



## **PROJETO DE GRADUAÇÃO**

# **INFLUÊNCIA DE TRATAMENTO CRIOGÊNICO NO COMPORTAMENTO PSEUDOELÁSTICO CÍCLICO DA LIGA NI57TI43 COM MEMÓRIA DE FORMA**

Por  
**Marina Melo Gontijo**

**Brasília, 22 de Junho de 2018.**

**UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA**

FACULDADE DE TECNOLOGIA  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECANICA

UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA  
Faculdade de Tecnologia  
Departamento de Engenharia Mecânica

## PROJETO DE GRADUAÇÃO

# INFLUÊNCIA DE TRATAMENTO CRIOGÊNICO NO COMPORTAMENTO PSEUDOELÁSTICO CÍCLICO DA LIGA NI57TI43 COM MEMÓRIA DE FORMA

POR

**Marina Melo Gontijo**

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

### **Banca Examinadora**

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

\_\_\_\_\_

Prof. Jorge Luiz de Almeida Ferreira, UnB/ ENM

\_\_\_\_\_

Prof. Rodrigo Arbey Muñoz Meneses, UnB/ ENM

\_\_\_\_\_

Brasília, 22 de Junho de 2018.

# Agradecimentos

Em primeiro lugar, agradeço a Deus pelas oportunidades que tive e todas as coisas boas que estiveram em meu caminho, não só durante meus anos de graduação, como também ao longo de toda a minha trajetória até aqui.

Aos meus pais, Alberico e Helenide Gontijo, por todo o apoio, conversas e conselhos em cada dia da minha vida. Por serem meu maior exemplo e inspiração, sempre me motivando a ser o melhor de mim.

Aos meus irmãos, João Vítor e Samuel Gontijo, e a todos os membros da incrível família que me cerca, por fazerem tudo isso ter mais sentido.

Às melhores amigas que a UnB poderia ter me concedido, Ana Helena Costa, Geovana Callasans e Thaís França. Por todos os semestres que me escutaram e me ajudaram a ter calma nos momentos de desespero e por todas as incontáveis horas de estudo e ajuda. Por fazerem essa jornada ter tido muito mais sorrisos e momentos de alegria dentre tantos outros momentos de dificuldade e esforço árduo.

À Bruna Fernandes, Júlia Ribeiro e Lara Sette, por serem as melhores amigas que a vida me deu. Por estarem ao meu lado desde muito antes da escolha do caminho da Engenharia Mecânica, sempre acreditando em mim e sendo incríveis pontos de apoio em todos os aspectos da vida, mesmo quando a milhares de quilômetros de distância.

Ao Tadeu Castro, à Débora Bartasevicius e aos demais estudantes de pós-graduação por toda a ajuda durante o desenvolvimento do projeto.

Ao meu orientador, Prof. Edson Paulo, por me acolher na busca por mais conhecimento na área que tanto me encanta e por todos os ensinamentos e oportunidades ao longo de todo esse tempo de trabalho.

---

## RESUMO

Investiga-se nesse trabalho a influência de tratamento criogênico no comportamento pseudoelástico da liga Ni<sub>57</sub>Ti<sub>43</sub> sob carregamento cíclico. Trata-se de uma liga austenítica à temperatura ambiente, que apresenta um comportamento tensão-deformação pseudoelástico. O objetivo do trabalho é investigar experimentalmente se e como o comportamento pseudoelástico é influenciado por tratamento criogênico. Os ensaios foram conduzidos em dez corpos de prova no formato *dog bone*, sendo cinco deles tratados criogenicamente por imersão em nitrogênio líquido a -196 °C por 12 horas e cinco mantidos como recebidos. Avaliou-se o comportamento pseudoelástico até a estabilização da curva tensão-deformação por meio de ensaio de tração cíclico sob carga controlada a dois níveis de tensão, 500 MPa e 750 MPa. Uma análise comparativa entre as curvas obtidas mostra que o tratamento criogênico afetou significativamente o comportamento pseudoelástico da liga, deslocando a histerese para patamares superiores de tensão e apresentando redução das tensões de transformação de fase em torno de 17% para a transformação direta e 35% para a inversa; redução da deformação máxima alcançável em torno de 40%; redução de 45% da deformação residual; redução da deformação recuperável em 86,5% a 500 MPa, 27,6% a 750 MPa e diminuição do amortecimento em torno de 83,4%. Em comparação com o ensaio à 500 MPa, a realização do ensaio à tensão de 750 MPa apresenta um período de estabilização 70% mais rápido. A microestrutura mostrou que as amostras não tratadas acumularam mais martensita residual; o tamanho médio dos grãos foi aumentado em 14,4% com o tratamento e reduzidos em 16,9% devido aos ciclos aplicados. A mudança dos tamanhos de grão com o tratamento criogênico se mostrou condizente com as alterações observadas no comportamento mecânico do material. Foi constatada ainda a presença de poros e inclusões de TiC, características típicas da liga, sem diferenças entre as amostras tratadas e não tratadas criogenicamente.

---

## ABSTRACT

In this work the influence of cryogenic treatment on the behavior of the Ni<sub>57</sub>Ti<sub>43</sub> alloy under cyclic loading was investigated. This alloy is austenitic at room temperature and presents a stress-strain pseudoelastic behavior. The objective of the research is to investigate experimentally if and how the pseudoelastic behavior is influenced by the cryogenic treatment. The tests were conducted in ten specimens in dog bone shape, from which five were cryogenically treated by immersion in liquid nitrogen at -196 °C for 12 hours and five were kept as received. The pseudoelastic behavior was evaluated until the stabilization of the stress-strain curve by means of cyclic stress-controlled loading at two levels of tension, 500 MPa and 750 MPa. A comparative analysis between the obtained curves showed that the cryogenic treatment affected significantly the pseudoelastic behavior of the alloy, dislocating the hysteresis to a higher level of tension and showing a reduction of the transformation stress of approximately 17% for the direct transformation; 35% reduction for the indirect; a reduction on the maximum strain of around 40%; a decrease of 45% on the residual strain; reduction of 83,4% on the recoverable strain at 500 MPa, 27,6% at 750 MPa and reduction of the damping around 83,4%. Comparing with the cycling at 500 MPa, the tests done at 750 MPa showed a new stabilization period, reached 70% percent faster. The microstructure presented that the non-treated samples had more accumulated residual martensite; the average grain size was increased in 14,4% with the cryogenic treatment and reduced 16,9% with the loading. The changes on the grain size with the cryogenic treatment were in accordance with the changes observed on the mechanical behavior of the material. It was also noted the presence of pores and TiC inclusions, which are typical for this alloy, without significant quantity difference between the treated and the non-treated.

# SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	<b>1</b>
1.1 MOTIVAÇÃO.....	1
1.1.1 DESCRIÇÃO DO ESTADO DA ARTE.....	3
1.2 OBJETIVOS.....	4
1.3 METODOLOGIA.....	4
1.4 ESTRUTURA DO TRABALHO.....	4
<b>2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	<b>5</b>
2.1 TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA.....	5
2.2 COMPORTAMENTO TERMOMECÂNICO DAS LMF.....	7
2.2.1 QUASIPLASTICIDADE.....	7
2.2.2 EFEITO MEMÓRIA DE FORMA.....	8
2.2.3 PSEUDOELASTICIDADE.....	9
2.3 TRATAMENTO CRIOGÊNICO.....	11
2.3.1 APLICAÇÕES DE TRATAMENTO CRIOGÊNICO EM METAIS.....	12
2.3.2 APLICAÇÃO DE TRATAMENTO CRIOGÊNICO EM LMF.....	13
2.4 FADIGA EM LMF.....	16
2.4.1 FADIGA ESTRUTURAL.....	17
2.4.2 FADIGA FUNCIONAL.....	19
2.5 CARREGAMENTO CÍCLICO.....	22
2.6 MICROESTRUTURA.....	27
<b>3 MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	<b>29</b>
<b>4 RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	<b>35</b>
4.1 RUGOSIDADE SUPERFICIAL.....	35
4.2 ENSAIO DE TRAÇÃO.....	36
4.3 ENSAIO CÍCLICO.....	38
4.4 ANÁLISE MICROESTRUTURAL.....	59
<b>5 CONCLUSÃO</b> .....	<b>65</b>
<b>6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b> .....	<b>66</b>

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1 - Exemplo de aplicação de ligas com memória de forma: <i>stent</i> .....	2
Figura 2.1 – Transformação com acomodação: (a) escorregamento e (b) maclagem (Fonte: Duerig et al., 1990).....	6
Figura 2.2 – Transformação martensítica induzida por temperatura (Lagoudas, 2008 – Adaptada).....	6
Figura 2.3 - Representação esquemática da curva de transformações martensíticas em função da temperatura para LMF.....	7
Figura 2.4 - Curva tensão-deformação esquemática para o comportamento quasiplástico. ....	8
Figura 2.5 - Efeito memória de forma para uma típica LMF.....	9
Figura 2.6 - Representação do comportamento tensão-deformação para ligas com comportamento pseudoelástico. ....	9
Figura 2.7 - Curva tensão-deformação para liga de CuZn carregada na fase martensítica (Duerig et al., 1990 – Adaptada).....	10
Figura 2.8 - Comparação entre liga convencional e liga com comportamento pseudoelástico (Duerig et al., 1990 – Adaptada).....	11
Figura 2.9 - Níveis dos ciclos conduzidos. A: apenas austenita; E: martensita e austenita presentes; H: apenas martensita (Jaureguizahar et al, 2015).....	18
Figura 2.10 – Resposta ao carregamento cíclico de uma liga pseudoelástica de NiTi (Lagoudas, 2008 - Adaptada).....	19
Figura 2.11 – Efeito da deformação cíclica para NiTi pseudoelástico a diferentes temperaturas (Miyazaki et al., 1986 - Adaptada).....	20
Figura 2.12 – Evolução do formato da histerese para deformação controlada (Kang & Kan, 2017 - Adaptada).....	23
Figura 2.13 – Evolução do formato da histerese para força controlada (Kang & Kan, 2017 – Adaptada).....	24
Figura 2.14 – Histereses para o primeiro ciclo (Ammar et al., 2017 - Adaptada).....	25
Figura 2.15 - Histereses para o 60º ciclo (Ammar et al., 2017).....	25
Figura 2.16 – Evolução da tensão de início da transformação martensítica (Ammar et al., 2017 - Adaptada).....	26
Figura 2.17 – Evolução do módulo de elasticidade (Ammar et al., 2017 - Adaptada).....	26
Figura 2.18 – Evolução da deformação residual (Ammar et al., 2017 - Adaptada).....	26
Figura 2.19 – Relação entre a evolução da histerese e dos tamanhos de grão (Sin et al., 2016 – Adaptada).....	27
Figura 3.1 – Geometria final dos corpos de prova.....	29
Figura 3.2 – Forno de coluna vertical modelo LHT407GN6, <i>Nabertherm</i> com corpos de prova posicionados para o tratamento.....	29
Figura 3.3 – Gráfico representativo do processo de recozimento.....	30
Figura 3.4 – Exemplificação da medição de $R_a$ em uma superfície (Fonte: <a href="http://moldesinjecaoplasticos.com.br/parametros-de-avaliacao-da-rugosidade-acabamento-superficial/">http://moldesinjecaoplasticos.com.br/parametros-de-avaliacao-da-rugosidade-acabamento-superficial/</a> ).....	30
Figura 3.5 – Microcópico Confocal Olympus LEXT OLS 4100.....	30
Figura 3.6 – <i>Dewar</i> para tratamento criogênico.....	31
Figura 3.7 – Histórico de temperatura do tratamento criogênico.....	31
Figura 3.8 – Histórico de carregamento esquemático $\sigma$ x $t$ .....	33
Figura 3.9 – Microscópio Eletrônico de Varredura Jeol, modelo JSM-7100F.....	34
Figura 4.1 – Perfil de rugosidade para o CP sem polimento.....	35
Figura 4.2 – Perfil de rugosidade para o CP após polimento.....	35

Figura 4.3 – Curva tensão-deformação monotônica: (a) sem tratamento e (b) tratado criogenicamente .....	36
Figura 4.4 – Comparação por sobreposição das curvas monotônicas para corpo de prova sem tratamento (STC) e tratado criogenicamente (TC).....	37
Figura 4.5 – Curvas gerais de tensão-deformação cíclicas a 500 MPa: (a) STC e (b) TC.....	39
Figura 4.6 – Curva tensão-deformação para ciclos iniciais a 500 MPa: (a) STC e (b) TC.....	40
Figura 4.7 – Curva tensão-deformação para ciclos intermediários a 500 MPa: (a) STC e (b) TC.....	41
Figura 4.8 – Curva tensão-deformação para ciclos finais a 500 MPa: (a) STC e (b) TC. ....	42
Figura 4.9 - Comparação do desenvolvimento da área da histerese ao longo dos ciclos para CPs STC e TC. ....	43
Figura 4.10 – Desenvolvimento de $\sigma_{A-M}$ ao longo dos ciclos para CPs STC.....	44
Figura 4.11 – Desenvolvimento de $\sigma_{M-A}$ ao longo dos ciclos para CPs STC.....	44
Figura 4.12 – Comparação do desenvolvimento de $\epsilon_{m\acute{a}x}$ ao longo dos ciclos para CPs STC e TC.....	45
Figura 4.13 – Comparação do desenvolvimento de $\epsilon_{res}$ ao longo dos ciclos para CPs STC e TC.....	45
Figura 4.14 – Comparação do desenvolvimento da $\epsilon_{rec}$ ao longo dos ciclos para CPs STC e TC.....	45
Figura 4.15 – Curvas gerais de tensão-deformação cíclicas a 750 MPa: (a) STC e (b) TC.....	47
Figura 4.16 – Curva tensão-deformação para ciclos iniciais a 750 MPa: (a) STC e (b) TC....	48
Figura 4.17 – Curva tensão-deformação para ciclos intermediários a 750 MPa: (a) STC e (b) TC.....	49
Figura 4.18 – Curva tensão-deformação para ciclos finais a 750 MPa: (a) STC e (b) TC. ....	50
Figura 4.19 - Comparação do desenvolvimento da área da histerese ao longo dos ciclos para CPs STC e TC carregados a 750 MPa.....	51
Figura 4.20 – Desenvolvimento de $\sigma_{A-M}$ ao longo dos ciclos para CPs STC e TC carregados a 750 MPa. ....	52
Figura 4.21 – Desenvolvimento de $\sigma_{M-A}$ ao longo dos ciclos para CPs STC e TC carregados a 750 MPa. ....	52
Figura 4.22 – Comparação da $\epsilon_{m\acute{a}x}$ ao longo dos ciclos para CPs STC e TC carregados a 750 MPa. ....	53
Figura 4.23 – Comparação da $\epsilon_{res}$ ao longo dos ciclos para CPs STC e TC carregados a 750 MPa. ....	53
Figura 4.24 - Comparação da $\epsilon_{rec}$ ao longo dos ciclos para CPs STC e TC carregados a 750 MPa. ....	53
Figura 4.25 – Curvas gerais de tensão-deformação cíclicas a 750 MPa sem carregamento anterior: (a) STC e (b) TC .....	55
Figura 4.26 – Curva tensão-deformação para ciclos iniciais a 750 MPa sem carregamento anterior: (a) STC e (b) TC.....	55
Figura 4.27 – Curva tensão-deformação para ciclos intermediários a 750 MPa sem carregamento anterior: (a) STC e (b) TC. ....	55
Figura 4.28 – Curva tensão-deformação para ciclos finais a 750 MPa sem carregamento anterior: (a) STC e (b) TC.....	56
Figura 4.29 - Comparação do desenvolvimento da área da histerese ao longo dos ciclos para CPs STC e TC à tensão de 750 MPa sem carregamento anterior. ....	56
Figura 4.30 – Desenvolvimento de $\sigma_{A-M}$ ao longo dos ciclos para CPs STC e TC à tensão de 750 MPa sem carregamento anterior.....	57
Figura 4.31 – Desenvolvimento de $\sigma_{M-A}$ ao longo dos ciclos para CPs STC e TC à tensão de 750 MPa sem carregamento anterior.....	57

Figura 4.32 – Comparação da $\epsilon_{m\acute{a}x}$ ao longo dos ciclos para CPs STC e TC à tensão de 750 MPa sem carregamento anterior.....	58
Figura 4.33 – Comparação da $\epsilon_{res}$ ao longo dos ciclos para CPs STC e TC à tensão de 750 MPa sem carregamento anterior.....	58
Figura 4.34 - Comparação da $\epsilon_{rec}$ ao longo dos ciclos para CPs STC e TC à tensão de 750 MPa sem carregamento anterior. ....	58
Figura 4.35 - Microestrutura da seção reduzida (5 mm) pelo microcópico confocal, 200x, para (a) CP STC; (b) CP TC .....	60
Figura 4.36 - Microestrutura da seção maior (10 mm) pelo microscópio confocal, 200x, para (a) CP STC; (b) CP TC .....	61
Figura 4.37 – Análise com o Microscópio Eletrônico de Varredura para (a) CP STC e (b) CP TC.....	63

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Planejamento de ensaio de tração até a ruptura segundo a ASTM F2516 .....	32
Tabela 2 – Plano de ensaio de tração cíclico.....	32
Tabela 3 – Valores de rugosidade ( $\mu\text{m}$ ) .....	35
Tabela 4 – Comparação dos resultados do ensaio de tração dos CPs STC e TC.....	38
Tabela 5 – Quantificação dos tamanhos de grão para cada amostra .....	62

## LISTA DE SÍMBOLOS

### Símbolos Latinos

$A_f$	Temperatura final de formação da austenita	[°C]
$A_i$	Temperatura inicial de formação da austenita	[°C]
$E$	Módulo de elasticidade	[Pa]
$H$	Calor latente	[J/kg]
$M_f$	Temperatura final de formação da martensita	[°C]
$M_i$	Temperatura inicial de formação da martensita	[°C]
$P$	Pressão	[Pa]
$T$	Temperatura	[°C]
$V$	Volume	[m <sup>3</sup> ]
$W$	Energia	[J]

### Símbolos Gregos

$\sigma_{A-M}$	Tensão de transformação austenita-martensita	[Pa]
$\sigma_{M-A}$	Tensão de transformação martensita-austenita	[Pa]
$\sigma_{esc}$	Tensão de escoamento	[Pa]
$\sigma$	Tensão	[Pa]
$\epsilon$	Deformação	[mm/mm]
$\epsilon_{m\acute{a}x}$	Deformação máxima	[mm/mm]
$\epsilon_{res}$	Deformação residual	
$\Delta$	Variação	

## **Subscritos**

<i>A-M</i>	Transformação de Austenita para Martensita
<i>f</i>	Final
<i>i</i>	Inicial
<i>M-A</i>	Transformação de Martensita para Austenita
<i>max</i>	Máximo
<i>min</i>	Mínimo

## **Siglas**

ASTM	American Society for Testing and Materials
CP	Corpo de prova
LMF	Liga com Memória de Forma
TC	Grupo de corpos de prova tratados criogenicamente
STC	Grupo de corpos de prova sem tratamento criogênico

# 1 INTRODUÇÃO

Os materiais inteligentes podem ser descritos como materiais capazes de converter uma forma de energia recebida em uma resposta de outra natureza por meio de alterações de propriedades materiais (Leo, 2007; Janocha, 1999; Delaey et al., 1974; Castilho, 2017). Materiais com essa propriedade são empregados como sensores, processadores, atuadores, podendo possuir uma ou mais dessas funções (Srinivasan et al., 2001; Janocha, 1999). O emprego desses materiais com tais funções é frequentemente utilizado para o desenvolvimento de estruturas adaptativas (Gandhi & Thompson, 1992; Janocha, 1999).

Dentre os materiais classificados como inteligentes, este trabalho tem como foco as Ligas com Memória de Forma - LMF, que são materiais metálicos capazes de recuperar uma forma geométrica prévia por meio de aquecimento ou remoção de carga aplicada após ter sido deformado pseudoplasticamente ou pseudoelasticamente respectivamente (Funakubo, 1987; Otsuka & Wayman, 1998; Delaey et al., 1974). Esses comportamentos estão associados a transformações martensíticas induzidas térmica ou mecanicamente e são denominados Efeito Memória de Forma e Pseudoelasticidade. O primeiro é observado quando a liga, deformada a temperatura inferior a uma temperatura característica, recupera sua forma inicial com o aquecimento acima de outra temperatura característica. Já a pseudoelasticidade ocorre quando um material é deformado a uma temperatura acima de uma temperatura característica e recupera sua forma com o descarregamento (Otsuka & Ren, 1999; Delaey et al., 1974; Leo, 2007; Lagoudas, 2008; Castilho, 2017). Ambos os fenômenos conferem às LMF um enorme potencial de aplicação em diversas áreas (Jani et al., 2014).

Exemplos de LMF são as ligas FeNi, NiAl, CuZn, AuCuZn e a estudada nesse trabalho, NiTi (Otsuka e Wayman, 1998; Delaey et al., 1974). O foco de estudo deste trabalho, com tal liga, é o comportamento pseudoelástico das LMF.

## 1.1 MOTIVAÇÃO

Devido às suas propriedades termomecânicas, associadas à sua biocompatibilidade, as LMF apresentam grande potencial de aplicação explorando-se a pseudoelasticidade e o efeito memória de forma, tendo se destacado nas aplicações médicas, principalmente as ligas de NiTi (Janocha, 1999; Castilho, 2017). Estas são utilizadas como material para a fabricação de *stents*, filtros de sangue, próteses, componentes ortodônticos e instrumentos cirúrgicos (Di Cocco et al., 2016, Mahtabi et al., 2016, Vojtech et al., 2011). Além disso, podem ser empregadas como atuadores em outras áreas, como na indústria automotiva, aeroespacial e engenharia civil (Mahtabi et al., 2016).



Figura 1.1 - Exemplo de aplicação de ligas com memória de forma: *stent*  
(Fonte: <https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=11852>).

Principalmente quando utilizadas como atuadores, as LMF estão submetidas a carregamentos cíclicos, o que torna importante o estudo da fadiga em LMF (Kang et al., 2011; Mahtabi et al., 2016). Como exemplo comum de aplicação de ligas com comportamento pseudoelástico submetidas a carregamentos cíclicos, podem ser citados os *stents*, que são deformados ciclicamente na frequência dos batimentos cardíacos a medida que o coração bombeia sangue para o vaso em que o componente se encontra (Mahtabi et al., 2016; Hornbogen & Heckmann, 2003). Outro exemplo de carregamento cíclico de LMF é no controle de vibrações em estruturas, podendo estar na forma de componentes específicos para a dissipação de energia ou contidos em compósitos (Liang & Rogers, 1993; Saadat et al., 2002; Damanpack et al., 2014). Esses carregamentos cíclicos que ocorrem nos dois exemplos citados podem provocar alterações de propriedades, podendo ser de caráter estrutural ou funcional (Maletta et al., 2014).

A fadiga termomecânica (ou funcional) é caracterizada pela alteração de propriedades do material quando submetido à carregamentos cíclicos. Exemplos são: alteração das deformações recuperáveis, das temperaturas e tensões de transformação de fase (Eggeler et al., 2004; Mammano & Dragoni, 2014; Castilho, 2017). Tal fadiga não é observada em materiais comuns (Eggler et al., 2004). Já a fadiga estrutural se refere à falha clássica do material (ruptura), que pode ocorrer devido a acúmulo de defeitos microestruturais que surgem durante o carregamento cíclico (Eggler et al., 2004; Mammano & Dragoni, 2014).

Pelo grande potencial para aplicações que exploram o efeito memória de forma ou a pseudoelasticidade ciclicamente, se faz atualmente necessário estudar e aprimorar a resposta das LMF à fadiga estrutural e funcional (Castilho, 2017). Nesse sentido, a influência do tratamento criogênico tem sido investigada (Kim et al., 2005). Por ser um campo ainda pouco investigado, não se conhece muito bem os mecanismos associados às alterações de propriedades devido ao tratamento criogênico, nem como ou por que isso ocorre (Mammano & Dragoni, 2014; Castilho, 2017).

Dessa forma, o presente trabalho tem como motivação o melhor entendimento do comportamento cíclico de LMF, de forma a ser possível explorar de maneira mais eficaz seu potencial.

### 1.1.1 DESCRIÇÃO DO ESTADO DA ARTE

Como citado e exemplificado anteriormente, em muitas das aplicações de LMF os componentes estão submetidos à ciclagem. Devido à importância do estudo do comportamento de tais materiais sob condições de fadiga, o número de registros a respeito tem crescido nas últimas décadas (Rahim et al., 2013).

Maletta et al. (2014) investigaram o comportamento pseudoelástico cíclico da liga NiTi. Observou-se a ocorrência de fadiga funcional através da degradação da recuperação pseudoelástica da liga, efeito que se mostrou ainda mais acentuado com o aumento da amplitude de deformação. Já Hornbogen et al. (2003) testaram amostras com tratamento termomecânico e envelhecimento à fadiga, obtendo como resultado um aumento na tensão de escoamento do material e preservação da capacidade de reversibilidade.

O papel da transformação martensítica induzida por tensão na vida à fadiga em fios de NiTi pseudoelástico também foi estudado na situação em que a liga se encontrava na fase martensítica, austenítica ou em uma combinação das duas. Observou-se que na fase predominantemente austenítica o material apresentou maior vida à fadiga em relação a amostras com maiores frações de martensita (Jaureguizar et al., 2015). Wagner et al. (2004), por sua vez, realizaram ensaios cíclicos de rotação em fios de NiTi pseudoelástico e identificaram que, a uma temperatura constante, nem a rotação nem o diâmetro dos fios influenciam na falha do material. Outros estudos de fadiga em LMF mostraram que propriedades funcionais são alteradas significativamente nos fios tratados a temperaturas mais altas, porém a vida à fadiga mostrou-se maior com o aumento da temperatura do tratamento (Vojtech et al., 2011).

Estudos sobre os efeitos do tratamento criogênico em alguns materiais, como por exemplo nos aços ferramenta, reportam sucesso desse procedimento para certas aplicações (Molinari et al., 2001; Dhar et al., 2002; Benseley et al., 2006; Rhyim et al., 2006; Farina, 2011). Porém, para LMF, ainda há poucos trabalhos que exploram tal tratamento térmico, como por exemplo os expostos por Kaynak et al. (2013), Magela (2010), Sinha et al. (2013), Lemanski (2005), Kim et al. (2005) entre outros.

Tratamentos criogênicos vêm sendo utilizados com a finalidade de adequação de propriedades materiais em LMF (Farina, 2011; Zhmud, 1980). Singh et al. (2013) investigou a influência do tratamento criogênico na eficiência de corte de instrumentos rotativos endodônticos de NiTi e observaram um aumento na eficiência de corte e da resistência ao desgaste. O efeito do tratamento criogênico também foi investigado em instrumentos endodônticos por Kim et al. (2005), que concluíram que tal tratamento aumentou a microdureza, mas não apresentou alterações na estrutura cristalina. Os efeitos de diferentes tempos de imersão em nitrogênio líquido também foram observados, mostrando que diferentes tempos influenciam nos resultados, sendo que amostras que ficaram submersas por mais tempo tiveram maior parcela de martensita e maior vida à fadiga, sem alteração do tamanho de grão (Vinothkumar et al., 2015). Os efeitos dos tempos de imersão para o tratamento térmico também foram investigados por Cruz Filho (2016) e Castilho (2017) para ligas NiTi, que observaram que o módulo de elasticidade, a dureza e as fases presentes são independentes do tempo de imersão, mas que as

temperaturas de transformação de fase, a histerese térmica e o amortecimento aumentam com o tempo de imersão. Na literatura atual, porém, não se encontra ainda estudos sobre a influência do tratamento criogênico no comportamento cíclico de LMF.

## **1.2 OBJETIVOS**

O objetivo geral desse trabalho é verificar se e como o tratamento criogênico profundo (resfriamento por imersão em nitrogênio líquido a  $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) afeta o comportamento pseudoelástico da liga  $\text{Ni}_{57}\text{Ti}_{43}$  até a estabilização da curva tensão-deformação cíclica.

Os objetivos específicos do trabalho são:

- Realizar ensaios de tração no material com e sem tratamento criogênico;
- Realizar ensaios cíclicos no material com e sem tratamento criogênico a dois níveis de tensão;
- Analisar a microestrutura do material;
- Comparar os resultados obtidos para os dois grupos.

## **1.3 METODOLOGIA**

A metodologia a ser seguida constitui-se em tratar criogenicamente metade dos corpos de prova confeccionados de  $\text{Ni}_{57}\text{Ti}_{43}$  (liga austenítica à temperatura ambiente), ensaiá-los ciclicamente a dois níveis de tensão e realizar uma análise comparativa das curvas tensão-deformação cíclica obtidas até a estabilização. A análise será feita para as situações tratada e não tratada criogenicamente, observando as diferenças entre os dois níveis de tensão. As curvas serão levantadas em máquina apropriada para ensaio de fadiga, seguindo as normas pertinentes.

## **1.4 ESTRUTURA DO TRABALHO**

O trabalho aqui apresentado se encontra dividido em cinco capítulos. O capítulo 2 apresenta uma revisão bibliográfica sobre as LMF, tratamento criogênico e fadiga, abordando o comportamento termomecânico dessas ligas, informações sobre o tratamento criogênico e suas influências em diversas aplicações e revisão sobre a fadiga em LMF. No capítulo 3 são apresentados os materiais e métodos utilizados para o desenvolvimento do trabalho. No capítulo 4 são apresentados os resultados obtidos e discussão. No capítulo 5 são colocadas as conclusões alcançadas.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

A descoberta da martensita em metais foi feita por Adolf Martens por volta de 1890, o que foi um passo significativo para o estudo dos materiais e suas propriedades, possibilitando o estudo das transformações martensíticas, que se tornaram um dos fenômenos mais estudados no início do século XX, guiando para a descoberta das ligas memória de forma (Lagoudas, 2008).

O efeito memória de forma foi primeiramente observado por Arne Örlander, em 1932, sendo que o termo “memória de forma” foi proposto nove anos depois, por Vernon, no contexto de aplicação em materiais para a odontologia (Örlander, 1932; Vernon, 1941; Jani et al., 2014). Kurdjumov e Khandros (1949) introduziram o mecanismo associado ao efeito memória de forma, a transformação termoelástica da martensita, que explica a reversibilidade da transformação martensítica.

O efeito memória de forma, porém, só foi identificado então no ano de 1951, em uma liga de Au 47,5 at% Cd, por Chang e Read, seguido por outras ligas em anos posteriores como InTl, CuZn, CuAlNi e NiTi (Chang & Read, 1952; Otsuka & Wayman, 1998). Em seguida, já nos anos 1960, apresentou-se as primeiras possíveis aplicações de matérias com tais efeitos para a engenharia. Buehler e Wang (1968), do *U.S. Naval Ordnance Laboratory*, estudaram uma liga de NiTi quase equiatômica, que apresentaram diferentes propriedades em função da composição e temperatura, abrindo caminho para as diversas aplicações em que poderiam ser utilizadas ligas com essa composição e comportamento. Eles apresentaram tal liga com o nome de “Nitinol”, que é uma abreviação para *Nickel Titanium Naval Ordnance Laboratory* (Buehler & Wang, 1968; Lagoudas, 2008; Jani et al., 2014).

Posteriormente vieram estudos sobre ligas FeMnSi, comparadas em seu efeito com as ligas de CuZnAl (Wayman & Harrison, 1989), sobre depósitos de NiTi em filmes finos (Walker et al., 1990) e sobre ligas ferromagnéticas com memória de forma (Ullako et al., 1996).

Tais descobertas aumentaram o interesse geral pelo conhecimento de novas propriedades das ligas memória de forma, atingindo os setores aeroespacial, automotivo, biomédico e outros, sempre na busca de identificar as melhores combinações de propriedades para a aplicação que se deseja (Lagoudas, 2008; Jani et al., 2014).

### 2.1 TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA

De acordo com Duerig et al. (1990), transformações em sólidos podem ser de duas formas, difusivas ou displacivas. No primeiro tipo, uma nova fase é formada com grandes movimentos de átomos e rompimento de ligações, mudando a composição química do material. Já na segunda modalidade o movimento dos átomos é menor e não ocorre mudança de composição. As transformações martensíticas, que ocorrem com frequência em ligas memória de forma, são em geral desse segundo tipo. Por se desejar que essa transformação seja reversível em LMF, ela não poderá ser do tipo difusiva, onde ocorre escorregamento e rompimento das ligações, e sim, displaciva, modo onde ocorre a

maclagem (Duerig et al., 1990; Lagoudas, 2008; Otsuka & Wayman, 1998). Os dois modos de transformação são apresentados na Figura 2.1.

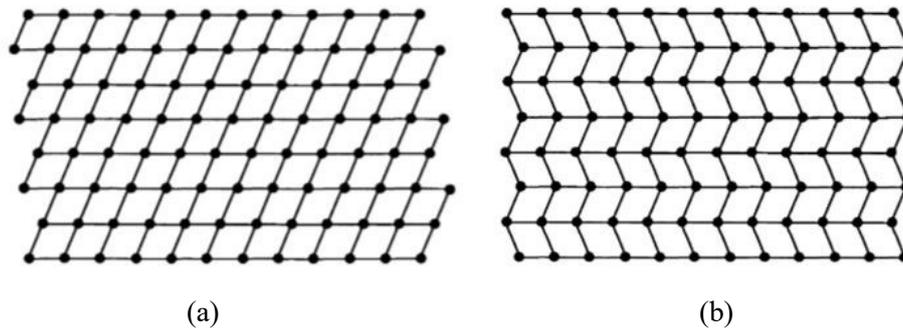


Figura 2.1 – Transformação com acomodação: (a) escorregamento e (b) maclagem (Fonte: Duerig et al., 1990).

Nas LMF é comum que se observe duas fases com diferentes estruturas cristalográficas, a Austenita (A), que é estável a altas temperaturas, e Martensita (M), estável a temperaturas menores que a característica, podendo estar completamente predominante uma das duas ou uma combinação das duas fases (Lagoudas, 2008; Jani et al., 2014). As transformações entre as duas fases, quando induzidas por temperatura, podem ser esquematicamente visualizadas na Figura 2.2. Quando ocorre a transformação de uma fase para a outra, cada cristal pode ter uma orientação diferente, formando as denominadas variantes (Cismasiu, 2010; Lagoudas, 2008). Tais podem ser formadas pelo processo de maclagem (*twinning*) ou pelo seu inverso, a demaclagem (*detwinning*). São essas transformações de austenita para martensita, e vice-versa, que caracterizam o comportamento das LMF (Lagoudas, 2008), ocorrendo com a liberação e absorção de energia, dependendo do caminho de transformação que se faz (Duerig et al., 1990).

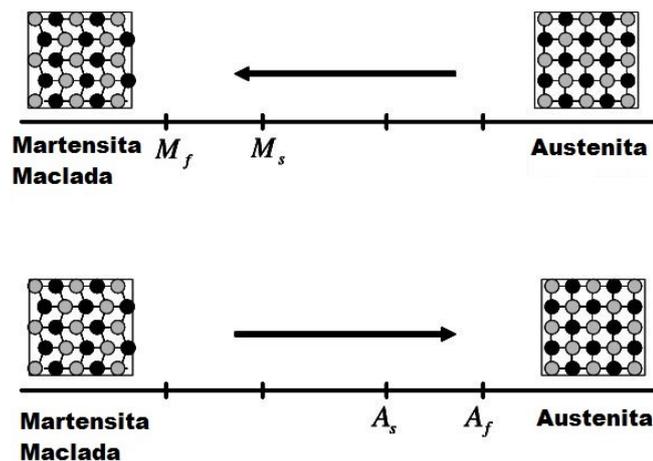


Figura 2.2 – Transformação martensítica induzida por temperatura (Lagoudas, 2008 – Adaptada).

Para melhor definir os aspectos termodinâmicos das transformações martensíticas, Otsuka e Wayman definiram, em 1998, os pontos de transformação de fase como sendo:  $M_s$  para o início da formação de martensita;  $M_f$  para o fim da formação de martensita;  $A_s$  para o ponto de início da transformação reversa (transformação de martensita para austenita) e  $A_f$  para o ponto de fim da

transformação reversa. A esses pontos de transformação está associada uma histerese, o que mostra que as temperaturas de transformação diferem no aquecimento e resfriamento (Duerig et al., 1990). Uma representação dos pontos de início e fim das transformações, assim como da histerese formada, é apresentada na Figura 2.3.

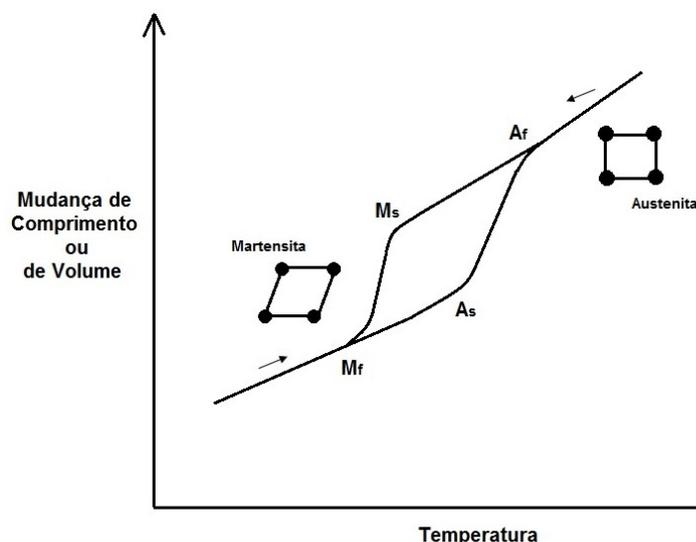


Figura 2.3 - Representação esquemática da curva de transformações martensíticas em função da temperatura para LMF.

