



PROJETO DE GRADUAÇÃO

**INFLUÊNCIA DA TAXA DE RESFRIAMENTO E
DO TEMPO DE ENCHARQUE CRIOGÊNICO EM
PROPRIEDADES TÉRMICAS E MECÂNICAS DE
UMA LIGA NiTi**

Por,
Leonardo Arantes Ayres Lopes

Brasília, 27 de junho de 2014

UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA

FACULDADE DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECANICA

UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA
Faculdade de Tecnologia
Departamento de Engenharia Mecânica

PROJETO DE GRADUAÇÃO

INFLUÊNCIA DA TAXA DE RESFRIAMENTO E DO TEMPO DE ENCHARQUE CRIOGÊNICO EM PROPRIEDADES TÉRMICAS E MECÂNICAS DE UMA LIGA NiTi

POR,

Leonardo Arantes Ayres Lopes

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

Banca Examinadora

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

Prof. Palloma Vieira Muterlle, UnB/ ENM

Prof. Daniel Monteiro Rosa, UnB/ ENM

Brasília, 27 de Junho de 2014

RESUMO

As ligas com memória de forma (*Shape Memory Alloys - SMA*) são uma família de ligas metálicas que exibem basicamente dois comportamentos excepcionais: pseudoelasticidade e efeito de memória de forma. Isso quer dizer que esses materiais podem sofrer uma deformação através de um carregamento mecânico e retornar para suas formas originais com o descarregamento e um aquecimento respectivamente. Tais comportamentos possibilitam o emprego desses materiais no desenvolvimento de aplicações nas mais diversas áreas. Podem-se executar tratamentos criogênicos a diferentes temperaturas para verificar a influência das propriedades mecânicas e térmicas em ligas com memória de forma compostas por NiTi. A liga foi caracterizada através de dureza (escala Rockwell B), em relação às temperaturas de transformação de fases e calor latente de transformação, Calorimetria Diferencial de Varredura, módulo de elasticidade e amortecimento (Técnica de Excitação por Impulso). A partir de uma análise comparativa dos resultados da liga tratada e não tratada observou-se a influência do tratamento criogênico nessas ligas.

ABSTRACT

Shape Memory Alloys - SMA are a family of metal alloys that have basically two kinds of behaviors: pseudoelasticity and shape memory effect. This means that these materials can undergo deformation by a mechanical load and return to their original forms with the unloading and warming. Such behaviors allow the use of these materials in the development of applications for many different purposes.

May be carried out cryogenic treatments at different temperatures to verify the influence of, mechanical and thermal properties in shape memory alloys composed of NiTi. The alloy was characterized by Differential Scanning Calorimetry), hardness (Rockwell scale), elastic modulus and damping (Technique Impulse Excitation). From a comparative analysis of untreated and treated alloy was observed to influence the cryogenic treatment in these alloys.

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	1
1.1	MOTIVAÇÃO DO TRABALHO	1
1.2	OBJETIVO	2
1.3	METODOLOGIA	2
1.4	ESTRUTURA DO TRABALHO	2
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	3
2.1	LIGAS COM MEMÓRIA DE FORMA	3
2.2	TRANSFORMAÇÃO DE FASE MARTENSÍTICA TERMOELÁSTICA	4
2.3	COMPORTAMENTO TERMOMECÂNICO DAS SMA	5
2.3.1	QUASIPLASTICIDADE	5
2.3.2	PSEUDOELASTICIDADE	6
2.3.3	EFEITO MEMÓRIA DE FORMA	8
2.4	LIGAS NiTi	9
2.4.1	APLICAÇÕES DAS LIGAS NiTi	11
2.4.1.1	APLICAÇÕES EM TUBULAÇÕES	11
2.4.1.2	APLICAÇÕES NA AERONÁUTICA	12
2.4.1.3	APLICAÇÕES NA MEDICINA	13
2.5	PROPRIEDADES	16
2.5.1	MÓDULO ELÁSTICO	16
2.5.2	DUREZA	16
2.5.3	AMORTECIMENTO	17
2.5.3.1	AMORTECIMENTO VISCOELÁSTICO	19
2.6	TÉCNICAS UTILIZADAS	21
2.6.1	CARACTERIZAÇÃO DO MÓDULO ELÁSTICO E DO AMORTECIMENTO	21
2.6.2	TÉCNICA DE EXCITAÇÃO POR IMPULSO	24
2.6.3	CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE VARREDURA (DSC)	25
2.7	TRATAMENTO CRIOGÊNICO	26
2.7.1	TÉCNICAS	27
3	MATERIAIS E MÉTODOS	29
3.1	MATERIAIS ANALISADOS	29
3.1.1	COMPOSIÇÃO QUÍMICA	29
3.1.2	CORPOS DE PROVA	29
3.2	TRATAMENTOS CRIOGÊNICOS	34
3.3	TÉCNICA DE EXCITAÇÃO POR IMPULSO - SONELASTIC®	37
3.4	ENSAIO DE DUREZA	38
3.5	CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE VARREDURA (DSC)	39
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	43
4.1	RESULTADO E ANÁLISE DO ENSAIO DINÂMICO	43
4.2	RESULTADO E ANÁLISE DO ENSAIO DE DUREZA ROCKWELL B.	48
4.3	RESULTADO E ANÁLISE DO ENSAIO TÉRMICO	51
5	CONCLUSÕES	60
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	62
	ANEXOS	64

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 - Curva fração volumétrica de martensita (ξ) x temperatura(T).....	3
Figura 2.2 - Movimento coordenado dos átomos e deformação cisalhante na transformação martensítica (Novák et al., 2008).....	4
Figura 2.3 - Curva Tensão-Deformação quasiplástica típica ..	6
Figura 2.4 - Curva tensão-deformação pseudoelástica típica ..	7
Figura 2.5- Representação esquemática das transformações de fase (Lagoudas, 2008. Modificado)..	7
Figura 2.6 - Curvas tensão-deformação pseudoelástica – Típica.	8
Figura 2.7 - Efeito de Memória de Forma – Esquemático (Paiva, 2003)..	8
Figura 2.8 - Efeito de Memória de Forma – Esquemático.....	9
Figura 2.9 - Diagrama de fases da liga Ni-Ti (Otsuka, K. and X. Ren, 2005).....	10
Figura 2.10 - Modelo de esferas reduzidas que representam as estruturas correspondentes às fases austenítica e martensítica (Santos, 2008).....	11
Figura 2.11 - Acoplamento SMA: inserção dos tubos, a frio; martensita, ajuste dos tubos devido ao aquecimento da manga, transformação da martensita em austenita (Funakubo, 1987).....	12
Figura 2.12 - Aerofólio com SMA (Lockheed Martins, 2006).....	13
Figura 2.13 - Filtro de Simon – dispositivo cardiovascular (Lagoudas, 2008)..	13
Figura 2.14 - Evolução da forma durante o aquecimento (Fernandes, 2003)..	14
Figura 2.15 - Implante de placa óssea utilizada para reparar uma fratura na mandíbula (Castilho et al, 2011)..	15
Figura 2.16 - Arcos ortodônticos de SMA (Lagoudas,2008).....	15
Figura 2.17 - Relação da força em função da separação interatômica para átomos com ligações fracas e com ligações fortes (Callister, 2007. Modificado)....	16
Figura 2.18 - Ciclo de histerese típica para amortecimento mecânico (Rao, 2008).	18
Figura 2.19 - Modelo de um oscilador harmônico amortecido (amortecedor viscoelástico) (Cossolino & Pereira, 2010.....	19
Figura 2.20 - Ilustração do fator de amortecimento (Cossolino & Pereira, 2010).....	21
Figura 2.21 – Resposta ao Impulso para um oscilador simples.....	22
Figura 2.22 - Resumo das principais informações para a determinação do amortecimento pelo método do decremento logarítmico (Cossolino & Pereira, 2010).....	24
Figura 2.23 - Equipamento típico de Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC), (Perkin Elmer, 2011).....	25
Figura 2.24 - Diagrama esquemático de uma curva de DSC para uma SMA mostrando as temperaturas de transformação de fase e o calor latente associado (Lagoudas, 2008. Modificado).....	26
Figura 3.1 - Corpos de prova de NiTi tratado criogenicamente com tempo de encharque de 15 minutos (NiTi_TC15min, à esquerda) e sem tratamento (NiTi_ST, à direita) utilizados nos ensaios da Técnica de Excitação por Impulso e de Dureza.....	29
Figura 3.2 - Corpos de prova de NiTi tratado criogenicamente com tempo de encharque de 8 horas (NiTi_TC8h) utilizados nos ensaios da Técnica de Excitação por Impulso e de Dureza.....	30
Figura 3.3 - Corpos de prova de NiTi tratado criogenicamente com tempo de encharque de 16 horas (NiTi_TC16h) utilizados nos ensaios da Técnica de Excitação por Impulso e de Dureza.....	30
Figura 3.4 - Corpos de prova de NiTi tratado criogenicamente com tempo de encharque de 24 horas (NiTi_TC24h) utilizados nos ensaios da Técnica de Excitação por Impulso e de Dureza	30
Figura 3.5 - Recipiente onde foi armazenado nitrogênio líquido.....	35
Figura 3.6 - Aquecimento do corpo de prova até a temperatura ambiente	35

