (CP) de aproximadamente 100 mm de comprimento foram tratados criogenicamente por 12 horas de acordo com os procedimentos descritos na sessão 3.3. As temperaturas de transformação de fase e o calor latente de transformação (H) foram comparados com as amostras como recebidas (CR) para avaliar a influência do tratamento criogênico (TC) (Tab. 4.1). ΔT e ΔH são as diferenças entre as temperaturas características e o calor latente de transformação dos CP TC e CR respectivamente. H é representado em valores absolutos na tabela.

Tabela 4.1 - Propriedades térmicas do material investigado

Material	Ni ₅₄ Ti (0,15 mm)		
	CR	TC	ΔT (°C)
M_s (°C)	40,55	40,74	0,19
M_f (°C)	32,91	32,34	-0,57
A_s (°C)	83,69	83,52	-0,17
A_f (°C)	88,35	87,61	-0,74
M_p (°C)	36,82	36,81	-0,01
A_p (°C)	85,08	85,44	0,36
Histerese Térmica (°C)	47,80	46,87	-0,93
			ΔH (J/g)
$H_{M \rightarrow A}$ (J/g)	17,2222	18,9260	1,7038
$H_{A \rightarrow M}$ (J/g)	19,2818	20,3043	1,0225

Ao comparar os dados obtidos, observou-se alterações menores que 2% nas temperaturas de transformação de fase entre CP TC e CP CR. A maior diferença observada ocorreu em uma diminuição de 1,73% em M_f . Em relação a H , houve aumento de 9,89% em $H_{M \rightarrow A}$ e 5,30% em $H_{A \rightarrow M}$. Foi observada também a permanência de fases intermediárias presentes nos materiais CR depois do tratamento criogênico.

A pequena variação percentual nas propriedades térmicas indica que o tratamento criogênico não causou alterações em nenhuma propriedade. A causa da variação observada foi o método utilizado para a análise. O uso das retas tangentes é pouco preciso, pois não há grande rigor no ponto por onde a reta deve começar a ser traçada.

4.2 COMPORTAMENTO CÍCLICO

Seguindo o procedimento descrito na sessão 3.2.2, foram realizados ensaios com CP CR e CP TC a 151 MPa que resultaram nos dados da Tab. (4.2).

Tabela 4.2 – Resultados médios para CPs de 0,15 mm de diâmetro como recebidos

Ni ₅₄ Ti (0,15 mm)			
Corpo de prova	S(MPa)	N_f	EMF médio (%)
CP_CR_1	151	1397	4,99
CP_CR_2		1100	4,98
CP_CR_3		1877	3,29
CP_TC_1		1507	3,10
CP_TC_2		2158	3,13
CP_TC_3		1383	3,72

Comparando N_f para a verificação do efeito do tratamento criogênico, a maior diferença foi verificada entre CP_CR_2 e CP_TC_2, com aumento de 96,18%. A menor foi uma diminuição de 1,00% entre CP_CR_1 e CP_TC_3. O desvio padrão populacional para N_f foi de 348,75 ciclos e coeficiente de variação de 22,2%, indicando que o tratamento criogênico não causou grande alteração no comportamento do material em relação ao número de ciclos até a falha.

Em relação ao EMF médio, o desvio padrão foi de 0,82% e o coeficiente de variação foi de 21,1%. Notou-se uma diferença de 1,7% e 1,6% entre os valores de EMF de CP_CR_3 em relação a CP_CR_1 e CP_CR_2. Desconsiderando esse valor, pode-se dizer que o tratamento criogênico causou diminuição do EMF.

As Figuras (4.1) e (4.2) mostram a evolução da deformação média dos corpos de prova em função de N . Nota-se que e_A e e_M aumentam a uma taxa semelhante, de forma que EMF permanece praticamente constante em torno de 4,5% para CP CR. Mammano e Dragoni (2014) relataram comportamento semelhante (Figura 2.17).