A transformação martensítica pode ocorrer de duas formas, sendo induzida por tensão ou por mudanças de temperatura (Delaey et al., 1974). Quando é induzida por variações de temperatura, é chamada de transformação termoelástica, associada ao efeito memória de forma. Já quando é induzida por variações de tensão, é denominado comportamento pseudoelástico (Delaey et al., 1974; Leo, 2007; Duerig et al., 1990; Lagoudas, 2008).

## 2.2 COMPORTAMENTO TERMOMECÂNICO DAS LMF

As LMF podem apresentar três comportamentos distintos: quasiplasticidade, efeito memória de forma e pseudoelasticidade. A quasiplasticidade é observada abaixo de  $M_f$ , o efeito memória de forma em uma transição de temperatura abaixo de  $M_f$  para acima de  $A_f$  e a pseudoelasticidade em temperaturas acima de  $A_f$ .

### 2.2.1 QUASIPLASTICIDADE

A quasiplasticidade (ou pseudoplasticidade) pode ser observada em temperaturas baixas, sendo todo o processo de carregamento abaixo da temperatura  $M_f$ , onde há apenas martensita composta de diferentes orientações (Müller & Seelecke, 2001; Seelecke, 1996; Castilho, 2017).

Esse comportamento se dá com a aplicação de uma carga, que gera uma deformação elástica linear até uma tensão crítica, ponto a partir do qual se inicia a reorientação da martensita maclada (Castilho, 2017). Nesse caso, ocorre apenas uma mudança de variante da martensita, sem que ocorra

mudança de fase devido a transformação martensítica (Lagoudas, 2008; Ikeda, 2008; Castilho, 2017). Após a tensão crítica, o carregamento é continuado e observa-se então um trecho de grandes deformações para pequenas variações de tensão, deformações essas que estão associadas ao processo de reorientação da martensita maclada. A curva hipoteticamente formada nesse processo é apresentada na Figura 2.4.

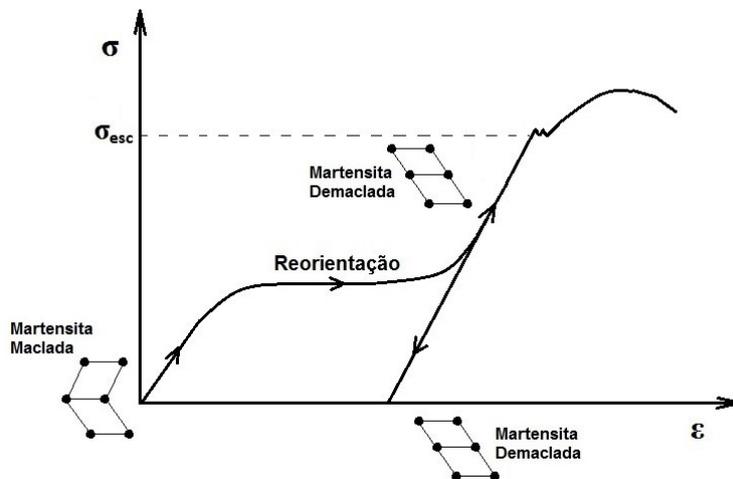


Figura 2.4 - Curva tensão-deformação esquemática para o comportamento quasiplástico.

Após o fim do trecho de grande deformação, ocorre o descarregamento e o material permanece com uma deformação residual, mantendo-se com a martensita desmaclada e com a configuração deformada (Müller & Seelecke, 2001; Lagoudas, 2008).

Se o material deformado for aquecido a temperatura acima de  $A_f$ , a deformação será desfeita devido a uma transformação martensítica. A tal fenômeno é dado o nome de Efeito Memória de Forma (Delaey et al., 1974; Lagoudas, 2008).

## 2.2.2 EFEITO MEMÓRIA DE FORMA

O efeito memória de forma se dá quando uma deformação quasiplástica é seguida acompanhada por um aquecimento que induz a reversão da deformação macroscópica e provoca transformação martensítica (Delaey et al., 1974; Leo, 2007; Otsuka & Wayman, 1998; Jani et al., 2014). O efeito memória de forma pode ser de dois tipos: *one-way* ou *two-way* (Delaey et al., 1974; Duerig et al., 1990; Otsuka & Wayman, 1998; Jani et al., 2014).

Para que o comportamento seja um efeito memória de forma *one-way*, a deformação deve ser causada abaixo da temperatura  $M_f$  (onde há apenas martensita), forma em que o corpo deformado permanecerá até que aquecido, o que causará o início da transformação martensítica em  $A_s$ , indo até acima da temperatura  $A_f$  (presença apenas de austenita), ponto em que o corpo finalizará a recuperação de sua forma inicial (Duerig et al., 1990; Lagoudas, 2008). Depois que o corpo foi aquecido até acima de  $A_f$ , não haverá mais mudança em seu formato quando for resfriado até abaixo de  $M_f$ . O efeito memória de forma só será “reativado” se o processo for iniciado novamente, com a deformação do corpo (Lagoudas, 2008).

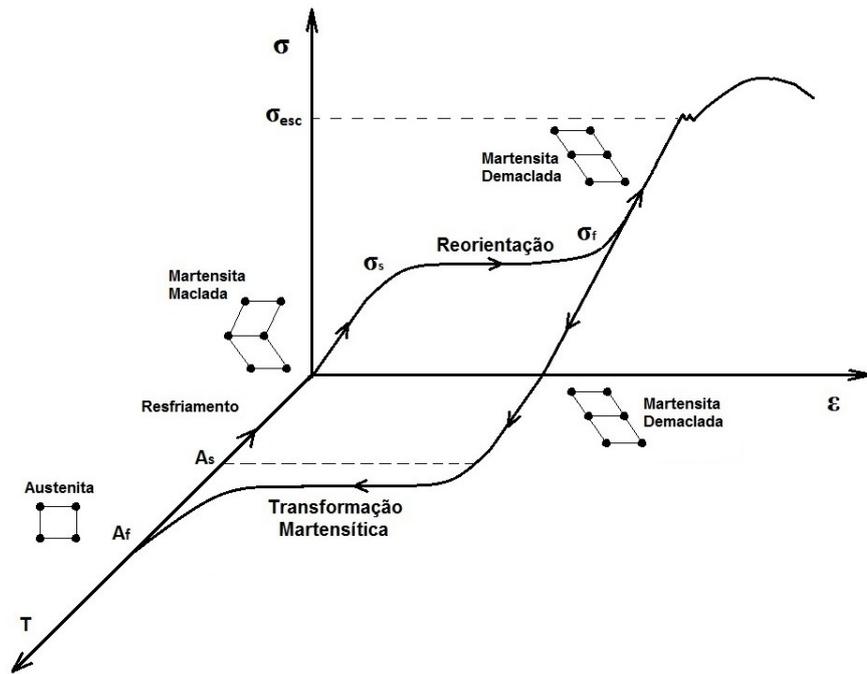


Figura 2.5 - Efeito memória de forma para uma típica LMF.

### 2.2.3 PSEUDOELASTICIDADE

A pseudoelasticidade é análoga à transformação termoelástica, porém, nesse caso, a transformação martensítica ocorre continuamente com a aplicação de carga, e a transformação reversa ocorre com o descarregamento (Delaey et al., 1974; Duerig et al., 1990; Leo, 2007; Lagoudas, 2008; Jani et al., 2014). Nesse caso, a amostra se encontra em temperatura acima de  $A_f$ , ou seja, há apenas austenita, e quando é carregada forma-se martensita induzida por tensão, mesmo estando em temperatura maior que  $M_s$ , e com o descarregamento forma-se novamente a austenita (Duerig et al, 1990; Otsuka & Wayman, 1998; Lagoudas, 2008). Tal efeito produz uma histerese conforme o modelo hipotético apresentado na Figura 2.6.

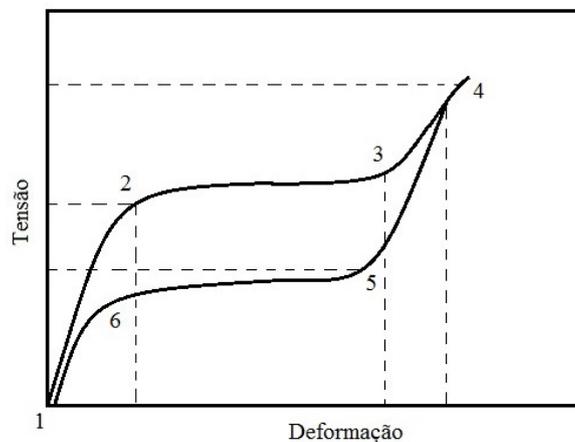


Figura 2.6 - Representação do comportamento tensão-deformação para ligas com comportamento pseudoelástico.

Na Figura 2.6, o ponto 1 indica o início do carregamento, ponto onde o material está completamente austenítico. O material é carregado de 1 até o ponto 2, onde se inicia a formação de martensita induzida por tensão. De 2 a 3 o material descreve uma grande deformação para pequena variação de tensão, o que se assemelha a uma deformação plástica. Em seguida, do ponto 3 ao 4, um aumento na tensão não provoca mais transformação martensítica, indicando que agora há apenas a fase martensita, e ocorre apenas deformação elástica da martensita demaçada. Porém, ao ocorrer o descarregamento gradual de 4 a 5, a martensita se descarrega continuamente e inicia-se nesse último ponto (5) a transformação reversa, de martensita para austenita. Tal processo de reversão de fase é acompanhado por uma grande variação de deformação para pouca mudança na tensão desde 5 até que o material atinja o ponto 6, que é o fim da transformação reversa e o corpo agora, idealmente, está composto apenas por austenita.

Segundo Duerig et al. (1990), pode-se estabelecer uma relação entre a temperatura e a tensão necessária para induzir a formação de martensita. Dessa forma, quanto maior a temperatura de trabalho, maior será a tensão requerida para se iniciar a transformação de austenita para martensita. Essa relação pode ser observada na Figura 2.7, onde percebe-se que, quanto mais perto da temperatura  $M_s$  ( $-99^\circ\text{C}$  no exemplo), menor é a tensão necessária para induzir a transformação.

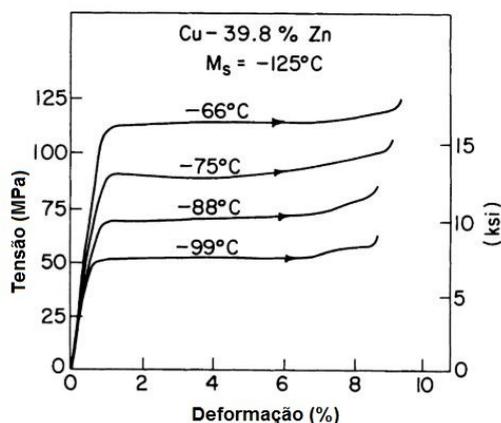


Figura 2.7 - Curva tensão-deformação para liga de CuZn carregada na fase martensítica (Duerig et al., 1990 – Adaptada).

A variação da tensão necessária como função da temperatura de trabalho respeita a equação de Clausius-Clapeyron, descrita a seguir (Duerig et al., 1990; Otsuka & Wayman, 1998; Lagoudas, 2008).

$$\frac{dP}{dT} = \frac{\Delta H}{T\Delta V}; \quad (1)$$

onde  $P$  é a pressão,  $T$  a temperatura,  $\Delta H$  a variação de calor latente e  $\Delta V$  a variação de volume.

Para efeito de comparação, apresenta-se na Figura 2.8 a seguir uma o comportamento hipotético de uma amostra de material convencional e uma de NiTi com comportamento pseudoelástico (Duerig et al., 1990).

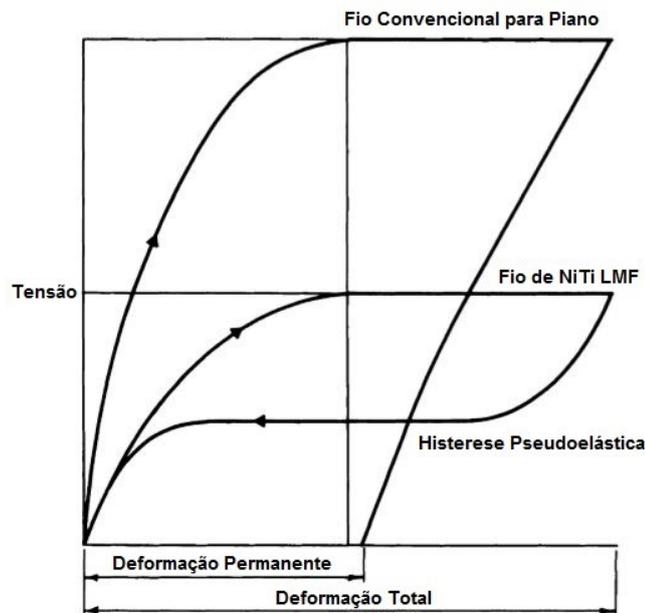


Figura 2.8 - Comparação entre liga convencional e liga com comportamento pseudoelástico (Duerig et al., 1990 – Adaptada).

No caso, a liga convencional e a LMF foram submetidas à mesma deformação, porém a LMF com comportamento pseudoelástico tem toda a deformação recuperada após o descarregamento, enquanto a liga convencional permanece com deformação plástica residual, recuperando-se apenas parcialmente (Duerig et al., 1990).

## 2.3 TRATAMENTO CRIOGÊNICO

O tratamento criogênico consiste em resfriar a amostra desde a temperatura ambiente até a temperatura do nitrogênio líquido, por imersão por determinado período. Em seguida a amostra é aquecida até que retorne à temperatura ambiente. Esse processo de resfriamento pode ser do tipo subzero, tratamento criogênico ou tratamento criogênico profundo (Bryson, 1999; Collins, 1998; Bailey, 1971). As taxas nas quais essas mudanças de temperatura ocorrem influenciam criticamente na mudança das propriedades do material tratado (Kumar et al., 2017).

O objetivo desse tratamento é melhorar as propriedades do material ao submetê-lo a temperaturas que variam de  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$  a  $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ , (Castilho, 2017). Essas melhorias dependerão da temperatura a qual a amostra for submetida e do tempo de imersão (Vinothkumar et al., 2015; Collins, 1998). Segundo Collins (1998), os estudos realizados e publicados ao longo dos anos demonstraram que tratamentos a baixas temperaturas podem trazer diversas melhorias para metais, tais como aumento da dureza, aumento da resistência ao desgaste, estabilização das fases e melhoria da resistência à corrosão.

Em geral, os tratamentos a baixas temperaturas provocam a transformação de austenita residual em martensita, para que no fim se tenha um material mais estável e com propriedades melhores (Collins, 1998; Yun et al., 1998; Wurzbach & Defelice, 2004; Zhmud, 1980; Molinari et al., 2001). Os tratamentos a baixas temperaturas podem ser classificados em três tipos: tratamento subzero, tratamento

criogênico e tratamento criogênico profundo, sendo que cada um deles provocará um resultado diferente para a amostra (Bryson, 1999; Collins, 1998; Bailey, 1971).

O tratamento subzero é realizado a temperaturas na faixa de  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$  e  $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ , podendo variar o tempo de realização de acordo com o resultado desejado, utilizando gelo seco, metanol ou *freon*, e em seguida a amostra é aquecida até a temperatura inicial por convecção natural (Rhyim et al., 2006; Molinari et al., 2001; Yun et al., 1998).

Tratamento criogênico, por sua vez, já exige que a temperatura do tratamento seja mais baixa, entre  $-125\text{ }^{\circ}\text{C}$  e  $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ , também com tempo variável de acordo com o objetivo, e em seguida, assim como no tratamento subzero, o corpo é reaquecido por convecção natural (Collins, 1998; Yun et al., 1998; Farina, 2011). Esse tratamento surgiu por volta dos anos 1970 com a melhoria da tecnologia relacionada a operações a baixas temperaturas e mostrou-se, em geral, melhor que o tratamento subzero (Yun et al., 1998; Dhar et al., 2000; Zhmud, 1980).

Por fim, o tratamento criogênico profundo é aquele realizado lentamente e com controle desde a temperatura ambiente até  $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$  (Castilho, 2017; Bensely et al., 2006). Assim como nos outros tratamentos, a amostra é mantida nessa condição pelo tempo desejado e reaquecido de forma lenta e controlada, evitando mudanças bruscas de temperatura (Bensely et al, 2006). Esse tratamento é o que apresenta maiores vantagens quando comparado aos outros dois citados, trazendo melhorias mais significativas às amostras tratadas (Wurzbach & Defelice, 2004).

### **2.3.1 APLICAÇÕES DE TRATAMENTO CRIOGÊNICO EM METAIS**

Nos anos 1930 e 1940, iniciou-se o desenvolvimento de pesquisas a respeito da influência de tratamentos térmicos a temperaturas negativas em aços, porém apenas em 1972 foram feitos tratamentos com a imersão de ferramentas em nitrogênio líquido e permanência por 10 minutos. Após isso, observou-se um aumento da vida da ferramenta, resultado que foi confirmado em anos posteriores com testes realizados em diversas ferramentas aplicadas a diversas funções (Zhmud, 1980).

Durante os anos que se seguiram, outras pesquisas foram realizadas a respeito da influência de tratamentos criogênicos em elementos de aço, obtendo aumentos na dureza, tenacidade e vida à fadiga (Castilho, 2017). Molinari et al., em 2001, realizaram o tratamento criogênico profundo em aços ferramentas AISI M2 e AISI H13 de alta velocidade a fim de verificar sua influência nas propriedades de tal, concluindo por fim que o desgaste foi reduzido, a dureza aumentada e diminuição no tempo de preparação da máquina, levando a reduções em torno de 50% do custo. Tais resultados referentes ao desgaste do componente também foram reportados por Bensely et al. (2006), que trabalharam com aço-carbono (En 353), e Rhyim et al. (2006), que trabalharam com aço ferramenta ASTM D2. Ambos concluíram que o melhor resultado foi o obtido com as partes submetidas a tratamento criogênico profundo.

Dhar et al. (2002) investigaram o papel do resfriamento criogênico de ferramentas de aço AISI 1040 e E4340C usadas em trabalhos de alta velocidade e avanço (consequentemente submetidas a altas

temperaturas), feito através de jatos de nitrogênio líquido. Concluíram que a taxa de desgaste da ferramenta foi diminuída, a precisão dimensional do trabalho realizado aumentou e a rugosidade superficial diminuiu.

A influência do tratamento criogênico profundo na fadiga sob condições de *fretting* no Al 7050-T7451 foi estudada por Ashiuchi (2009), que obteve como resultado fortes indícios de que o tratamento aumentou a resistência ao desgaste e a vida à fadiga de alto ciclo. Vales, em 2010, fez um estudo comparativo entre amostras de aço H13 com tratamento térmico convencional e amostras submetidas a revenido alternado com banho criogênico de durações variáveis. Também foi verificada nesse caso melhoria na resistência ao desgaste e também na dureza. O efeito da introdução de etapas de tratamento criogênico em aço ferramenta AISI D2 foi estudada por Farina (2011), variando-se as temperaturas do tratamento (criogênica e subzero) e os tempos de imersão. As amostras foram então analisadas e verificou-se que os carbonetos secundários (micrométricos) não sofreram alterações e os secundários revenidos (nanométricos) se dispersaram mais finamente na matriz das amostras tratadas.

O tratamento criogênico pode ser interessante em diversas situações que exijam as melhorias que ele já comprovadamente proporciona, podendo ser aplicado para diferentes materiais como por exemplo aços diversos, alumínio, cobre, cerâmicos e poliméricos, podendo ser mais ou menos efetivo dependendo do material ao qual foi aplicado.

Como vantagem desse tratamento térmico frente a revestimentos e tratamentos superficiais, pode-se citar a característica de afetar todo o volume do material tratado, que pode ser modificado estruturalmente sem que perca as propriedades obtidas (Yazdizadeh et al., 2017; Ujjwal et al., 2017; Vinothkumar et al., 2015). Ainda, uma vez feito o tratamento criogênico, este não será desfeito, a não ser que se aplique um novo processo de tratamento que afete todo o volume, como por exemplo uma têmpera.

### **2.3.2 APLICAÇÃO DE TRATAMENTO CRIOGÊNICO EM LMF**

A usinagem de NiTi não é uma tarefa trivial, devido à sua dureza e condutividade térmica ruim. Desse modo, processos não convencionais como processamento a laser, por descarga elétrica, por descarga elétrica ultrassônica, por jato de água e outros costumam ser utilizados para a fabricação de peças de NiTi (Kaynak et al., 2013). Porém, esses processos podem se tornar não muito viáveis dependendo da geometria e dimensão necessárias e ainda podem apresentar um aumento de custos na produção (Kaynak et al., 2013). Por isso, os métodos convencionais de usinagem acabam sendo ainda muito utilizados

O módulo de elasticidade de uma liga NiTi varia de acordo com a fase presente, se austenita ou martensita, e essa variação pode afetar a usinagem de uma peça se houver transformação durante o processo de fabricação (Kaynak et al., 2013). O processo de usinagem de peças de NiTi afeta a ferramenta, causando rápido desgaste e falha desta, sendo que o componente ainda não é finalizado com boa qualidade (Kaynak et al., 2013). Sendo um efeito de impacto significativo na performance e

qualidade da produção, tem sido investigado o desgaste excessivo da ferramenta ao realizar esse processo. Desse modo, Kaynak et al. (2013) estudaram a influência de usinagem criogênica de NiTi, revelando que o tratamento tem profunda influência no desgaste da ferramenta, que pode ser significativamente reduzida.

Magela (2010) estudou a influência de tratamentos térmicos e mecânicos nas temperaturas de transformação martensítica de uma liga comercial, aproximadamente equiatômica, de NiTi com efeito memória de forma e tratamento térmico de envelhecimento a 500 °C. O material foi dividido em dois grupos, um tratado a 900 °C por 30 minutos seguido de resfriamento a água e o outro deixado como recebido. Foram tratadas amostras advindas dos dois grupos de duas formas, algumas com aquecimento a 80 °C e resfriamento até a temperatura ambiente (para a obtenção de fase-R) e outras com resfriamento em nitrogênio líquido (para indução de estrutura predominantemente martensítica). Foram realizados nessas amostras ensaios de tração a 2, 4, 6 e 8% de deformação. Através das técnicas de calorimetria exploratória diferencial, resistividade elétrica, atrito interno e difração de raios-X, as temperaturas de transformação de fase e fases presentes no material foram observadas antes e após a deformação. Observou-se um aumento da fração martensítica e da deformação recuperável para as amostras tratadas criogenicamente.

A mesma conclusão de Magela (2010) foi obtida por Sinha et al. (2013), que investigaram o efeito do tratamento criogênico nas propriedades mecânicas e recuperação de forma em ligas de NiTi ricas em titânio. As amostras foram homogeneizadas a 900 °C por 60 minutos, seguidas de resfriamento por imersão em água e imersão em nitrogênio líquido com resfriamento a taxa controlada. As amostras resfriadas em nitrogênio apresentaram uma fração maior de martensita (variante B19') e maior quantidade de deformação recuperável quando comparadas às amostras resfriadas com água.

LMF também são bastante interessantes em aplicações aeroespaciais, devido às suas propriedades especiais. Por isso, Lemanski (2005) estudou a utilização da LMF NiTiFe como atuador a temperaturas muito baixas. Ele desenvolveu sua pesquisa em torno de um interruptor que tem como objetivo prover uma passagem variável entre *dewars* de metano líquido e oxigênio líquido, com o objetivo de controlar a temperatura do metano. Foi estudado o comportamento da fase martensítica dessa liga a temperaturas criogênicas, de forma que, apresentando efeito satisfatório relacionado às suas funções como atuadora, estaria assim adequada a operações a temperaturas muito baixas. O trabalho foi conduzido com processamento termomecânico, caracterização com difratometria e DSC (Differential Scanning Calorimetry) e aplicação da liga no componente em si. Como resultado, não observou mudanças significativas nas temperaturas de transformação de fase e nem nos calores latentes de transformação.

Outra aplicação, essa muito difundida, das ligas de NiTi são instrumentos endodônticos rotativos, uma vez que podem dobrar-se significativamente mais que outros materiais, proporcionando melhor e mais rápido acesso a diversos canais tanto retos como curvos. Yazdizadeh et al. (2017) analisaram o efeito do tratamento criogênico profundo em instrumentos desse tipo, uma vez que a fadiga em instrumentos endodônticos rotativos é uma razão muito comum de falha. A pesquisa teve o intuito

de avaliar possíveis melhorias que o tratamento criogênico poderia oferecer nesse quesito. O tratamento foi feito por imersão em nitrogênio por 24 horas e em seguida aquecido gradualmente até a temperatura ambiente por convecção natural. Os resultados obtidos mostraram ausência de melhoria na vida à fadiga dos instrumentos tratados criogenicamente. Essa conclusão se mostrou diferente dos resultados obtidos por outros autores, sendo justificada por diferenças metodológicas e diferenças na composição da liga.

A eficiência de corte de um instrumento endodôntico de NiTi depende da interação de diversos fatores como propriedades metalúrgicas, lubrificação durante o processamento, resistência ao desgaste entre outros (Kim et al., 2005). Kim et al. (2005) avaliaram a influência do tratamento criogênico em 30 amostras de fios de Ni<sub>57</sub>Ti<sub>43</sub> (liga austenítica à temperatura ambiente), separadas em dois grupos. O primeiro grupo foi submetido a -196 °C por 3 segundos e o segundo por 10 minutos. Os resultados mostraram que houve um leve aumento na dureza, porém não foram identificadas alterações na composição da fase cristalina nem na eficiência de corte.

George et al. (2011) também desenvolveram um estudo a respeito do efeito do tratamento criogênico profundo na eficiência de corte de instrumentos rotativos de NiTi provenientes de três fornecedores diferentes. O tratamento foi feito de forma controlada em câmara com isolamento por 36 horas. Foi feita uma comparação em termos da vida à fadiga entre um grupo de amostras como recebidas e um grupo de amostras tratadas, que revelou um aumento significativo na vida a fadiga dos instrumentos endodônticos rotativos que foram tratadas. Estudo similar havia sido conduzido por Vinothkumar et al. no ano de 2007, porém com instrumentos advindos de outro fornecedor. Foram feitos quatro grupos de dez amostras, sendo que três deles foram tratados criogenicamente à seco (o material não é imerso em nitrogênio líquido, mas sim mantido em atmosfera gasosa de nitrogênio) a 185 °C por 12, 24 e 36 horas e o quarto grupo foi mantido sem tratamento. Concluíram então, ao fim dos testes conduzidos, que o tratamento criogênico profundo aumentou a eficiência de corte.

Ainda sobre as ligas de NiTi aplicadas a instrumentos rotativos, Ujjwal et al. (2017) desenvolveram uma revisão bibliográfica a respeito do efeito do tratamento criogênico na resistência à fratura dos componentes desse tipo, que são comumente submetidos a esforços de tração e compressão cíclicos, causando fadiga e eventualmente falha do instrumento. Foram encontrados na pesquisa preliminar 54 artigos, tendo sido selecionados 24 deles. A revisão concluiu que as formas de tratamento criogênico já estudadas aumentam a resistência à fratura de instrumentos rotativos de NiTi.

Kozlick (2013) também investigou a influência do tratamento criogênico em ligas memória de forma de NiTi. O objetivo do trabalho foi verificar possíveis alterações nas propriedades mecânicas como resistência à tração e dureza após diferentes condições de tratamento criogênico. As amostras foram divididas em cinco grupos, submetidos a tratamentos diferentes. O primeiro grupo foi mantido à temperatura ambiente, como recebido; o segundo grupo foi resfriado a -60 °C e mantido a essa temperatura por 32 minutos; o terceiro, resfriado a -60 °C e mantido por 64 minutos; o quarto grupo foi resfriado a -60 °C e mantido por 128 e por fim, o último grupo foi submetido a 4 ciclos de aquecimento até +37 °C e manutenção por 4 minutos e resfriamento até -60 °C e manutenção também por 4 minutos. Em seguida, foram conduzidos testes de tração com deformações de aproximadamente 6%,

descarregamento e depois tração até a ruptura; análise no DSC e microscopia ótica. Kozlick (2013) concluiu por fim que a aplicação do tratamento criogênico cíclico afetou a dureza do material, mas não significativamente outras propriedades e o tratamento estacionário afetou levemente a resistência à tração, que foi aumentada.

Mohammadi et al. (2014) publicou revisão bibliográfica a respeito de tratamentos em ligas de NiTi, onde descreve que, no intuito de eliminar defeitos inerentes, aumentar a dureza superficial e melhorar a resistência à fadiga e eficiência de corte de instrumentos feitos com ligas de NiTi, inúmeras estratégias já foram relatadas, como implantação iônica, nitretação, eletropolimento e tratamento criogênico. O objetivo da revisão feita então foi resumir os resultados já encontrados a respeito das melhorias trazidas por esses tratamentos. Relataram então que os estudos já realizados mostram um aumento da eficiência de corte, resistência à fadiga e microdureza dos instrumentos de NiTi submetidos a tratamentos criogênicos.

Vinothkumar et al. (2015) também investigaram liga de Ni<sub>51</sub>Ti<sub>49</sub> martensítica e o efeito do tratamento criogênico na microestrutura desta. Amostras cilíndricas e planas foram submetidas a tratamento criogênico profundo (-185 °C) e superficial (-80 °C) por 24 e 6 horas. A análise posterior das amostras revelou grãos de tamanho aproximadamente igual e com contornos bem definidos. O aumento do volume de martensita nas amostras também foi observado, sendo mais significativos nas amostras imersas por 24 horas.

Cruz Filho (2016) investigou a influência do tratamento criogênico no módulo elástico, amortecimento, dureza, temperaturas de transformação de fase e calor latente de transformação da liga Ni<sub>48</sub>Ti<sub>52</sub> através de análise comparativa experimental antes e depois do tratamento por diferentes tempos de imersão. A taxa de resfriamento e aquecimento foi controlada a 18 °C/h. Seus resultados mostraram que o tratamento criogênico afetou todas as propriedades mencionadas, com destaque para o aumento do fator de amortecimento. Castilho (2017) por sua vez, estudou duas ligas, uma de composição Ni<sub>55</sub>Ti<sub>45</sub> (martensítica à temperatura ambiente) e outra Ni<sub>57</sub>Ti<sub>43</sub> (austenítica à temperatura ambiente). Ambas foram imersas em nitrogênio líquido por diferentes tempos e os resultados foram comparados. Observou-se, assim como Cruz Filho (2016), um aumento do amortecimento, sendo este maior para as amostras que tiveram o tratamento mais longo (24 horas). Por meio de difração de raios-X e microscopia eletrônica de varredura verificou-se um aumento de tamanho de grão e surgimento de precipitados, que justificaram o resultado obtido. Cruz Filho (2016) e Castilho (2017) não avaliaram se ou como essas alterações afetam o comportamento pseudoelástico desses materiais.

## 2.4 FADIGA EM LMF

Em ligas memória de forma, podem ocorrer dois tipos de fadiga: termomecânica (funcional) e estrutural (Kang & Song, 2015; Eggler et al., 2004). Estas serão explanadas a seguir.

## 2.4.1 FADIGA ESTRUTURAL

A fadiga estrutural em LMF é a aquela tradicional em que ocorre a falha física do material após  $N$  ciclos de carregamento devido a mudanças microestruturais, nucleação e crescimento de trincas (Kang & Song, 2015; Eggler et al., 2004; Tyc et al., 2016).

A falha dependerá principalmente da região da curva descrita pelo material em que se realiza os ciclos, podendo ser feitos dentro ou fora da região elástica e ainda com ou sem transformações martensíticas completas (Lagoudas, 2008). Se os ciclos forem realizados apenas dentro da região de regime elástico, a vida obtida pode ser tão alta quanto  $10^7$  ciclos. Porém se a carga aplicada for maior e o material sair da região elástica o material falhará com muito menos ciclos, na ordem de  $10^3$  (Lagoudas, 2008).

O princípio dos estudos desse tipo de fadiga devido a carregamentos mecânicos em LMF NiTi se deu com fios do material, com foco em dobramentos e rotações que causariam fadiga no elemento (Kang & Song, 2015; Lagoudas, 2008). Dentre tais estudos, pode-se citar como exemplo o estudo de Tobushi et al. (2000), que fizeram testes de fadiga de baixo ciclo em fios de NiTi, operando-os em rotação e dobramento em diferentes ambientes como ar, água e óleo, observando que não houve mudança na vida à fadiga das amostras devido ao ambiente, mas sim alguma alteração para diferentes temperaturas. Estudo similar foi conduzido por Wagner et al. (2004) que estudaram a fadiga estrutural de fios de NiTi pseudoelástico submetidos a dobramento e rotação no ar e em banho de óleo. Concluíram com os resultados obtidos que a vida à fadiga dos fios independe da rotação e do diâmetro do fio, contanto que a temperatura seja mantida, o que ratifica a conclusão de Tobushi et al. (2000).

Estudos já para a fadiga provocada por ciclos termomecânicos (para ligas com efeito memória de forma) mostraram que a vida dos elementos submetidos depende da tensão e da amplitude de temperatura (Kang & Song, 2015).

Kang et al. (2012) investigaram a fadiga em ligas de NiTi com comportamento pseudoelástico sob carregamento cíclico a força controlada. Observaram que a vida à fadiga estrutural do material é dependente da tensão máxima, média e sua amplitude e que resquícios de transformações martensíticas incompletas aparentemente diminuem a vida. Concluíram também que a vida à fadiga é reduzida à medida que a energia dissipada aumenta.

Fios de Ni<sub>49</sub>Ti<sub>51</sub> submetidos a diferentes tratamentos e de diferentes tensões de transformação (diferentes pontos de início da histerese do comportamento pseudoelástico) foram ciclados em condições iguais e suas vidas comparadas (Tyc et al., 2016). Desejava-se conhecer melhor a contribuição de tratamentos térmicos de aquecimento na vida a fadiga de fios de NiTi com comportamento pseudoelástico. Observou-se decréscimo da vida à fadiga com o aumento da tensão de deformação e que fio tratados no forno apresentaram melhor performance que os tratados por pulsos elétricos.

Também realizando tratamentos térmicos, e ainda tratamentos químicos na superfície de fios de NiTi, Vojtech et al. (2011) observaram que os dois tipos de tratamento influenciaram a vida à fadiga, que foi aumentada com o aumento da temperatura de tratamento, o que pode ser justificado pelas modificações estruturais que favorecem a formação de martensita plástica induzida por tensão nas

extremidades das trincas, aumentando a resistência ao aumento e propagação dessa trinca. O tratamento químico da superfície melhora a vida a fadiga porque reduz a quantidade de defeitos superficiais.

Estudando o efeito nos níveis de impureza em ligas de NiTi pseudoelástico, Rahim et al. (2013) viram que, para boa resistência à fadiga a qualidade da superfície é de grande importância. Além disso, observaram que as amostras enriquecidas com oxigênio apresentaram menor resistência à fadiga estrutural, enquanto as amostras ricas em carbono tiveram maiores vidas.

O efeito dos tamanhos de grão na vida à fadiga de NiTi pseudoelástico foi observado por Yin et al. (2016), que observaram o comportamento de amostras com grãos de tamanhos 10 nm, 42 nm e 80 nm através de um ensaio por força controlada. Concluíram que o refinamento do grão contribui significativamente para o aumento da vida em fadiga de alto ciclo. Para o caso de baixo ciclo, o refinamento do grão só apresenta melhorias relevantes sob tensão de 450 MPa, sendo não muito influente para casos de tensão de 300 MPa.

Jaureguizar et al. (2015) investigaram a contribuição da transformação martensítica induzida por tensão na vida à fadiga de fios de Ni<sub>49</sub>Ti<sub>51</sub> austeníticos à temperatura ambiente, ou seja, possuintes de comportamento pseudoelástico. Os primeiros ciclos foram conduzidos com controle do deslocamento das garras com uma frequência de 5 Hz, feitos em três níveis: antes do início da transformação martensítica (apenas austenita presente), na região onde martensita e austenita coexistem e por fim, na região onde há apenas martensita induzida por tensão, como representado na Figura 2.9. A segunda série de testes foi feita por ciclagem da curva pseudoelástica completa. Os resultados da primeira sequência de testes mostraram maior vida para as amostras formadas apenas por austenita e menor para aquelas compostas por martensita. Da ciclagem pseudoelástica, concluiu-se que a presença de transformação martensítica reduz consideravelmente a vida do material, que apresentou menor vida à fadiga na segunda sequência de testes que nos três casos feitos anteriormente.

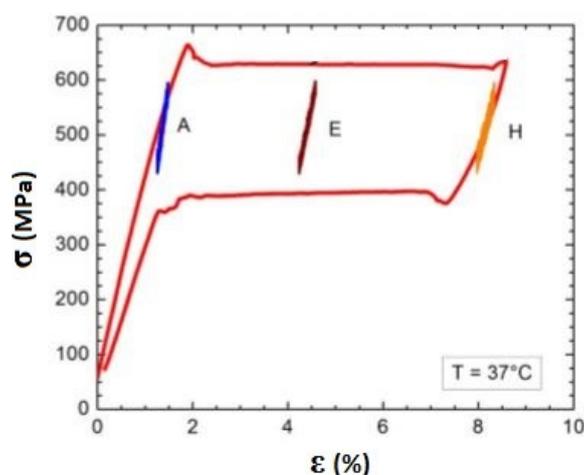


Figura 2.9 - Níveis dos ciclos conduzidos. A: apenas austenita; E: martensita e austenita presentes; H: apenas martensita (Jaureguizar et al, 2015).