Figura 3.7 - Equipamento para tratamento criogênico Kryos Tecnologia (Gobbi, 2009).....	36
Figura 3.8 - Curva geral de resfriamento e aquecimento do tratamento criogênico profundo.....	36
Figura 3.9 - Sonelastic®; 1: Sistema de suporte Sonelastic RTS-Auto; 2:Sistema de excitação Sonelastic IED1; 3:Pulsador com solenóide tubular1; 4: Microfone; 5: Corpo de prova (Cossolino & Pereira, 2010. Modificado).....	37
Figura 3.10 - Durômetro <i>Pantec</i> modelo <i>Rasn-Rs Panambra</i>	38
Figura 3.11 - Equipamento DSC 8000 Perkin Elmer®	39
Figura 3.12 - Cortadeira elétrica Struers secotom15	40
Figura 3.13 - Banho de Limpeza Ultrassom - Q335D.	40
Figura 3.14 - Duplo-forno que permite a medição direta do fluxo de calor	41
Figura 3.15 - Ciclo de aquecimento e resfriamento usados para o ensaio de DSC.....	42
Figura 4.1- Módulo de elasticidade dos corpos de prova de NiTi sem tratamento, com tratamento criogênico profundo e tratado criogenicamente de forma brusca com 15 minutos, 8 horas, 16 horas e 24 horas de tempo de encharque, via Sonelastic®	46
Figura 4.2 - Fator de Amortecimento dos corpos de prova de NiTi sem tratamento, com tratamento criogênico profundo e tratado criogenicamente de forma brusca com 15 minutos, 8 horas, 16 horas e 24 horas de tempo de encharque, via Sonelastic®.....	47
Figura 4.3 – Dureza dos corpos de prova de NiTi sem tratamento, tratado criogenicamente de forma brusca e com tratamento criogênico profundo (Albano, 2013)	51
Figura 4.4 – Curva de DSC para a liga NiTi sem tratamento criogênico	52
Figura 4.5 – Curva de DSC para a liga NiTi com tratamento criogênico profundo (NiTi_TCP), (Albano, 2013).....	52
Figura 4.6 - Curva de DSC para a liga NiTi tratada criogenicamente de forma brusca, 15 minutos de encharque (NiTi_TC15min).....	53
Figura 4.7 - Curva de DSC para a liga NiTi tratada criogenicamente de forma brusca, 8 horas de encharque (NiTi_TC8h).	53
Figura 4.8 – Curva de DSC para a liga NiTi tratada criogenicamente de forma brusca, 16 horas de encharque (NiTi_TC16h).....	54
Figura 4.9 – Curva de DSC para a liga NiTi tratada criogenicamente de forma brusca, 16 horas de encharque (NiTi_TC24h).....	54
Figura 4.10 – Temperatura de início da fase martensita dos corpos de prova de NiTi sem tratamento, com tratamento criogênico profundo e tratado criogenicamente de forma brusca com 15 minutos, 8 horas, 16 horas e 24 horas de tempo de encharque	56
Figura 4.11 - Temperatura final da fase martensita dos corpos de prova de NiTi sem tratamento, com tratamento criogênico profundo e tratado criogenicamente de forma brusca com 15 minutos, 8 horas, 16 horas e 24 horas de tempo de encharque..	56
Figura 4.12 – Temperatura de início da fase austenita dos corpos de prova de NiTi sem tratamento, com tratamento criogênico profundo e tratado criogenicamente de forma brusca com 15 minutos, 8 horas, 16 horas e 24 horas de tempo de encharque	57
Figura 4.13 – Temperatura final da fase austenita dos corpos de prova de NiTi sem tratamento, com tratamento criogênico profundo e tratado criogenicamente de forma brusca com 15 minutos, 8 horas, 16 horas e 24 horas de tempo de encharque	57
Figura 4.14 – Temperatura do Pico Exotérmico dos corpos de prova de NiTi sem tratamento, com tratamento criogênico profundo e tratado criogenicamente de forma brusca com 15 minutos, 8 horas, 16 horas e 24 horas de tempo de encharque	58
Figura 4.15 – Temperatura do Pico Endotérmico dos corpos de prova de NiTi sem tratamento, com tratamento criogênico profundo e tratado criogenicamente de forma brusca com 15 minutos, 8 horas, 16 horas e 24 horas de tempo de encharque	58

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 - Principais características das fases martensita e austenita.	5
Tabela 2.2 - Técnicas de ensaio de dureza (Callister, 2007).	17
Tabela 3.1 - Composição química da liga NiTi (Albano, 2013).....	29
Tabela 3.2 - Parâmetros geométricos e de massa do corpo de prova cilíndrico sem tratamento criogênico.	31
Tabela 3.3 - Parâmetros geométricos e de massa do corpo de prova cilíndrico tratado criogenicamente com tempo de encharque de 15 minutos.	31
Tabela 3.4- Parâmetros geométricos e de massa do corpo de prova 1 cilíndrico tratado criogenicamente com tempo de encharque de 8 horas.	431
Tabela 3.5 - Parâmetros geométricos e de massa do corpo de prova 2 cilíndrico tratado criogenicamente com tempo de encharque de 8 horas.	32
Tabela 3.6 - Parâmetros geométricos e de massa do corpo de prova 3 cilíndrico tratado criogenicamente com tempo de encharque de 8 horas	32
Tabela 3.7 - Parâmetros geométricos e de massa do corpo de prova 1 cilíndrico tratado criogenicamente com tempo de encharque de 16 horas.....	32
Tabela 3.8 - Parâmetros geométricos e de massa do corpo de prova 2 cilíndrico tratado criogenicamente com tempo de encharque de 16 horas.....	33
Tabela 3.9 - Parâmetros geométricos e de massa do corpo de prova 3 cilíndrico tratado criogenicamente com tempo de encharque de 16 horas.....	33
Tabela 3.10 - Parâmetros geométricos e de massa do corpo de prova 1 cilíndrico tratado criogenicamente com tempo de encharque de 24 horas.....	33
Tabela 3.11 - Parâmetros geométricos e de massa do corpo de prova 2 cilíndrico tratado criogenicamente com tempo de encharque de 24 horas.....	31
Tabela 3.12 - Parâmetros geométricos e de massa do corpo de prova 3 cilíndrico tratado criogenicamente com tempo de encharque de 24 horas.....	31
Tabela 4.1- Resultado do ensaio da Técnica de Excitação por Impulso para material sem tratamento (NiTi_ST)	43
Tabela 4.2 - Resultado do ensaio da Técnica de Excitação por Impulso para o material com tratamento criogênico profundo (Albano, 2013) (NiTi_TCP).....	44
Tabela 4.3 - Resultado do ensaio da Técnica de Excitação por Impulso para o material tratado criogenicamente de forma brusca, 15 minutos de encharque (NiTi_TC15min) ...	44
Tabela 4.4 - Resultado do ensaio da Técnica de Excitação por Impulso para material sem tratamento (NiTi_ST)	44
Tabela 4.5 - Resultado do ensaio da Técnica de Excitação por Impulso para os corpos de prova 1, 2 e 3 tratado criogenicamente de forma brusca, 8 horas de encharque (NiTi_TC8h)	45
Tabela 4.6 - Resultado do ensaio da Técnica de Excitação por Impulso para os corpos de prova 1, 2 e 3 tratado criogenicamente de forma brusca, 24 horas de encharque (NiTi_TC24h).	45
Tabela 4.7 - Resultado do ensaio de Dureza Rockwell para material sem tratamento (NiTi_ST).....	48
Tabela 4.8 - Resultado do ensaio de Dureza Rockwell para o material com tratamento criogênico profundo (Albano, 2013) (NiTi_TCP)	48
Tabela 4.9 - Resultado do ensaio de Dureza Rockwell para o material tratado criogenicamente de forma brusca, 15 minutos de encharque (NiTi_TC15min)	49
Tabela 4.10 - Resultado do ensaio de Dureza Rockwell para os materiais tratados criogenicamente de forma brusca, 8 horas de encharque (NiTi_TC8h)	49
Tabela 4.11 - Resultado do ensaio de Dureza Rockwell para os materiais tratados criogenicamente de forma brusca, 16 horas de encharque (NiTi_TC16h)	49
Tabela 4.12 - Resultado do ensaio de Dureza Rockwell para os materiais tratados criogenicamente de forma brusca, 24 horas de encharque (NiTi_TC24h)	50
Tabela 4.13 - Temperaturas de Transformação de Fases e Calores Latentes de Transformação das Ligas NiTi sem tratamento e tratadas criogenicamente obtidos a partir do DSC	55

LISTA DE SÍMBOLOS

Símbolos Latinos

T	Temperatura
d'	Capacidade de amortecimento por unidade de volume
D_0	Deformação quasiplástica
M_s	Início da transformação direta da austenita em martensita
M_f	Final da transformação da austenita em martensita
M_p	Temperatura de pico exotérmico
M_d	Maior temperatura na qual a martensita será formada,
A_s	Temperatura de início da transformação reversa da martensita em austenita
A_f	Temperatura final da transformação reversa da martensita em austenita
A_p	Temperatura de pico endotérmico
E	Módulo de elasticidade
Q	Fator de Qualidade
C	Comprimento do corpo de prova

Símbolos Gregos

ζ	Fração volumétrica de martensita
σ_{crit}	Tensão crítica
ε_L	Deformação recuperável máxima
σ^{Ms}	Tensão inicial da transformação da martensita induzida por tensão
σ^{Mf}	Tensão final da transformação da martensita induzida por tensão
σ^{As}	Tensão inicial da transformação da austenita induzida por tensão
σ^{Af}	Tensão final da transformação da austenita induzida por tensão
σ_s	Tensão da martensita maclada
σ_f	Tensão da martensita demaclada
ε	Deformação
ρ	Densidade