A deformação dos CP TC teve comportamento semelhante ao relatado para os CP CR, mas o EMF médio teve uma variação maior tal que não pode ser considerado praticamente constante. Houve aumento máximo de 0,61%, comparado com 0,39% do caso CR.

Observou-se variação entre os valores médios iniciais e finais de e_M e e_A . Em geral, o tratamento criogênico proporcionou deformações menores em troca de um EMF menor. A Tabela (4.3) mostra os valores iniciais, máximos e mínimos para e_M , a variação de EMF e os valores máximos de e_A .

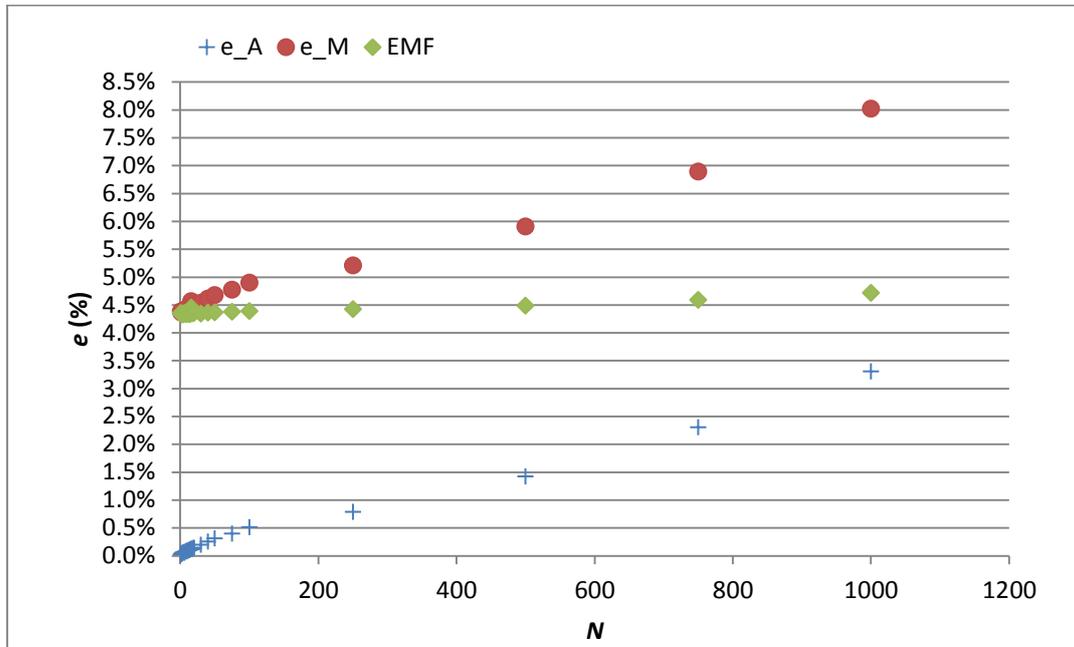


Figura 4.1 - Evolução da deformação média para CP CR a 151 MPa

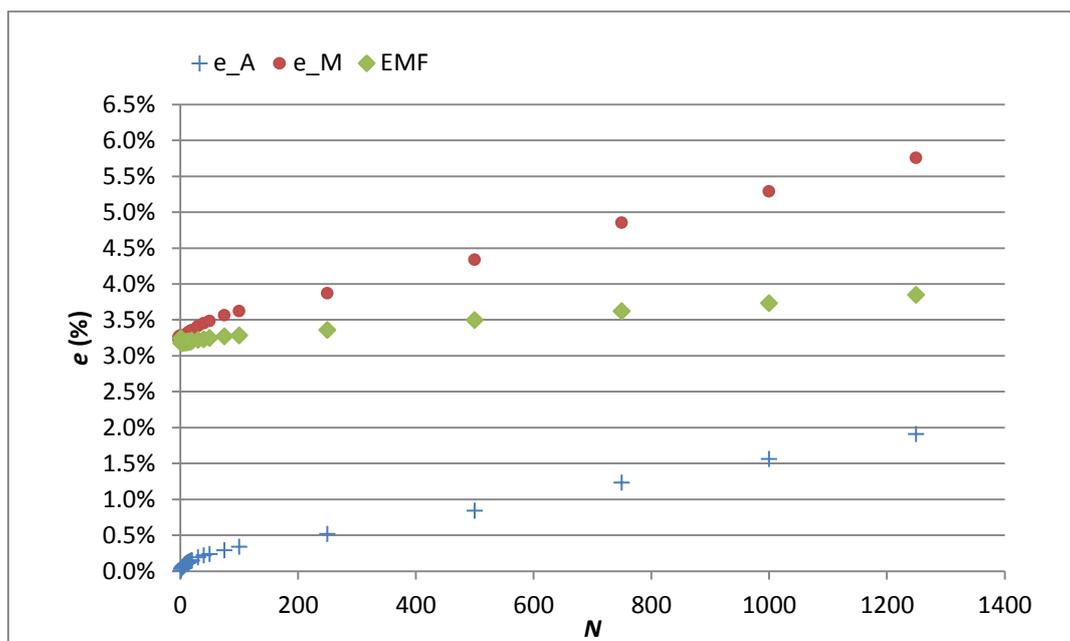


Figura 4.2 - Evolução da deformação média para CP TC a 151 MPa

Tabela 4.3 - Comparação entre CP TC e CR

Ni ₅₄ Ti (0,15 mm)				
CP	e_M inicial (%)	e_M máximo (%)	e_A máximo (%)	ΔEMF (%)
TC	3,24	5,76	1,91	0,61
CR	4,38	8,01	3,31	0,39

A variação em e_A e e_M em função da ciclagem ocorre devido a deformação plástica por fadiga estrutural sofrida pelo CP ao longo do ensaio. De acordo com a literatura, ela pode estar associada a martensita que permanece mesmo após a transformação martensítica inversa. Essa alteração é observada como o alongamento δ do fio que permanece após a transformação martensítica ($T < M_f$). A Figura (4.3) apresenta a evolução média desse alongamento na fase martensita para os CP TC e CR.