George et al. (2011) apresentaram um estudo da influência do tratamento criogênico em instrumentos rotativos de NiTi. Os testes de fadiga foram feitos com um grupo de 20 amostras, 10 tratadas e 10 não tratadas. O tratamento escolhido foi o criogênico profundo. Após a ciclagem até a ruptura das amostras, concluíram que o tratamento criogênico resultou em um aumento da resistência à fadiga estrutural quando as amostras foram comparadas.

Vinothkumar et al. (2016) avaliou a fadiga em LMF de NiTi para instrumentos endodônticos rotativos, que também analisaram o papel do tratamento criogênico profundo no número de ciclos até a falha do elemento. Os testes foram feitos com fios que apresentavam o efeito memória de forma, que foram submergidos em nitrogênio líquido a  $-185\text{ }^{\circ}\text{C}$  por 6 e 24 horas. As taxas de resfriamento e aquecimento foram controladas durante o processo. Os resultados que apresentaram mostram que as amostras submetidas a 24 horas de tratamento tiveram a melhora mais significativa na vida à fadiga quando comparadas às amostras tratadas por 6 horas, seguidas das amostras não tratadas, que apresentaram a menor resistência à fadiga.

## 2.4.2 FADIGA FUNCIONAL

A fadiga funcional é caracterizada por alterações nas propriedades funcionais do material (Eggler et al., 2004). Para uma LMF, ela se dá durante o processo de ciclagem do material, que sofre uma redução de sua funcionalidade ao longo dos ciclos, que pode ser observado na evolução de um gráfico de tensão-deformação ao longo dos ciclos aplicados, conforme na Figura 2.10. Nesta figura é possível identificar os principais indícios da ocorrência de fadiga funcional, que são a redução da área da histerese e aumento da deformação residual (Ammar et al., 2017). Como exemplos de perda de funcionalidade podem ser citados a diminuição da deformação em uma liga termoelástica e a diminuição da energia dissipada no comportamento pseudoelástico (Eggler et al., 2004). Essas perdas estão associadas a mudanças graduais na microestrutura (Lagoudas, 2008; Eggler et al., 2004).

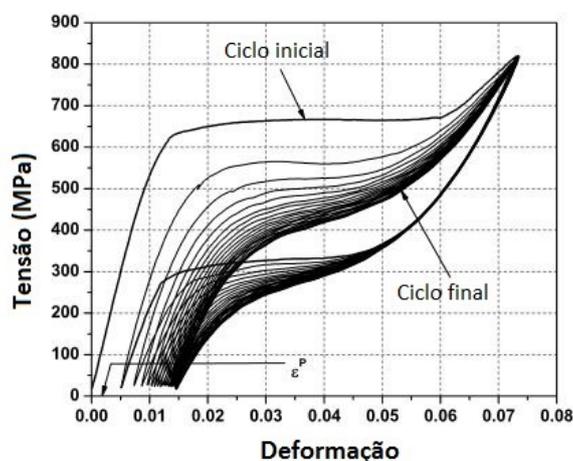


Figura 2.10 – Resposta ao carregamento cíclico de uma liga pseudoelástica de NiTi (Lagoudas, 2008 - Adaptada).

Dos trabalhos pioneiros sobre esse aspecto em ligas de NiTi pseudoelástico, pode ser citado o estudo feito por Miyazaki et al. (1986), que analisaram as mudanças na histerese causada por ciclos de tracionamento no material. Essas mudanças refletem a presença de deformações residuais permanentes e pode gerar limitações para a aplicação da liga. O experimento foi conduzido de forma a testar fios de  $Ni_{49,8}Ti_{50,5}$  e  $Ni_{50,6}Ti_{51,6}$  com tratamento de envelhecimento e recozimento, os dois com resfriamento a água. Os testes cíclicos foram feitos com amostras de 30 mm de comprimento com máquina de ensaio de tração. Observou-se um comportamento geral das curvas, em todas as temperaturas testada, de alongamento e redução da área, conforme mostrado na Figura 2.11.

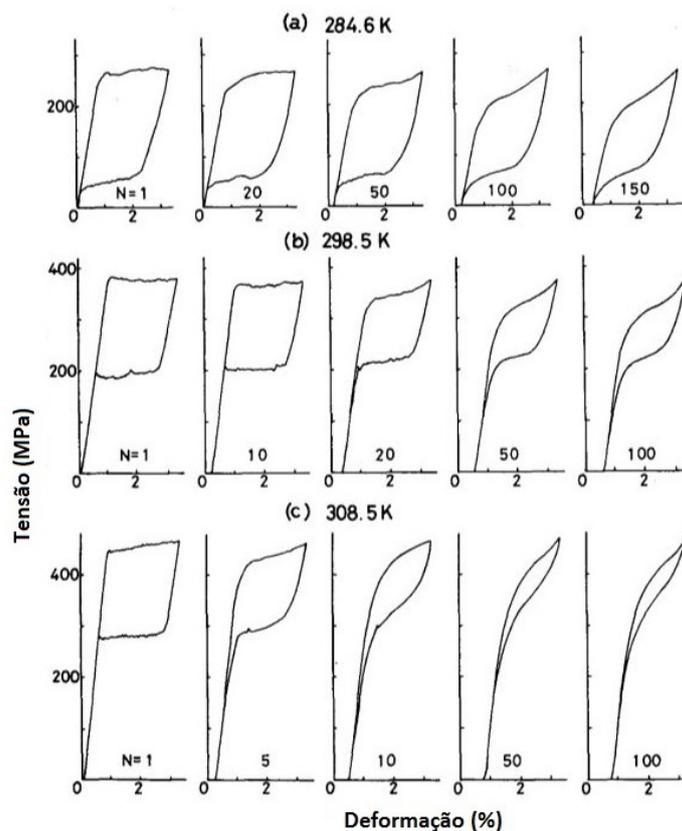


Figura 2.11 – Efeito da deformação cíclica para NiTi pseudoelástico a diferentes temperaturas (Miyazaki et al., 1986 - Adaptada).

Concluíram então que a ciclagem gera deformações residuais, que podem ser verificadas com o deslocamento do início das curvas na Figura 2.11, a tensão referente ao ponto  $M_s$  se reduz e a área da histerese diminui. Os tratamentos térmicos se mostraram eficientes em diminuir os efeitos gerados pelos ciclos aplicados. Foi observado ainda que cerca dos 100 primeiros ciclos, as mudanças na curva passam a ser quase imperceptíveis, propondo-se então que seja feita ciclagem até a estabilização antes do uso efetivo do material em sua aplicação, para que os efeitos iniciais mencionados não fossem sentidos pela aplicação de destino (Miyazaki et al., 1986).

Maletta et al. (2012) também estudaram a região de estabilização da histerese na primeira parte de seus testes. O objetivo era obter uma resposta estabilizada das amostras de  $Ni_{50,8}Ti_{49,2}$  (austenítica à temperatura ambiente), ou seja, observar o fim da evolução drástica da fadiga funcional. Esse teste foi realizado com valores fixos de deformação máxima e valores crescentes de deformação mínima, para

evitar compressão. O teste foi finalizado após um número finito de ciclos, determinado pelo momento em que o incremento da deformação residual dos dez últimos ciclos seja menor que 0,5% da deformação máxima infligida. Concluíram que o efeito sobre as propriedades pseudoelásticas da liga (fadiga funcional gerada) aumenta conforme o aumento da deformação imposta. Porém observa-se uma estabilização da resposta funcional em torno de 100 ciclos, sem grandes variações para mudanças nas deformações.

Malleta et al. (2014) conduziram novos testes, ainda por deformação controlada, na mesma liga de NiTi pseudoelástica, dessa vez para observar a evolução das deformações residuais, energia dissipada, tensões de transformação, módulo de elasticidade e temperaturas de transformação de fase durante o período de estabilização da amostra. Relataram como resultado a degradação da recuperação pseudoelástica durante os ciclos iniciais e conseqüente diminuição da energia dissipada, observada com mais ênfase com o aumento da deformação aplicada e justificada, entre outros, pelo acúmulo de martensita estabilizada. O aumento da deformação residual, atrelado à diminuição da deformação recuperada durante os ciclos iniciais, foi atribuído à deformação plástica associada à transformação martensítica, carregamento e acúmulo de martensita estabilizada. Mostraram que as capacidades pseudoelásticas da liga são preservadas se a energia recuperada se mantiver entre 72% e 97% da deformação máxima, com esta última estando entre 4,5% e 0,7%. As tensões de transformação e módulo de elasticidade demonstraram decréscimo durante o período de estabilização, conseqüência também mais evidente com o aumento da deformação máxima.

Ammar et al. (2017) reportaram também resultados similares para NiTi com comportamento pseudoelástico, como a redução da área da histerese, degradação da funcionalidade, mudança das tensões de transformação e acúmulo da deformação residual. Além disso, observaram a dependência do comportamento da liga em relação à taxa e à amplitude de deformação, sendo que a estabilização é atingida mais rapidamente quando a amplitude é mais baixa.

Para melhorar a degradação decorrente da ciclagem de NiTi pseudoelástico, Hornbogen e Heckmann (2003) propuseram diferentes tratamentos termomecânicos para a liga e os testaram em relação à mudança do comportamento do material quando submetido a ciclos de carregamento. Observaram um aumento da tensão de escoamento e preservação das propriedades funcionais para alguns deles, sendo que o que mais se destacou foi o tratamento de envelhecimento da liga.

Wang et al. (2010) fizeram também testes similares com NiTi pseudoelástico para observar se comportamento quando submetido a 30 ciclos de carregamento de tração e torção, proporcionais e não proporcionais. Assim como os estudos conduzidos anteriormente, relatou uma redução da histerese e de sua curvatura e mudanças nos pontos de transformação de fase. Concluiu também que a energia dissipada é significativamente maior para o carregamento não proporcional quando comparada ao proporcional.

Zurbitu et al. (2010) por sua vez, fizeram testes em NiTi pseudoelástica com variação da taxa de deformação de forma a identificar o impacto desta no comportamento da liga quando submetida a ciclos dessa forma. Tanto as amostras submetidas a mudanças bruscas na deformação quanto as que

passaram por deformação a baixas taxas apresentaram redução na tensão de transformação martensítica, sendo que as amostras referentes ao primeiro tipo de teste apresentaram mudanças mais acentuadas. Dessa forma, concluiu-se que as taxas de deformação influenciam nas tensões de transformação e ainda na energia liberada, que é menor para as amostras que tiveram taxa de deformação alta. Tais mudanças se mostraram mais evidentes nos 20 primeiros ciclos, estando estabilizadas após aproximadamente 50 ciclos.

Segundo Vojtech et al. (2011), espera-se que tratamentos térmicos e químicos influenciem de forma expressiva o comportamento da liga, principalmente frente à fadiga funcional. Por eles foram feitos tratamentos térmicos nas amostras de NiTi, esperando-se a oxidação da superfície e modificações da estrutura interna e propriedades mecânicas. Em seguida, metade dos corpos de prova tratados termicamente passaram por um tratamento químico da superfície. Os testes cíclicos de carregamento foram realizados e todas as amostras apresentaram um patamar da histerese mais alto, sugerindo a presença dominante de austenita nessa temperatura (23 °C). Os fios foram carregados até a tensão de ruptura. Foram feitos também testes de dobramento dos fios, com um lado fixo e o outro fazendo ciclos de curvaturas de 50° até a falha. Foi demonstrado por fim que as propriedades funcionais da liga NiTi são alteradas consideravelmente ao realizar-se um tratamento térmico de aquecimento a temperaturas entre 450 e 600 °C. As principais mudanças foram observadas nas amostras tratadas a 600 °C, e podem ser atribuídas à recristalização. Fios tratados a temperaturas mais baixas não tiveram efeitos consideráveis.

Tyc et al. (2016) estudaram também a influência de dois tipos de tratamentos na fadiga funcional de fios finos de Ni<sub>50,9</sub>Ti<sub>49,1</sub> pseudoelásticos trabalhados a frio. Os tratamentos realizados foram tratamento térmico em forno convencional e não convencional, que opera com pulsos elétricos. Os dois tipos foram ainda divididos em três diferentes temperaturas e duas tensões elétrica. Resultados obtidos mostraram que as amostras tratadas em forno convencional mantiveram as tensões de transformação, porém a deformação correspondente aos pontos de início e fim da transformação martensítica foram modificados. Já as amostras tratadas eletricamente, mostraram tensões de transformação mais baixas e maiores deformações atreladas a esses pontos.

Apesar de já terem sido testados tratamentos térmicos para a melhoria da resposta das LMF à fadiga funcional, muito pouco há sobre a influência do tratamento criogênico em ligas de NiTi pseudoelásticas submetidas a carregamentos cíclicos.

## **2.5 CARREGAMENTO CÍCLICO**

Os materiais podem ser testados e estudados sob dois tipos de carregamentos, por deslocamento controlado ou por força controlada. Em estudos recentes, alguns autores apresentaram comparações e as diferenças entre esses dois modos de teste, tais como Vojtech et al. (2011), Dilibal et al. (2017), Ammar et al. (2017) e Kang & Kan (2017).

Vojtech et al. (2011) mencionaram em seu artigo algumas conclusões derivadas de pesquisas feitas, e dentre elas a que as ligas de NiTi apresentam comportamento à fadiga pior quando submetidas à força controlada, tendo uma performance melhor em situações de deformação controlada.

Alguns anos depois, Dilibal et al. (2017) estudaram o efeito do tipo de carregamento empregado no carregamento cíclico em sua fase inicial (até 100 ciclos). Foi feita uma comparação entre os dois métodos com amostras de NiTi e observou-se que, em uma escala macroscópica, há uma redução do número de ciclos necessários para que se chegue à estabilização da amostra para testes feitos por força controlada, diferentemente dos testes por deformação controlada. Além disso, notou-se que para os testes por força controlada, a deformação residual tem dimensão menor e há a localização de deformações mais severas. Concluiu-se, portanto, que os resultados experimentais dependem não só do material testado, mas também do modo de carregamento escolhido, que ditará o padrão de evolução da curva tensão-deformação, a quantidade de deformação residual, o número de ciclos até a estabilização e o formato da histerese gerada.

Em trabalho publicado em 2017, Kang & Kan também avaliaram experimentalmente a diferença entre o carregamento por força controlada e por deformação controlada. Eles observaram que, quando a deformação é controlada, há um crescimento de deformação residual ao longo dos ciclos, que depende do pico de deformação aplicado. Porém, para ensaios onde a força é controlada, não só se observou o acúmulo de deformação residual como também um acúmulo do pico de deformação alcançado, sendo ambas mudanças dependentes da força máxima aplicada. Além disso, quanto maior o carregamento no ensaio por força controlada, maior seria a redução da energia dissipada ao longo dos ciclos.

Observou-se ainda que o formato da histerese ao longo dos ciclos é alterado de forma diferente para os dois casos de controle do ensaio, como apresentado nas Figuras 2.12 e 2.13 a seguir.

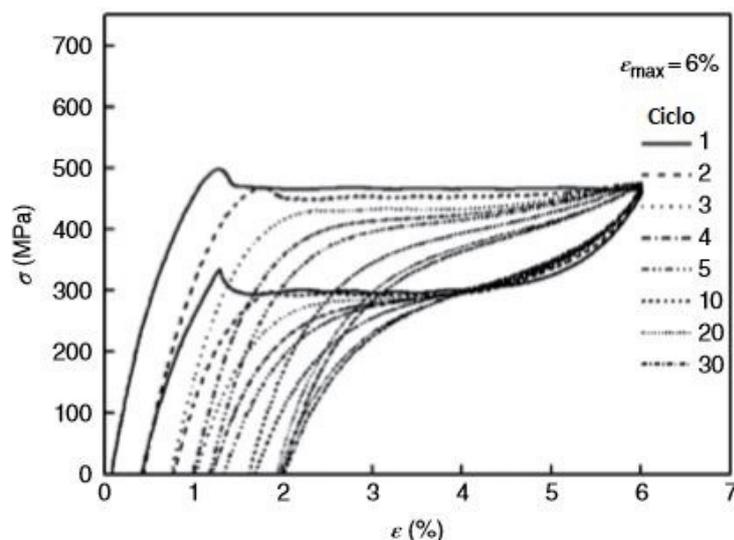


Figura 2.12 – Evolução do formato da histerese para deformação controlada (Kang & Kan, 2017 - Adaptada).

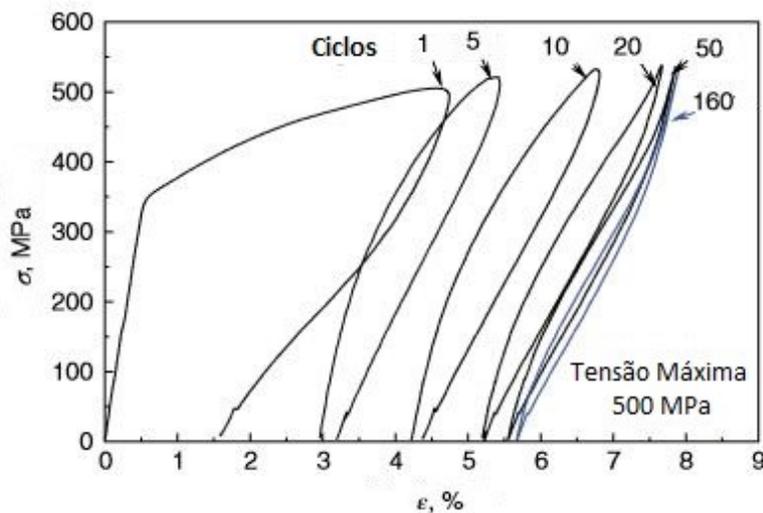


Figura 2.13 – Evolução do formato da histerese para força controlada (Kang & Kan, 2017 – Adaptada).

Ammar et al. (2017) desenvolveram investigação experimental do comportamento de fios de  $\text{Ni}_{52}\text{Ti}_{48}$  pseudoelástico submetido a carregamentos cíclicos sob deformação e força controlada. Com os resultados foi feita comparação para a análise entre as diferenças geradas por cada. Para os ensaios por deformação controlada foi utilizado extensômetro posicionado no comprimento útil do corpo de prova e as amostras foram submetidas a diferentes taxas de deformação. Para os ensaios por força controlada foram prescritas quatro taxas. Nos dois casos, para as taxas menores foram feitos 60 ciclos e para taxas maiores, 100 ciclos.

Primeiramente, Ammar et al. (2017) apresentaram como conclusão a dependência da transformação martensítica em relação a taxa de deformação, sendo maiores taxas indutoras de diminuição mais acelerada da tensão de transformação martensítica. Além disso, relataram também que a estabilização é atingida mais rapidamente a amplitudes de deformação mais baixas. Como resultado dos testes feitos por força controlada, observou-se uma diminuição da energia dissipada, decrescimento da tensão de início da transformação martensítica ao longo dos ciclos e progressivo acúmulo de deformação residual.

Para comparar os efeitos de cada um dos modos de teste, Ammar et al. (2017) apresentam gráficos resumo, apresentados nas Figuras 2.14 a 2.18. Observa-se que:

- No primeiro ciclo do ensaio, a área da histerese (energia dissipada) é maior para o ensaio por força controlada, característica que se mantém após a ciclagem;
- O decrescimento da tensão de início da transformação martensítica é mais acelerado para o ensaio por força controlada, assim como para o módulo de elasticidade de carregamento;
- Há menos deformação residual acumulada ao longo dos ciclos para o ensaio por deslocamento controlado;
- O pico da histerese após a ciclagem é mais elevado para o teste por força controlada, indicando uma maior tensão de escoamento.

Tais diferenças entre os resultados obtidos para os dois modos de ensaio cíclico são justificadas por Ammar et al. (2017) pela ocorrência do fenômeno de *ratcheting* no ensaio por força controlada, sendo este mais evidente a maiores taxas de deformação, assim como concluído por Kang & Kan (2017). Em NiTi pseudoelástico esse fenômeno é principalmente devido ao acúmulo de martensita residual devido à transformação inversa incompleta. O decréscimo do módulo de elasticidade no carregamento foi justificado pela formação de fase-R, uma fase intermediária entre a martensita (fase B19') e a austenita (B2). Ammar et al. (2017) destacam ainda que os resultados apresentados são de caráter preliminar, necessitando-se mais investigação do tema.

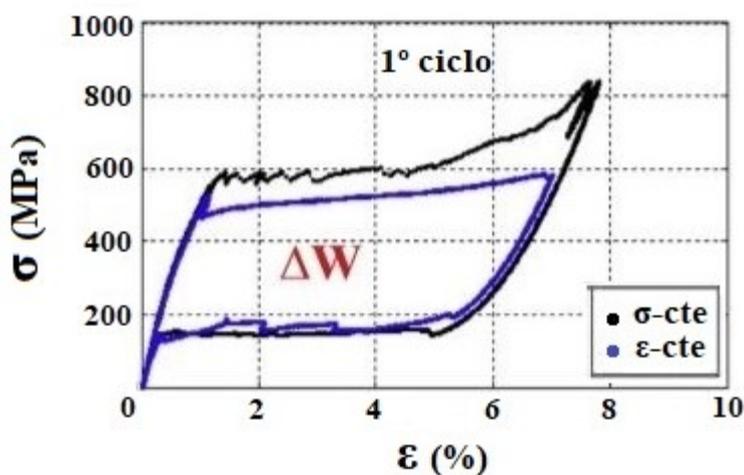


Figura 2.14 – Histereses para o primeiro ciclo (Ammar et al., 2017 - Adaptada).

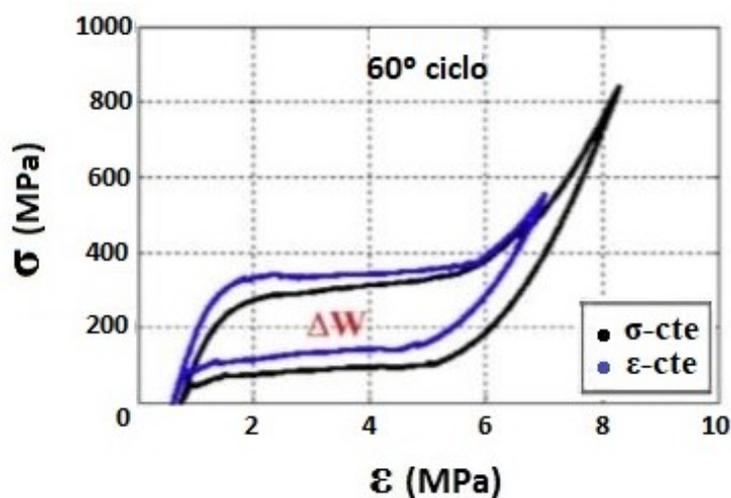


Figura 2.15 - Histereses para o 60º ciclo (Ammar et al., 2017).

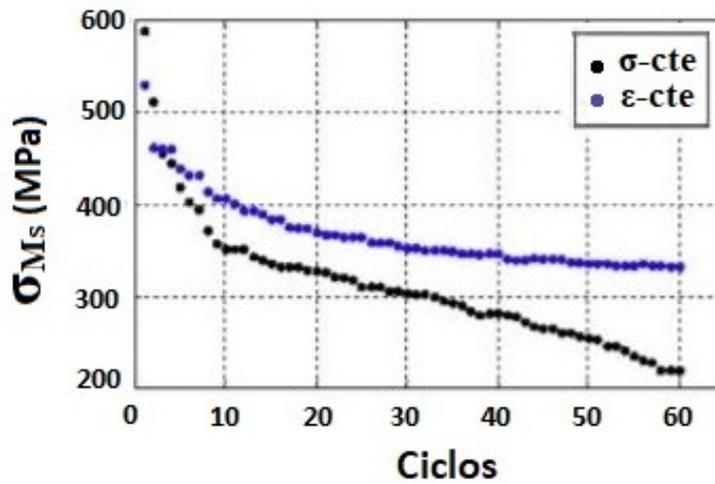


Figura 2.16 – Evolução da tensão de início da transformação martensítica (Ammar et al., 2017 - Adaptada).

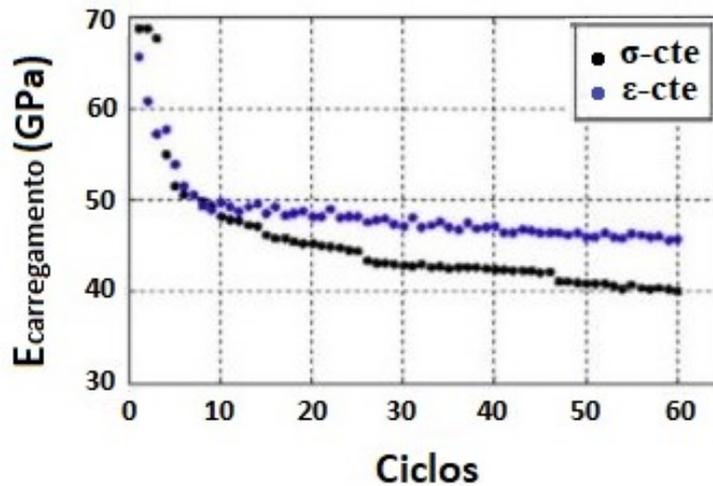


Figura 2.17 – Evolução do módulo de elasticidade (Ammar et al., 2017 - Adaptada).

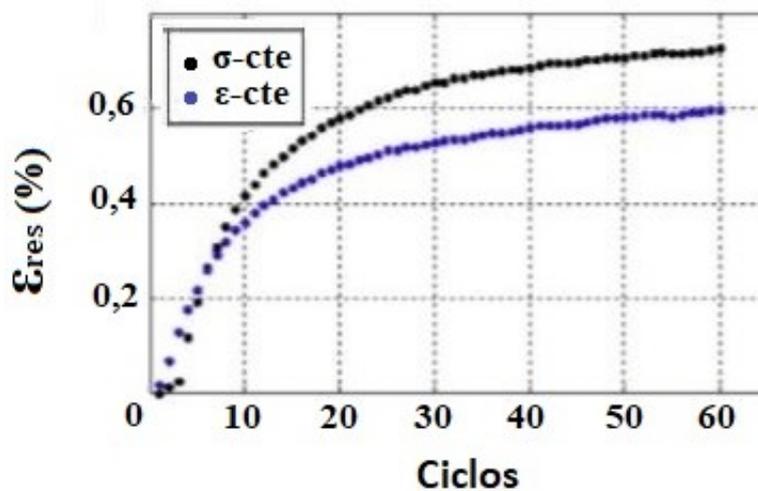


Figura 2.18 – Evolução da deformação residual (Ammar et al., 2017 - Adaptada).

## 2.6 MICROESTRUTURA

Mathabi et al. (2015), em uma revisão realizada sobre os efeitos da fadiga em LMF, notaram que o tamanho de grão, defeitos e inclusões são fatores que influenciam na resposta do material frente à fadiga. O tamanho de grão influencia principalmente na concentração de tensões nos contornos de grão, que pode induzir a formação de martensita em NiTi com comportamento pseudoelástico, levando à deformação permanente e iniciação de trincas. Dessa forma, um grão mais refinado poderia representar uma resposta melhor do material.

A pureza do NiTi também gera alterações na resposta, sendo que um material mais puro tem cerca de cinco vezes mais resistência à fadiga que um material que apresenta impurezas como partículas de TiC ou poros (Mathabi et al., 2015). A influência da presença de carbono e oxigênio no material também foi estudada por Rahim et al. (2013), que identificaram uma melhor resposta das amostras de alta pureza quando analisada a fadiga de baixo ciclo. Porém, as respostas para a fadiga de alto ciclo para a amostra pura e com carbono foi similar, sendo ambas melhores que quando identificada a presença de óxido.

Ahadi & Sun (2014) também haviam investigado essa influência do tamanho do grão, encontrando que a diminuição dos tamanhos de grão para escalas nanométricas são favoráveis à estabilização, diminuem a dependência da resposta do material da taxa aplicada e reduzem significativamente a acumulação de calor, o que melhora a resposta à fadiga.

Shi et al. (2016), em seus resultados experimentais, encontraram que a histerese de tensão-deformação é melhor definida e mais completa conforme é diminuído o tamanho dos grãos. Esse resultado pode ser visto na Figura 2.19. Além disso, a deformação plástica dos contornos de grão também afeta a histerese.

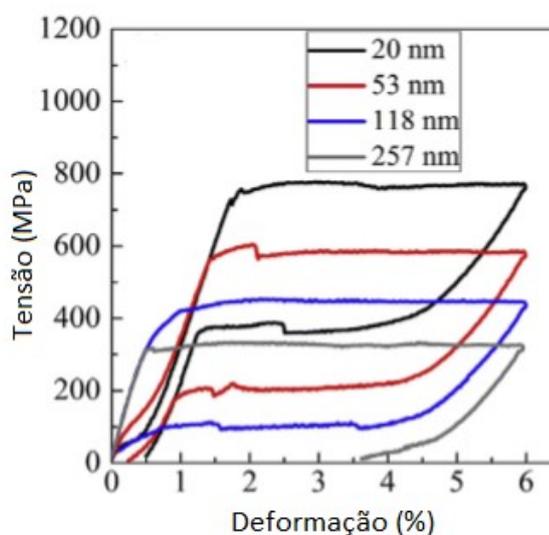


Figura 2.19 – Relação entre a evolução da histerese e dos tamanhos de grão (Sin et al., 2016 – Adaptada).

Yin et al. (2016) observaram o efeito do tamanho de grão na resposta à fadiga de NiTi pseudoelástico analisando amostras com 10 nm, 42 nm e 80 nm de tamanho de grão. Para os testes de

fadiga de baixo ciclo (tensão máxima de 450 MPa) uma vida maior foi obtida para grãos menores. Já o comportamento à fadiga intermediária não apresentou mudanças significativas com a alteração do tamanho de grão. Por fim, concluíram que o refinamento da microestrutura tem potencial de aumento da resistência à fadiga da LMF.

Analisando a influência do tratamento criogênico na microestrutura de uma liga de NiTi martensítica, Vinothkumar et al. (2015) encontraram grão equiaxiais com contornos bem definidos e precipitados. Porém as alterações mais significativas foram apenas para as amostras tratadas por 24 horas, que apresentaram aumento na fração de martensita, mas sem alterações no tamanho de grão.

Kim et al. (2005) também estudaram os efeitos provocados pelo tratamento criogênico em uma liga de NiTi majoritariamente austenítica para aplicação em instrumentos endodônticos. Encontraram que as amostras tratadas tiveram um aumento da microdureza e nenhuma alteração na fase cristalina.

Castilho (2017), ao observar os efeitos do tratamento criogênico em NiTi com efeito memória de forma e pseudoelástico, não observou alteração de fase para as ligas após tratamentos de 12, 24, 36 e 48 horas. As alterações na microestrutura, como alteração no tamanho de grão e redução dos contornos, foram tão pequenas a ponto de não ser possível identificá-las nas imagens obtidas com o microscópio. Porém, ao quantificar tais alterações notou-se uma mudança pequena com o tratamento criogênico. O maior aumento do tamanho de grão foi de 2,2% para a amostra pseudoelástica tratada por 48 horas, sendo que para a amostra pseudoelástica tratada apenas por 12 horas a diferença foi de apenas 1,25%. Consequentemente houve também pequenas reduções nos contornos de grão, sendo decrescente com as horas de tratamento. Os valores que determinam as diferenças observadas foram considerados pequenos o suficiente para que se considerasse que não houve alterações nas propriedades da liga.

Cruz Filho (2016) também havia observado o comportamento de uma liga NiTi com memória de forma após o tratamento criogênico, avaliando as alterações microestruturais sofridas. Encontrou que as amostras tratadas possuíam um tamanho de grão maior que as não tratadas, com variação de 5,58% para a amostra tratada por 12 horas, 9,41% para a de 18 horas e 21,95 para a de 24 horas, e consequentemente redução dos contornos médios, sendo também maior para o material tratado por mais tempo. Encontrou ainda em todas as amostras precipitados de  $Ti_2Ni$ .

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste estudo foi investigada a liga  $Ni_{57}Ti_{43}$  fornecida pela empresa *Nimesis Technology* em forma de barras cilíndricas de 10 mm de diâmetro e 1000 mm de comprimento e  $A_f = -20$  °C. Dessa forma, a liga encontra-se na fase austenítica à temperatura ambiente, da qual espera-se um comportamento pseudoelástico. Das barras fornecidas foram retirados oito pedaços de 90 mm de comprimento, os quais foram usinados no formato *uniform-gage*, com geometria conforme as recomendações da norma ASTM E606, representada na Figura 3.1.

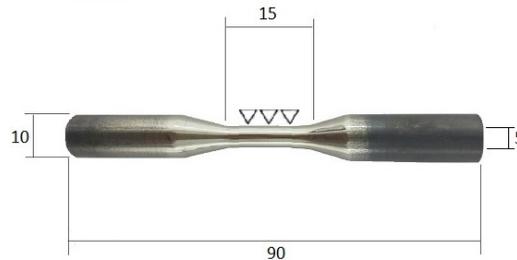


Figura 3.1 – Geometria final dos corpos de prova.

Os corpos de prova foram então recozidos em forno de coluna vertical (modelo LHT407GN6 da marca *Nabertherm*, Figura 3.2) a 500 °C por 10 minutos, tendo sido aquecidos de forma controlada até essa temperatura a uma taxa de 20 °C por minuto. O resfriamento até a temperatura ambiente foi feito dentro do forno. O processo realizado para o tratamento é representado na Figura 3.3. O objetivo desse procedimento foi aliviar possíveis tensões internas geradas durante o processo de fabricação e eliminar o efeito de outros tratamentos mecânicos e térmicos anteriores. Segundo Otsuka & Wayman (1998), tratamentos térmicos como esse também apresentam como vantagem aumentar a resistência à deformação plástica e ainda aumentam a deformação pseudoelástica.



Figura 3.2 – Forno de coluna vertical modelo LHT407GN6, *Nabertherm* com corpos de prova posicionados para o tratamento.

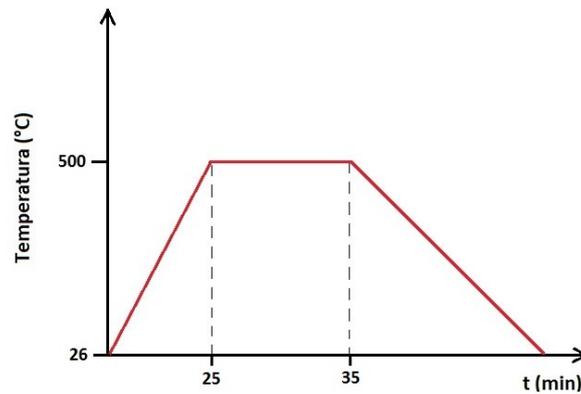


Figura 3.3 – Gráfico representativo do processo de recozimento.

De acordo com a norma ASTM E606, para a condução ideal dos testes, a superfície dos corpos de prova deve possuir uma rugosidade superficial média ( $R_a$ ) máxima de  $0,2 \mu\text{m}$ , indicando que se faça um polimento longitudinal caso a medida preliminar indique que as amostras não estejam dentro desse limite. Essa rugosidade é medida por meio da média aritmética dos valores absolutos de afastamento em relação à linha média no eixo das ordenadas ao longo do comprimento analisado, sendo que tal afastamento é provocado por microdesvios geométricos presentes na superfície. A representação da medida do parâmetro  $R_a$  é mostrada na Figura 3.4.

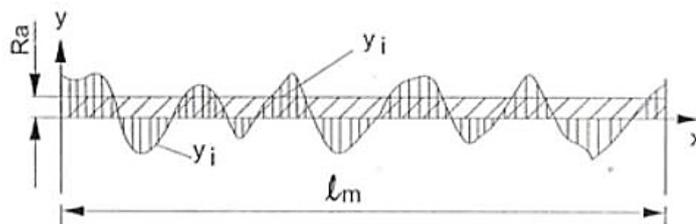


Figura 3.4 – Exemplificação da medição de  $R_a$  em uma superfície (Fonte: <http://moldesinjecaoplasticos.com.br/parametros-de-avaliacao-da-rugosidade-acabamento-superficial/>)

Após a realização do recozimento, foi então feita a medição da rugosidade por meio do microscópio Confocal Olympus LEXT OLS 4100 (Figura 3.5). Em seguida a superfície das amostras foi polida com lixas de forma progressiva da #120 até a #2500, seguidas de polimento com Alumina de  $0,3 \mu\text{m}$ . Por fim, a rugosidade novamente medida pelo mesmo método.



Figura 3.5 – Microscópio Confocal Olympus LEXT OLS 4100.

Em seguida, os corpos de prova foram separados em dois grupos: sem tratamento criogênico (STC) e tratado criogenicamente (TC). Esse segundo grupo foi submetido a tratamento criogênico profundo, por imersão em nitrogênio líquido a  $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$  por 12 horas. Tal tempo foi escolhido por ter sido mostrado por Castilho (2017) que é uma duração suficiente para que se observe alterações no material. Para realizar o tratamento foi utilizado um *dewar* criogênico com porta amostras da marca *Cryoform*, modelo YDS 20-50, respeitando a recomendação do fabricante de nível de nitrogênio mínimo em 70% da capacidade. O *dewar* utilizado possui paredes metálicas duplas e polidas, o que impede a troca de calor por irradiação, além de um vácuo entre paredes para evitar a troca de calor por condução ou convecção. Dessa forma, mantém-se a temperatura o mais próximo da desejada durante o tratamento criogênico. O histórico do tratamento realizado é representado na Figura 3.6.