Subscritos

$crit$	crítica
s	start
f	final
p	pico
0	equilíbrio
aus	austenita
mar	martensita
max	máximo(a)
L	máximo(a)
$M \rightarrow A$	Transformação da martensita para austenita
$A \rightarrow M$	Transformação da austenita para martensita
ST	Sem Tratamento
TC	Tratado Criogenicamente

Siglas

CFC	Cúbica de Faces Centradas
CCC	Cúbica de Corpo Centrado
TCC	Tetragonal de Corpo Centrado
UnB	Universidade de Brasília
SME	Shape Memory Effect
GDL	Grau De Liberdade
FFT	Transformada Rápida de Fourier
DCT	Deep Cryogenic Treatment
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
SMA	Shape Memory Alloys
ULTP®	Ultra Low Temperature Process
ASTM	American Society for Testing and Materials
DSC	Differential Scanning Calorimeter
EDS	Energy Dispersive x-Ray Detector
HRB	Hardness Rockell B
E(flex)	Módulo de Elasticidade flexional (GPa)
Freq TF	Frequência "Time- Frequency"
ζ TF	Fator de amortcimento "Time Frequency"
NiTi_ST	NiTi Sem Tratamento criogênico
NiTi_TCP	NiTi com Tratamento Criogênico Profundo
NiTi_TC15min	NiTi Tratado Criogenicamente forma brusca tempo de encharque 15 minutos
NiTi_TC8h	NiTi Tratado Criogenicamente forma brusca tempo de encharque de 8 horas
NiTi_TC16h	NiTi Tratado Criogenicamente forma brusca tempo de encharque de 16 horas
NiTi_TC24h	NiTi Tratado Criogenicamente forma brusca tempo de encharque de 24 horas

1 INTRODUÇÃO

1.1 MOTIVAÇÃO DO TRABALHO

O Tratamento Criogênico Profundo (*Deep Cryogenic Treatment* – DCT) é um processo térmico lento e controlado onde um material é resfriado até uma temperatura em torno de -190°C e depois aquecido até a temperatura ambiente (Gobbi, 2009). A utilização de temperaturas abaixo de zero para a melhoria das propriedades de aço não é uma prática recente (Gobbi, 2009).

A literatura apresenta uma série de relatos e experiências criogênicas. A partir da década de 70, com o desenvolvimento de tecnologias a baixas temperaturas, o processo criogênico foi estendido para a faixa de -196°C . Foram reportadas melhorias significativas em diversos ramos da tecnologia (Sartori, 2009). Estudos com temperaturas abaixo de zero passaram a se tornar mais comuns, com isso foram reportadas melhorias significativas relacionadas com o aumento da resistência ao desgaste em aços ferramenta se comparado com ciclos térmicos tradicionais ou com tratamento sub-zero (Eboni, 2010; Farina, 2011; Surberg et al, 2008; Yen, 1997). Isso motivou a pesquisa do efeito do Tratamento Criogênico Profundo nas propriedades termomecânicas das SMA.

As ligas com memória de forma (*Shape Memory Alloy* – SMA) são materiais que apresentam a capacidade de recuperar uma deformação quando sujeitos a um ciclo térmico e/ou mecânico apropriado (Silva & Castilho, 2011). Essa habilidade de “memorizar” é consequência direta da transformação reversível ocorrida na estrutura cristalina do material (Batra, 1999). A característica principal destes materiais é a habilidade de sofrer grandes deformações e, em seguida, recuperar sua forma original quando a carga é removida ou o material é aquecido. As SMA apresentam duas importantes características: efeito memória de forma e pseudoelasticidade. Essas ligas são capazes de recuperar deformações de até 10% quando submetidos a um aquecimento, depois de terem sido deformadas abaixo da temperatura M_f , ou quando submetidas a um ciclo de carregamento e descarregamento acima da temperatura A_f (Pseudoelasticidade) (Lagoudas, 2008). Ambos os fenômenos de recuperação de deformação vêm possibilitando o emprego de SMA em inúmeras aplicações, que vão desde implantes na medicina a engenharia aeroespacial (Otsuka & Wayman, 1998).

Trabalhos recentes sobre o DCT mostram que mudanças microestruturais ocorridas no material podem melhorar significativamente a vida de aços ferramentas (Gobbi, 2009). Todavia, os fenômenos relacionados ao DCT ainda não são compreendidos de forma plena (Gobbi, 2009). A influência do tratamento criogênico em aços ferramentas e outros materiais é tema de vários estudos (Eboni, 2010; Gobbi, 2009; Ashiuchi, 2009; Moreira et al, 2009). Entretanto, ainda é recente a aplicação desse tipo de tratamento nas ligas com memória de forma.

Além disso, existem poucos estudos sobre como as taxas de resfriamento e aquecimento influenciam os resultados do tratamento. Talvez essa seja a variável que causa uma diferença, muitas

das vezes significativas, nos resultados experimentais observados por grupos de pesquisas distintos (Ashiuchi, 2009).

1.2 OBJETIVO

Avaliar o efeito da taxa de resfriamento criogênico em propriedades térmicas (calor latente e temperatura de transformação de fase) e mecânicas (módulo de elasticidade, amortecimento e dureza) de uma liga NiTi.

1.3 METODOLOGIA

A metodologia utilizada é baseada numa análise experimental comparativa de corpos de prova de ligas NiTi tratada e não tratada criogenicamente. Esse estudo é desenvolvido por meio de ensaios mecânicos, dinâmicos e térmicos. De uma forma mais específica:

- Ensaios mecânicos: Dureza Rockwell;
- Ensaios dinâmicos: Técnica de Excitação por Impulso;
- Ensaios térmicos: Calorimetria Diferencial de Varredura.

Por meio destes ensaios serão determinadas as temperaturas de transformação de fase e o calor latente de transformação, a dureza, o módulo de elasticidade e o amortecimento das ligas. Todos os ensaios têm como objetivo comparar qualitativamente e quantitativamente o material tratado criogenicamente e o mesmo material não tratado.

Os resultados serão então comparados e a influência do tratamento criogênico nas propriedades térmicas e mecânicas analisada.

1.4 ESTRUTURA DO TRABALHO

Este trabalho está dividido em cinco capítulos. O capítulo 2 trata da revisão bibliográfica sobre as ligas com memória de forma (SMA), tais como seu comportamento termomecânico, seus aspectos microestruturais, os fenômenos de quasiplasticidade, efeito memória de forma e pseudoelasticidade. O tratamento criogênico, técnicas experimentais utilizadas para caracterização das ligas NiTi e o conceito das propriedades que serão analisadas são abordadas neste capítulo.

O capítulo 3 discorre sobre os materiais e métodos utilizados para desenvolvimento do trabalho. No capítulo 4 são apresentados os resultados dos ensaios da Técnica de Excitação por Impulso, Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC) e Dureza, além da análise dos resultados. A conclusão é apresentada no capítulo 5.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 LIGAS COM MEMÓRIA DE FORMA

As SMA (*Shape Memory Alloy*) constituem um grupo de materiais metálicos capaz de recuperar a forma original pela imposição de um campo de temperatura e/ou de tensão, devido a transformações de fase induzidas no material (Lagoudas, 2008). As SMA apresentam diversas aplicações potenciais baseadas em suas propriedades termoelásticas, efeito memória de forma e pseudoelasticidade (Otsuka K. et al,1999). Esses materiais possuem uma deformação recuperável em torno de 8% (Krishnan, 2004).

O comportamento termomecânico destas ligas é fortemente dependente da temperatura em que elas se encontram, podendo apresentar um comportamento quasiplástico, a temperaturas mais baixas, ou pseudoelástico, a temperaturas mais altas. A habilidade de retornar a um formato ou tamanho previamente definido é decorrente de transformações de fase martensítica induzida térmica e/ou mecanicamente (Delaey et al, 1975).

A Figura 2.1 representa esquematicamente a evolução da fração volumétrica de martensita ξ , definida como sendo a razão entre o volume da fase martensítica e o volume total da liga, em função da temperatura T . São identificadas quatro temperaturas características: M_s (*Martensite start*) é a temperatura inicial de formação de martensita, M_f (*Martensite finish*) é a temperatura final de formação de martensita, A_s (*Austenite start*) é a temperatura inicial de formação de austenita e A_f (*Austenite finish*) é a temperatura final de formação de austenita.