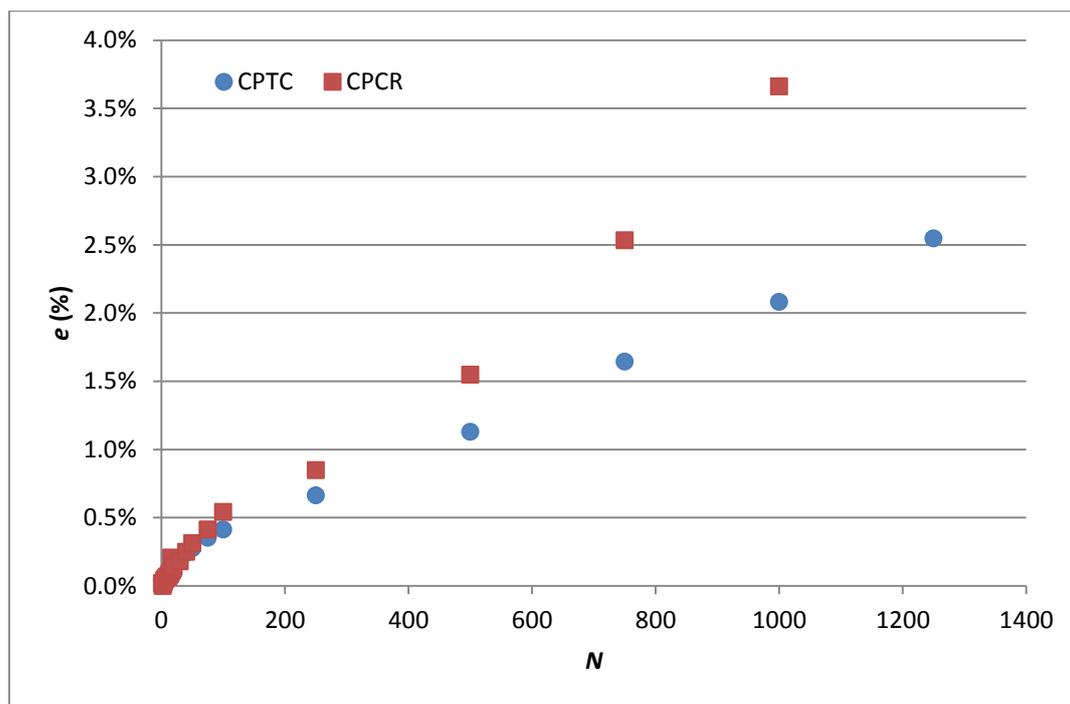


Figura 4.3 - Evolução da deformação plástica média na fase martensita de CP TC e CP CR a 151 MPa

Os CP TC apresentaram δ máximo de aproximadamente 2,55%. Em comparação, os CP CR apresentaram máximo de 3,66%. Portanto, houve redução de 30,3%. O comportamento dos dois conjuntos de dados mostrados na Fig. (4.3) é praticamente linear, mas CP CR tem uma inclinação maior. Pela observação da evolução da deformação plástica, percebe-se que o tratamento criogênico contribui para a diminuição dela com a ciclagem, mas sem causar grande variação no número de ciclos até a falha.

Para 150 MPa, Mammano e Dragoni (2014) também observaram crescimento linear da deformação plástica que aumenta a inclinação com o aumento da tensão aplicada (Fig. 4.4). Entretanto, para esse nível de tensão para corpos de prova como recebidos, δ não ultrapassa 0,45% e o fio não falha antes de 7700 ciclos (Tab.4.4).

Tabela 4.4 - Número de ciclos até a falha observados por Mammano e Dragoni (2014)

MAMMANO e DRAGONI, 2014	
S (MPa)	N_f
150	9688
150	7731

As discrepâncias nos dados provavelmente foram causadas por variações no procedimento experimental como corrente elétrica aplicada e tempo de aquecimento e resfriamento distintos dos usados nesse trabalho, uma vez que o fio utilizado foi o mesmo.

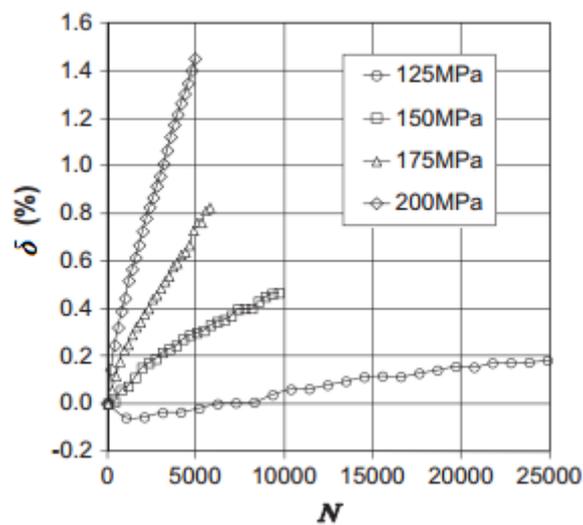


Figura 4.4 - Deformação plástica a diferentes tensões (MAMMANO e DRAGONI, 2014)

5 CONCLUSÃO

A partir de ensaios de fadiga realizados em uma bancada experimental, foi feito um estudo comparativo entre o comportamento cíclico de fios de Ni₅₄Ti como recebidos e tratados criogenicamente. Corpos de prova foram imersos em nitrogênio líquido (-196 °C) por 12 horas a uma taxa de resfriamento estimada em -44,4 °C/s seguido de aquecimento por convecção natural até a temperatura ambiente (aproximadamente 26 °C). Após os ensaios e análise, concluiu-se que:

- O tratamento criogênico não causou grande variação no número de ciclos até a falha;
- A deformação plástica foi maior nos corpos de prova como recebidos;
- A deformação recuperável, *EMF*, foi menor nos corpos de prova tratados criogenicamente.