Figura 3.6 – Dewar para tratamento criogênico (Fonte: <http://www.cryofarm.it/scegliere.aspx>).

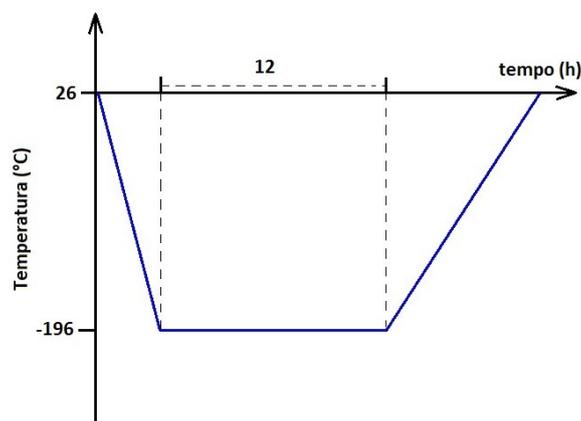


Figura 3.7 – Histórico de temperatura do tratamento criogênico.

Após o tempo de tratamento especificado, os corpos de prova foram dispostos em bquer de vidro para o retorno à temperatura ambiente por convecção natural. As taxas de resfriamento da temperatura ambiente até  $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$  e de retorno à temperatura ambiente não foram controladas, mas estimadas em aproximadamente  $2\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$  para o resfriamento e  $9\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$  para o aquecimento, tendo sido calculada com base nas medições de temperaturas feitas por meio de um sensor IR CT – SF22 micro-Epsilon e controle do tempo até que atingisse a temperatura ambiente.

Com os dois grupos de amostras prontos, foram realizados os mesmos testes para cada, um de tração até a ruptura e outro cíclico, a fim de comparar os resultados posteriormente. Para obter uma primeira orientação sobre o comportamento do material numa relação tensão-deformação foi realizado o ensaio de tração segundo as recomendações da norma ASTM F2516, que estabelece diretrizes específicas para o ensaio de tração em NiTi com comportamento pseudoelástico. O plano de ensaio utilizado é apresentado na Tabela 1.

Tabela 1 – Planejamento de ensaio de tração até a ruptura segundo a ASTM F2516.

<i>Etapa</i>	<i>Procedimento</i>	<i>Velocidade de Deslocamento [mm/min]</i>
1 <sup>a</sup>	Carregamento até 6% de deformação	0,15
2 <sup>a</sup>	Descarregamento até 7 MPa	0,15
3 <sup>a</sup>	Carregamento até a ruptura	1,5

Posteriormente, foram feitos ensaios cíclicos com força controlada para os dois grupos até a estabilização da histerese pseudoelástica. Os ensaios cíclicos foram realizados a duas tensões máximas distintas. Primeiramente os CPs foram carregados a 500 MPa e depois os mesmos CPs foram levados a 750 MPa. Depois, CPs sem nenhum carregamento anterior foram submetidos a 750 MPa. Em todos os ensaios realizados foi aplicada a mesma tensão a todos os corpos de prova a fim de possibilitar análises comparativas posteriores, e para garantir isso, como o ensaio foi feito por força controlada, os diâmetros foram medidos em três pontos distintos para que se obtivesse uma média e pudesse ser calculada a força a ser aplicada com base na área de seção de cada CP. A frequência de carregamento definida para o ensaio foi de 0,5 Hz. Todos os ensaios foram conduzidos em máquina do modelo MTS 810 conforme o plano de ensaio descrito a seguir na Tabela 2.

Tabela 2 – Plano de ensaio de tração cíclico.

<i>Parâmetro</i>	<i>1º Ensaio (CPs virgens)</i>	<i>2º Ensaio (mesmos CPs do 1º ensaio)</i>	<i>3º Ensaio (CPs virgens)</i>
Tensão Máxima ( $\sigma_{m\acute{a}x}$ )	500 MPa	750 MPa	750 MPa
Tensão Mínima ( $\sigma_{m\grave{i}n}$ )	0 MPa	0 MPa	0 MPa
Tensão Média ( $\frac{\sigma_{m\acute{a}x} + \sigma_{m\grave{i}n}}{2}$ )	250 MPa	375 MPa	375 MPa
Amplitude de Tensão ( $\frac{\sigma_{m\acute{a}x} - \sigma_{m\grave{i}n}}{2}$ )	250 MPa	375 MPa	375 MPa
Razão de Tensão ( $\frac{\sigma_{m\grave{i}n}}{\sigma_{m\acute{a}x}}$ )	0	0	0
Frequência	0,5 Hz	0,5 Hz	0,5 Hz

O histórico de carregamento das amostras durante o ensaio pode ser visualizado na Figura 3.8 a seguir.

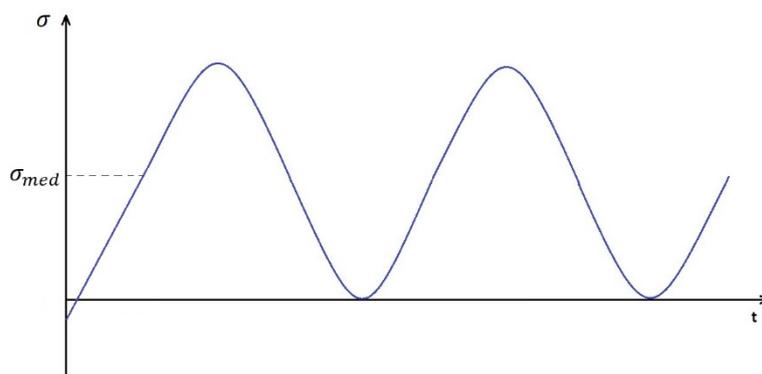


Figura 3.8 – Histórico de carregamento esquemático  $\sigma \times t$ .

Após conduzidos os dois testes em ambos os grupos, dos diagramas força-deslocamento gerados foram obtidas as curvas de tensão-deformação. De posse de tais resultados foi possível realizar a comparação dos resultados obtidos e avaliar a influência do tratamento criogênico no comportamento observado.

Depois de realizados todos os ensaios, foram retiradas amostras de um CP STC e um TC, ambos submetidos à mesma quantidade de ciclos e cargas, para que pudesse ser observada a microestrutura através do microscópio confocal e MEV (Microscópio Eletrônico de Varredura). Foram retiradas amostras da seção reduzida (diâmetro de 5 mm) e da seção onde é posicionada a garra (diâmetro de 10 mm). Tais amostras foram embutidas a frio, com resina de poliéster insaturada, utilizando 13 g de resina para cada amostra, onde foram adicionadas duas gotas de catalisador.

Após o embutimento, as amostras foram lixadas e polidas com o auxílio da politriz Polipan-U-Pantec, utilizando uma sequência de lixas da granulometria 220 a 2500, sempre mudando a direção de lixamento da amostra a cada mudança de lixa. Depois foram utilizados panos de polimento com alumina de 1  $\mu\text{m}$ , 0,5  $\mu\text{m}$  e 0,3  $\mu\text{m}$ . Em seguida ao polimento, foi feito o ataque químico das amostras para que fosse revelada a microestrutura. A solução foi escolhida conforme a norma ASTM E407-07, que recomenda para ligas de NiTi que se utilize 10 ml de HF, 25 ml de HNO<sub>3</sub> e 150 ml de água. O tempo total de ataque foi de 7 minutos e 45 segundos, sendo atingidos de 15 em 15 segundos.

A microestrutura foi observada primeiramente por meio do microscópio confocal Olympus LEXT OST 4100, com as lentes de 50x, 100x e 200x. Para obter mais informações sobre as amostras, observou-se as características da liga pelo MEV Jeol, modelo JSM – 7001F (Figura 3.9), sendo possível então observar melhor sua superfície e realizar o Ensaio por Espectrometria de Energia Dispersiva (EDS) para a identificação dos elementos químicos presentes na amostra e suas frações.



Figura 3.9 – Microscópio Eletrônico de Varredura Jeol, modelo JSM-7100F.

Com as imagens obtidas no confocal, se fez possível a medição dos tamanhos de grãos das amostras para a posterior comparação das diferenças entre os CPs STC e TC. A contagem e medição dos grãos foi feita com base nas diretrizes propostas pela norma ASTM E112, utilizando-se do método de interseção linear. Nesse método, o tamanho médio do grão é estimado traçando retas de tamanho conhecido (baseado na escala da imagem) que devem percorrer toda a extensão da imagem. Após traçadas as retas, deve-se contar quantas interseções cada reta faz com contornos de grãos, até que se obtenha no mínimo 50 interseções em cada imagem. Com o número de interseções, o tamanho das linhas e a quantidade de linhas utilizadas, deve-se calcular o parâmetro chamado pela norma de  $P_L$  por meio da relação apresentada na Equação (2).

$$P_L = \frac{N_i}{Q * L} \quad (2)$$

onde  $N_i$  é o número de interseções encontradas,  $Q$  é a quantidade de linhas utilizadas e  $L$  o comprimento de cada linha, em mm.

Com o valor de  $P_L$ , em  $\text{mm}^{-1}$ , deve-se utilizar a equação conforme proposto na Tabela 6 da norma, apresentada a seguir.

$$G = (6,643856 \log_{10} P_L) - 3,288. \quad (3)$$

Obtido o valor de  $G$ , a Tabela 4 da norma deverá ser consultada para a obtenção das dimensões dos grãos. Caso seja necessário, os valores devem ser interpolados. Então, com os resultados obtidos dessa forma, foi possível comparar a microestrutura das amostras não só qualitativamente como também quantitativamente.

# 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

## 4.1 RUGOSIDADE SUPERFICIAL

Para que os ensaios de tração e cíclico pudessem ser realizados conforme as orientações da norma ASTM E606, os corpos de prova devem possuir rugosidade superficial média ( $R_a$ ) menor ou igual a  $0,2 \mu\text{m}$ . De forma a garantir tais condições, a rugosidade foi medida, primeiramente, após o tratamento de recozimento realizado nos CPs apenas usinados. Uma vez que o resultado obtido para a rugosidade foi maior que  $0,2$ , foi realizado o polimento e em seguida novas medidas, que mostraram que o procedimento havia resultado em valor abaixo do máximo definido pela norma. Os resultados obtidos por meio do microscópio confocal são apresentados a seguir nas Figuras 4.1 e 4.2 e na Tabela 3.

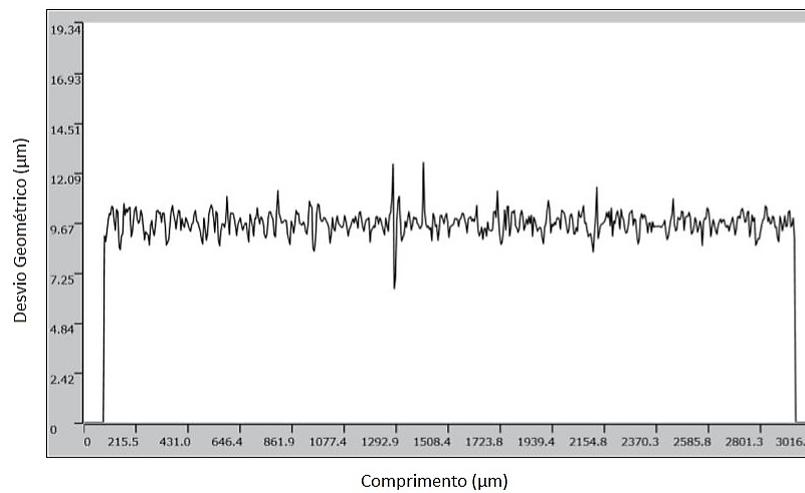


Figura 4.1 – Perfil de rugosidade para o CP sem polimento.

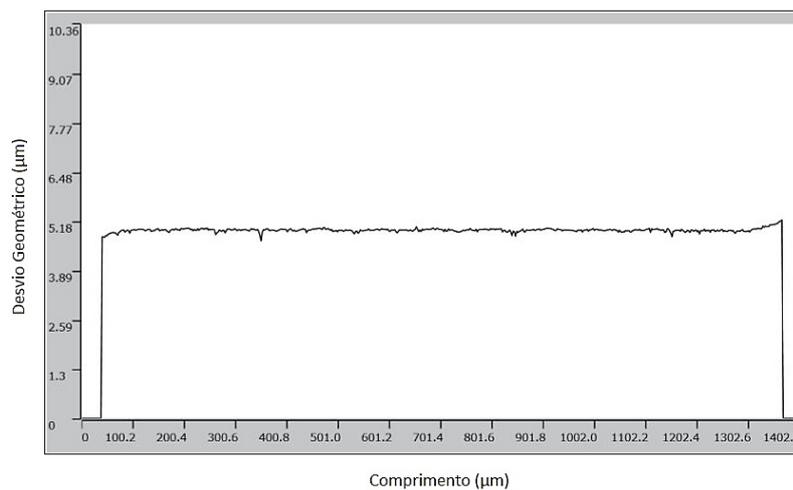


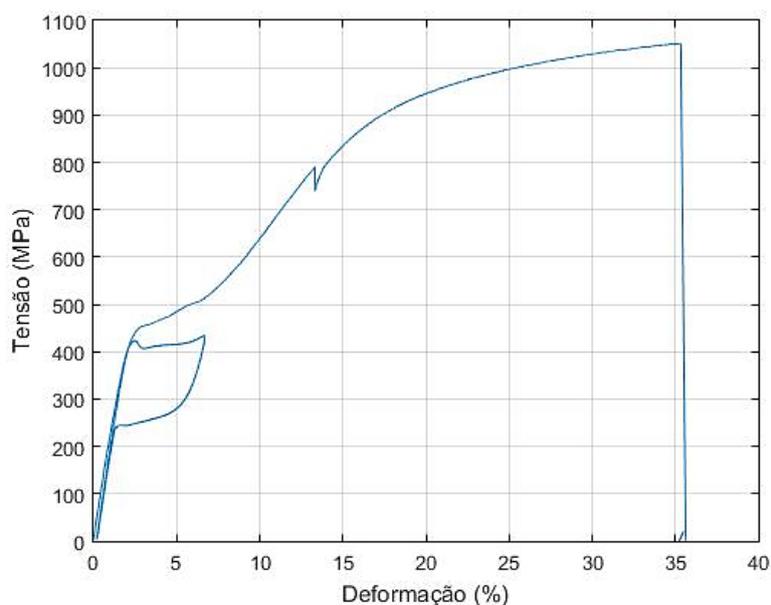
Figura 4.2 – Perfil de rugosidade para o CP após polimento.

Tabela 3 – Valores de rugosidade ( $\mu\text{m}$ )

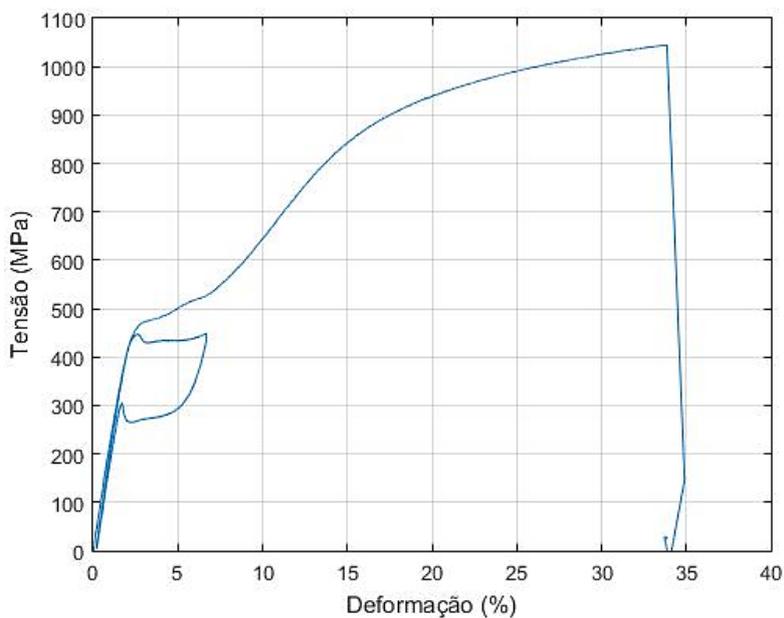
	<b><i>R<sub>a</sub></i></b>
<b><i>Sem Polimento</i></b>	0,390
<b><i>Com Polimento</i></b>	0,024

## 4.2 ENSAIO DE TRAÇÃO

Primeiro foi realizado um ensaio de tração para que se obtivesse uma primeira orientação sobre o comportamento do material em uma relação de tensão-deformação. Tal ensaio foi feito segundo as orientações da norma ASTM F2516 que, conforme previamente mencionado, é específica para a condução de um ensaio de tração em NiTi com comportamento pseudoelástico. As curvas resultantes do ensaio de tração conduzido para o corpo de prova sem tratamento criogênico e tratado criogenicamente são apresentadas nas Figura 4.3a e 4.3b.



(a)



(b)

Figura 4.3 – Curva tensão-deformação monotônica: (a) sem tratamento e (b) tratado criogenicamente.

É possível observar nos dois casos o comportamento pseudoelástico esperado, indicado pela histerese formada na primeira etapa conduzida e ainda, através da comparação dos gráficos, verifica-se que o formato da histerese não sofre alteração significativa e há pequena alteração na deformação máxima e na inclinação da curva.

A comparação foi feita primeiramente de forma qualitativa, com a sobreposição das curvas para os CPs STC e TC, conforme apresentado na Figura 4.4. Observando essa imagem é possível verificar com mais clareza que há diferenças nas tensões de transformação tanto direta quanto inversa, nas tensões de ruptura e nas deformações máximas alcançadas. Em contrapartida, verifica-se que não houve alteração no módulo de elasticidade nem na deformação residual resultante do ciclo formado.

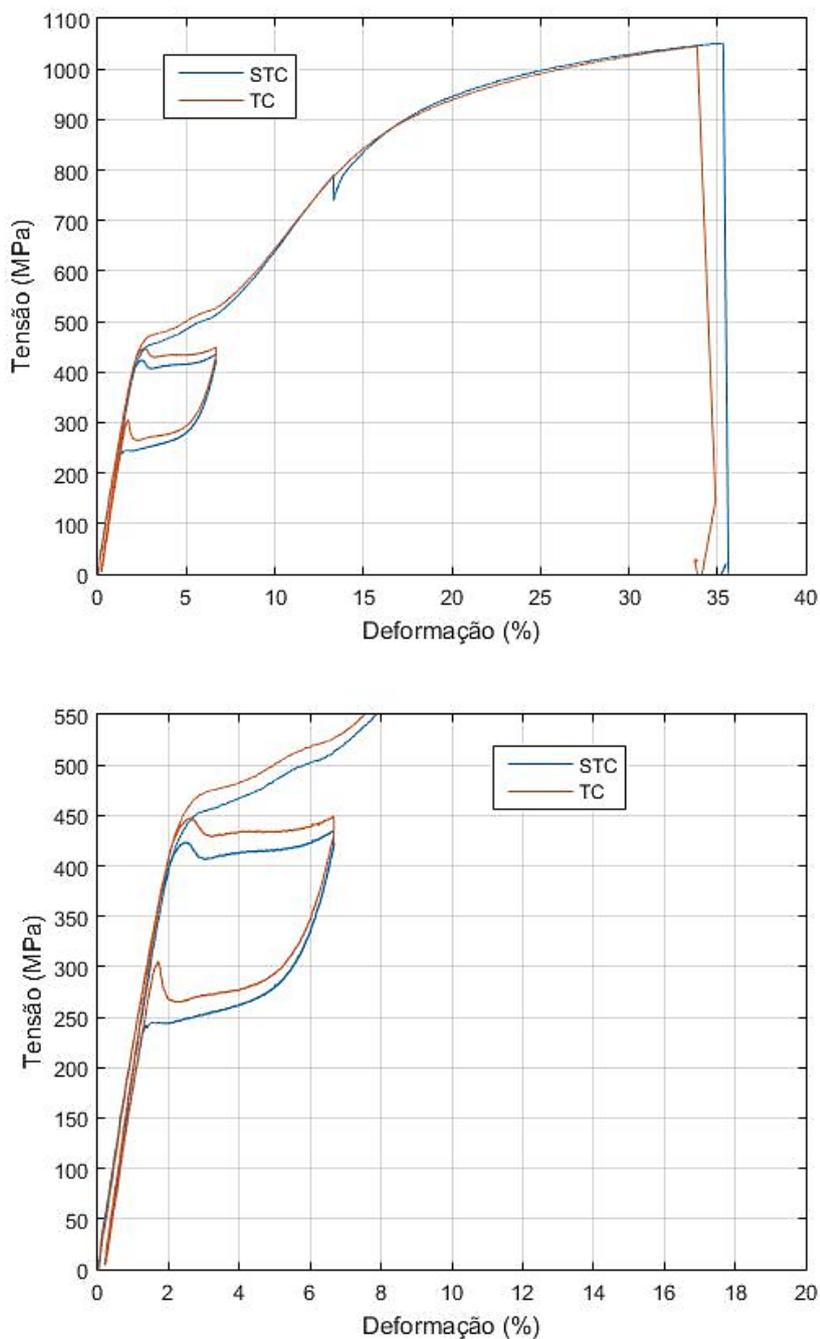


Figura 4.4 – Comparação por sobreposição das curvas monotônicas para corpo de prova sem tratamento (STC) e tratado criogenicamente (TC).

Para a análise quantitativa dos parâmetros mencionados, foram tabelados os valores referentes a cada uma das características para a amostra não tratada e tratada com o auxílio dos gráficos plotados. A comparação entre os resultados foi feita em forma de diferença percentual e todos os valores são apresentados na Tabela 4.

Tabela 4 – Comparação dos resultados do ensaio de tração dos CPs STC e TC.

Propriedade	CP		$\Delta$ (%)
	STC	TC	
$\sigma_{A-M}$	423,1 MPa	447,2 MPa	5,4 %
$\sigma_{M-A}$	288,3 MPa	303,5 MPa	5 %
$\epsilon_{res}$	0,20 %	0,20 %	0 %
$\sigma_{ruptura}$	1050 MPa	1045 MPa	-0,48 %
$\epsilon_{ruptura}$	35,34 %	33,85 %	-4,22 %
$\epsilon_{recuperável}$	3,846 %	3,797%	-1,29%

A diferença em  $\epsilon_{ruptura}$  pode ser considerada um erro experimental devido a um pequeno escorregamento sofrido pelo corpo de prova em 13% de deformação. A deformação recuperável também apresentou pequena alteração, de 1,29% de redução, porém ao observar as curvas sobrepostas observa-se que essa diferença não é refletida em alteração significativa da histerese.

A alteração na inclinação a partir de 3% de deformação entre a curva do primeiro carregamento, que formou a histerese, e do segundo, que levou o material até a ruptura, pode ser atribuída à diferença entre as taxas de deformação do primeiro e do segundo carregamento. As taxas utilizadas são estabelecidas pela norma ASTM F2516 como 0,15 mm/min para o primeiro carregamento (até 6% de deformação seguido de descarregamento) e 1,5 mm/min para o segundo (carregamento até a ruptura).

## 4.3 ENSAIOS CÍCLICOS

### 4.3.1 1º ENSAIO CÍCLICO – 500 MPa

O primeiro ensaio cíclico foi realizado sob carga controlada até um nível máximo de 500 MPa, até que se atingisse a estabilização da curva pseudoelástica, o que ocorreu, tanto para o grupo STC quanto para o TC, em aproximadamente 100 ciclos. As curvas tensão-deformação obtidas são apresentadas primeiramente de forma geral, na Figura 4.5, e a seguir para ciclos iniciais, intermediários e finais nas Figuras 4.6, 4.7 e 4.8, respectivamente. O formato das curvas para os corpos de prova STC apresentou-se tipicamente histerético, com redução da área ao longo dos ciclos. Para as amostras TC o perfil da curva se altera ainda mais fortemente, não se observando mais o laço da histerese com área significativa.

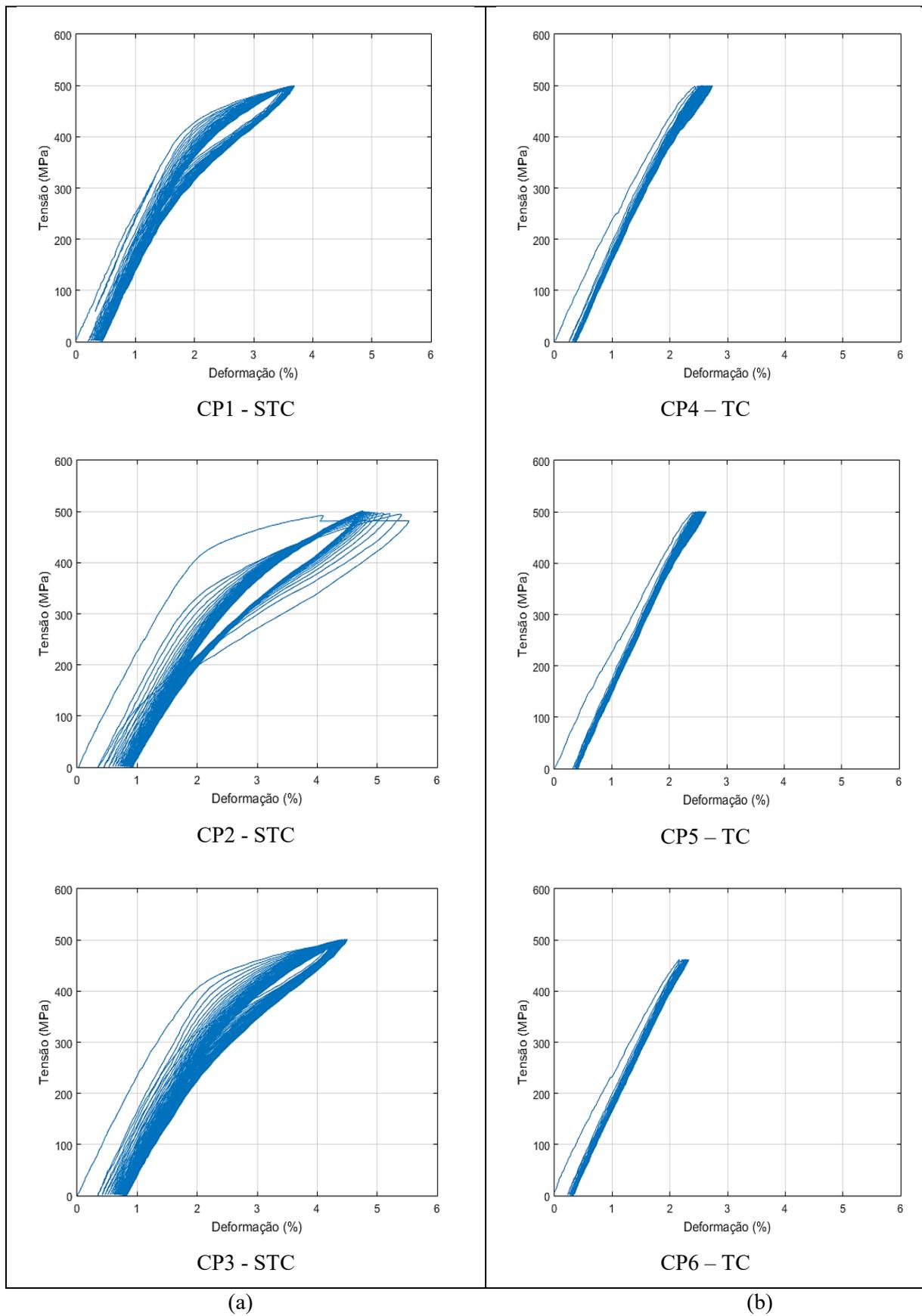


Figura 4.5 – Curvas gerais de tensão-deformação cíclicas a 500 MPa: (a) STC e (b) TC

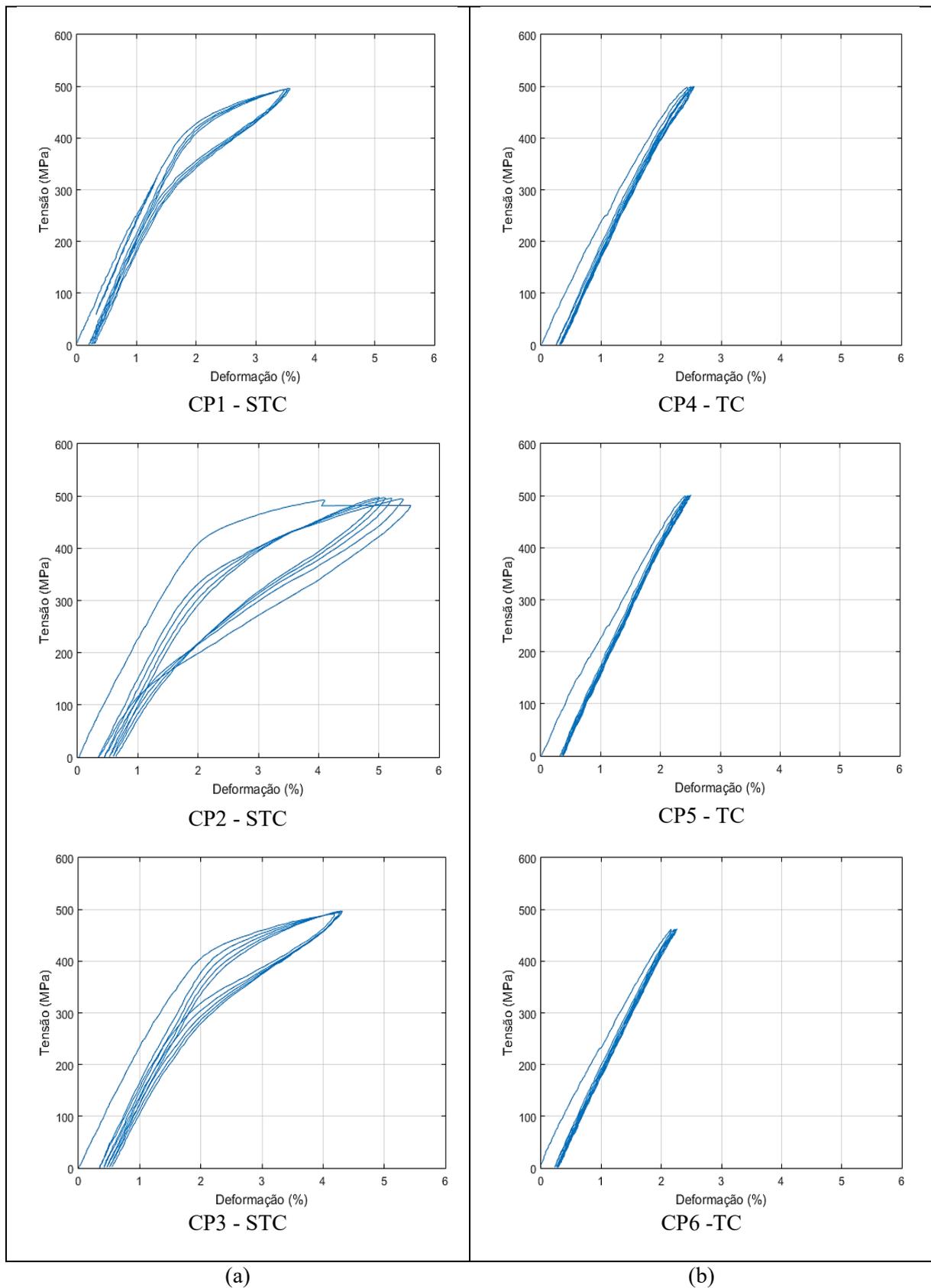


Figura 4.6 – Curva tensão-deformação para ciclos iniciais a 500 MPa: (a) STC e (b) TC.

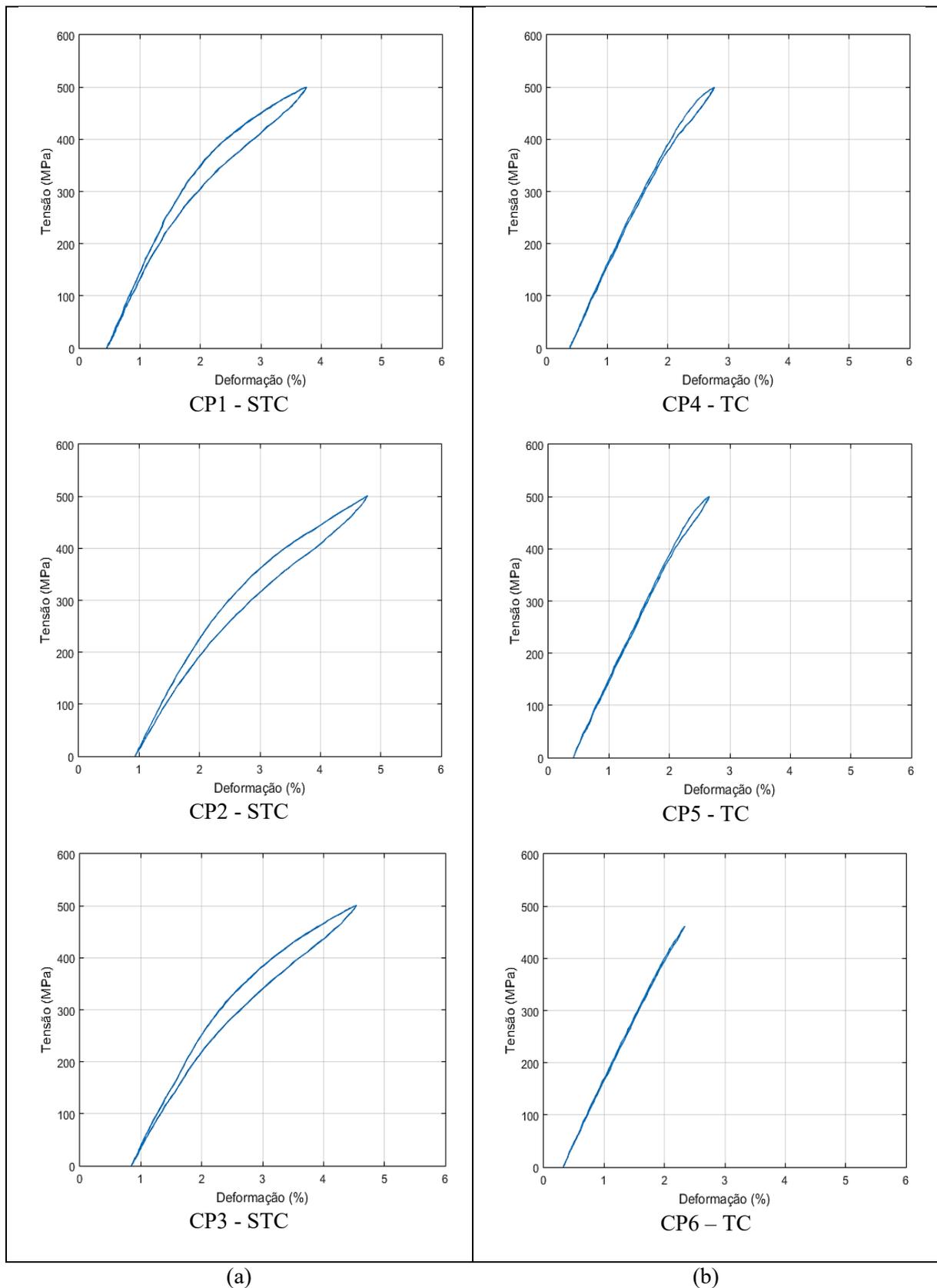


Figura 4.7 – Curva tensão-deformação para ciclos intermediários a 500 MPa: (a) STC e (b) TC.