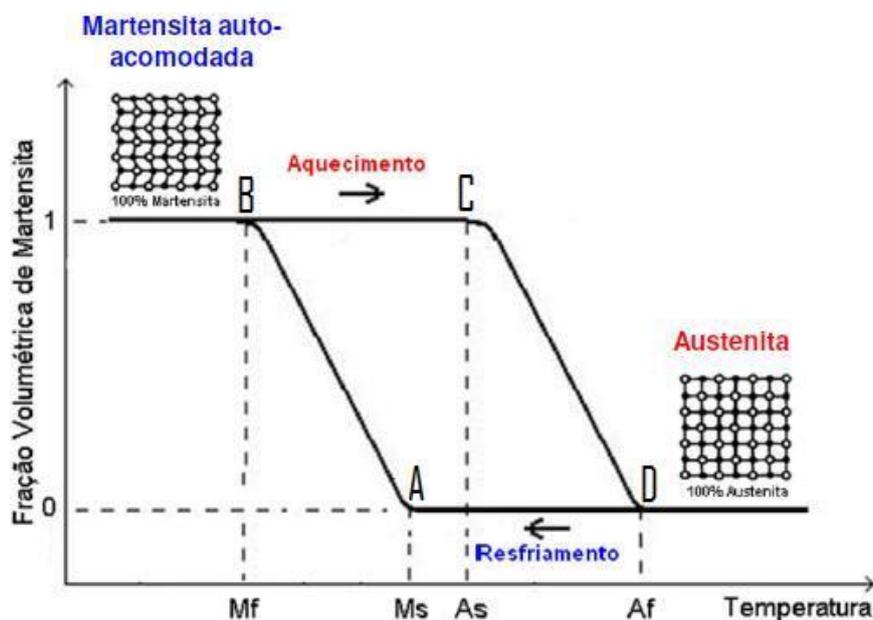


Figura 2.1 - Curva fração volumétrica de martensita (ξ) x temperatura(T).

Acima de A_f a fase estável é a austenita e abaixo de M_f a fase estável é a martensita. Ao ser resfriada a partir de uma temperatura superior a A_f o material atingirá uma temperatura M_s na qual inicia-se a transformação martensítica. Essa transformação completa-se na temperatura M_f . No aquecimento, a partir de uma temperatura inferior a M_f , o material atingirá a temperatura A_s na qual inicia-se a transformação reversa para a austenita. Essa transformação finaliza-se na temperatura A_f .

Para temperaturas abaixo de M_f , as SMA apresentam o efeito de memória de forma e quasiplasticidade, no qual, após um processo de carregamento e descarregamento, a liga retorna à geometria original após aquecê-lo a uma temperatura superior a A_f , promovendo, assim, a recuperação da deformação residual. E acima de A_f , temos o fenômeno da pseudoquasiplasticidade (HODGSON et al., 1990).

Estas temperaturas são características de cada liga e variam em função, basicamente, da composição química e de tratamentos térmicos (Delaey et al., 1975, Otsuka & Wayman, 1998). Portanto, as transformações de fase martensíticas desenvolvem um papel fundamental no comportamento termomecânico das SMA, e de maneira especial as transformações martensíticas termoelásticas.

As mudanças que ocorrem nas estruturas cristalinas das SMA estão relacionadas diretamente com a dissipação de energia devido aos choques de discordância e à criação de defeitos cristalinos. Como resultado tem-se um ciclo de histerese na temperatura, visto na Figura 2.1 (da Silva & Castilho, 2011).

2.2 TRANSFORMAÇÃO DE FASE MARTENSÍTICA TERMOELÁSTICA

A transformação martensítica é um tipo de transformação de fase em que não há movimentos atômicos em distâncias consideráveis, de forma que não há variação de composição química. O movimento cooperativo de átomos conduz à formação de uma nova fase, mais estável, através de uma reordenação atômica a curtas distâncias. A Figura 2.2 ilustra esquematicamente a transformação martensítica. Ela envolve movimento coordenado de átomos e deformação cisalhante.

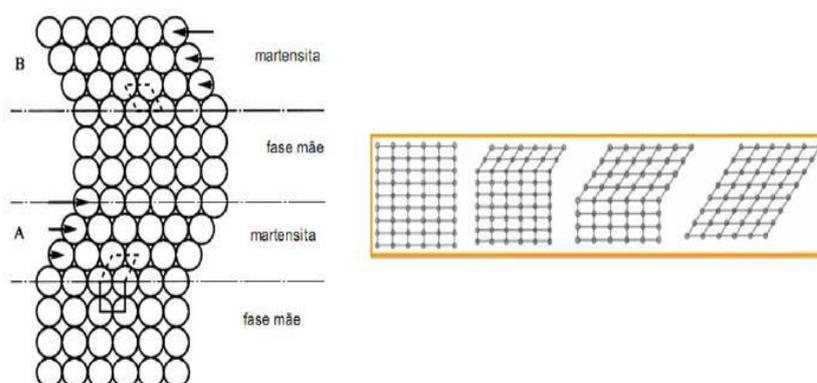


Figura 2.2 – Movimento coordenado dos átomos e deformação cisalhante na transformação martensítica (Novák et al., 2008).

Transformações martensíticas são caracterizadas por um crescimento contínuo com o aumento da temperatura e uma diminuição contínua com o decréscimo de temperatura (Delaey et al, 1974). O comportamento pseudoelástico é análogo ao comportamento termoelástico, só que nesse caso há uma aplicação de tensão no material, então a transformação ocorre com o aumento contínuo da aplicação de tensão e o mesmo é revertido quando a tensão vai diminuindo. De uma maneira geral pseudoelasticidade acontece se a deformação criada ao material por aplicação de uma carga, a uma temperatura constante, for totalmente recuperada (Delaey et al,1974). A deformação quasiplástica é causada pela deformação da forma acompanhando a formação da martensita. Entretanto, a recuperação ocorre quando a transformação é revertida (Delaey et al,1974). A Tabela 2.1 apresenta as principais características mecânicas referentes às fases martensítica e austenítica.

Tabela 2.1 - Principais características das fases martensita e austenita.

Martensita	Austenita
Facilmente deformável	Maior dureza
Estrutura tetragonal de corpo centrado	Estrutura geralmente cúbica
Menos rígida	Fase de maior rigidez ($E_A \approx 3 \cdot E_M$)
Fase de baixa temperatura ($T < M_S$)	Fase de alta temperatura ($T > A_S$)

2.3 COMPORTAMENTO TERMOMECÂNICO DAS SMA

Quando solicitadas mecanicamente e, em função da temperatura, as SMA apresentam basicamente três fenômenos: abaixo de M_f a quasiplasticidade, que é caracterizado por uma grande deformação residual proveniente de uma reorientação martensítica induzida mecanicamente (Krishnan et al, 1974). Acima de A_f a pseudoelasticidade, que é um comportamento caracterizado por uma recuperação de deformação após a retirada da tensão. Essas deformações são oriundas de uma transformação martensítica induzida por tensão (Krishnan et al,1974). O efeito memória de forma é a recuperação da deformação quasiplástica com o aquecimento (Delaey et al, 1974).

2.3.1 QUASIPLASTICIDADE

Considere uma amostra de SMA a uma temperatura inferior a M_f . Nesta temperatura e livre de tensões a liga existe numa fase martensítica denominada auto-acomodada ou maclada (Paiva, 2004). Essa martensita auto-acomodada é caracterizada por uma estrutura formada por diferentes variantes de martensita, com diferentes orientações que podem ser até 24 e é formada com o resfriamento da austenita livre de tensões (Batra, 1999). Na Figura (2.3) considere a existência de apenas duas variantes. Com a aplicação de uma força trativa será observada uma resposta elástica até que uma determinada tensão crítica σ_{CRIT} seja alcançada (ponto A). Em seguida, quando a martensita auto-

acomodada (ou maclada) é submetida a uma tensão superior a σ_{CRIT} , observa-se a formação da martensita reorientada, trecho AB . O processo de reorientação da martensita maclada não envolve deformação plástica. Após uma deformação relativamente grande, que em algumas ligas pode chegar a 10% (Delaey et al., 1975), o material volta a apresentar um comportamento elástico. Ao descarregar a amostra, a mesma manterá a sua deformação, representada por D_0 , como uma deformação quasiplástica. Este comportamento é denominado quasiplasticidade (Paiva, 2004).

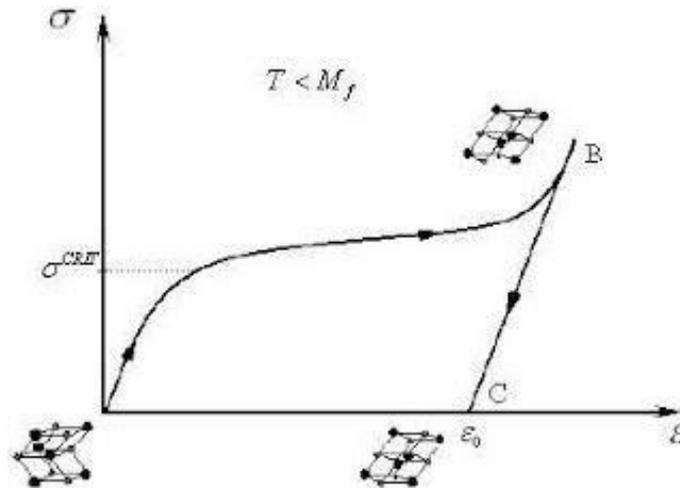


Figura 2.3 - Curva Tensão-Deformação quasiplástica típica

2.3.2 PSEUDOELASTICIDADE

O fenômeno da pseudoelasticidade está associado à transformação martensítica induzida por tensão que acarreta na geração de deformação durante o carregamento e, em seguida, recuperação de forma quando descarregado a temperaturas acima de A_f .

Considere uma amostra de SMA a uma temperatura superior a A_f . Nesta situação, a fase austenítica é a estável (Delaey et al, 1975). De acordo com a Figura (2.4), para uma temperatura constante $T > A_f$, com a aplicação de um carregamento mecânico, o material se comporta elasticamente até que uma tensão crítica σ_{crit} seja alcançada (ponto A), quando, então, dá-se início uma transformação de fase direta (Austenita \rightarrow Martensita), trecho AB . Com a retirada da carga, o material experimenta uma transformação reversa (Martensita \rightarrow Austenita), trecho CD . Já que para $T > A_f$ a martensita é uma fase instável fora da presença de um campo de tensões.