Considerando a deformação plástica como um parâmetro da fadiga estrutural, pode-se dizer que o tratamento criogênico realizado a diminuiu. Entretanto, a fadiga funcional também foi afetada como observado na maior variação média da deformação recuperável e diminuição dela em geral para os corpos de prova tratados em relação aos não tratados. Em relação às propriedades térmicas, o tratamento criogênico não causou mudanças significativas nas temperaturas de transformação de fase e calor latente de transformação.

Ao analisar os dados, o coeficiente de variação do *EMF* médio foi de 21,1% e o de N_f foi de 22,2%. O parâmetro de deformação plástica δ médio máximo teve diminuição de 30,3% dos corpos de prova como recebidos para os tratados criogenicamente.

5.1 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

A influência do tratamento criogênico no comportamento ciclo de LMF é um tema pouco explorado na literatura. Portanto, muito ainda pode ser estudado sobre o assunto. Para trabalhos futuros, recomenda-se:

- Repetição dos ensaios com mais corpos de prova;
- Realização de ensaios sob níveis diferentes de tensão;
- Tratamento criogênico com diferentes tempos de imersão;

- Realização de ensaios com diferentes tempos de aquecimento e corrente elétrica de aquecimento;
- Investigação da microestrutura do material por microscopia eletrônica.

6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

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.

BALDISSERA, P.; DELPRETE, C. Deep Cryogenic treatment: a bibliographic review. **The Open Mechanical Engineering Journal**, v. 2, p. 1-11, 2008.

BARRON, R. F. **Cryogenic Heat Transfer**. [S.l.]: [s.n.], 1999.

BENSELY, A. et al. Effect of cryogenic treatment on tensile behavior of case carburized steel-815M17. **Materials Characterization**, n. 58, p. 485-491, Maio 2007.

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

DA CRUZ FILHO, B. F. **Avaliação do Efeito de Tratamento Criogênico em Propriedades Mecânicas e Térmicas da liga Ni48Ti52**. Universidade de Brasília. Brasília, p. 104. 2016.

DARWIN, J. D.; MOHAN LAL, D.; NAGARAJAN, G. Optimization of cryogenic treatment to maximize the wear resistance of 18% Cr martensitic stainless steel by Taguchi method. **Journal of Materials Processing Technology**, n. 195, p. 241-247, Janeiro 2008.

DOWLING, N. E. **Mechanical Behavior of Materials - Engineering Methods for Deformation, Fracture and Fatigue**. 3rd. ed. New Jersey: Pearson Prentice Hall, 2007.

DUERIG, T. W. et al. **Engineering Aspects of Shape Memory Alloys**. [S.l.]: Butterworth-Heinemann Ltd, 1990.

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

EGGELER, G. et al. Structural and functional fatigue of NiTi shape memory alloys. **Materials Science & Engineering A**, Cirenceste, v. 378, p. 24-33, Agosto 2004.

FISCHER, H.; VOGEL, B.; WELLE, A. Applications of shape memory alloys in medical instruments. **Minimally Invasive Therapy & Allied Technologies**, v. 13, n. 4, p. 248-253, 2004.

HORNBOGEN, E. Thermo-Mechanical Fatigue of Shape Memory Alloys. **Journal of Materials Science**, v. 39, n. 2, p. 385-399, Janeiro 2004.

JANI, J. M. et al. A review of shape memory alloy research, applications and opportunities. **Materials & Design**, n. 56, p. 1078-1113, 2014.