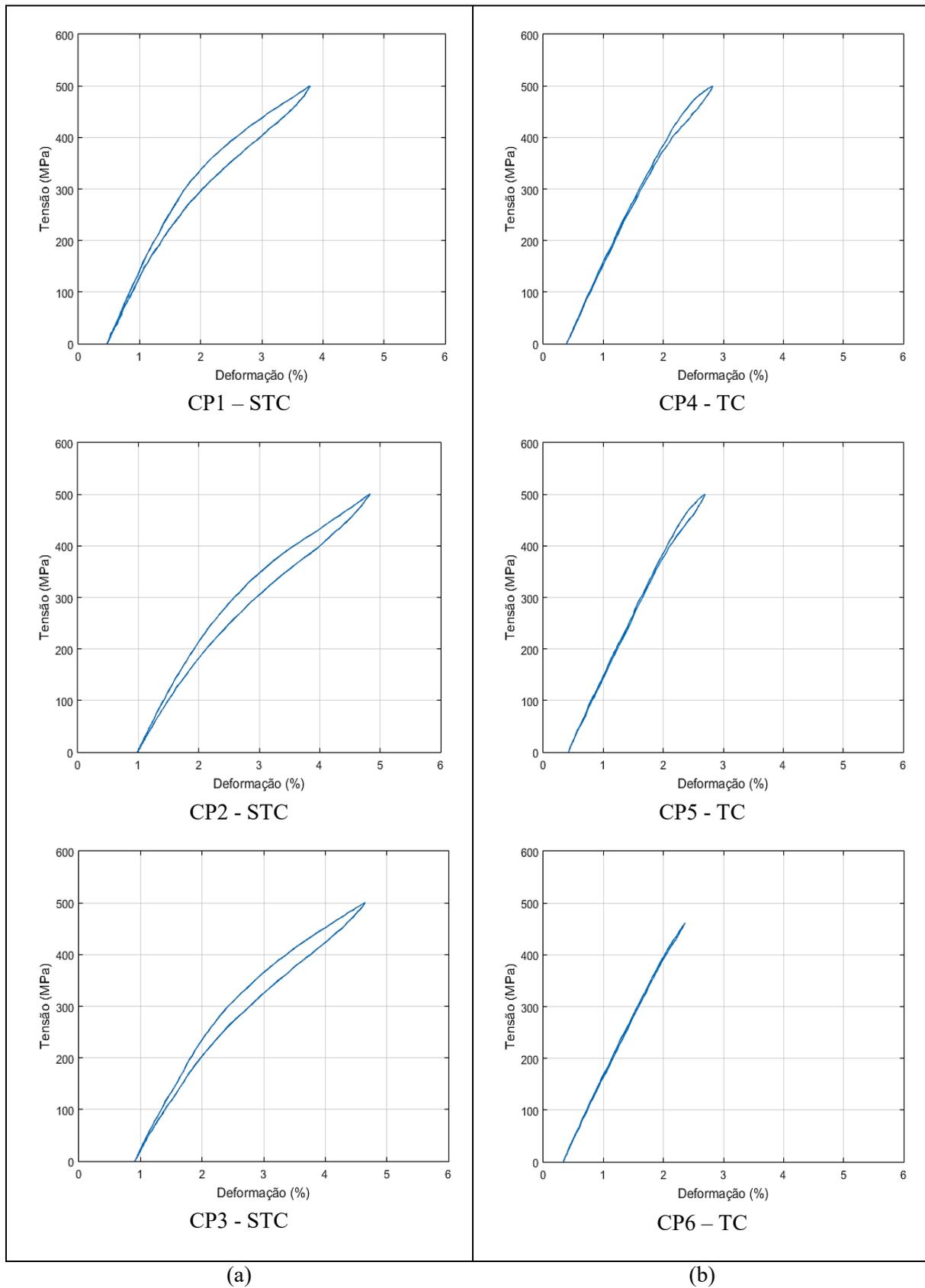


Figura 4.8 – Curva tensão-deformação para ciclos finais a 500 MPa: (a) STC e (b) TC.

Analisando as curvas de forma gradual para ciclos iniciais, intermediários e finais (estabilizada) foram vistas alterações tanto com a ciclagem quanto com o tratamento criogênico. As alterações relacionadas aos primeiros ciclos para o corpo de prova como recebido (Figuras 4.5a, 4.6a, 4.7a e 4.8a) são as com mais registros científicos, tendo suas razões já bastante investigadas e compreendidas (Miyazaki et al., 1986; Maletta et al., 2012; Maletta et al., 2014; Ammar et al., 2017).

Já as alterações relacionadas ao tratamento criogênico não. Observa-se nos gráficos para as amostras tratadas (Figuras 4.5b, 4.6b, 4.7b e 4.8b) mudanças na área delimitada pela histerese, indicando redução do atrito interno (Castilho, 2017). Por ser uma medida de absorção de energia por unidade de volume, é medida em unidade de energia (Callister, 2012). A média estimada para a redução desse parâmetro do grupo CR para o grupo TC foi calculada com base na comparação dos resultados obtidos (Figura 4.9), indicando uma redução média de 83,4%, resultado que difere do que foi concluído por Cruz Filho (2016) e Castilho (2017), que observaram que o tratamento em nitrogênio líquido aumenta o atrito interno. Verifica-se ainda, pela

Figura 4.9, que para a área da histerese o grupo CR apresentou decaimento mais significativo que o grupo TC.

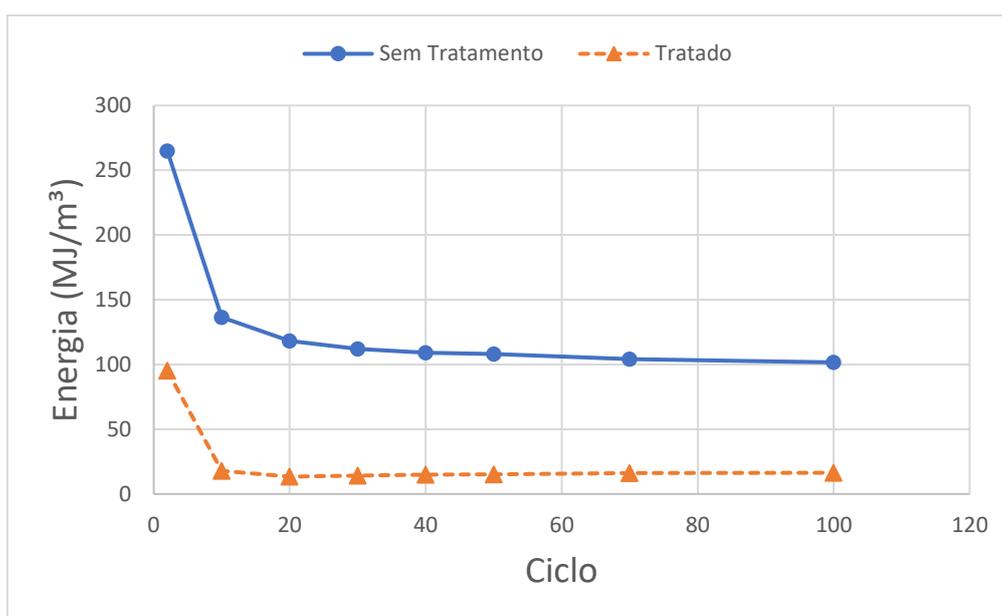


Figura 4.9 - Comparação do desenvolvimento da área da histerese ao longo dos ciclos para CPs STC e TC.

Observando-se os resultados obtidos para a evolução da área dos gráficos para os CPs TC (Figuras 4.5b, 4.6b, 4.7b e 4.8b) vê-se que não houve a formação de histerese pseudoelástica bem definida, podendo indicar que esta foi deslocada a patamares superiores à tensão máxima aplicada de 500 MPa ou que foi suprimida pelo tratamento criogênico, de forma que, para que se obtivesse melhores explicações, se fez necessário novas investigações com carregamentos maiores, apresentadas em seguida.

Pela ausência de curvatura expressiva de histerese nas curvas para o material tratado criogenicamente não é possível medir as tensões de transformação para esse caso. Porém os valores encontrados para o material sem tratamento são apresentados na Figura 4.10 para a transformação direta ( $\sigma_{A-M}$ ) e na Figura 4.11 para as tensões de transformação inversa ( $\sigma_{M-A}$ ). Para os resultados de evolução da deformação máxima ( $\epsilon_{m\acute{a}x}$ ), residual ( $\epsilon_{res}$ ) e recuperável ( $\epsilon_{rec}$ ) ao longo dos ciclos foi possível desenvolver gráficos comparativos entre as amostras tratadas e não tratadas, apresentados nas Figuras 4.12, 4.13 e 4.14, respectivamente.

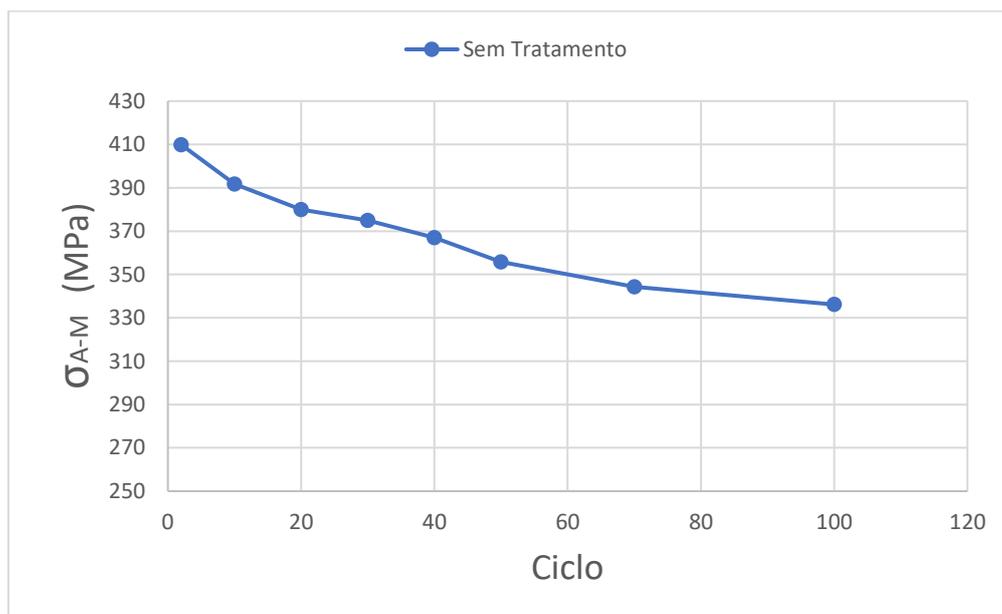


Figura 4.10 – Desenvolvimento de  $\sigma_{A-M}$  ao longo dos ciclos para CPs STC.

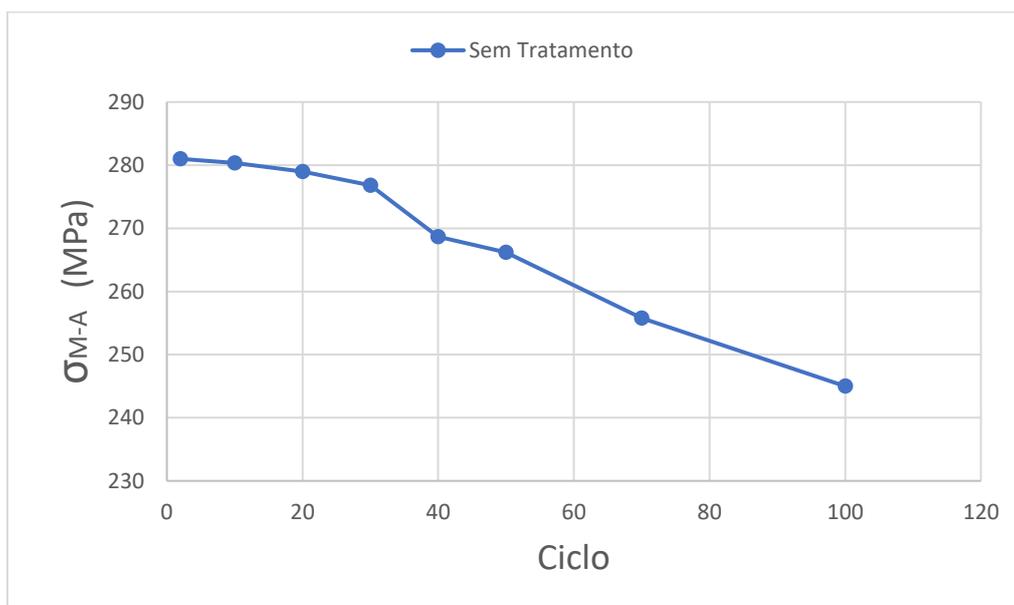


Figura 4.11 – Desenvolvimento de  $\sigma_{M-A}$  ao longo dos ciclos para CPs STC.

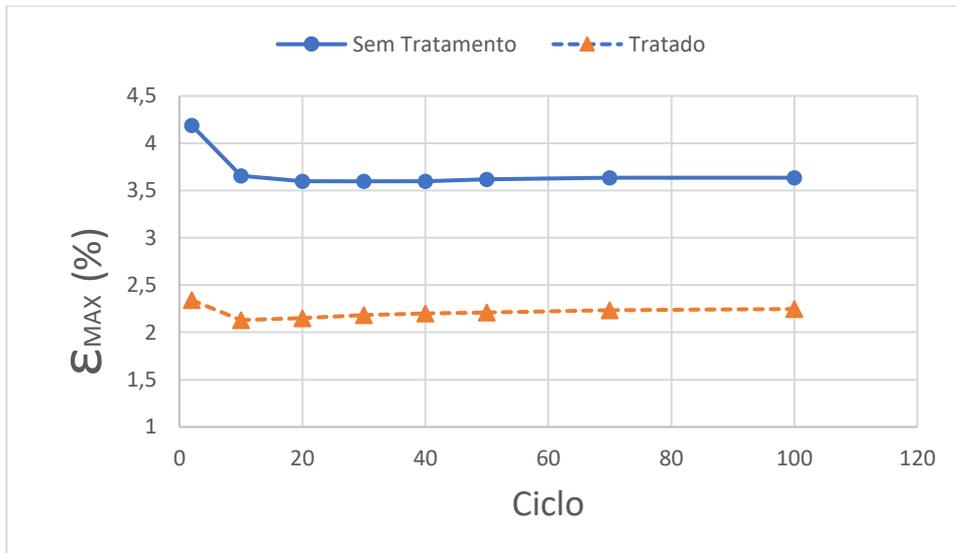


Figura 4.12 – Comparação do desenvolvimento de  $\epsilon_{\text{máx}}$  ao longo dos ciclos para CPs STC e TC.

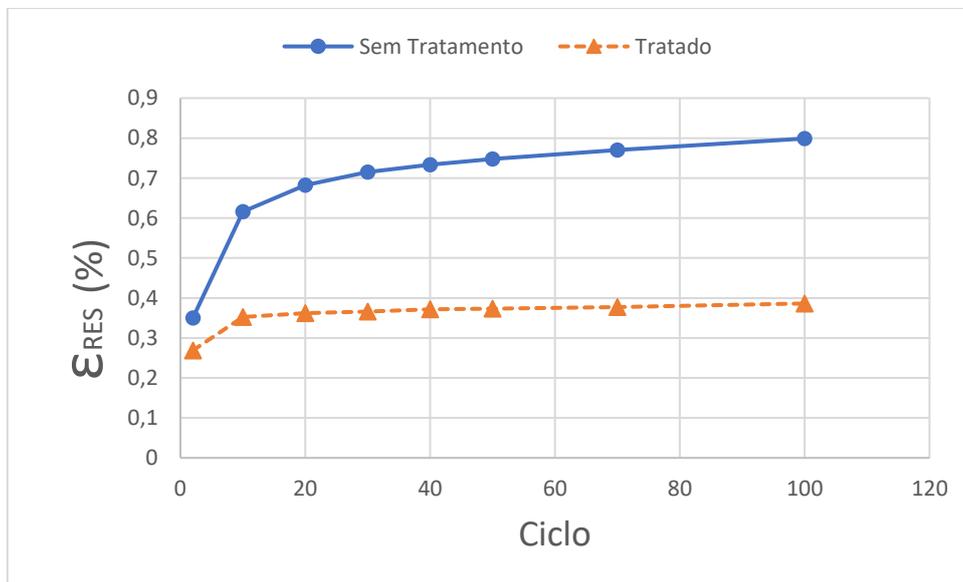


Figura 4.13 – Comparação do desenvolvimento de  $\epsilon_{\text{res}}$  ao longo dos ciclos para CPs STC e TC.

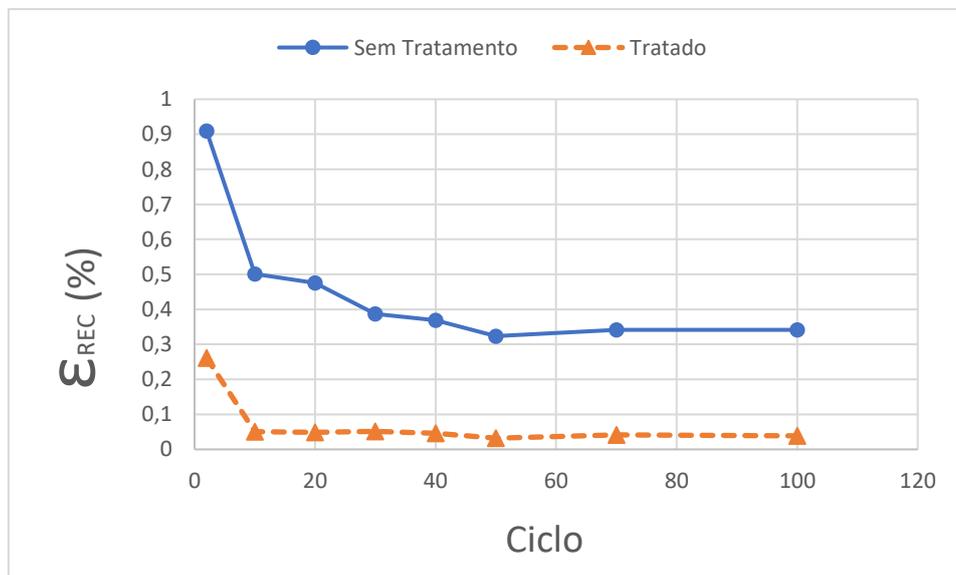


Figura 4.14 – Comparação do desenvolvimento da  $\epsilon_{\text{rec}}$  ao longo dos ciclos para CPs STC e TC.

Nas Figuras 4.10 e 4.11 há um decaimento das tensões de transformação ao longo dos ciclos realizados na amostra STC. Esse resultado confirma o que é dito na literatura (Miyazaki, 1986; Zurbitu et al., 2010; Malleta et al., 2014; Ammar et al., 2017; Kang & Kan, 2017).

Para a deformação máxima (Figura 4.12) verificou-se um decaimento para os dois CPs nos ciclos iniciais, tanto tratados como sem tratamento, e ao longo dos ciclos um singelo aumento para os dois, sendo um pouco maior para as amostras tratadas. Tal forma de evolução ao longo dos ciclos está em acordo o encontrado por Kang & Kan (2017) para ensaio onde a força é controlada. Comparando-se quantitativamente as mudanças do grupo sem tratamento para o grupo tratado, verifica-se uma redução média de 40% na deformação máxima alcançada.

A deformação residual também se apresentou como o previsto pela literatura (Miyazaki, 1986; Malleta et al., 2014; Kang & Kan, 2017), aumentando conforme o aumento do número de ciclos. Porém, há uma redução média de 45% da deformação residual do grupo tratado criogenicamente em relação ao não tratado.

Na Figura 4.14, observa-se que a deformação recuperável sofre redução ao longo dos ciclos nos dois casos, o que já era previsto conforme apresentado, por exemplo, por Wang et al. (2010) e Kang & Kan (2017). A redução em relação ao tratamento criogênico foi calculada em uma média de 86,5%. Observa-se ainda que a amostra TC se apresenta mais estável que a STC após os ciclos iniciais.

A forma e evolução das histereses obtidas pode ter sido influenciada pela frequência e tensão máxima utilizadas para os ensaios. Segundo Ammar et al. (2017), quanto maior a frequência, menor é a área da histerese formada e mais rápido é o decrescimento das tensões de transformação. Além disso, o decrescimento da área delimitada pela histerese pode ser justificado pela presença de martensita residual das transformações anteriores e da estrutura heterogênea, podendo também ter sofrido influência de uma possível reorientação dos grãos (Ammar et al., 2017).

### **4.3.2 2º ENSAIO CÍCLICO – 750 MPa**

Uma vez que a histerese pseudoelástica praticamente não pode ser observada nos resultados obtidos para os ensaios com tensão máxima de 500 MPa, foram realizados novos ensaios cíclicos nos mesmos CPs que foram submetidos ao carregamento de 500 MPa, às mesmas condições, porém com uma maior força máxima aplicada. Os resultados obtidos são apresentados a seguir.

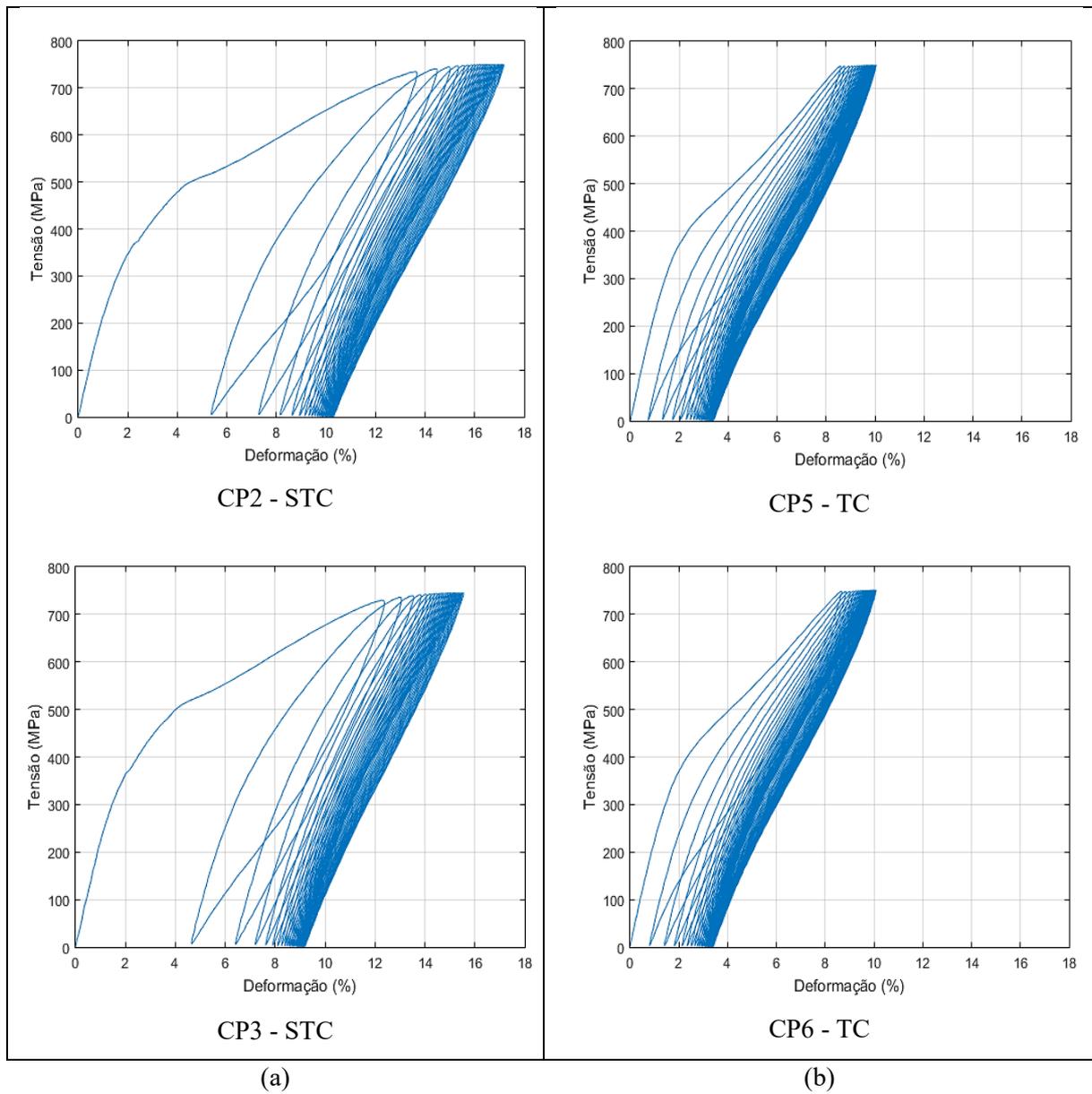


Figura 4.15 – Curvas gerais de tensão-deformação cíclicas a 750 MPa: (a) STC e (b) TC.

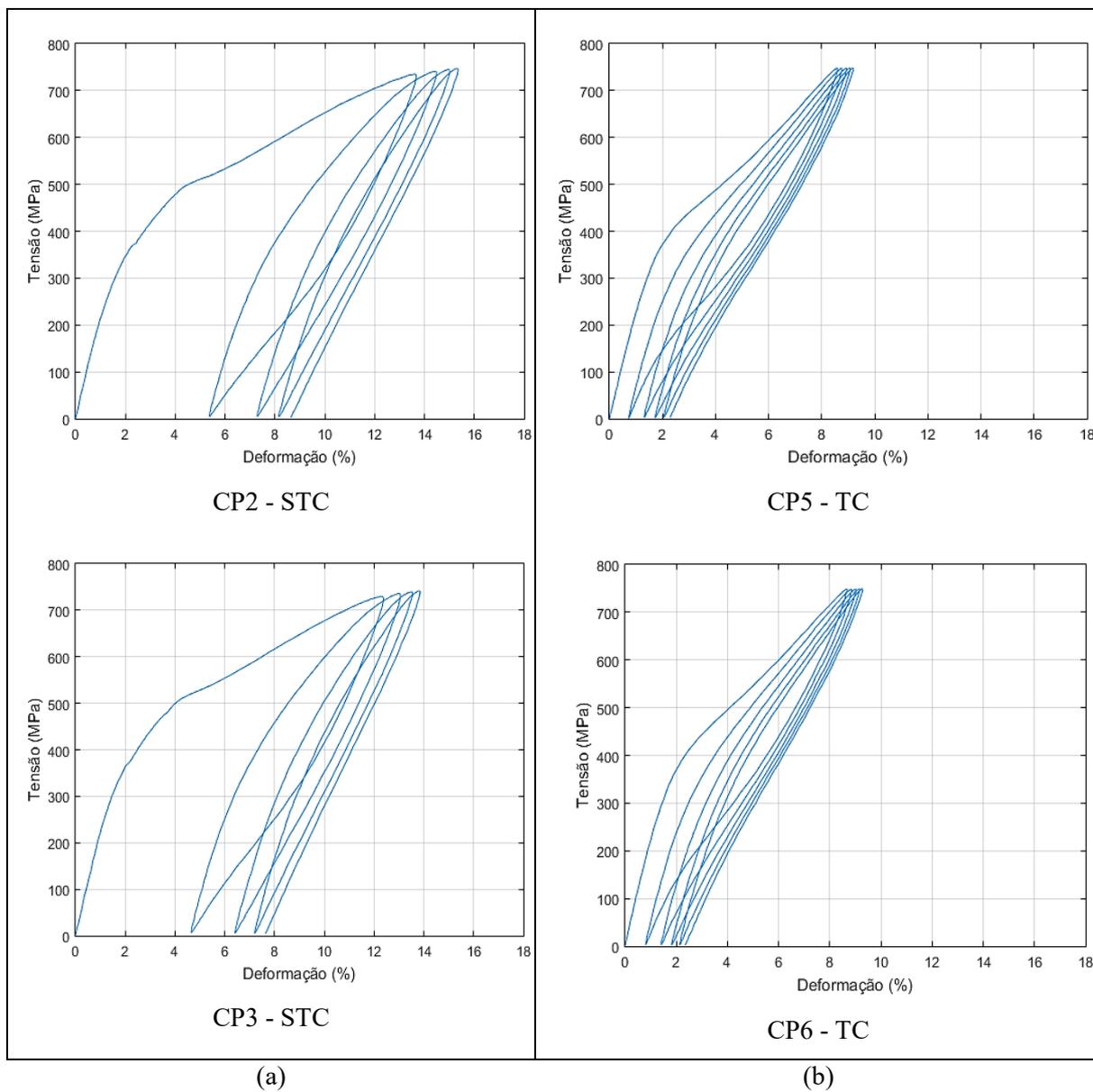


Figura 4.16 – Curva tensão-deformação para ciclos iniciais a 750 MPa: (a) STC e (b) TC.

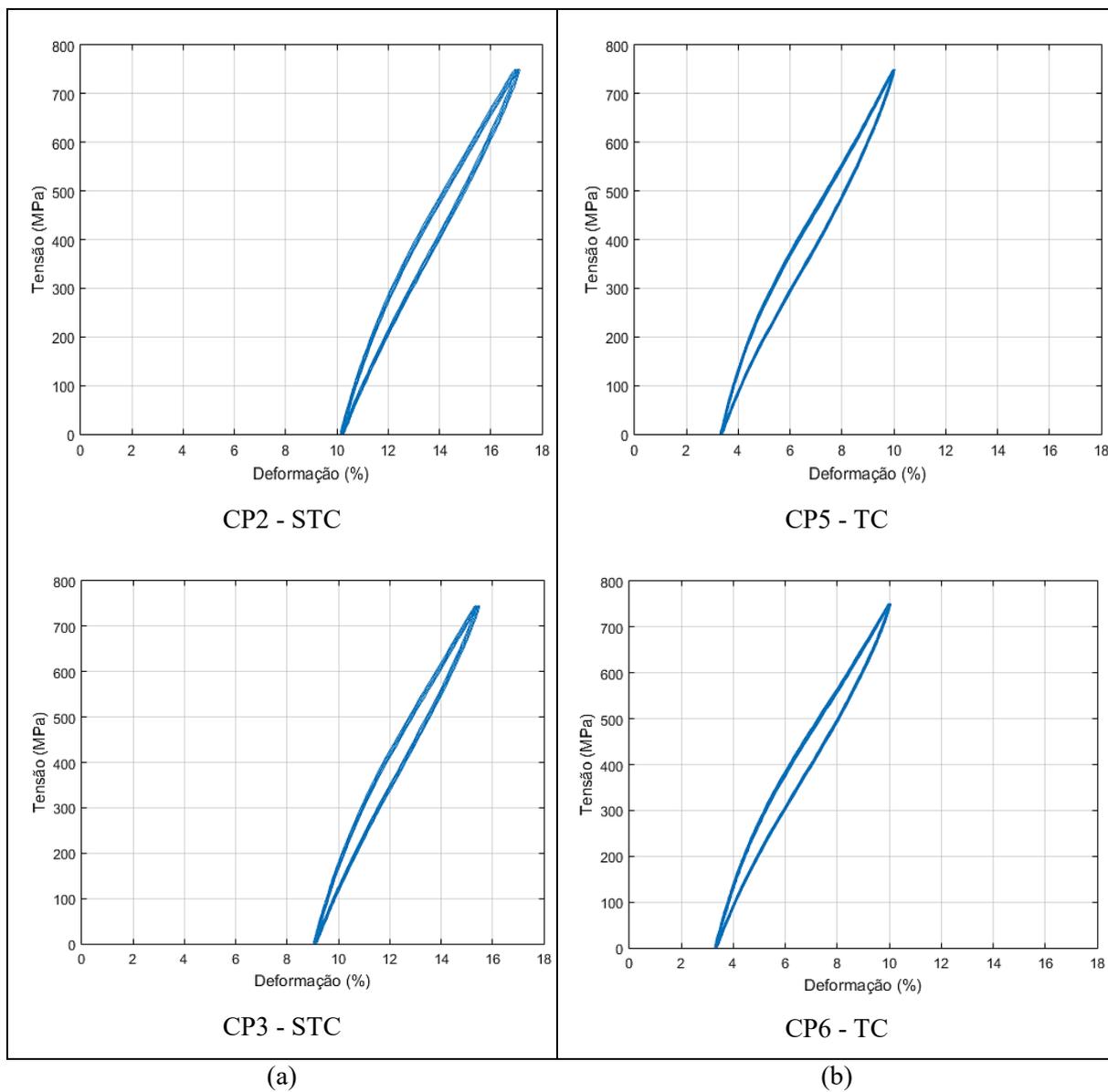


Figura 4.17 – Curva tensão-deformação para ciclos intermediários a 750 MPa: (a) STC e (b) TC.

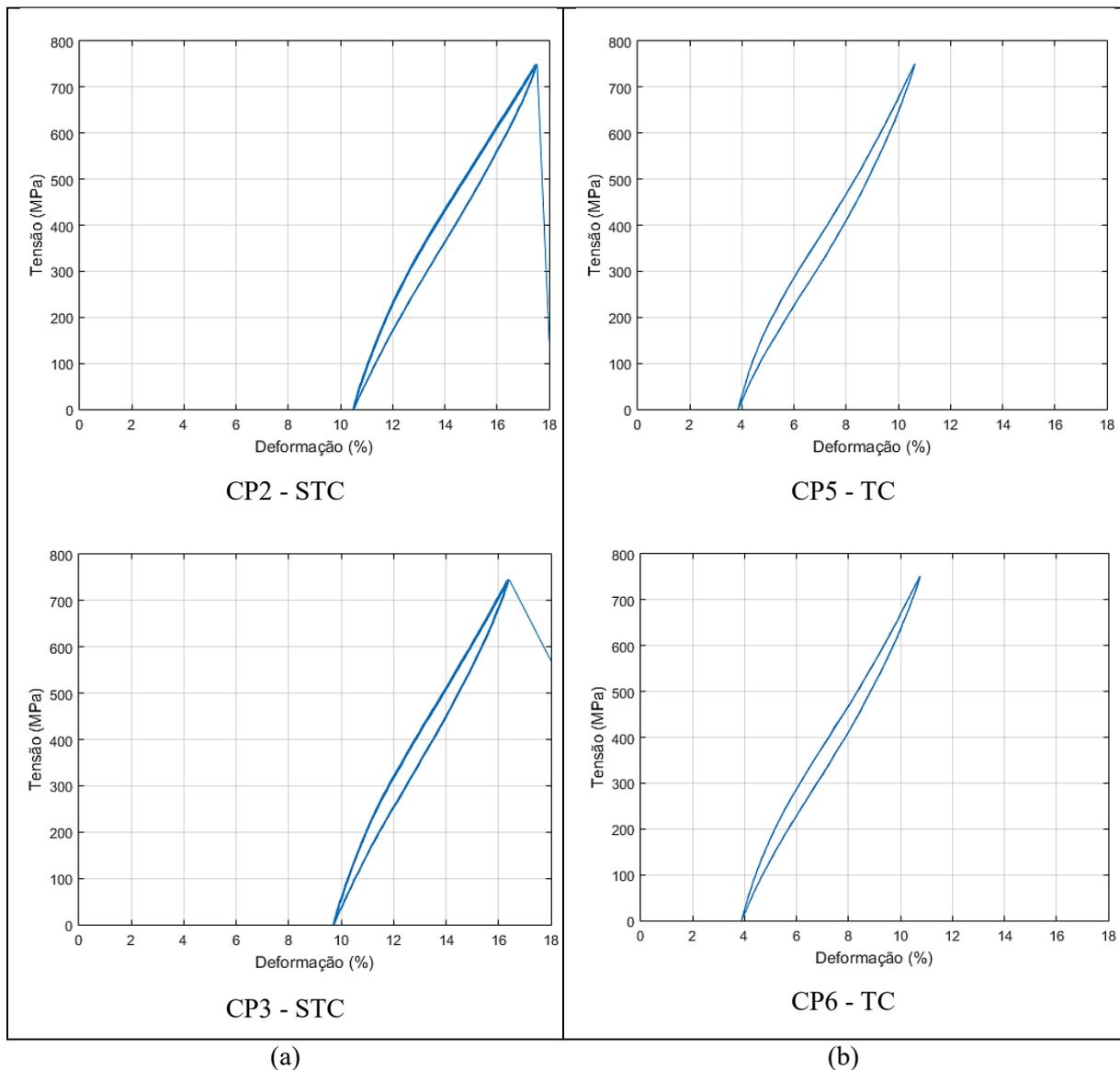


Figura 4.18 – Curva tensão-deformação para ciclos finais a 750 MPa: (a) STC e (b) TC.

Com as curvas resultantes dos ensaios para os ciclos iniciais, intermediários e finais (Figuras 4.15 a 4.18) nota-se que, com o aumento da tensão para 750 MPa, há a formação da histerese para os CPs TC (Figuras 4.15b, 4.16b, 4.17b e 4.18b), o que confirma a hipótese feita anteriormente de deslocamento da histerese. Observa-se ainda que, mesmo tendo sido submetidos anteriormente a ciclos de carregamento a 500 MPa, os CPs apresentaram nova estabilização, mais evidente nos ciclos iniciais, o que pode sugerir uma perda da estabilização anteriormente feita. O que se apresenta diferente entre a primeira estabilização, a 500 MPa, e essa, a 750 MPa é que as maiores diferenças são observadas até aproximadamente os 20 primeiros ciclos, depois as discrepâncias se tornam pequenas, o que mostra que a estabilização foi alcançada mais rapidamente que no primeiro ensaio.

Para os dois grupos, tanto STC quanto TC, as amostras se comportaram conforme o esperado em relação à evolução dos ciclos, apresentando comportamento conforme mencionado para o ensaio a 500 MPa. As áreas sofreram redução, assim como as tensões de transformação; a deformação máxima aumentou ao longo dos ciclos, assim como a deformação residual. Porém, ademais das semelhanças,

uma grande diferença pode ser evidenciada entre o grupo dos CPs STC e dos TC, que é o fato das amostras sem tratamento criogênico não terem suportado o carregamento durante os 100 ciclos, rompendo antes que acabasse o ensaio pré-determinado, o que pode ser efeito do acúmulo maior de deformação residual que ocorre no material STC. A análise quantitativa dos resultados é apresentada nos gráficos comparativos a seguir.