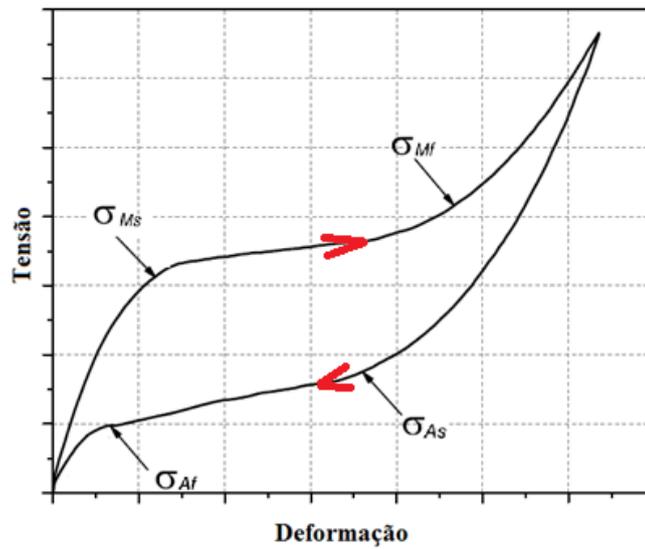


Figura 2.4 - Curva tensão-deformação pseudoelástica esquemática.

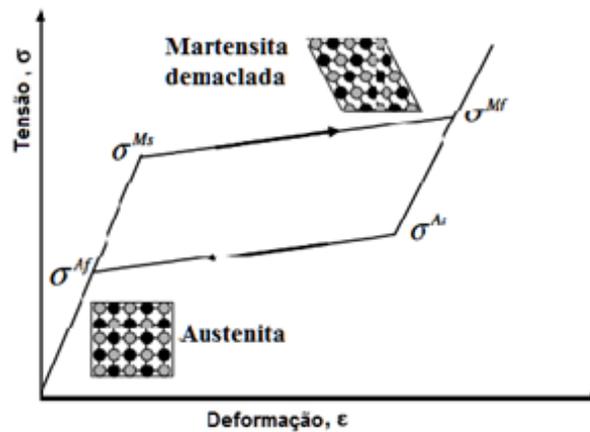


Figura 2.5 - Representação esquemática das transformações de fase (Lagoudas, 2008. Modificado).

As deformações pseudoelásticas podem chegar a 10% em certas ligas, sendo em torno de 8% um valor típico para as ligas NiTi (Krishnan et al,1974). A figura 2.15 ilustra este comportamento esquematicamente. Sob uma tensão trativa, observa-se um comportamento elástico até um determinado nível de tensão. A partir daí observa-se uma deformação relativamente grande com pequena variação da tensão Fig. 2.6. Ao retirar a carga, a liga retorna ao seu estado inicial, descrevendo um ciclo de histerese. A área delimitada pela histerese expressa a energia dissipada durante o processo (Krishnan et al,1974).

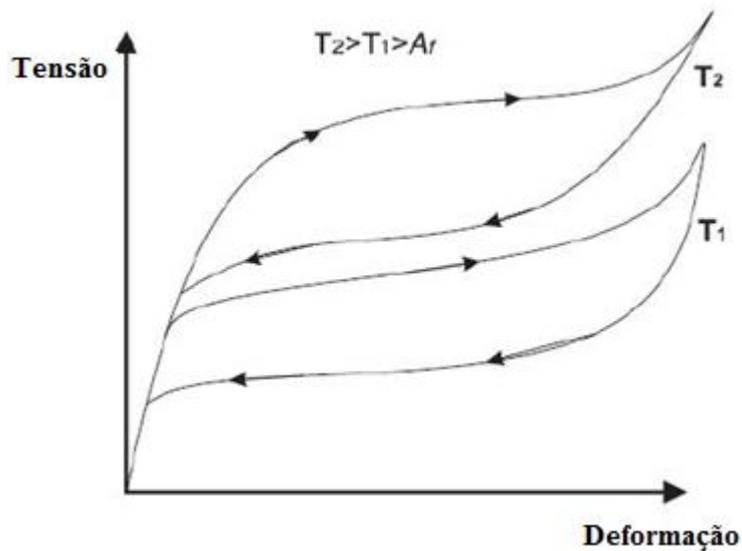


Figura 2.6 – Curvas tensão-deformação pseudoelástica – Típica.

2.3.3 EFEITO MEMÓRIA DE FORMA

Uma SMA exibe o efeito memória de forma (*Shape Memory Effect* – SME) quando é deformada na fase martensítica maclada e, depois, descarregada. Esse processo é basicamente a recuperação de deformação quasiplástica por meio do aquecimento do material deformado a uma temperatura acima da A_f . O aquecimento acima da A_f induz a transformação reversa (Martensita \rightarrow Austenita) e, conseqüentemente, a recuperação da deformação residual D_0 . A Figura (2.7) ilustra esquematicamente esse processo. A recuperação de forma com o aquecimento se explica pelo fato de que acima de A_f a única fase termodinamicamente estável é a austenita, e essa fase desconhece a deformação quasiplástica. A martensita pode existir acima de A_f apenas sob carga (Delaey et al, 1975).



Figura 2.7 – Efeito de Memória de Forma – Esquemático.

A figura 2.8 ilustra o comportamento de memória de forma simples. Quando a SMA está abaixo de M_f ela pode ser facilmente deformada (A – B – C). Entretanto, quando o material é aquecido acima de A_f , ocorre uma mudança na estrutura da liga que a faz retornar a sua forma original (D) e, ao ser resfriada, retorna à condição inicial.

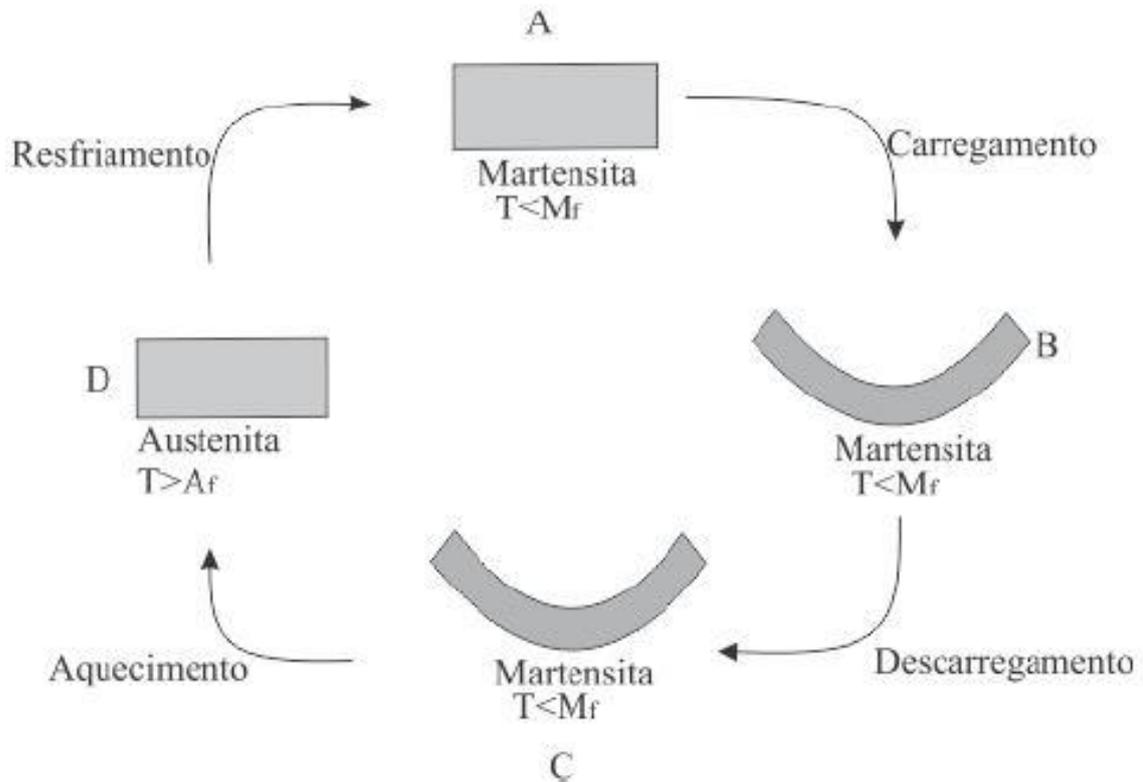


Figura 2.8 – Efeito de Memória de Forma – Esquemático.

2.4 LIGAS NiTi

As ligas NiTi com memória de forma são um composto intermetálico. Este composto apresenta uma solubilidade moderada do Níquel (Ni) e do Titânio (Ti), assim como de outros elementos metálicos, além de apresentar uma ductilidade comparável à de outras ligas metálicas (Krishnan et al, 1974). A composição das ligas é de aproximadamente 55% de Níquel e 45% de Titânio (Figura 2.9).