LAGOUDAS, D. C. et al. **Shape Memory Alloys. Modeling and Engineering Applications**. [S.l.]: Springer Science+Business Media, LLC, 2008.

LEO, D. J. **Engineering Analysis of Smart Materials**. New Jersey: John Wiley and Sons, Inc, 2007.

LOPES, L. A. A. **Influência da taxa de resfriamento e do tempo de encharque criogênico em propriedades térmicas e mecânicas de uma liga NiTi**. Universidade de Brasília. Brasília, p. 74. 2014.

MALETTA, C. et al. Fatigue properties of a pseudoelastic NiTi alloy: Strain ratcheting and hysteresis under cyclic tensile loading. **International Journal of Fatigue**, n. 66, p. 78-85, Março 2014.

MAMMANO, G. S.; DRAGONI, E. Functional fatigue of Ni-Ti shape memory wires under various loading conditions. **International Journal of Fatigue**, n. 69, p. 71-83, 2014.

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.

NORTON, R. L. **Projeto de Máquinas [recurso eletrônico]: Uma abordagem integrada**. 4a. ed. Porto Alegre: Bookman, 2013.

OTSUKA, K. et al. **Shape Memory Materials**. 1. ed. [S.l.]: Cambridge University Press, 1998.

OTSUKA, K.; REN, X. Recent Developments in the Research of Shape Memory Alloys. **Intermetallics**, n. 7, p. 511-528, 1999.

PATIL, P. I.; TATED, R. G. Comparison of Effects of Cryogenic Treatment on Different Types of Steels: A review. **IJCA Proceedings on International Conference in Computational Intelligence (ICCIA 2012)**, n. 9, p. 10-29, Março 2012.

PELTON, A. R. Nitinol Fatigue: A Review of Microstructures and Mechanisms. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 20, n. 4, p. 613-617, Fevereiro 2011.

RAMAIAH, K. V. et al. Fracture of thermally activated NiTi shape memory alloy wires. **Materials Science and Engineering: A**, v. 528, n. 16-17, p. 5502–5510, Junho 2011.

SILVA, I. A. **Concepção e Projeto de uma Bancada para Caracterização de Fadiga Funcional em Ligas com Memória de Forma**. Universidade de Brasília. [S.l.], p. 73. 2016.

SINGH, A.; CHANDAK, M. G.; SAXENA, A. Effect of Cryogenic Treatment of Nickel-Titanium Endodontic Instruments. **International Journal of Dental Clinics**, v. 5, n. 1, p. 4-7, 2013.

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

SURESH, S. **Fatigue of materials**. 2a. ed. Cambridge: Cambridge University Press, 1998.

VAN DER WIJST, M. W. M. **Shape Memory Alloys featuring Nitinol**. Veldhoven: Technische Universiteit Eindhoven, 1992.

VINOTHKUMAR, T. S.; MIGLANI, R.; LAKSHMINARAYANANAN, L. Influence of Deep Dry Cryogenic Treatment on Cutting Efficiency and Wear Resistance of Nickel–Titanium Rotary Endodontic Instruments. **JOE - Jornal of Endodontics**, v. 33, n. 11, p. 1355-1358, Novembro 2007.

WALE, A. D.; WAKCHAURE, V. D. Effect of Cryogenic Treatment on Mechanical Properties of Cold Work Tool Steels. **International Journal of Modern Engineering Research (IJMER)**, v. 3, n. 1, p. 149-154, Janeiro 2013.

YAN, X.; GE, Y.; HUMBEECK, J. V. Influence of Annealing Time and Thermo-Mechanical Cycling on Constrained Recovery Properties of a Cold-Worked NiTi Wire. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 26, n. 2, p. 723-728, Fevereiro 2017.

YUN, D.; XIAOPING, L.; HONGSHEN, X. Deep Cryogenic Treatment of High-Speed Steel and its Mechanism. **Heat Treatment of Metals**, p. 55-59, Março 1998.