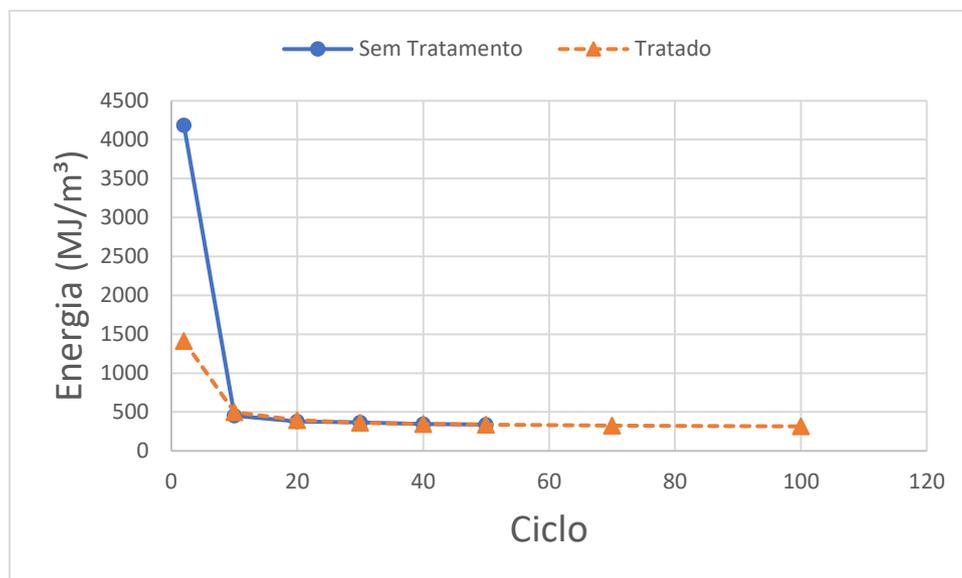


Figura 4.19 - Comparação do desenvolvimento da área da histerese ao longo dos ciclos para CPs STC e TC carregados a 750 MPa.

Comparando os resultados obtidos para a área das histereses para os CPs STC e TC observa-se que, apesar de haver uma grande diferença entre as áreas da histerese nos primeiros ciclos para as amostras tratadas e não tratadas criogenicamente, a partir de 20 ciclos tal valor já se apresenta bastante próximo para os dois grupos (Figura 4.19). Para os ciclos iniciais (do primeiro ao vigésimo) observou-se uma redução média de 66% da área do CP TC em relação ao STC, porém depois de 20 ciclos essa diferença passa a ser de aproximadamente 0,2%. Tais resultados podem indicar uma influência do tratamento na forma de estabilização, sendo essa com menores discrepâncias entre os primeiros ciclos do material tratado, o que pode ser favorável em aplicações em que se deseje maior constância na evolução da resposta ao longo dos ciclos.

A comparação dos valores de tensão de transformação direta e inversa, que agora puderam ser medidos também para os CPs TC pela presença da histerese, são apresentados na Figura 4.20 e 4.21, assim como as deformações máximas, residuais e recuperáveis nas Figuras 4.22, 4.23 e 4.24 respectivamente.

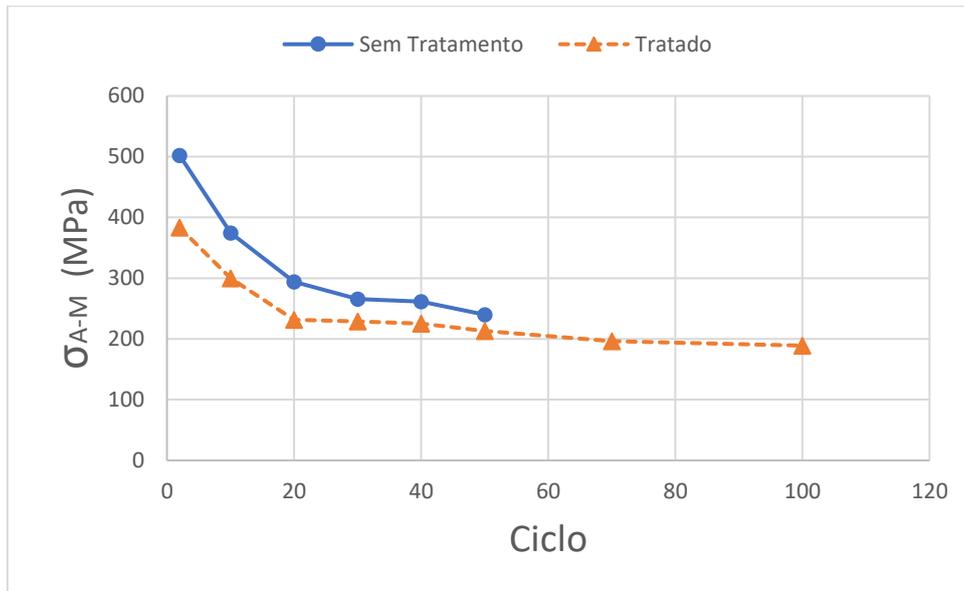


Figura 4.20 – Desenvolvimento de  $\sigma_{A-M}$  ao longo dos ciclos para CPs STC e TC carregados a 750 MPa.

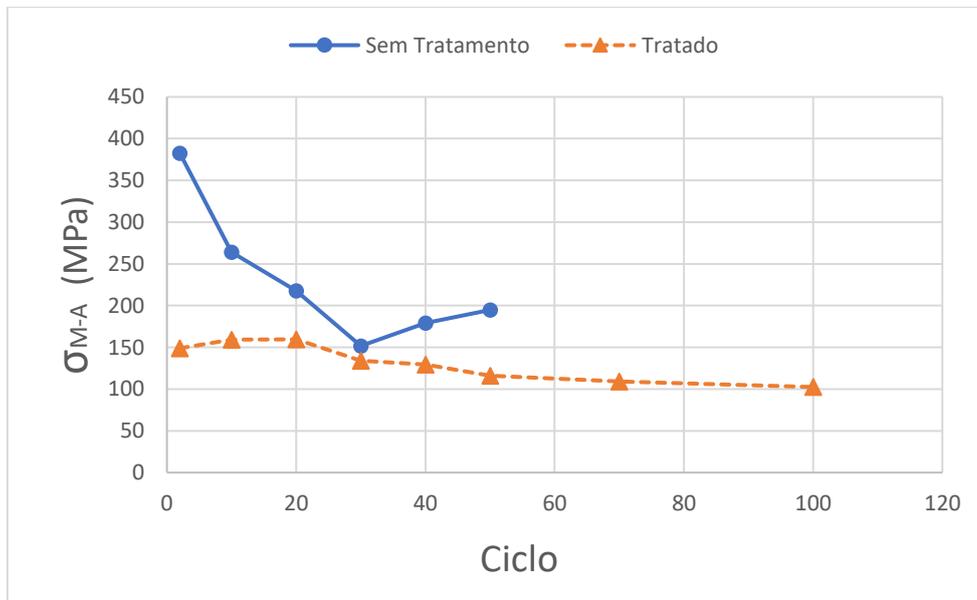


Figura 4.21 – Desenvolvimento de  $\sigma_{M-A}$  ao longo dos ciclos para CPs STC e TC carregados a 750 MPa.

As tensões de transformação, tanto direta ( $\sigma_{A-M}$ ) quanto inversa ( $\sigma_{M-A}$ ), sofrem redução com a evolução dos ciclos para os dois grupos, mas também são reduzidas frente ao tratamento criogênico. A redução ao longo dos ciclos é esperada já por descrições da literatura, conforme dito anteriormente, porém a redução devido ao tratamento indica mais uma influência de tal no comportamento pseudoelástico da liga. Para a tensão de transformação direta, a redução relativa ao tratamento criogênico foi em média de 17% e para a tensão de transformação inversa foi de 35%.

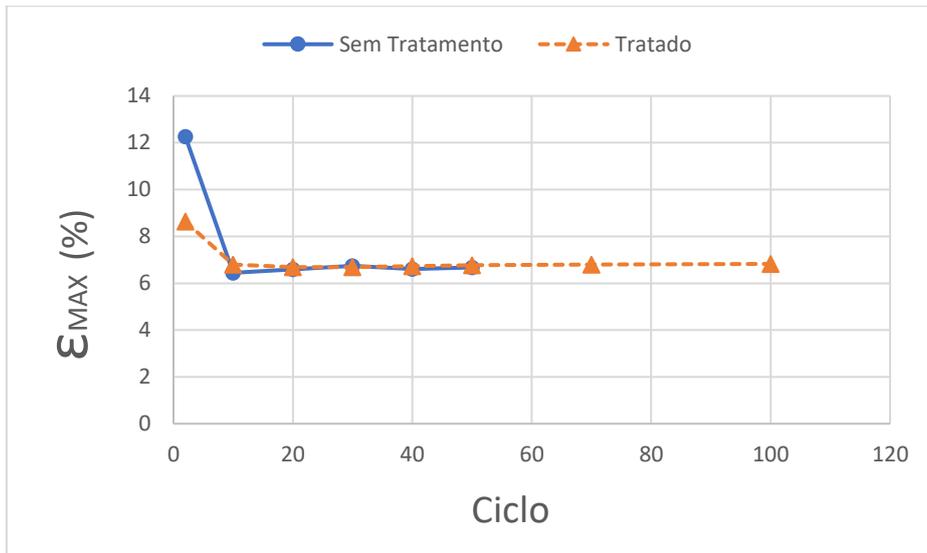


Figura 4.22 – Comparação da  $\epsilon_{m\acute{a}x}$  ao longo dos ciclos para CPs STC e TC carregados a 750 MPa.

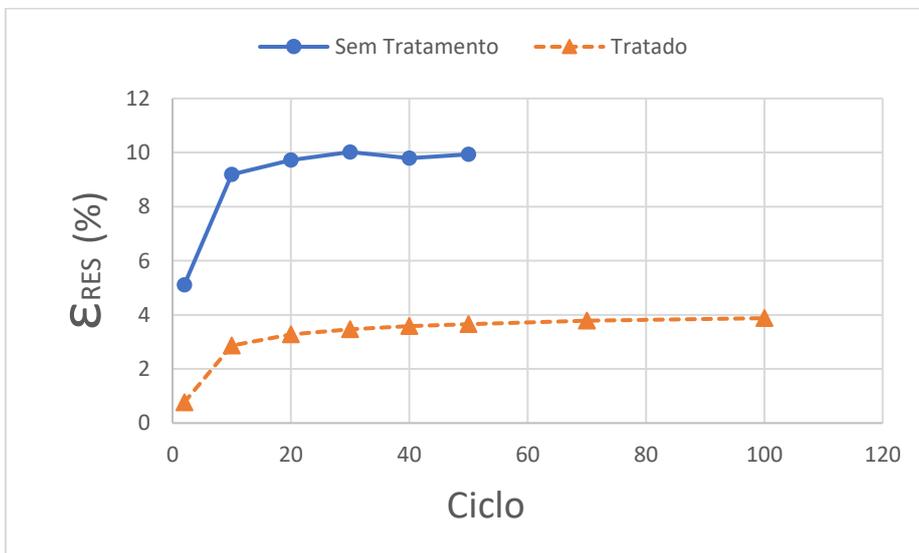


Figura 4.23 – Comparação da  $\epsilon_{res}$  ao longo dos ciclos para CPs STC e TC carregados a 750 MPa.

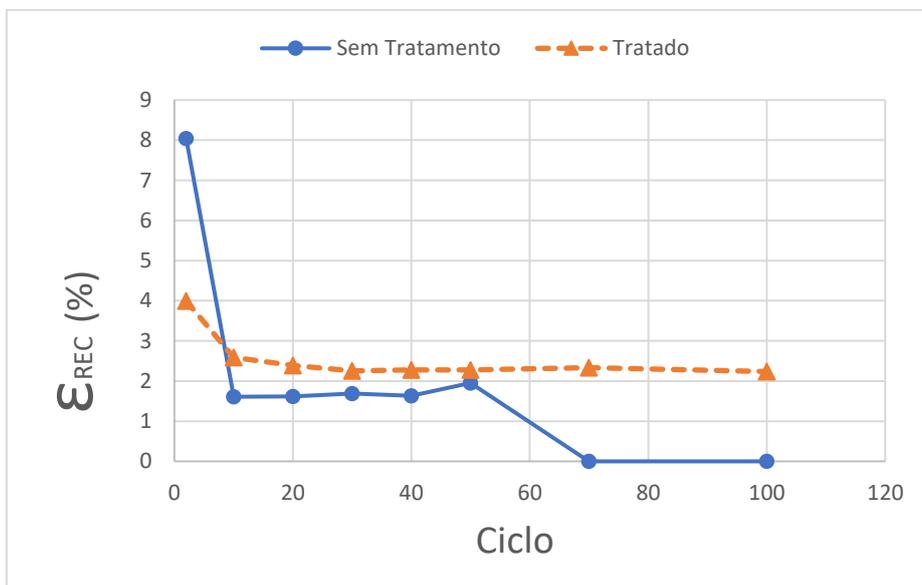


Figura 4.24 - Comparação da  $\epsilon_{rec}$  ao longo dos ciclos para CPs STC e TC carregados a 750 MPa.

Pelas curvas de evolução da deformação máxima alcançada e da deformação residual (Figuras 4.22 e 4.23), vê-se que ao longo dos ciclos as amostras dos dois grupos se comportaram como o esperado, ou seja, houve redução gradual da deformação máxima e aumento da deformação residual, conforme previsto pela literatura.

Comparando os resultados para os CPs com e sem tratamento criogênico, para a deformação máxima há uma redução inicial média de 29% com o tratamento e a partir do ciclo 20 os CPs TC apresentaram um pequeno aumento em relação aos STC, de aproximadamente 1%. Por ser muito pequeno, tal aumento pode ser desconsiderado e o comportamento considerado aproximadamente igual entre os CPs STC e TC após o vigésimo ciclo.

Para a deformação residual, obteve-se como resultado também uma redução dos valores alcançados para o grupo tratado criogenicamente. A média de tal redução foi de 69%, sendo a diferença maior para os primeiros ciclos. Esse resultado evidencia a influência do tratamento na deformação residual, reduzindo tal parâmetro, o que pode ser uma consequência de menor quantidade de deformação plástica associada à transformação martensítica e menor acúmulo de martensita residual estabilizada.

A deformação recuperável, assim como anteriormente, diminuiu ao longo dos ciclos para os dois grupos. Em relação ao grupo STC, os tratados apresentaram um aumento médio de 27,6% desse parâmetro a partir do vigésimo ciclo (para os primeiros ciclos a diferença média foi de 50,3%), em que o grupo sem tratamento apresenta um decaimento muito mais acentuado. Novamente, é observado que a amostra tratada apresenta um comportamento muito mais estável ao longo dos ciclos.

Além disso, o rompimento dos CPs STC antes da estabilização completa a 750 MPa indica que o tratamento criogênico pode ter influência na resistência do material não só ao carregamento como também na vida à fadiga, resultado que foi apresentado por George et al. (2011) e Mohammadi et al. (2014).

### **4.3.3 3º ENSAIO CÍCLICO – 750 MPa (sem carregamento anterior)**

Como as amostras apresentadas para o ensaio a 750 MPa já haviam sido submetidas a ciclos com carregamento correspondente a 500 MPa, pode ter havido influência do carregamento anterior nos resultados obtidos. Por esse motivo, foi realizado novo ensaio cíclico, em CPs ainda não submetidos a nenhum carregamento, porém preparados da mesma forma que os anteriores. Tal ensaio foi feito a 750 MPa, por 100 ciclos e frequência de 0,5 Hz, como os outros. Os resultados obtidos são apresentados a seguir nas Figuras 4.25 a 4.28.

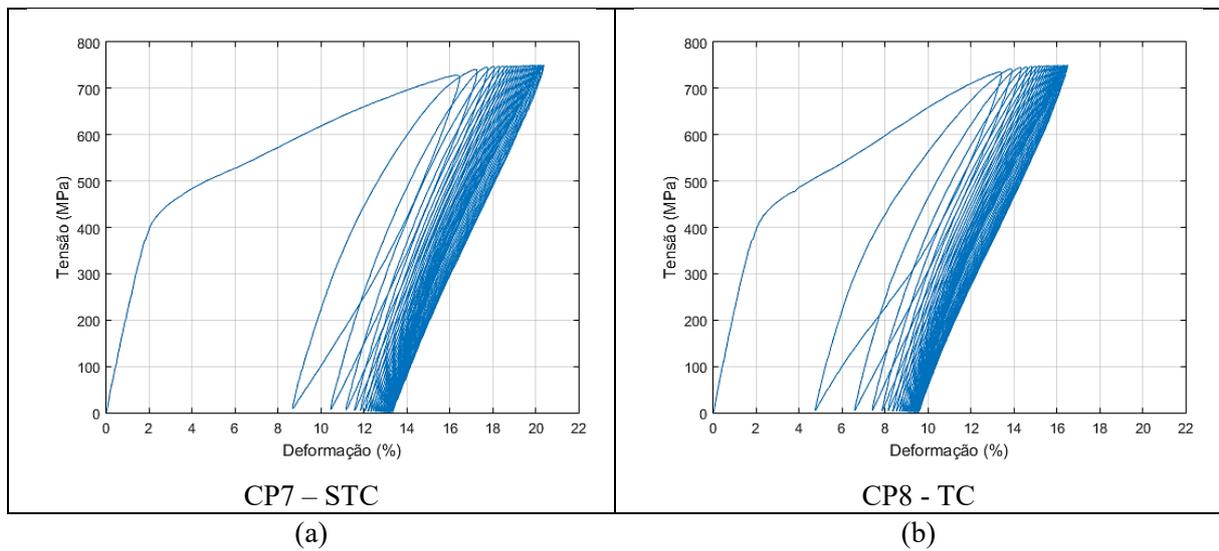


Figura 4.25 – Curvas gerais de tensão-deformação cíclicas a 750 MPa sem carregamento anterior: (a) STC e (b) TC

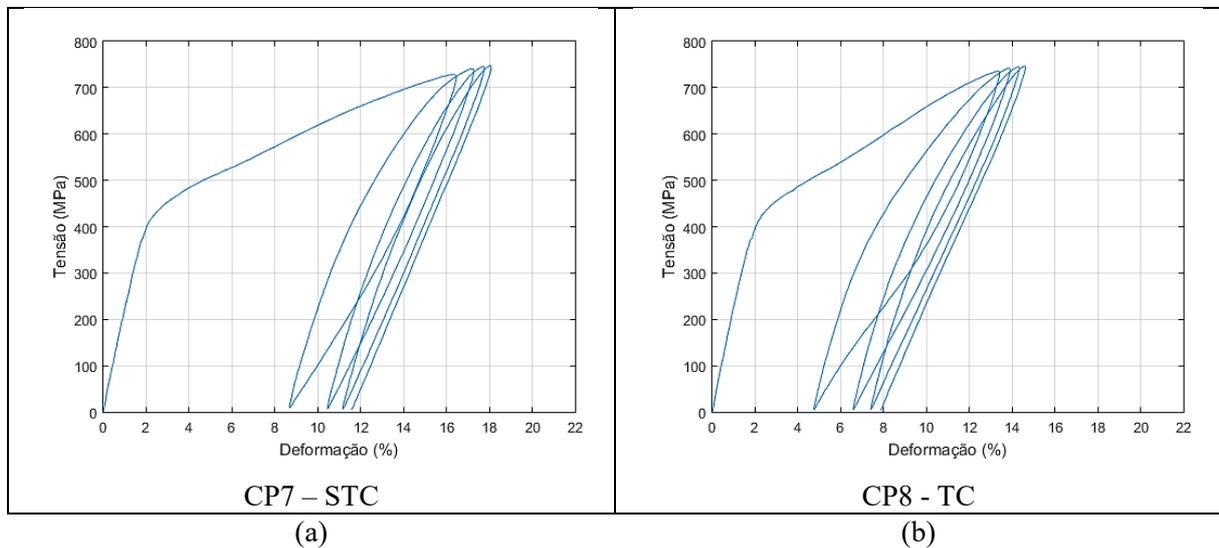


Figura 4.26 – Curva tensão-deformação para ciclos iniciais a 750 MPa sem carregamento anterior: (a) STC e (b) TC.

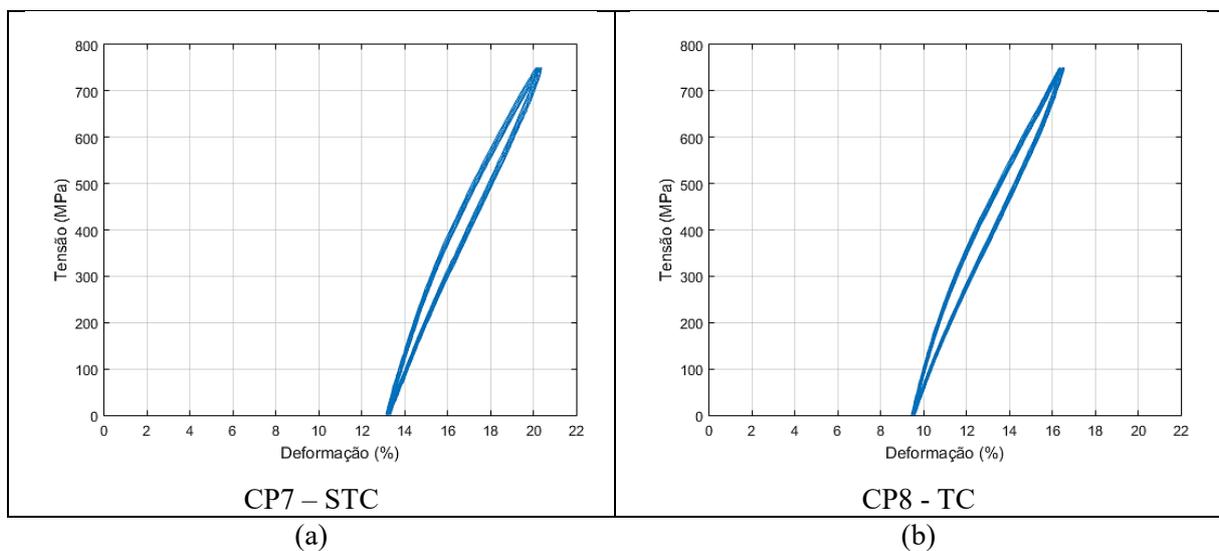


Figura 4.27 – Curva tensão-deformação para ciclos intermediários a 750 MPa sem carregamento anterior: (a) STC e (b) TC.

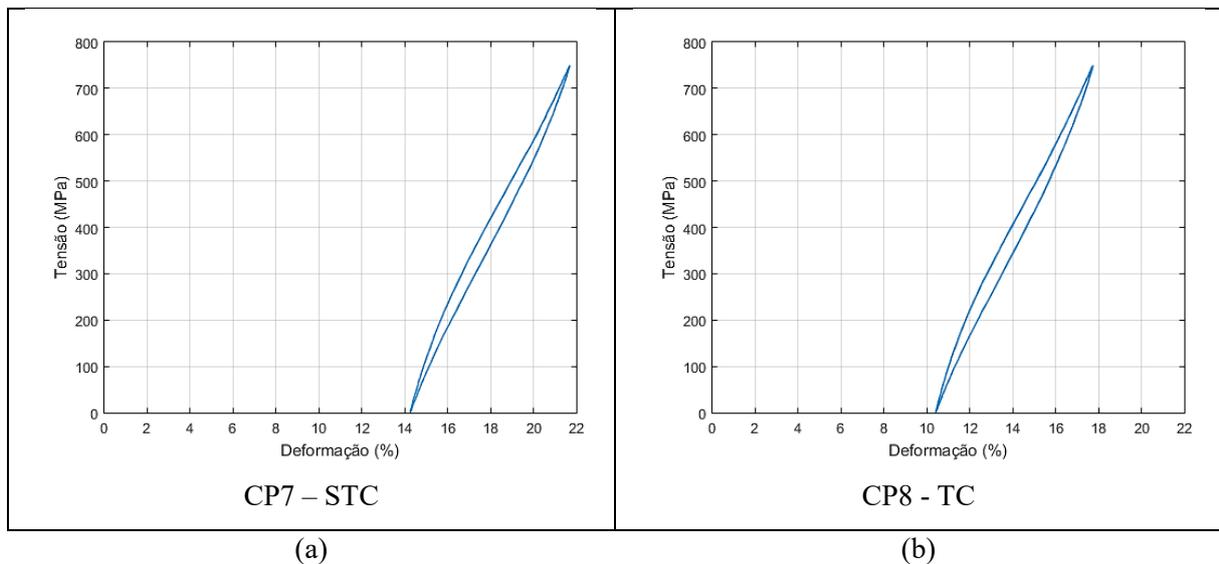


Figura 4.28 – Curva tensão-deformação para ciclos finais a 750 MPa sem carregamento anterior: (a) STC e (b) TC.

Ao analisar as curvas obtidas com esse ensaio, vê-se que há a formação de histereses e o comportamento ao longo dos ciclos é similar ao observado nos ensaios anteriores e conseqüentemente conforme o previsto pela literatura. Pode-se ainda dizer que os resultados obtidos são próximos ao ensaio anterior realizado a 750 MPa, porém com os CPs já ensaiados anteriormente a 500 MPa. Entretanto, há algumas diferenças. A análise comparativa é apresentada nas Figuras 4.29 a 4.33.

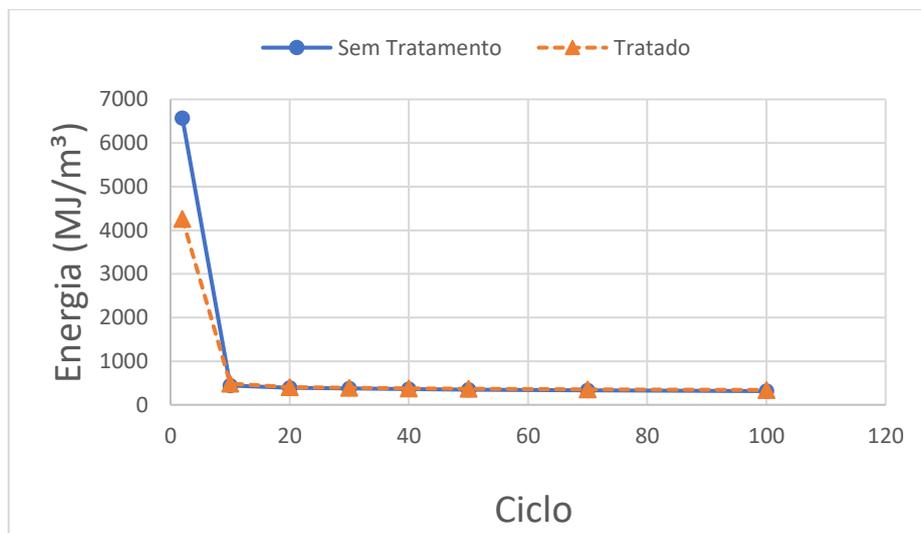


Figura 4.29 - Comparação do desenvolvimento da área da histerese ao longo dos ciclos para CPs STC e TC à tensão de 750 MPa sem carregamento anterior.

Com o auxílio da Figura 4.29, verifica-se que o comportamento da área ao longo dos ciclos é similar aos resultados anteriores, ou seja, decai com o aumento dos ciclos. Em comparação com os resultados apresentados na Figura 4.19, observa-se que a área dos ciclos iniciais é maior para quando não houve ensaio anterior, o que pode indicar uma influência do ensaio a 500 MPa no período de estabilização da histerese. Esse aumento nos primeiros ciclos chega a ser de pouco mais de 200% para o CP TC e de 56% para o CP STC. Porém, já a partir do décimo ciclo, os valores de área são muito

próximos àqueles encontrados no ensaio anterior, validando os resultados para a histerese estabilizada, mesmo que as amostras anteriores tenham sido carregadas também a 500 MPa.

As tensões de transformação direta e sua evolução ao longo dos ciclos não apresentaram mudança significativa em relação ao ensaio anterior, como mostra a Figura 4.30. Já as tensões de transformação inversa (Figura 4.31) se apresentaram maiores que o observado anteriormente para os ciclos iniciais (até o vigésimo). Comparando com os resultados apresentados na Figura 4.21, verifica-se um aumento de 34% para os CPs STC e de 76% para os CPs TC, sendo a diferença entre os dois grupos nesse novo ensaio em média de 17%.

Para as deformações máximas, residuais e recuperáveis, os resultados são apresentados nas Figuras 4.32, 4.33 e 4.34, respectivamente.

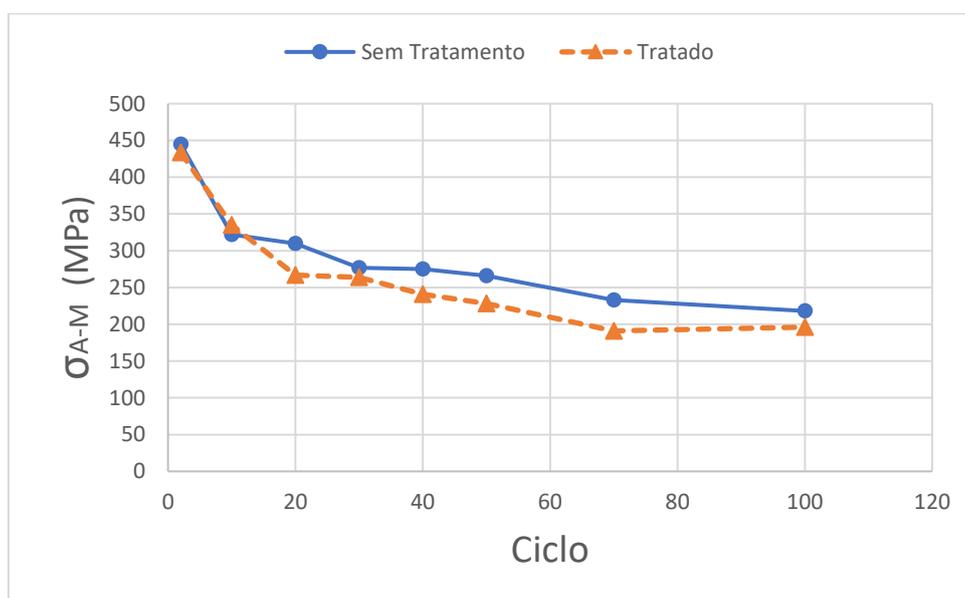


Figura 4.30 – Desenvolvimento de  $\sigma_{A-M}$  ao longo dos ciclos para CPs STC e TC à tensão de 750 MPa sem carregamento anterior.

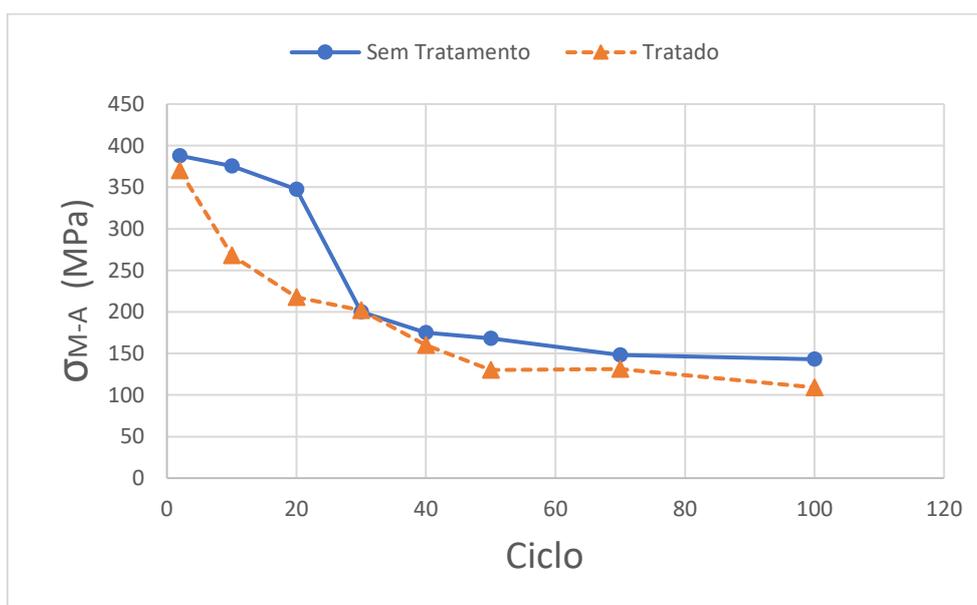


Figura 4.31 – Desenvolvimento de  $\sigma_{M-A}$  ao longo dos ciclos para CPs STC e TC à tensão de 750 MPa sem carregamento anterior.

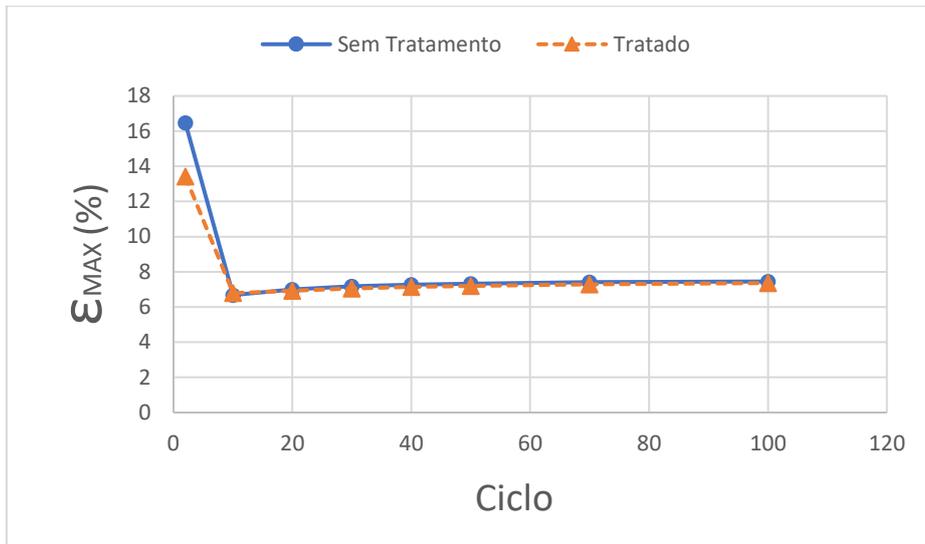


Figura 4.32 – Comparação da  $\epsilon_{m\acute{a}x}$  ao longo dos ciclos para CPs STC e TC à tensão de 750 MPa sem carregamento anterior.

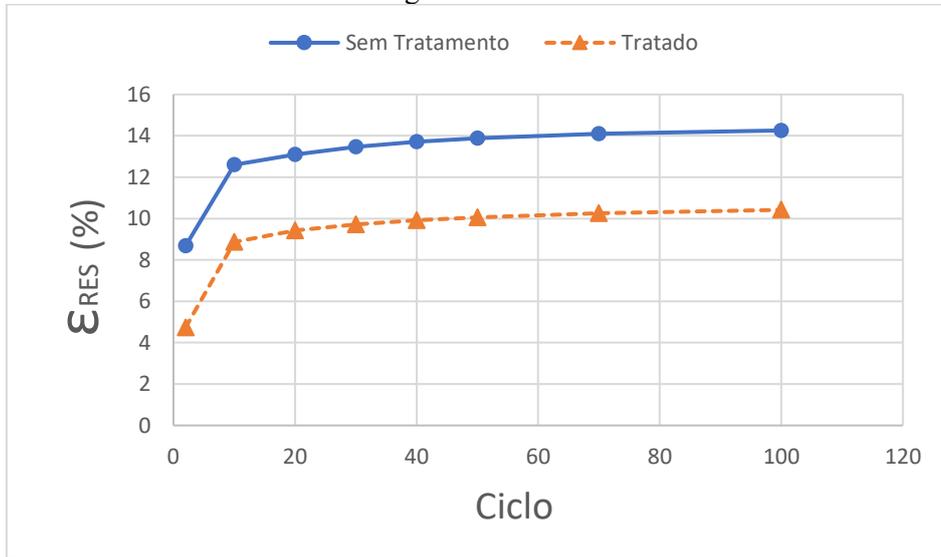


Figura 4.33 – Comparação da  $\epsilon_{res}$  ao longo dos ciclos para CPs STC e TC à tensão de 750 MPa sem carregamento anterior.

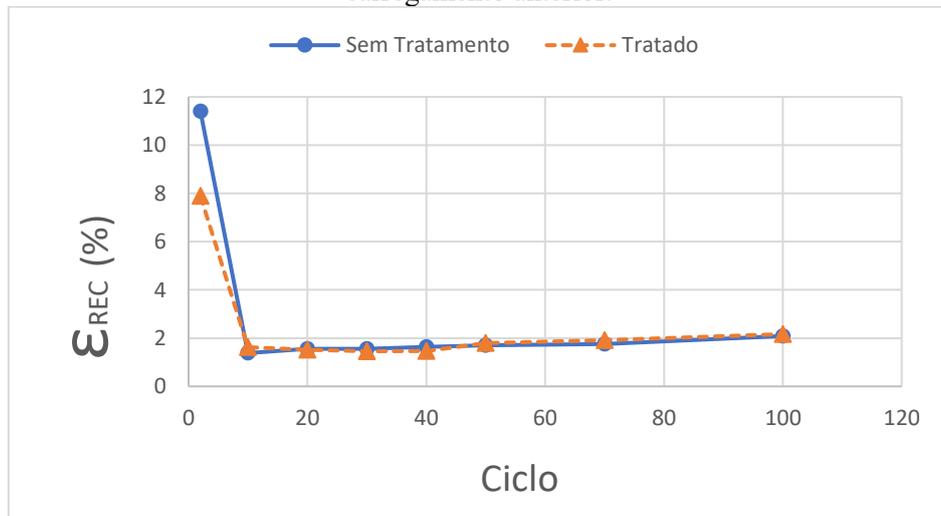


Figura 4.34 - Comparação da  $\epsilon_{rec}$  ao longo dos ciclos para CPs STC e TC à tensão de 750 MPa sem carregamento anterior.

Das Figuras 4.32 e 4.33 pode-se concluir que o material se comportou conforme o previsto e o observado antes, com a redução da deformação máxima e aumento da deformação residual ao longo dos ciclos.

Os resultados entre o tratado e o sem tratamento são similares para a deformação máxima (o CP TC apresenta uma deformação menor nos primeiros ciclos e depois se assemelha ao CP STC). Ao comparar a Figura 4.32 com os resultados apresentados na Figura 4.22 vê-se que as deformações máximas assumem valores maiores para os primeiros ciclos (aproximadamente 30% maiores), porém a partir do décimo ciclo os valores já se aproximam bastante dos anteriores, sendo maiores em média em 6%.