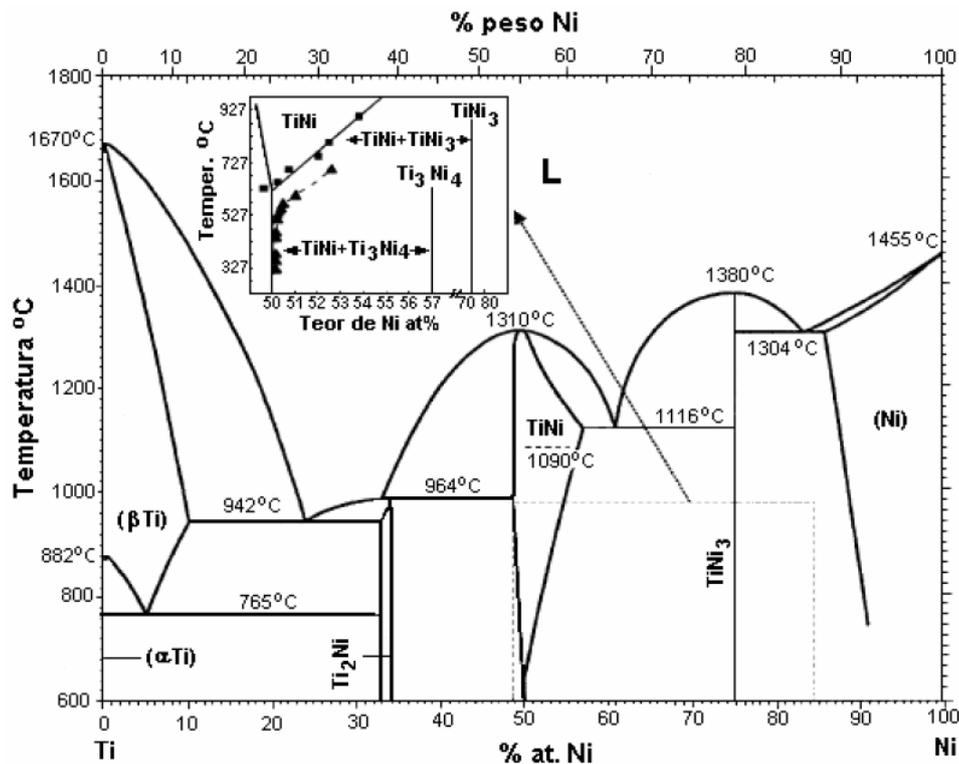


Figura 2.9 - Diagrama de fases da liga Ni-Ti (Otsuka, K. and X. Ren, 2005).

Esta solubilidade de um maior número de elementos permite uma modificação significativa tanto das suas propriedades mecânicas quanto das suas temperaturas de transformação (Frenzel, et al., 2004). O Ferro (Fe) e o Cromo (Cr) também são frequentemente adicionados para baixar as temperaturas de transformação, bem como o Cobre (Cu) que é usado para reduzir a histerese de transformação e diminuir a tensão de orientação da martensita. A presença de elementos de ligas como o Oxigênio (O) e o Carbono (C) podem também alterar as temperaturas de transformação e degradar as propriedades mecânicas, o que faz com que seja desejável minimizar a presença destes elementos (Fernandes, 2003).

Devido à elevada reatividade do Ti, a fusão dessas ligas deve ser feita preferencialmente sob vácuo ou em atmosfera inerte, sendo comercialmente utilizadas técnicas como a fusão por arco de plasma ou por feixe de elétrons, ou ainda por indução sob vácuo (Frenzel, et al., 2004). Os lingotes obtidos são depois conformados a quente por forjamento, laminação ou extrusão. A maioria dos processos de deformação a frio pode ser aplicada a estes materiais, mas a sua capacidade de encruamento é muito acentuada e torna-se por isso necessário fazer um recozimento. A trefilagem é normalmente utilizada para produzir fios com dimensões que podem atingir 0,05mm, apresentando excelentes características de superfície (Fernandes, 2003).

Em temperaturas superiores a A_f , a rede cristalina do NiTi (Ti localiza-se nos vértices e o Ni no centro dos lados ou no centro do corpo) apresenta a matriz formada por austenita cúbica de corpo

centrado, B2. A fase produto, formada a temperaturas abaixo de M_f , é constituída de martensita monoclínica B19 (Zhang e Sehitoglu, 2004).

As ligas NiTi possuem boa combinação de propriedades como a alta resistência mecânica. A boa resistência à corrosão e aos efeitos memória de forma pode ser explorada de várias formas (Frenzel, et al., 2004). No caso das ligas a base de Níquel-Titânio, a fase martensítica apresenta uma estrutura monoclínica **B19'**. Enquanto que a fase austenítica apresenta uma estrutura cúbica de corpo centrado B2 (CCC – B2), onde os átomos de níquel se encontram no centro da estrutura cúbica. A Figura (2.10) apresenta as estruturas correspondentes às fases austenítica e martensítica (Novák et al., 2008).

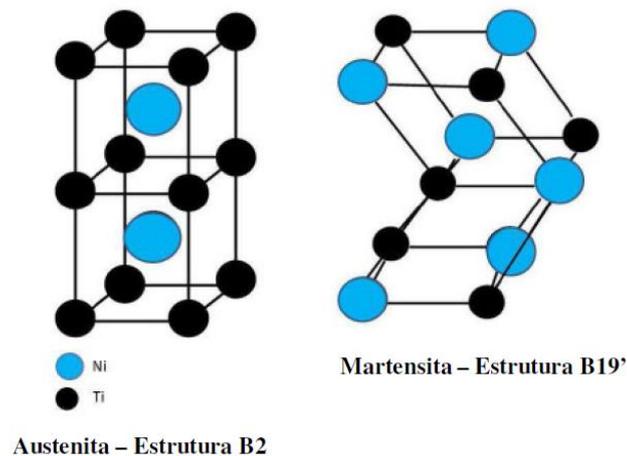


Figura 2.10 - Modelo de esferas reduzidas que representam as estruturas correspondentes às fases austenítica e martensítica (Santos, 2008).

2.4.1 APLICAÇÕES DAS LIGAS NiTi

2.4.1.1 APLICAÇÕES EM TUBULAÇÕES

O fato de ligas NiTi possuírem inúmeras propriedades mecânicas (memória de forma, pseudoelasticidade, biocompatibilidade, resistência à corrosão) possibilita uma gama de aplicações que vão desde a medicina à engenharia aeroespacial (Otsuka, 1998 & Sashihara et al 1938). O foco comercial se dá na área médica e odontológica com produtos tais como *stents*, implantes ortopédicos e aparelhos ortodônticos.

Em se tratando do efeito de memória de forma, o retorno à forma inicial sob tensão é uma situação que pode ser utilizada para acoplamento de tubulações de circuitos hidráulicos, como mostra a Figura 2.11. Estes acoplamentos têm a forma de casquilhos cilíndricos de diâmetro ligeiramente inferior ao dos tubos a que devem ligar-se. São expandidos à baixa temperatura, enquanto se encontram no estado martensítico e quando são aquecidos sofrem uma contração que une as extremidades dos tubos (Fernandes, 2003).

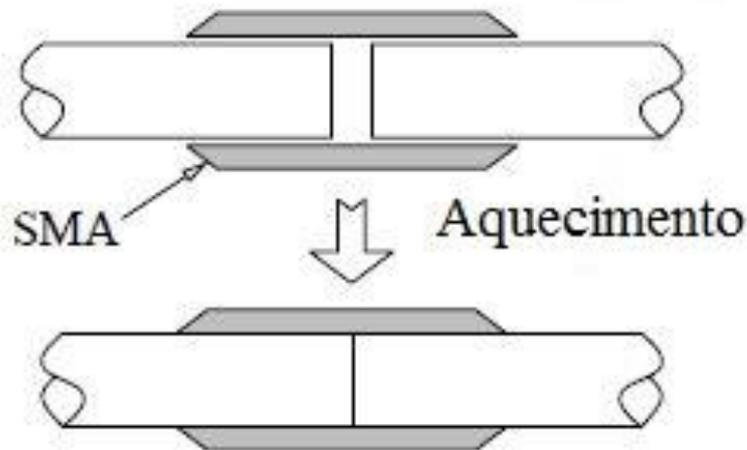


Figura 2.11 – Acoplamento SMA: inserção dos tubos, a frio; martensita, ajuste dos tubos devido ao aquecimento da manga, transformação da martensita em austenita (Funakubo, 1987).

Acoplamentos, uniões e engates são desenvolvidos com estas ligas, devido principalmente à redução do peso (acoplamentos em aeronaves), facilidade de instalação em difícil acesso, confiabilidade comprovada, boa resistência a choques e vibrações, e possibilidade de posterior desmontagem (ao contrário da união feita por solda). Entretanto, o seu relativo alto preço tem sido uma barreira para ampliação do uso comercial.

2.4.1.2 APLICAÇÕES NA AERONÁUTICA

Os *flaps* são estruturas móveis, inseridas nas asas, que promovem o ganho ou perda de altitude ou a mudança de direção de um avião. A manobra de aeronaves depende da eficiência dos *flaps*. Estas estruturas utilizam extensos sistemas hidráulicos que necessitam de bombas e atuadores, elevando o custo e o peso, dois pontos críticos do projeto de aeronaves. Muitas alternativas na indústria aeroespacial estão sendo pesquisadas para contornarem esse problema, e potenciais soluções são as SMA. A empresa *Lockheed Martin* desenvolveu um protótipo de aerofólio flexível atuado por fios de SMA (Figura 2.12), com o objetivo de substituir esses *flaps* atualmente utilizados em aviões. Os fios atuadores são aquecidos pela passagem de corrente elétrica externa. Primeiramente, o aerofólio encontra-se em uma posição neutra, sem atuação. Depois, o atuador é aquecido, encurtando o seu tamanho e puxando para baixo a parte traseira do aerofólio. Neste caso, quando o atuador esfria, a parte traseira volta para a posição de neutralidade.