Para a deformação residual também se observa o mesmo comportamento que antes, ou seja, o CP TC apresenta deformações residuais menores que o CP STC, porém a diferença entre os valores para o tratado e o sem tratamento para esse ensaio foi de uma redução de em média 30%, enquanto para o ensaio anterior foi de 69%. Os valores em geral para cada grupo também se apresentaram maiores no ensaio sem carregamento anterior, porém o grupo STC não rompeu, completando os 100 ciclos de carregamento. Os CPs STC tiveram um aumento de aproximadamente 30% e os TC um aumento de 67%. Porém, após os primeiros ciclos, os incrementos passam a ser semelhantes entre os dois ensaios, indicando que o aumento é derivado apenas dos primeiros ciclos, que apresentam a maior diferença. Isso indica que a realização de ciclos anteriores influencia significativamente a deformação inicial apresentada pelas amostras, em especial as amostras tratadas criogenicamente, porém não altera a evolução dessa deformação após passados os primeiros ciclos.

A deformação recuperável mais uma vez apresentou o decaimento coerente ao longo dos ciclos para os dois grupos. Porém, em relação aos outros ensaios, observou-se agora menor diferença entre o grupo tratado e não tratado, sendo a discrepância média de apenas 2,3% após os primeiros ciclos (onde a diferença é de 30,8%).

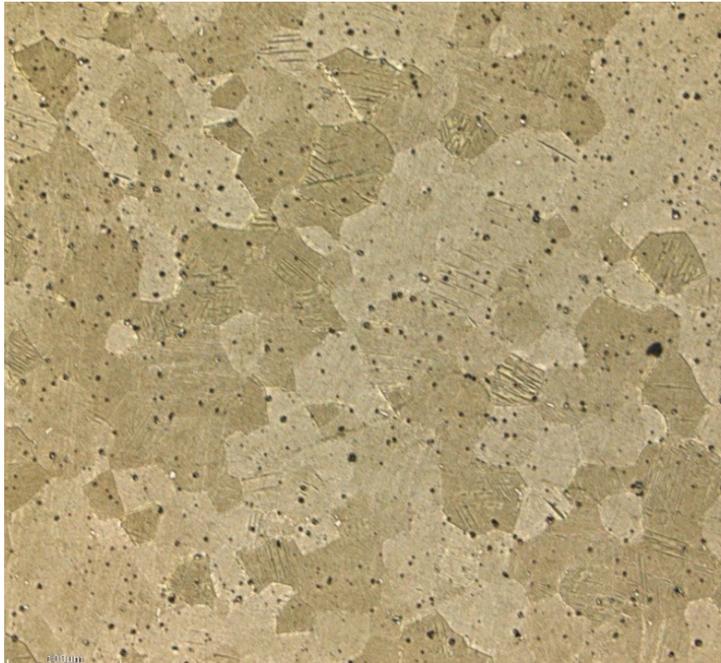
Dessa forma, conclui-se que, apesar de ter sido realizado ensaio anterior, os resultados não apresentam, em geral, grandes alterações uma vez estabilizados. As maiores diferenças são observadas apenas nos primeiros ciclos, indicando influência da ciclagem anterior no processo de estabilização.

#### **4.4 ANÁLISE MICROESTRUTURAL**

Dos corpos de prova ensaiados às duas tensões (de 500 MPa e posteriormente 750 MPa), foram retiradas amostras em duas regiões para a observação da microestrutura, sendo uma na seção reduzida (ciclada) e outra na região de maior diâmetro (menos afetada pelos ciclos de carregamento). O objetivo é observar possíveis alterações causadas pelo tratamento criogênico e pela ciclagem que possam ser associadas às alterações observadas no comportamento mecânico do material. As amostras, após preparadas conforme a norma ASTM E407-07, foram observadas no microscópio confocal e no MEV. As imagens resultantes são apresentadas nas Figuras 4.35 a 4.37 a seguir.



(a)



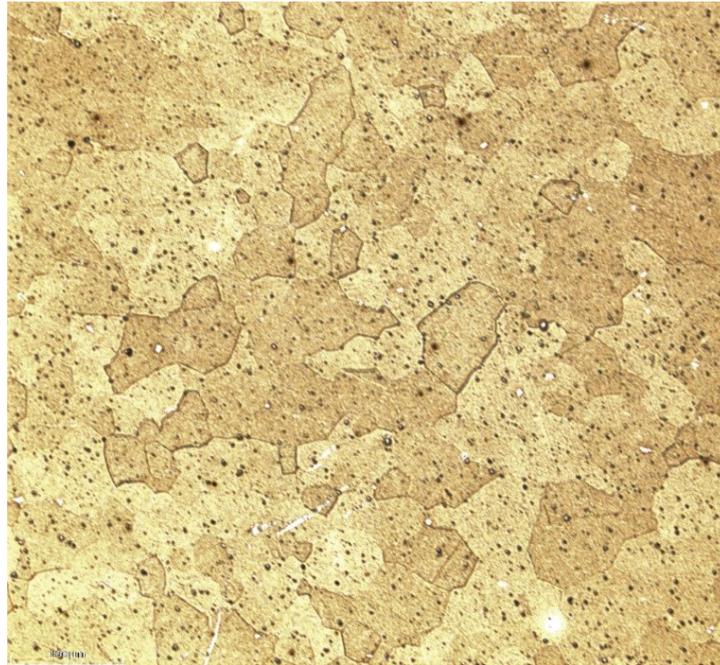
(b)

Figura 4.35 - Microestrutura da seção ciclada (5 mm) pelo microscópio confocal, 200x, para (a) CP STC; (b) CP TC.

Comparando as duas imagens da Figura 4.35, percebe-se uma alteração na fração de martensita presente, sendo que na amostra STC (Figura 4.35a) há visivelmente mais martensita, identificada pela presença de agulhas nos grãos (regiões indicadas pelos círculos vermelhos na Figura 4.35a). Como as duas imagens mostram a microestrutura da região que sofre mais fortemente as consequências do carregamento, isso pode indicar uma influência do tratamento criogênico na martensita estabilizada residual induzida por tensão, tornando mais difícil seu acúmulo durante a realização dos ciclos de carregamento. Sendo assim, isso indica que a realização do tratamento criogênico pode realmente

melhorar a vida à fadiga, uma vez que já se sabe que o aumento da quantidade de martensita residual leva à falha mais precoce do material pseudoelástico. Esse resultado corrobora com o observado macroscopicamente nos resultados apresentados nas Figuras 4.13, 4.23 e 4.33, que mostram que as amostras tratadas tiveram uma deformação residual, que é provocada em grande parte pela transformação inversa incompleta, 30% menor. Outro comportamento mecânico que confirma isso é o rompimento precoce dos corpos de prova STC que foram ciclados a 750 MPa (Figura 4.18).

Além disso, não se observa mudanças significativas na quantidade de poros e precipitados, que serão posteriormente analisados por meio do MEV.



(a)



(b)

Figura 4.36 - Microestrutura da seção menos afetada (10 mm) pelo microscópio confocal, 200x, para (a) CP STC; (b) CP TC.

A Figura 4.36 mostra a diferença entre os CPs STC e TC na região onde é posicionada a garra, ou seja, onde o material sofre a menor influência do carregamento durante o ensaio. Diferentemente do que foi visto na figura anterior (Figura 4.35), não há agora a presença notável de martensita, o que era esperado uma vez que a origem da martensita observada é da transformação inversa incompleta, ocasionada pela realização de ciclos de carregamento no material. Isso indica também que não houve mudança de fase com o tratamento criogênico, o que está de acordo com o que foi observado e relatado por Castilho (2017).

Para a análise comparativa dos contornos de grão e avaliação da sua influência, não é possível observar diferenças apenas pela análise visual das imagens, e por esse motivo foi feita a contagem dos grãos conforme a norma ASTM E112, que define o método a ser utilizado, explanado no capítulo anterior. A quantificação dos tamanhos de grão é apresentada na Tabela 5.

Tabela 5 – Quantificação dos tamanhos de grão para cada amostra

<i>Região da Amostra</i>	<i>CP STC</i>		<i>CP TC</i>	
	5 mm	10 mm	5 mm	10 mm
<i>P (n° de interseções por mm)</i>	26,8	25,6	25,4	23,6
<i>G (tamanho de grão ASTM)</i>	6,2003	6,0681	6,0455	5,8334
<i>Área (mm<sup>2</sup>)</i>	0,00178	0,00194	0,00196	0,00229

Analisando os valores obtidos, calculou-se primeiro a diferença ocasionada pelo tratamento criogênico. Isso foi feito comparando os valores obtidos para a mesma região, porém sendo TC e STC. Os resultados mostraram que a área média dos grãos da amostra tratada são aproximadamente 14,4% maiores. Esse aumento pode ser devido ao tratamento, como observado por Castilho (2017) e Cruz Filho (2016). Porém, como foi maior que os valores apresentados pelos dois autores, a diferença pode ser devida ao processo de ciclagem do material. Foi quantificada também então a diferença entre os tamanhos de grão em uma mesma amostra, porém em regiões diferentes (parte útil e parte presa à garra), para que se pudesse observar se houve diferença gerada pelo processo de carregamento. O resultado foi que houve uma redução de 8,8% da parte de maior diâmetro (10 mm) para a de menor diâmetro (5 mm) no CP STC e uma redução de 16,9% para o CP TC.

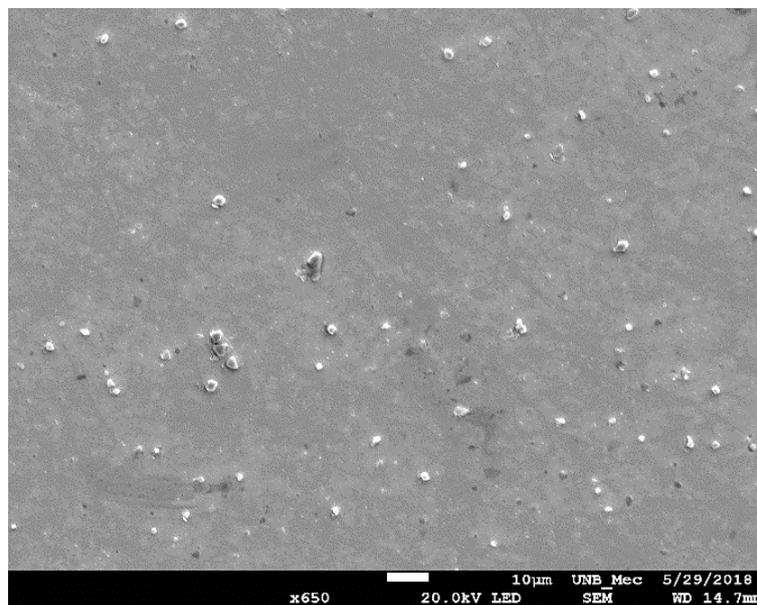
O aumento do tamanho de grão, descrito na Tabela 5, pode ser associado a alguns comportamentos mecânicos observados anteriormente para o material quando submetido ao tratamento criogênico, tais como a redução do atrito interno (avaliado pela área da histerese), a diminuição da deformação máxima alcançada e a redução das tensões de transformação. Zhang et al. (1993) e Montecinos (2015) relataram em seus trabalhos terem observado que, para maiores tamanhos de grão, menor é a dissipação de energia (ou amortecimento), o que condiz com o que foi verificado experimentalmente neste trabalho, que identificou que os CPs TC apresentam menor amortecimento e maior tamanho de grão.

Pode-se observar também que o aumento dos grãos está associado às amostras que apresentaram menores tensões de transformação (tratadas criogenicamente), o que confirma o apresentado por

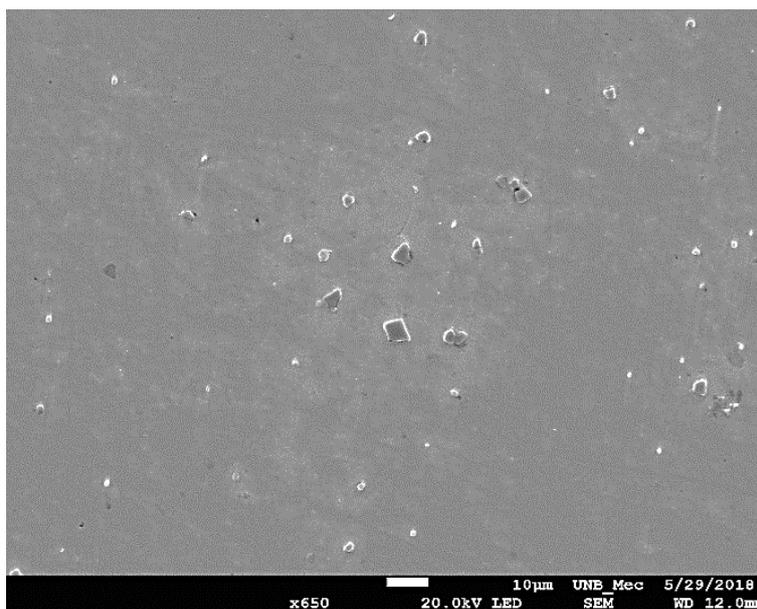
Somerday et al. (1997) e Araya et al. (2008) em seus estudos, que concluíram que quanto maior o grão, menores são as tensões de transformação do material. Araya et al. (2008) também registraram que maiores grãos estão associados a menores deformações máximas, o que também foi observado no presente trabalho.

Para a deformação residual, além da associação com a presença de martensita visível na Figura 4.35, pode-se associar os resultados de menor deformação residual para as amostras tratadas criogenicamente com o maior tamanho de grão que elas apresentam. Essa relação foi apresentada por Chluba et al. (2015), que disseram que maiores tamanhos de grão podem levar a menor acúmulo de martensita residual durante os ciclos.

Posteriormente foi feita a análise no MEV, não só com imagens, mas também com o EDS. As Figuras 4.37a e 4.37b a seguir expõem o que foi encontrado.



(a)



(b)

Figura 4.37 – Análise com o Microscópio Eletrônico de Varredura para (a) CP STC e (b) CP TC.

Percorrendo as amostras com o microscópio, foi observado que em todas há aproximadamente a mesma quantidade de inclusões e poros. Os pontos mais escuros das amostras foram identificados como poros, que podem ter surgido por arrancamento de inclusões ou pela fabricação e as inclusões foram analisadas pelo EDS para que se soubesse sua composição. Para cada amostra foi confirmada a composição da matriz, e posteriormente feita a análise nos pontos de diferentes tamanhos e colorações. Foi encontrado que os pontos em destaque são, majoritariamente, compostos por TiC, com algumas poucas exceções de pontos em que havia também uma pequena fração de oxigênio. Esse resultado confirma o que foi apresentado por Ammar et al. (2017), que também encontrou em sua análise a presença de partículas de TiC, e por Castilho (2017), que encontrou TiNiO.

## 5 CONCLUSÃO

Investigou-se a influência de tratamento criogênico a  $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$  por 12 horas no comportamento pseudoelástico da liga  $\text{Ni}_{57}\text{Ti}_{43}$  até a estabilização da curva tensão-deformação pseudoelástica sob carga prescrita. Fazendo a comparação entre as curvas obtidas para os CPs tratados e não tratados criogenicamente, observa-se que o tratamento criogênico afeta o comportamento pseudoelástico dessa liga. Foi observado o deslocamento da histerese para patamares superiores de tensão; a redução das tensões de transformação de fase de 17% para a transformação direta e 35% para a inversa a 750 MPa; diminuição do atrito interno em aproximadamente 83,4%, aqui medido pela área delimitada pelo laço da histerese; redução da deformação máxima alcançada sob carga prescrita em torno de 40%; redução da deformação residual de 45% e variações nas deformações recuperáveis, sendo uma redução de aproximadamente 86,5% a 500 MPa e 27,6% no carregamento feito em seguida a 750 MPa. Com a realização do ensaio a 750 MPa após o de 500 MPa, foi visto um novo período de estabilização, porém cerca de 70% mais rápido. Foi observado ainda que as amostras submetidas ao tratamento criogênico apresentam maior estabilidade após os ciclos iniciais quando comparadas com as amostras STC.

Com a avaliação da microestrutura, pode-se associar o comportamento mecânico observado com as alterações microestruturais. Concluiu-se que o tratamento criogênico influencia no acúmulo de martensita residual de transformações inversas incompletas realizadas durante os ciclos de carregamento, uma vez que pode ser observada maior quantidade de martensita na microestrutura do CP STC após o carregamento. As amostras tratadas criogenicamente também mostraram um aumento na área dos grãos em 14,4%, o que pode estar associado à redução da área da histerese (amortecimento), redução das tensões de transformação, redução da deformação máxima alcançada e ainda menor acúmulo de martensita residual. Também se observou redução de 16,9% da área dos grãos na seção útil em relação à seção presa à garra. Por fim, há a presença de poros e precipitados (majoritariamente de TiC) em todas as amostras analisadas, sem diferenças quantitativas significativas entre elas.

A associação entre as alterações microestruturais observadas e as alterações do comportamento mecânico do material investigado com o tratamento indicam a necessidade de maior aprofundamento da análise e consolidação dos resultados.

## 6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AHADI, A.; SUN, Q. Effects of grain size on the rate-dependent thermomechanical responses of nanostructured superelastic NiTi. **Acta Materialia**, v. 76, p. 186 – 197, 2014.
- AMMAR, O.; HADDAR, N.; DIENG, L. Experimental investigation of the pseudoelastic behaviour of NiTi wires under strain- and stress-controlled cyclic tensile loadings. **Intermetallics**, v. 81, p. 52 – 61, 2017.
- ARAYA, R.; MARIVIL, M.; MIR, C.; MORONI, O.; SEPULVEDA, A. Temperature and grain size effects on the behavior of CuAlBe SMA wires under cyclic loading. **Materials Science and Engineering A**, v. 496, p. 209 – 213, 2008.
- ASHIUCHI, E. S. **Influência do tratamento criogênico na fadiga sob condições de fretting no Al 7050-T7451**. 2009. 95 f. Dissertação (Mestrado em Ciências Mecânicas) – Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade de Brasília, Brasília, 2009.
- ASTM International. ASTM E112-10: Standard Test Methods for Determining Average Grain Size, 2010.
- ASTM International. ASTM E407-07: Standard Practice for Microetching Metals and Alloys, 2007.
- ASTM International. ASTM E606/E606M: Standard Test Method for Strain-Controlled Fatigue Testing, 2012.
- ASTM International. ASTM F2516: Standard Test Method for Tension Testing of Nickel-Titanium Superelastic Materials, 2006.
- BAILEY, C. A. **Advanced Cryogenics**. 3. ed. Plenum Publishing Co., Nova Iorque, EUA, 1971.
- BENSELY, A.; PRABHAKARAN, A.; LAL, D. M.; NAGARAJAN, G. Enhancing the wear resistance of case carburized steel (En 353) by cryogenic treatment. **Cryogenics**, v. 45, p. 747-754, 2006.
- BRYSON, W. E. **Cryogenics**. Cincinnati: Hanser Gardner Publications, 1999.
- BUEHLER, W. J.; WANG, F. E. A summary of recent research on the Nitinol Alloys and their potential application in ocean engineering. **Ocean Engineering**, v. 1, n. 1, p. 105-108, 1968.
- CALLISTER JR., W. D.; RETHWISCH, D. G. **Materials Science and Engineering: an introduction**. 8. ed. John Wiley & Sons, Inc. 2010.
- CASTILHO, W. S. **Contribuição à influência de tratamento criogênico em propriedades térmicas e mecânicas das ligas NiTi austenítica e martensítica com memória de forma**. Tese de Doutorado em Sistemas Mecatrônicos. Publicação T13, Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade de Brasília, Brasília, 2017.
- CHANG, L. C.; READ, T. A.; **Plastic deformation and diffusionless phase changes in metals: the gold-cadmium beta phase**. Transactions AIME, Journal of Metals, v. 189, p. 47-52, 1951.
- CHLUBA, C.; GE, W.; DANKWORT, T.; BECHTOLD, C.; LIMA DE MIRANDA, R.; KIENLE, L.; WUTTIG, M.; QUANDT, E. Effect of crystallographic compatibility and grain size on the functional fatigue of sputtered TiNiCuCo thin films. **Philosophical transactions Series A, Mathematical, physical, and engineering sciences**, 2016.
- CISMASIU, C.; UEHARA, T. **Shape Memory Alloys**. 1 ed. Sciyo, Rijeka, Croácia, 2010.
- COLLINS, D., N. Cryogenic treatment of tool steels. **Advanced Materials & Processes**, v. 12, p. H23-H29, 1998.
- Contenitori Cryofarm – Come Sceglieri. Disponível em: < <http://www.cryofarm.it/scegliere.aspx>>. Acesso em: 18/10/2017.
- CRUZ FILHO, B. F. **Avaliação do efeito de tratamento criogênico em propriedades mecânicas e térmicas da liga Ni<sub>48</sub>Ti<sub>52</sub>**. Dissertação de Mestrado em Sistemas Mecatrônicos, Publicação ENM. DM-103/16, Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade de Brasília, Brasília, 2016.

- DAMANPACK, A. R.; BODAGHI, M.; AGHDAM, M. M.; SHAKERI, M. On the vibration control capability of shape memory alloy composite beams. **Composite Structures**, v. 110, p. 325-334, 2014.
- DELAEY, L.; KRISHNAN, R. V.; TAS, H.; WARLIMONT, H. Thermoelasticity, pseudoelasticity and the memory effects associated with martensitic transformations: Part 1 - Structural and microstructural changes associated with the transformations. **Journal of Materials Science**, v. 9, p. 1521-1535, 1974.
- DELAEY, L.; KRISHNAN, R. V.; TAS, H.; WARLIMONT, H. Thermoelasticity, pseudoelasticity and the memory effects associated with martensitic transformations: Part 2 – The macroscopic mechanical behaviour. **Journal of Materials Science**, v. 9, p. 1536-1544, 1974.
- DHAR, N. R.; PAUL, S.; CHATTOPADHYAY, A. B. The influence of cryogenic cooling on tool wear, dimensional accuracy and surface finish in turning AISI 1040 and E4340C steels. **Wear**, v. 249, c. 10-11, p. 932-942, 2001.
- DI COCCO, V.; IACOVIELLO, F.; NATALI, S. Fatigue microstructural Evolution in pseudo elastic NiTi alloy. **Procedia Structural Integrity**, v. 2, p. 1457-1464, 2016.
- DILIBAL, S.; HAMILTON, R.F.; LANBA, A. The effect of employed loading mode on the mechanical cyclic stabilization of NiTi shape memory alloys. **Intermetallics**, v. 89, p. 1-9, 2017.
- DUERIG, T. **Engineering aspects of shape memory alloys**. London: Butterworth-Heinemann, 1990.
- EGGELER, G.; HORNBOGEN, E.; YAWNY, A.; HECKMANN, A.; WAGNER, M., Structural and functional fatigue of NiTi shape memory alloys. **Materials Science and Engineering**, v.378, p.24-33, 2004.
- FARINA, P. F. S. **Efeito das adições de tratamentos criogênicos e de alívio de tensões no ciclo térmico do aço ferramenta AISI D2**. 122 f. Tese (Doutorado em Engenharia) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2011.
- FUNAKUBO, H. **Shape memory alloys**. Gordon & Breach: New York. University of Tokyo, Tóquio, 1987.
- GANDHI, M. V.; THOMPSON, B. D. **Smart Materials and Structures**. Chapman and Hall, London, 1992.
- GEORGE, G.; KAVITHA S.; MAHALAXMI S. An in vitro evaluation of the effect of deep dry cryotreatment on the cyclic fatigue resistance of three rotary nickel titanium instruments. **Journal of Conservative Dentistry**, 2011.
- GOBBI, S. J. **Influência do tratamento criogênico na resistência ao desgaste do aço para trabalho a frio AISI D2**. 96 f. Dissertação (Mestrado em Ciências Mecânicas) - Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade de Brasília, Brasília, 2009.
- HORNBOGEN, E.; HECKMANN, A. Improved fatigue resistance of pseudo-elastic NiTi alloys by thermo-mechanical treatment. **Materialwissenschaft und Werkstofftechnik**, v. 34, p. 464 – 468, 2003.
- IKEDA, T. Constitutive model of shape memory alloys for asymmetric quasiplastic behavior. **Journal of Intelligent Material Systems and Structures**, v. 19, p. 533-540, 2008.
- JANI, J. M.; LEARY, M.; SUBIC, A.; GIBSON, M.A. A review of shape memory alloy research, applications and opportunities. **Materials and Design**, v. 56, p. 1078-1113, 2014.
- JANOCHA, H. **Adaptronics and Smart Structures**. Springer-Verlag, Berlin, 1999.
- JAUREGUIZAHAR, S.; SOUL, H.; CHAPETTI, M.; YAWNY, A. Characterization of fatigue life of ultrafine grained NiTi superelastic wires under uniaxial loading. **Procedia Materials Science**, v. 9, p. 326 – 334, 2015.
- JAUREGUIZAHAR, S.; CHAPETTI, M.; YAWNY, A. Fatigue of NiTi shape memory wires. **Procedia Structural Integrity**, v. 2, p. 1427– 1434, 2016.

- KANG, G.; KAN, Q. **Cyclic Plasticity of Engineering Materials: Experiments and Models**. John Wiley & Sons Ltd., 2017.
- KANG, G.; SONG, D. Review on structural fatigue of NiTi shape memory alloys: Pure mechanical and thermo-mechanical ones. **Theoretical and Applied Mechanics Letters**, v. 5, p. 245-254, 2015.
- KAYNAK, Y.; KARACA, H.E.; NOEBE, R.D.; JAWAHIR, I.S. Tool-wear analysis in cryogenic machining of NiTi shape memory alloys: A comparison of tool-wear performance with dry and MQL machining. **Wear**, v. 306, n. 1–2, p. 51-63, 2011.
- KIM, J. W.; GRIGGS, J. A.; REGAN, J. D.; ELLIS R. A.; CAI, Z. Effect of cryogenic treatment on nickel-titanium endodontic instruments. **International Endodontic Journal**, v. 38, p. 364-371, 2005.
- KOZLICK S. B. **Effect of Cryogenic Treatment on the Mechanical Properties of NickelTitanium Shape Memory Alloys**. 113 f. Tese de Doutorado – Department of Mechanical and Industrial Engineering, College of Engineering at the University Montreal, Quebec, Canada, 2013.
- KURDJUMOV, G. V.; KHANDROS L. G. First reports of the thermoelastic behavior of the martensitic phase of Au-Cd alloys. **Doklady Akademii Nauk SSSR 66**, Leningrad, v. 66, p. 211-213, 1949.
- LAGOUDAS, D. C. **Shape Memory Alloys: Modeling and Engineering Applications**. New York: Springer, 2008.
- LEMANSKI, J. L. **Cryogenic Shape Memory Alloy Actuators for Spaceport Technologies: Materials Characterization And Prototype Testing**. 106 f. Tese de Doutorado - Department of Mechanical, Materials and Aerospace Engineering, College of Engineering at the University of Central Florida, Orlando, 2005.
- LEO, D. J. **Engineering Analysis of Smart Material Systems**. John Wiley & Sons Inc., New Jersey, 2007.
- LIANG, C.; ROGERS, C. A. Design of Shape Memory Alloy Springs With Applications in Vibration Control. **Journal of Vibrations and Acoustics**, v. 115, p. 129-135, 1993.
- MAGELA, J. O. **Influência de tratamentos térmicos e mecânicos nas temperaturas de transformação martensítica em ligas Ni-Ti com efeito memória de forma**. 126 f. 86, Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de Ouro Preto. Escola de Minas. Rede Temática em Engenharia de Materiais. Ouro Preto, 2010.
- MALETTA, C.; SGAMBITERRA, E.; FURGIUELE, F.; CASATI, R.; TUISSI, A. Fatigue of pseudoelastic NiTi within the stress-induced transformation regime: a modified Coffin-Mason approach. **Smart Materials and Structures**, v. 21, 2012.
- MALETTA, C.; SGAMBITERRA, E.; FURGIUELE, F.; CASATI, R.; TUISSI, A. Fatigue properties of a pseudoelastic NiTi alloy: Strain ratcheting and hysteresis under cyclic tensile loading. **International Journal of Fatigue**, v. 66, p. 78 – 85, 2014.
- MAMMANO, G.S.; DRAGONI, E. Functional fatigue of Ni–Ti shape memory wires under various loading conditions. **International Journal of Fatigue**, v. 69, p. 71–83, 2014.
- MAHTABI, M. J.; SHAMSAEI, N.; MITCHELL, M. R. Fatigue of Nitinol: The state-of-the-art and ongoing challenges. **Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials**, v. 50, p. 228 – 254, 2015.
- MAHTABI, M. J.; SHAMSAEI, N. A modified energy-based approach for fatigue life prediction of superelastic NiTi in presence of tensile mean strain and stress. **International Journal of Mechanical Sciences**, v. 117, p. 321 – 333, 2016.
- MIYAZAKI, S.; IMAI, T.; IGO, Y.; OTSUKA, K. Effect of cyclic deformation on the pseudoelasticity characteristics of Ti-Ni alloys. **Metallurgical Transactions A**, v. 17A, 115-120, 1986.
- MOHAMMADI. Z; SOLTANI. M.K; SHALAV; ASGARY S. A Review of the Various Surface Treatments of NiTi Instruments. **Iranian Endodontic Journal**. v. 4, p. 235-240, 2014.

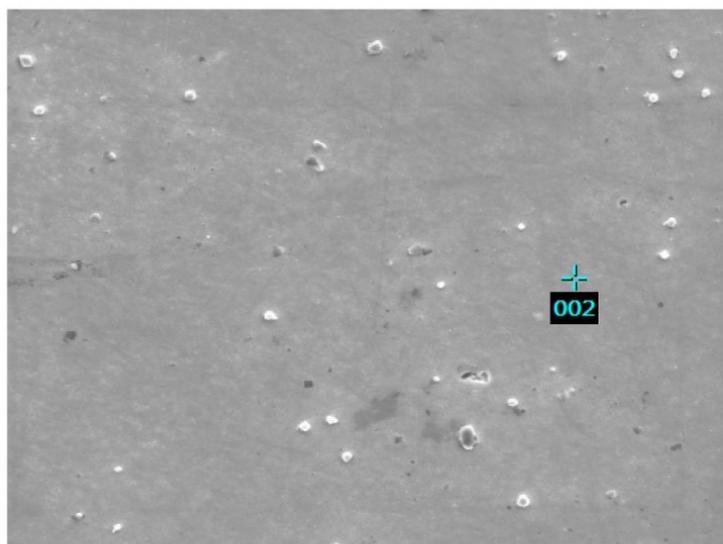
- MOLINARI, A.; PELLIZZARI, M.; GIALENELLA, S.; STRAFFELINI, G.; STIASNY, K.H. Effect of deep cryogenic treatment on the mechanical properties of tool steels. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 118, p. 350-355, 2001.
- MONTECINOS, S. Influence of microstructural parameters on damping capacity in CuAlBe shape memory alloys. **Materials & Design**, v. 68, 2014.
- MÜLLER, I.; SEELECKE, S. Thermodynamic aspects of shape memory alloys. **Mathematical and Computer Modelling**, v. 34, p. 1307-1355, 2001.
- ÖRLANDER, A. An electrochemical investigation of solid cadmium-gold alloys. **Am Chem Soc**, v. 54, p. 3819 – 3833, 1932.
- OTSUKA, K.; WAYMAN, C.M., **Shape Memory Materials**, Cambridge: Cambridge University Press, 1998.
- Properties and Applications of Nitinol Wire. Disponível em: <<https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=11852>>. Acesso em: 01/10/2017.
- RAHIM, M. et al. Impurity levels and fatigue lives of pseudoelastic NiTi shape memory alloys. **Acta Materialia**, v. 61, i. 10, p. 3667-3686, 2013.
- RHYIM, Y.-M. et al. Effect of deep cryogenic treatment on carbide precipitation and mechanical properties of tool steel. **Solid State Phenomena**, v. 118, p. 9-14, 2006.
- SAADAT, S.; SALICHS, J.; NOORI, M.; HOU, Z.; DAVOODI, H.; BAR-ON, I.; SUZUKI, Y.; MASUDA, A. An overview of vibration and seismic applications of NiTi shape memory alloy. **Smart Materials and Structures**, v. 11, p. 218, 2002.
- SEELECKE, S. Equilibrium thermodynamics of pseudoelasticity and quasiplasticity. **Continuum Mech. Thermodyn.**, v. 8, p. 309-322, 1996.
- SHI, X. B.; GUO, F. M.; ZHANG, J. S.; DING, H. L.; CUI, L. S. Grain size effect on stress hysteresis of nanocrystalline NiTi alloys. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 688, p. 62 – 68, 2016.
- SINGH, A.; CHANDAK, M.G.; SAXENA, A. Effect of cryogenic treatment on nickeltitanium endodontic instruments. **International Journal of Dental Clinics**, v. 5 n. 1 p.4-7, 2013.
- SINHA, A.; MONDAL, B.; MAJI, B. C.; CHATTOPADHYAY, P. P. Enhanced shape recovery in cryogenically treated martensitic Ti–Ni alloys. **Materials Science and Engineering: A**, v. 580, n.15 p.273-278, 2013.
- SOMERDAY, M.; COMSTOCK JR., R. J.; WERT, J. A. Effect of Grain Size on the Observed Pseudoelastic Behavior of a Cu-Zn-Al Shape Memory Alloy. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 28A, p. 2335 – 2341, 1997.
- SRINIVASAN, A. V.; McFARLAND, D. M. **Smart Structures: Analysis and Design**. Cambridge University Press, Cambridge, 2001.
- TOBUSHI, H.; NAKAHARA, T; SHIMENO, Y. et al. Low-cycle fatigue of NiTi shape memory alloy and formulation of fatigue life. **ASME J. Eng. Mater. Technol.**, v. 122, p. 186-191, 2000.
- TYC, O.; PILCH, J.; SITTNER, P. Fatigue of superelastic NiTi wires with different plateau strain. **Procedia Structural Integrity**, v. 2, p. 1489-1496, 2016.
- UJJWAL, K.; BORKAR, A.; OSWAL, P.; BHARGAVA, K. Effect of cryogenic treatment on fracture resistance of Nickel Titanium rotary instruments a systematic review. **IJCRR**, v. 9, i. 15, p. 32-36, 2017.
- ULLAKO, K., HUANG, J. K., KANTNER, C., O'HANDLEY, R. C., KOKO-RIN, V. V., Large magnetic-field-induced strains in Ni<sub>2</sub>MnGa single crystals. **Applied Physics Letters**, v. 69 (13), 1966-1968, 1996.
- VALES, S. S. **Estudo da Influência do Tratamento Criogênico no Aço AISI H13**. 107 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Programa de Pós-Graduação Integridades em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2010.

- VERNON, L. B.; VERNON, H. M. Process of manufacturing articles of thermoplastic synthetic resins. US Patent 2234993, 1941.
- VINOTHKUMAR, T. S.; MIGLANI R.; LAKSHMINARAYANANAN, L. Deep Dry Cryogenic Treatment and Its Effect on NiTi Rotary Instruments. **Journal of Endodontics**, v. 33, N. 11, p. 1355–1358, 2007.
- VINOTHKUMAR, T.; DEIVANAYAGAM K.; GOPALAKRISHNAN P.; ARUNACHALAM R.; Microstructure of cryogenically treated martensitic shape memory nickel-titanium alloy. **Journal of Conservative Dentistry**, v. 9, p. 51-517, 2015.
- VINOTHKUMAR TS, KANDASWAMY D, PRABHAKARAN G, RAJADURAI A. Mechanical behavior of deep cryogenically treated martensitic shape memory nickeltitanium rotary endodontic instruments. **Eur J Dent**. v. 10 (2), p. 183-187, 2016.
- VOJTECH, D. et al. Effects of short-time heat treatment and subsequeute chemical surface treatment on the mechanical properties, low-cycle fatigue behavior and corrosion resistance of a Ni-Ti (50.9% at.% Ni) biomedical alloy wire used for the manufacture of stents. **Materials Science and Engineering A**, v. 528, p. 1864 – 1876, 2011.
- WAGNER, M. et al. Structural fatigue of pseudoelastic NiTi shape memory wires. **Materials Science and Engineering A**, v. 378, p. 105 – 109, 2004.
- WALKER, J. A., GABRIEL, K. J., MEHREGANY, M., Thin-film processing of TiNi shape memory alloy, **Sensors and Actuators**, A21-A23, p. 243-246, 1990.
- WANG, X. M. et al. An experimental study of the superelastic behavior in NiTi shape memory alloys under biaxial proportional and non-proportional cyclic loadings. **Mechanics of Materials**, v. 42, p. 365-373, 2010.
- WAYMAN, C.M.; HARRISON, J.D. The Origins of the Shape Memory Effect. **Journal of The Minerals, Metals & Materials Society**, v. 9, p. 26-28, 1989.
- WURZBACH. R. N.; DEFELICE, W. **Improving component wear performance through cryogenic treatment**. In: Lubrication Excellence, Noria Corporation, 2004.
- YAZDIZADEH M, SKINI M, HOSEINI GOOSHEH SM, JAFARZADEH M, SHAMOHAMMADI M, RAKHSHAN V. Effect of Deep Cryogenic Treatment on Cyclic Fatigue of Endodontic Rotary Nickel Titanium Instruments. **Iran Endod J.**, v. 12 (2), p. 216-219, 2017.
- YIN, H.; HE, Y.; MOUMNI, Z.; SUN, Q. Effects of grain size on tensile fatigue life of nanostructured NiTi shape memory alloy. **International Journal of Fatigue**, v. 88, p. 166-177, 2016.
- YUN, D.; XIAOPING, L.; HONGSHEN. X. Deep cryogenic treatment of high speed steel and its mechanism. **Heat Treatment of Metals**, v. 3, p., 55-59, 1998.
- ZHANG, J.; PEREZ, R. J.; LAVERNIA, E. J. Documentation of damping capacity of metallic, ceramic and metal-matrix composite materials. **Journal of Materials Science**, v. 28, p. 2395 – 2404, 1993.
- ZHMUD, E. S. Improved Tool Life After Shock Cooling. **Metal Science and Heat Treatment**, v. 22, n. 10, p. 701-703, 1980.
- ZURBITU, J. et al. Impact fatigue behavior of superelastic NiTi shape memory alloy wires. **Materials Science and Engineering A**, v. 528, p. 764-769, 2010.

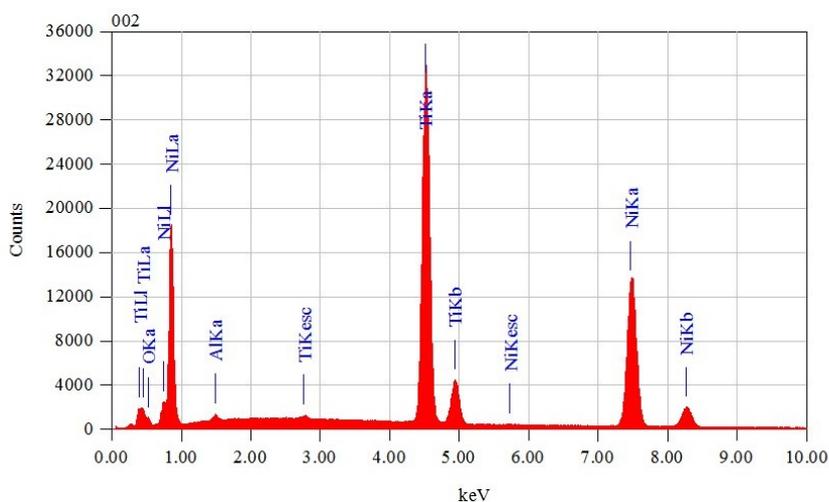
- CP STC – 5 mm

View001

Lab 1/1



Title : IMG1  
 Instrument : 7100F  
 Volt : 20,00 kV  
 Mag. : x 950  
 Date : 2018/05/29  
 Pixel : 512 x 384



Acquisition Parameter  
 Instrument : 7100F  
 Acc. Voltage : 20.0 kV  
 Probe Current: 1.00000 nA  
 PHA mode : T3  
 Real Time : 64.69 sec  
 Live Time : 50.00 sec  
 Dead Time : 22 %  
 Counting Rate: 29137 cps  
 Energy Range : 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

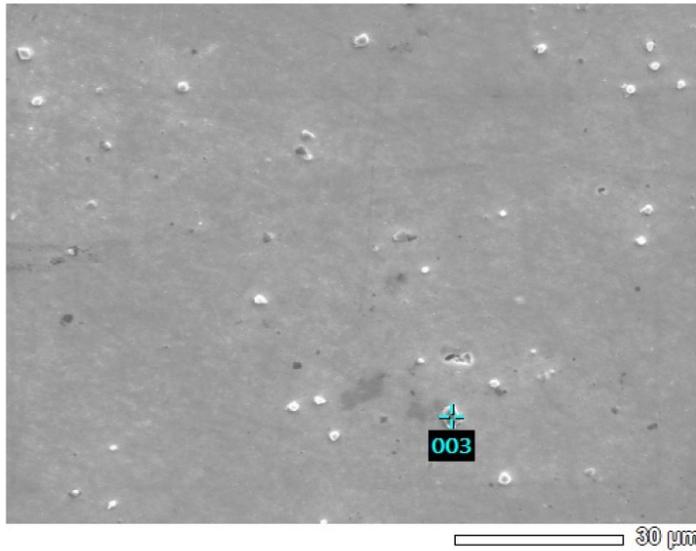
Fitting Coefficient : 0.0769

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
O	0.525	2.30	0.09	7.24				1.0612
Al	1.486	0.45	0.02	0.84				0.2316
Ti	4.508	43.53	0.11	45.80				44.5166
Ni	7.471	53.72	0.19	46.12				54.1907
Total		100.00		100.00				

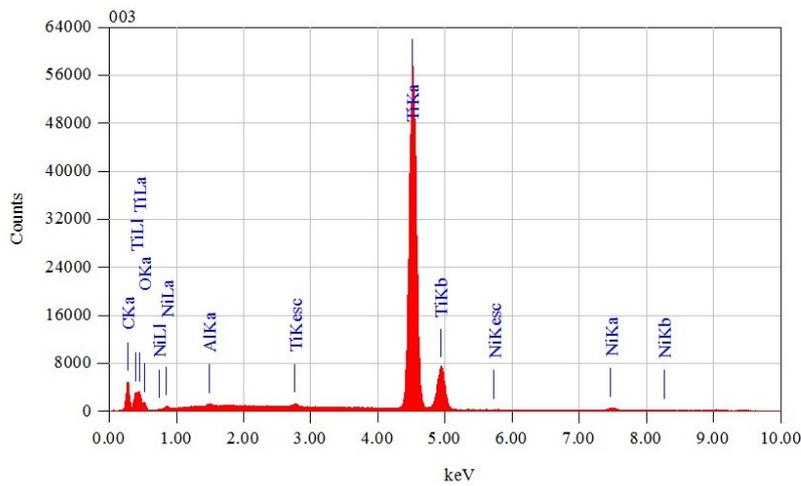
• CP STC – 5 mm

View001

Lab 1/1



Title : IMG1  
 -----  
 Instrument : 7100F  
 Volt : 20,00 kV  
 Mag. : x 950  
 Date : 2018/05/29  
 Pixel : 512 x 384



Acquisition Parameter  
 Instrument : 7100F  
 Acc. Voltage : 20.0 kV  
 Probe Current: 1.00000 nA  
 PHA mode : T3  
 Real Time : 63.38 sec  
 Live Time : 50.00 sec  
 Dead Time : 21 %  
 Counting Rate: 27187 cps  
 Energy Range : 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

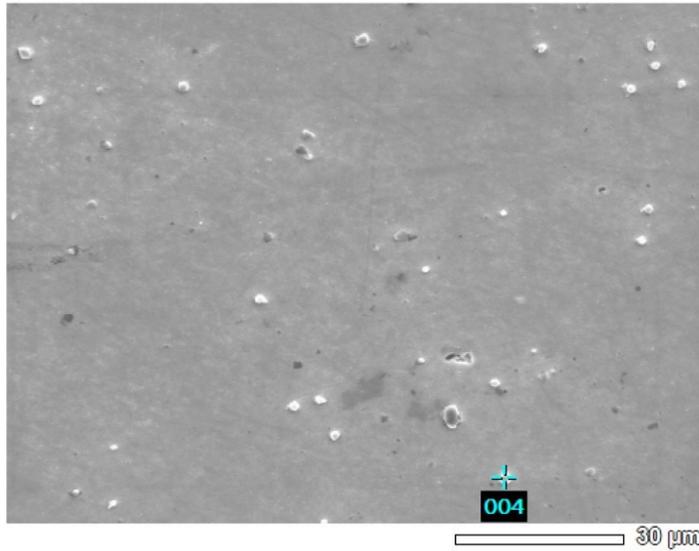
Fitting Coefficient : 0.0628

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
C	0.277	16.99	0.07	40.24				8.3607
O	0.525	8.87	0.23	15.77				2.1942
Al	1.486	0.26	0.01	0.27				0.2184
Ti	4.508	72.37	0.14	42.98				87.5235
Ni	7.471	1.51	0.04	0.73				1.7033
Total		100.00		100.00				

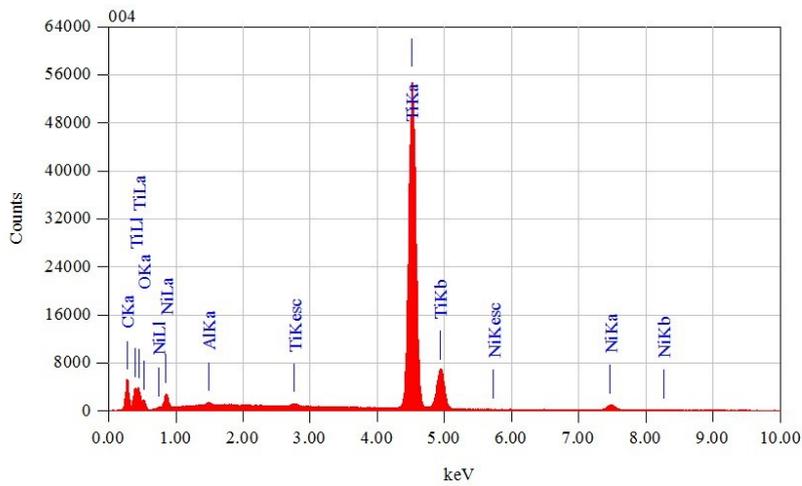
- CP STC – 5 mm

View001

Lab 1/1



Title : IMG1  
 Instrument : 7100F  
 Volt : 20,00 kV  
 Mag. : x 950  
 Date : 2018/05/29  
 Pixel : 512 x 384



Acquisition Parameter  
 Instrument : 7100F  
 Acc. Voltage : 20.0 kV  
 Probe Current: 1.00000 nA  
 PHA mode : T3  
 Real Time : 63.55 sec  
 Live Time : 50.00 sec  
 Dead Time : 21 %  
 Counting Rate: 27495 cps  
 Energy Range : 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

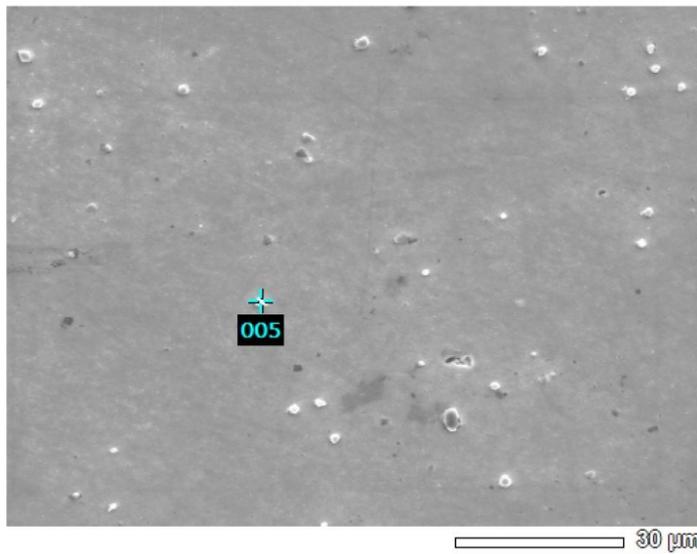
Fitting Coefficient : 0.0618

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
C	0.277	18.15	0.07	41.06				9.0592
O	0.525	11.24	0.25	19.10				3.0519
Al	1.486	0.28	0.01	0.28				0.2404
Ti	4.508	67.13	0.13	38.08				83.9038
Ni	7.471	3.20	0.05	1.48				3.7447
Total		100.00		100.00				

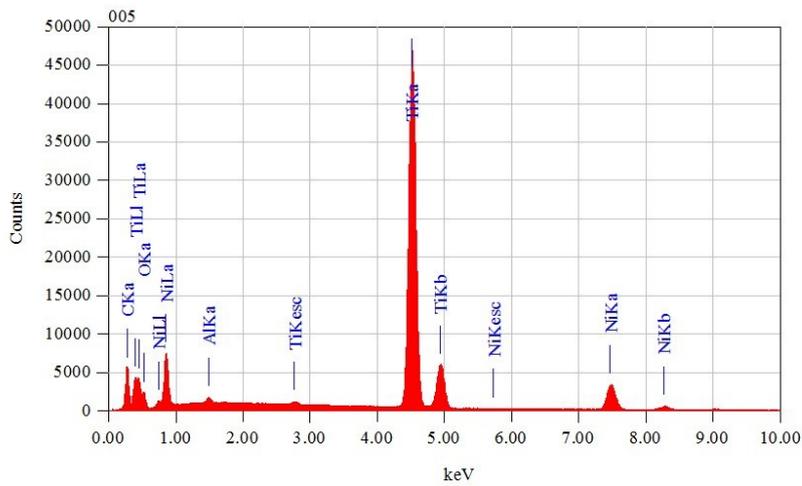
- CP STC – 5 mm

View001

Lab 1/1



Title : IMG1  
 Instrument : 7100F  
 Volt : 20,00 kV  
 Mag. : x 950  
 Date : 2018/05/29  
 Pixel : 512 x 384



Acquisition Parameter  
 Instrument : 7100F  
 Acc. Voltage : 20.0 kV  
 Probe Current: 1.00000 nA  
 PHA mode : T3  
 Real Time : 63.62 sec  
 Live Time : 50.00 sec  
 Dead Time : 21 %  
 Counting Rate: 27698 cps  
 Energy Range : 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

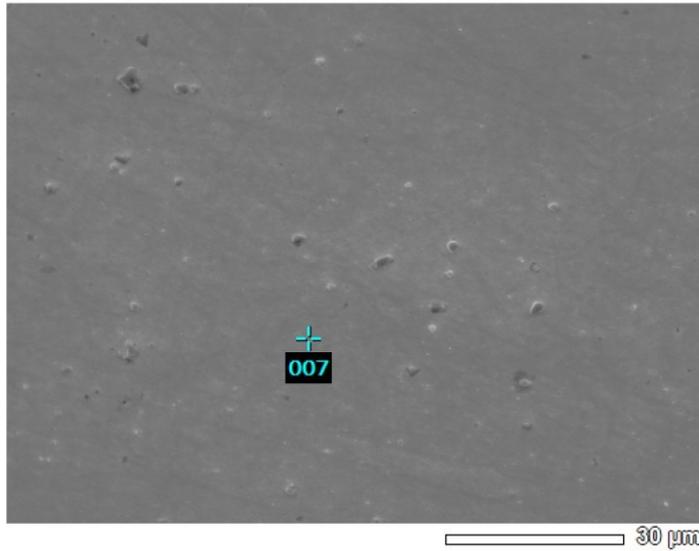
Fitting Coefficient : 0.0629

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
C	0.277	20.56	0.08	43.95				9.6450
O	0.525	13.54	0.23	21.72				4.6542
Al	1.486	0.40	0.01	0.38				0.3480
Ti	4.508	53.89	0.11	28.88				70.8750
Ni	7.471	11.61	0.09	5.08				14.4778
Total		100.00		100.00				

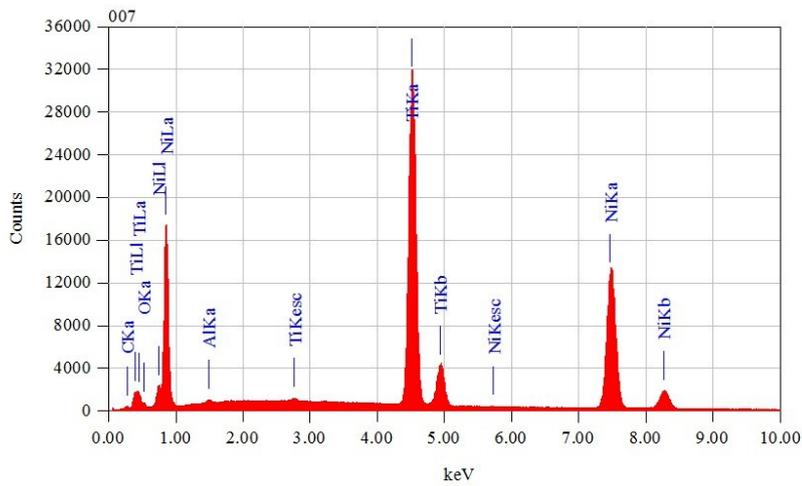
- CP STC – 10 mm

View002

Lab 1/1



```
Title      : IMG1
-----
Instrument  : 7100F
Volt       : 20,00 kV
Mag.       : x 1,000
Date       : 2018/05/29
Pixel      : 512 x 384
```



```
Acquisition Parameter
Instrument  : 7100F
Acc. Voltage : 20.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode   : T3
Real Time  : 64.01 sec
Live Time  : 50.00 sec
Dead Time  : 21 %
Counting Rate: 28059 cps
Energy Range : 0 - 20 keV
```

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

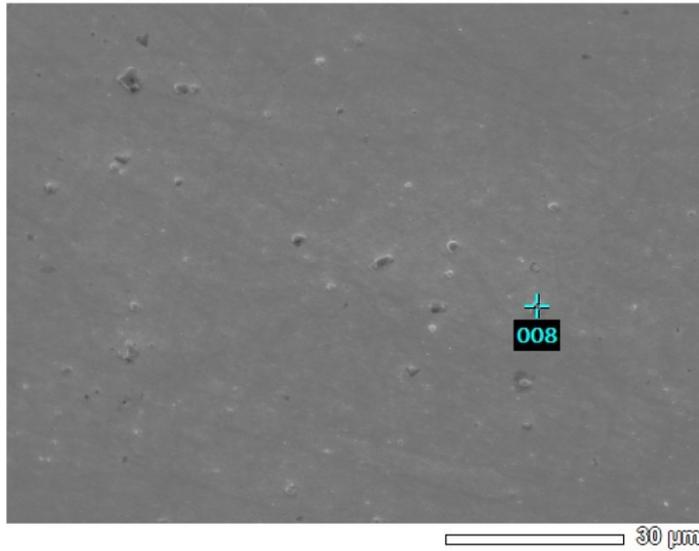
Fitting Coefficient : 0.0743

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
C	0.277	1.12	0.03	4.74				0.2639
O	0.525	0.46	0.06	1.45				0.2081
Al	1.486	0.24	0.02	0.46				0.1238
Ti	4.508	43.69	0.11	46.27				44.5715
Ni	7.471	54.49	0.20	47.08				54.8327
Total		100.00		100.00				

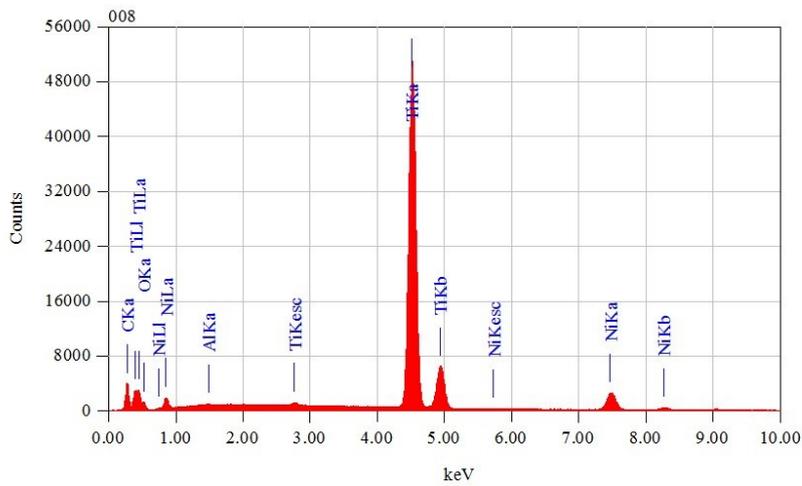
- CP STC – 10 mm

View002

Lab 1/1



Title : IMG1  
 Instrument : 7100F  
 Volt : 20,00 kV  
 Mag. : x 1,000  
 Date : 2018/05/29  
 Pixel : 512 x 384



Acquisition Parameter  
 Instrument : 7100F  
 Acc. Voltage : 20.0 kV  
 Probe Current: 1.00000 nA  
 PHA mode : T3  
 Real Time : 62.92 sec  
 Live Time : 50.00 sec  
 Dead Time : 20 %  
 Counting Rate: 26345 cps  
 Energy Range : 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

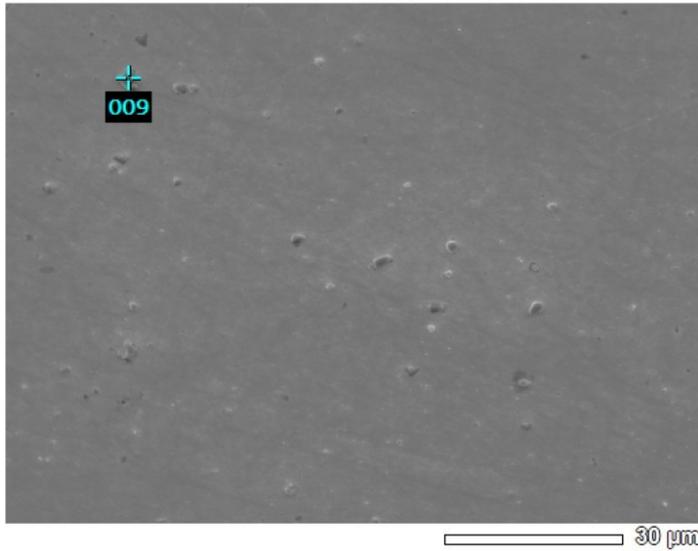
Fitting Coefficient : 0.0648

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
C	0.277	16.41	0.07	40.55				7.1039
O	0.525	7.06	0.20	13.11				1.9330
Al	1.486	0.12	0.01	0.13				0.0923
Ti	4.508	66.41	0.13	41.16				79.5922
Ni	7.471	10.01	0.09	5.06				11.2785
Total		100.00		100.00				

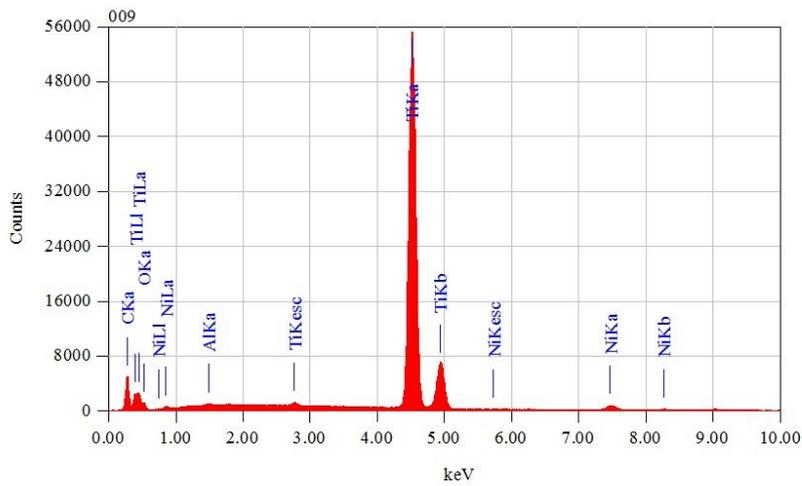
• CP STC – 10 mm

View002

Lab 1/1



Title : IMG1  
 Instrument : 7100F  
 Volt : 20,00 kV  
 Mag. : x 1,000  
 Date : 2018/05/29  
 Pixel : 512 x 384



Acquisition Parameter  
 Instrument : 7100F  
 Acc. Voltage : 20.0 kV  
 Probe Current: 1.00000 nA  
 PHA mode : T3  
 Real Time : 62.85 sec  
 Live Time : 50.00 sec  
 Dead Time : 20 %  
 Counting Rate: 26216 cps  
 Energy Range : 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

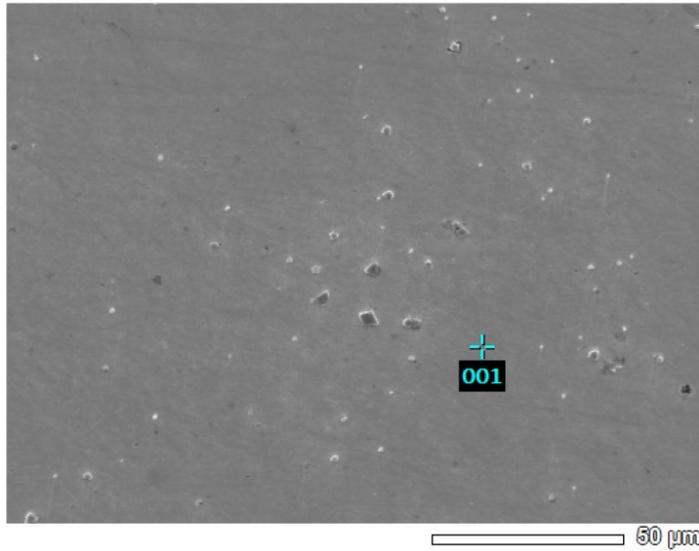
Fitting Coefficient : 0.0625

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
C	0.277	18.64	0.07	43.78				9.1087
O	0.525	7.27	0.21	12.82				1.7891
Al	1.486	0.13	0.01	0.13				0.1057
Ti	4.508	71.37	0.14	42.03				86.0922
Ni	7.471	2.58	0.05	1.24				2.9043
Total		100.00		100.00				

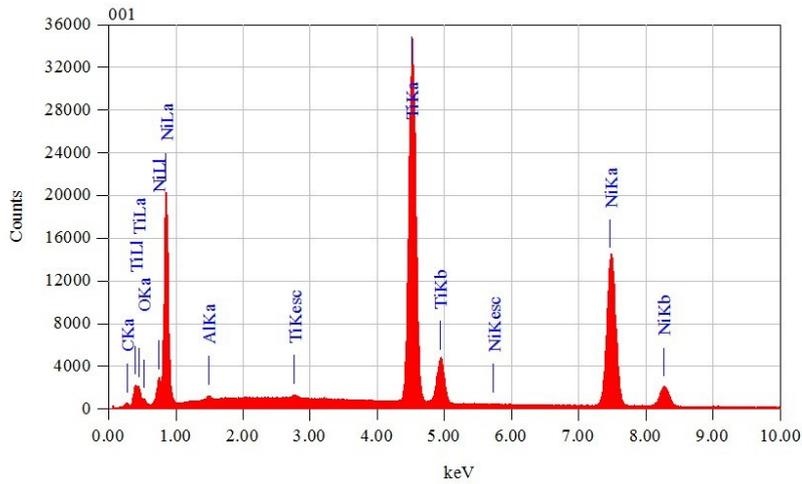
- CP TC – 5 mm

View000

Lab 1/1



Title : IMG1  
 Instrument : 7100F  
 Volt : 20,00 kV  
 Mag. : x 650  
 Date : 2018/05/29  
 Pixel : 512 x 384



Acquisition Parameter  
 Instrument : 7100F  
 Acc. Voltage : 20.0 kV  
 Probe Current: 1.00000 nA  
 PHA mode : T3  
 Real Time : 65.74 sec  
 Live Time : 50.00 sec  
 Dead Time : 23 %  
 Counting Rate: 30915 cps  
 Energy Range : 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

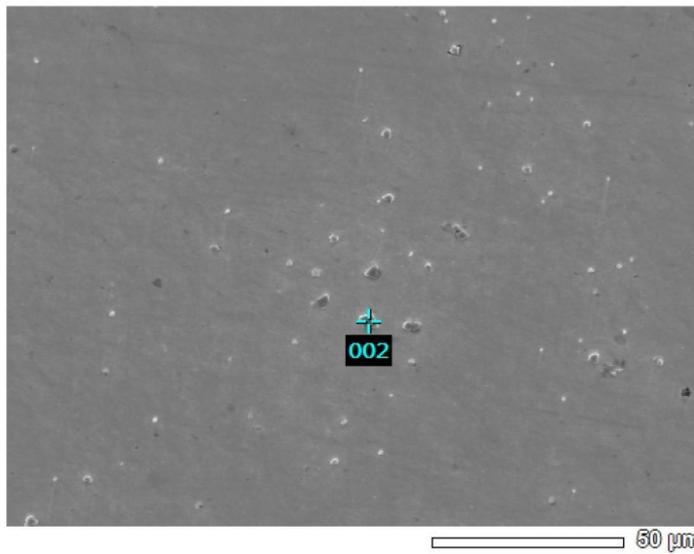
Fitting Coefficient : 0.0779

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
C K*	0.277	1.61	0.03	6.75				0.3792
O K*	0.525	0.19	0.06	0.61				0.0886
Al K*	1.486	0.28	0.02	0.53				0.1455
Ti K	4.508	43.34	0.11	45.44				44.3231
Ni K	7.471	54.57	0.19	46.68				55.0636
Total		100.00		100.00				

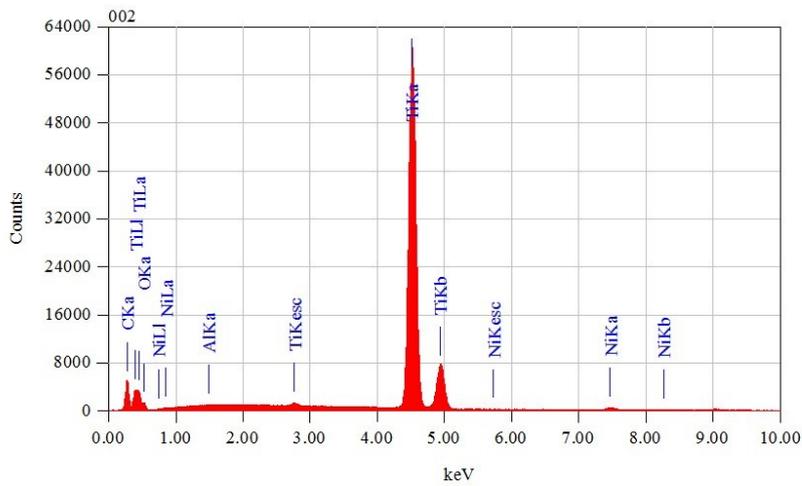
- CPTC – 5 mm

View000

Lab 1/1



Title : IMG1  
 Instrument : 7100F  
 Volt : 20,00 kV  
 Mag. : x 650  
 Date : 2018/05/29  
 Pixel : 512 x 384



Acquisition Parameter  
 Instrument : 7100F  
 Acc. Voltage : 20.0 kV  
 Probe Current: 1.00000 nA  
 PHA mode : T3  
 Real Time : 64.21 sec  
 Live Time : 50.00 sec  
 Dead Time : 22 %  
 Counting Rate: 28661 cps  
 Energy Range : 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

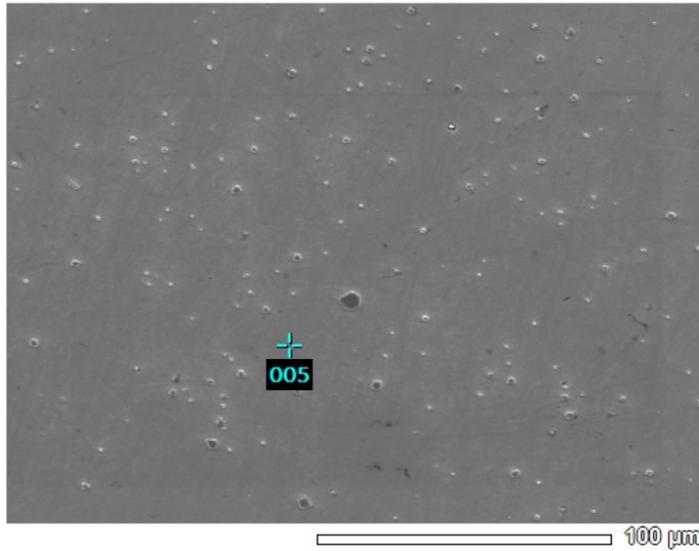
Fitting Coefficient : 0.0632

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
C	0.277	17.18	0.07	41.70				8.3300
O	0.525	6.62	0.21	12.06				1.5565
Al	1.486	0.04	0.01	0.04				0.0306
Ti	4.508	74.64	0.14	45.44				88.4032
Ni	7.471	1.53	0.04	0.76				1.6798
Total		100.00		100.00				

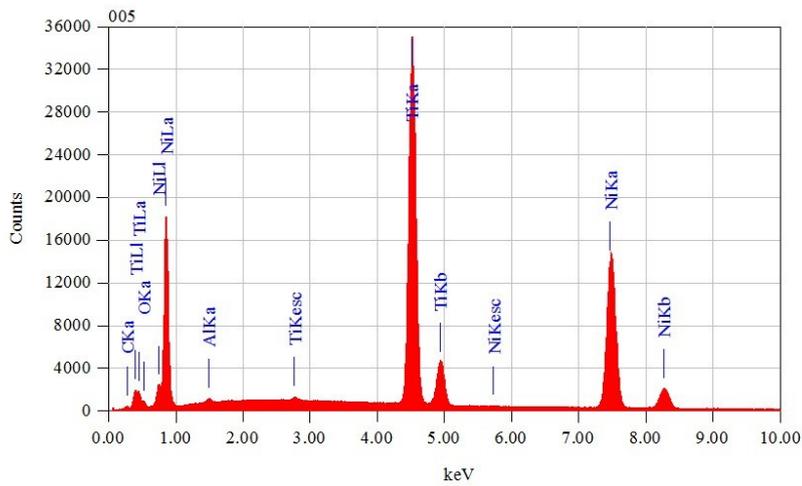
- CP TC – 10 mm

View001

Lab 1/1



Title : IMG1  
 Instrument : 7100F  
 Volt : 20,00 kV  
 Mag. : x 500  
 Date : 2018/05/29  
 Pixel : 512 x 384



Acquisition Parameter  
 Instrument : 7100F  
 Acc. Voltage : 20.0 kV  
 Probe Current: 1.00000 nA  
 PHA mode : T3  
 Real Time : 65.41 sec  
 Live Time : 50.00 sec  
 Dead Time : 23 %  
 Counting Rate: 30403 cps  
 Energy Range : 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

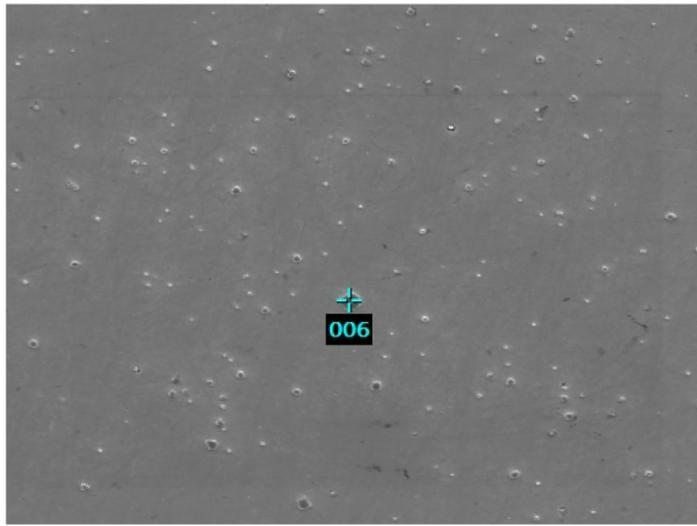
Fitting Coefficient : 0.0763

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
C	0.277	1.03	0.02	4.32				0.2429
O	0.525	1.07	0.07	3.37				0.4931
Al	1.486	0.30	0.02	0.56				0.1532
Ti	4.508	43.18	0.11	45.24				44.1775
Ni	7.471	54.41	0.19	46.51				54.9333
Total		100.00		100.00				

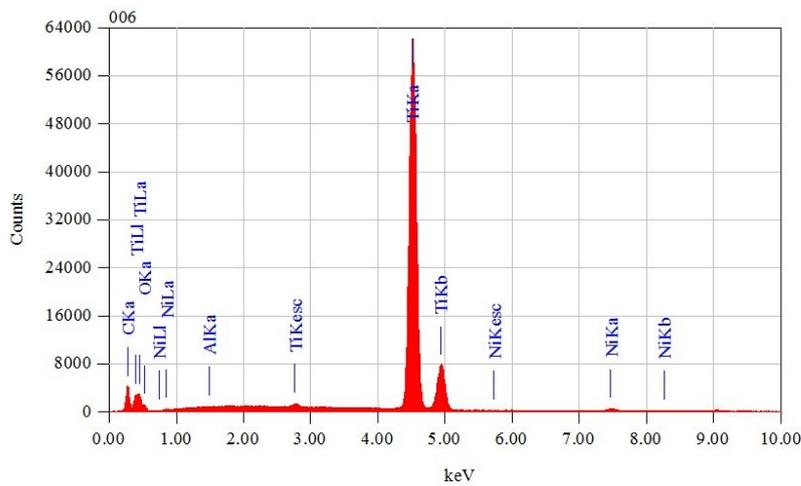
• CP TC – 10 mm

View001

Lab 1/1



Title : IMG1  
 Instrument : 7100F  
 Volt : 20,00 kV  
 Mag. : x 500  
 Date : 2018/05/29  
 Pixel : 512 x 384



Acquisition Parameter  
 Instrument : 7100F  
 Acc. Voltage : 20.0 kV  
 Probe Current: 1.00000 nA  
 PHA mode : T3  
 Real Time : 64.19 sec  
 Live Time : 50.00 sec  
 Dead Time : 22 %  
 Counting Rate: 28519 cps  
 Energy Range : 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.0635

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
C	0.277	14.80	0.06	37.92				6.9703
O	0.525	5.85	0.20	11.25				1.3254
Al	1.486	0.01	0.01	0.01				0.0071
Ti	4.508	78.09	0.14	50.16				90.3553
Ni	7.471	1.25	0.03	0.66				1.3419
Total		100.00		100.00				