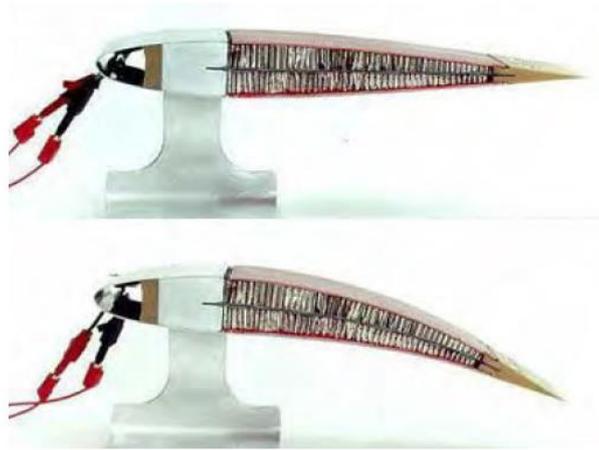


Figura 2.12 - Aerofólio com SMA (Lockheed Martins, 2006).

2.4.1.3 APLICAÇÕES NA MEDICINA

Um importante requisito para qualquer material que é usado no corpo humano é a biocompatibilidade, e as SMA atendem essa exigência. O dispositivo cardiovascular composto de SMA, chamado filtro de Simon consiste em um filtro de coágulos sanguíneos (Figura 2.13). É um fio de NiTi que é previamente deformado para assumir uma forma que lhe permita fixar-se às paredes internas das veias (Lagoudas, 2008). Esse filtro é deformado à baixa temperatura, de modo a poder ser inserido na veia pretendida junto com uma solução salina que o mantém resfriado; ao ser submetido ao calor do corpo humano ele retoma a configuração original, conforme a Figura 2.14

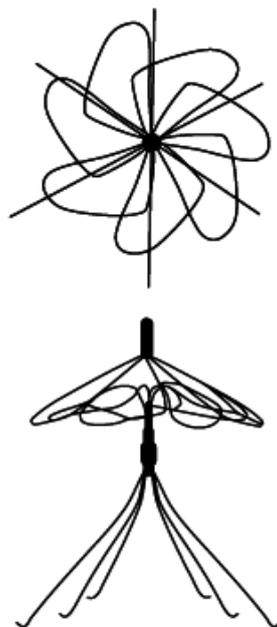


Figura 2.13 - Filtro de Simon – dispositivo cardiovascular (Lagoudas, 2008).

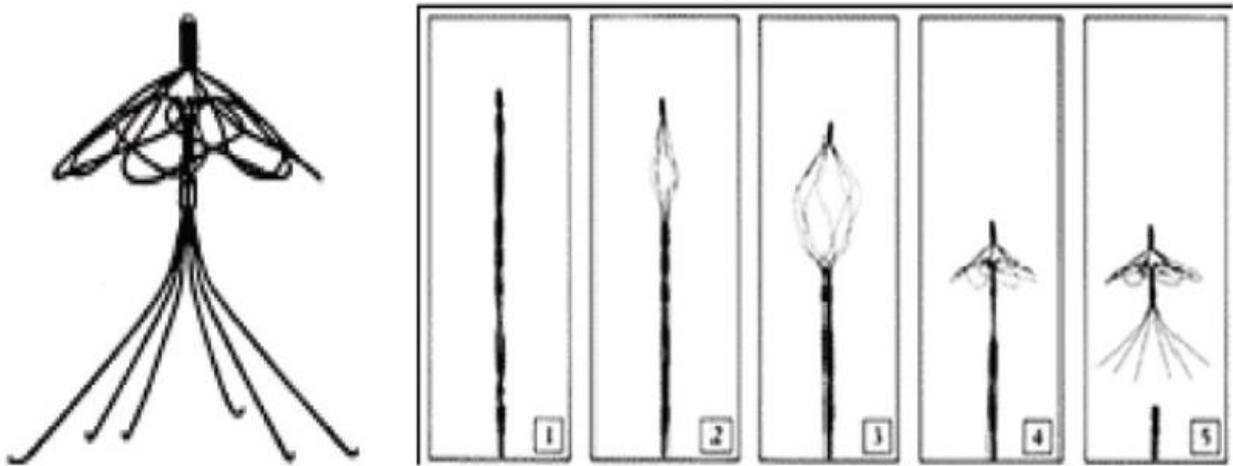


Figura 2.14 – Evolução da forma durante o aquecimento (Fernandes, 2003).

Também na área médica podem-se citar os implantes de placas ósseas no regime pseudoelástico que auxiliam a recuperação de um osso quebrado ou fraturado, veja a figura 2.14. Frequentemente são usadas em fraturas ocorridas na face, como nariz, mandíbulas e na região óssea ocular. Essa técnica é conhecida na medicina como síntese óssea. As placas facilitam a cura dos ossos fraturados que necessitam estar constantemente sobre compressão. Tal compressão é obtida por implante ósseo, normalmente fabricado em titânio e aço inoxidável, que mantém os ossos juntos e acelera a recuperação do osso fraturado (Mantovani, 2000). Após alguns dias de recuperação, a compressão provida pelo implante sofre uma redução na intensidade, pois, conforme se dá a cura, as duas partes do osso fraturado tendem a ficarem mais próximas. Com aumento da proximidade entre as partes, há um afrouxamento do implante previamente fixado, aumentando a velocidade de recuperação.

Essas placas ósseas são fabricadas em níquel-titânio com efeito de memória de forma. Usando uma liga de NiTi que possui efeito de memória de forma acima de 15 °C, os cirurgiões seguem o mesmo procedimento usado com implantes convencionais. Primeiramente a placa de NiTi é resfriada abaixo da sua temperatura de transformação e, então, implantada no osso. Porém, com o aquecimento natural do corpo humano, a SMA contrai e com isso gera uma compressão nos ossos fraturados, melhorando o processo de cura se comparado a uma placa comum de titânio ou aço inoxidável. Esta pressão contínua auxilia no processo de cura e reduz o tempo de recuperação (Mantovani, 2000).

Existem ainda muitos aspectos a serem estudados antes de se utilizarem efetivamente as SMA como implantes. Neste último exemplo o grande desafio para os engenheiros é o desenvolvimento de placas que aplicam a pressão correta nas fraturas.



Figura 2.15 - Implante de placa óssea utilizada para reparar uma fratura na mandíbula (Castilho et al, 2011).

Em 1975, Andreasen, da Universidade de Iowa, fez o primeiro implante de um dispositivo ortodôntico explorando a pseudoelasticidade de uma SMA para correção da posição dos dentes (Hodgson et al., 1990). Esta correção é imposta por meio de uma pequena variação de tensão quase com stante que resulta em grande deformação, tomando como parâmetro os materiais convencionais. Conseqüentemente, o incômodo é mínimo para o paciente. A grande vantagem do NiTi é o fato de permitir deformações de cerca de 8 a 10% sem entrar no regime plástico, explorando o fenômeno da pseudoelasticidade (Figura 2.16). É possível ainda conciliar este efeito, com a transformação de fase imposta pela temperatura (Machado & Savi 2002).



Figura 2.16 - Arcos ortodônticos de SMA (Lagoudas,2008).

2.5 PROPRIEDADES

2.5.1 MÓDULO ELÁSTICO

O módulo de elasticidade é uma propriedade intrínseca dos materiais que descrevem a rigidez ou resistência do material à deformação no regime elástico, quando esse é submetido a uma tensão externa de tração ou compressão. Quanto maior for o módulo elástico, mais rígido será o material, ou menor será a deformação elástica que irá resultar da aplicação de uma dada tensão (Callister, 2007).

Em uma escala atômica, a deformação elástica macroscópica é manifestada como pequenas alterações no espaçamento interatômico e no alongamento das ligações interatômicas. Consequentemente, o valor do módulo de elasticidade é uma medida da resistência à separação dos átomos adjacentes, ou seja, das forças de ligação interatômicas. Portanto, o módulo de elasticidade é tanto maior quanto maior a força de atração entre os átomos (Callister, 2007). É importante ressaltar ainda que esse módulo é proporcional à inclinação da curva força-separação na posição da separação interatômica de equilíbrio (r_0):

$$E \propto \left(\frac{dF}{dr} \right)_{r_0} \quad (1)$$

As curvas força-separação para materiais que possuem tanto ligações interatômicas fortes quanto fracas estão retratadas na Figura 2.17. Como pode ser observada, a inclinação da curva em r_0 está indicada para cada caso. De um modo geral, quanto mais forte a ligação, mais inclinada será a curva. Como consequência, maior será o valor do módulo de elasticidade (Callister, 2007).

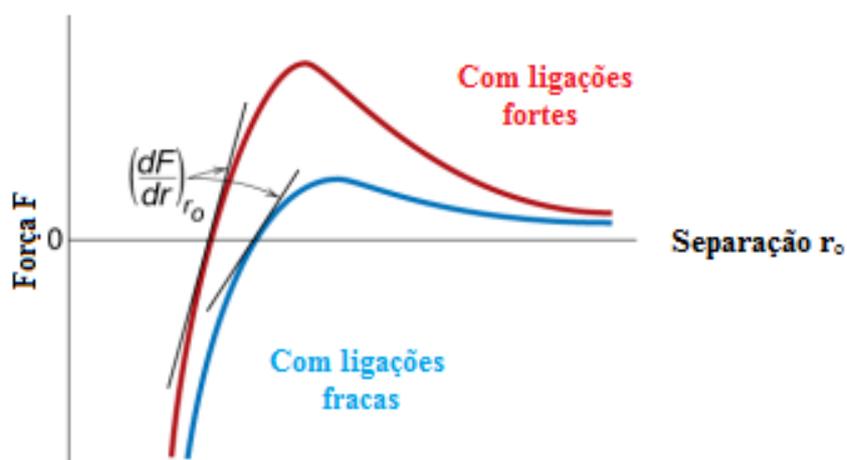


Figura 2.17 - Relação da força em função da separação interatômica para átomos com ligações fracas e com ligações fortes (Callister, 2007. Modificado).

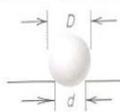
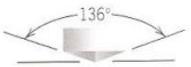
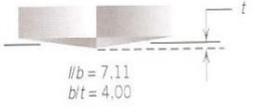
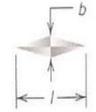
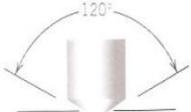
2.5.2 DUREZA

Uma propriedade mecânica importante que deve ser mensurada no projeto é a dureza. Ela consiste em uma medida da resistência de um material a uma deformação plástica localizada (p.ex., a uma pequena impressão ou a um risco) (Callister, 2007).

Os ensaios de dureza são baseados no princípio de penetração na superfície do metal, pela aplicação de uma carga de natureza estática por intermédio de um “penetrador”. A profundidade ou o tamanho da impressão resultante é medida, os quais, por sua vez, são relacionados a um número de dureza. A correlação é baseada na tensão que o penetrador necessita para vencer a resistência superficial do material. Assim, quanto mais macio for o material, maior e mais profundo será a impressão e menor será o número índice de dureza (Callister, 2007). Os ensaios de dureza são realizados mais frequentemente do que qualquer outro ensaio mecânico por diversas razões: São simples e baratos, o ensaio é não destrutivo e outras propriedades mecânicas podem, com frequência, ser estimadas a partir dos dados de dureza.

A dureza não é uma grandeza absoluta, ou seja, ela depende da técnica utilizada (máquina, carga, tipo de penetrador). Os principais ensaios de dureza são: Rockwell, Brinell, Vickers e Knoop (Callister, 2007). Na Tabela 2.2, pode-se visualizar as características de cada uma dessas técnicas.

Tabela 2.2 - Técnicas de ensaio de dureza (Callister, 2007).

Ensaio	Penetrador	Forma da Impressão		Carga	Fórmula para o Número de Dureza ^a
		Vista Lateral	Vista Superior		
Brinell	Esfera de aço com 10 mm ou carbeto de tungstênio			P	$HB = \frac{2P}{\pi D[D - \sqrt{D^2 - d^2}]}$
Microdureza Vickers	Pirâmide de diamante			P	$HV = 1,854P/d_1^2$
Microdureza Knoop	Pirâmide de diamante			P	$HK = 14,2P/l^2$
Rockwell e Rockwell Superficial	Cone de diamante; esferas de aço com diâmetros de $\frac{1}{16}$, $\frac{1}{8}$, $\frac{1}{4}$ e $\frac{1}{2}$ in			60 kg	} Rockwell
				100 kg	
	150 kg				
	15 kg	} Rockwell Superficial			
	30 kg				
	45 kg				

2.5.3 AMORTECIMENTO

O amortecimento ou atrito interno é uma das propriedades mais sensíveis de materiais e estruturas, tanto em escala macro como microscópica, sendo particularmente sensível a trincas e micro-trincas. É o mecanismo pelo qual a amplitude das oscilações de um sistema é diminuída pela conversão de sua energia cinética em outro tipo, geralmente sonora ou calor (Rao, 2008). Quando um material é deformado, ele absorve energia. Esse efeito deve-se ao atrito entre os planos internos, que deslizam ou escorregam enquanto as deformações ocorrem (Rao, 2008).

Este pode ser causado por uma combinação de diversos mecanismos físicos fundamentais como granularidade e impurezas, efeitos termoelásticos causados por gradientes locais de temperatura resultante de excitação não-uniforme, correntes de eddy em materiais ferromagnéticos (também chamada de correntes de Foucault), movimentos de cadeias em polímeros e etc (Musolino, 2011).

Existem diversos métodos para determinação do amortecimento, os quais podem ser obtidos basicamente por dois caminhos: mediante a duração da resposta do sistema a uma excitação transitória (exemplo: método do decremento logarítmico) e em função da resposta do sistema em função da frequência (exemplo: método da largura de meia banda de potência). O método do decremento logarítmico calcula o amortecimento a partir da atenuação da resposta acústica do material ou estrutura após uma excitação por impulso.

O método da largura de meia banda de potência calcula o amortecimento através da análise da frequência do sinal oriundo da vibração, a partir da relação entre a largura de banda e a frequência central de uma ressonância. Ambos os métodos consideram um modelo para os cálculos, normalmente o modelo de amortecimento viscoelástico.

A escolha do método depende principalmente da faixa do amortecimento e da frequência de vibração (Cossolino & Pereira, 2010). Todos os tipos de amortecimento estão associados a efeitos do ciclo de histerese. A tensão (σ) e a deformação (ϵ) estão relacionadas como mostra a Figura 2.18. A área desse ciclo representa a energia perdida por unidade de volume do corpo por ciclo devido ao amortecimento (Rao, 2008).

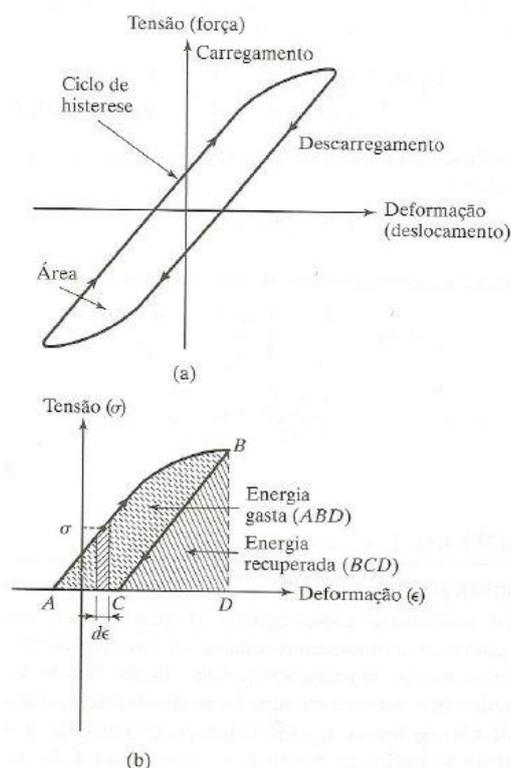


Figura 2.18 - Ciclo de histerese típica para amortecimento mecânico (Rao, 2008).

Desta forma, a capacidade de amortecimento por unidade de volume, chamada de d' , é dada por uma integral cíclica:

$$d' = \oint \sigma \, d\varepsilon, \quad (2)$$

onde σ representa a tensão e ε a deformação.

Quando a carga aplicada a um corpo elástico é aumentada, a tensão e a deformação no corpo também aumentam. A área sob a curva, dada pela equação (2) representa a energia introduzida no sistema, ou seja, trabalho realizado, por unidade de volume do corpo (Rao, 2008). Quando a carga aplicada ao corpo for retirada parte da energia será devolvida ao sistema e outra parte dissipada. Quando o caminho de descarregamento é diferente do caminho de carregamento, a área ABC na figura 2.18(b), a área do ciclo de histerese na figura 2.18(a), denota a energia perdida por unidade de volume do corpo.

2.5.3.1 AMORTECIMENTO VISCOELÁSTICO

No modelo viscoelástico parte-se do pressuposto de que a natureza do amortecimento é viscosa e a força de atrito é proporcional à velocidade, representando uma oposição ao movimento, sendo descrita pela equação (Cossolino & Pereira, 2010):

$$F = -c\dot{x}, \quad (3)$$

onde c é uma constante de proporcionalidade e \dot{x} a velocidade de deslocamento de uma massa em relação a um ponto fixo.

Um sistema massa-mola-amortecedor com 1 grau de liberdade (Figura 2.19), oscilando livremente, tem seu movimento descrito pela equação:

$$m\ddot{x} + c\dot{x} + kx = 0 \quad (4)$$

Sendo m a massa, k a constante elástica da mola e c o coeficiente de amortecimento viscoso.

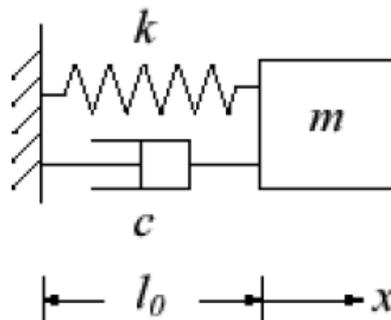


Figura 2.19 - Modelo de um oscilador harmônico amortecido (amortecedor viscoelástico) (Cossolino & Pereira, 2010).

Reescrevendo a equação 4, tem-se:

$$\ddot{x} + \frac{c}{m}\dot{x} + \frac{k}{m}x = 0 \quad (5)$$

Definindo-se:

$$\omega_o = \sqrt{\frac{k}{m}} \quad (6)$$

$$\zeta = \frac{c}{2\sqrt{km}} \quad (7)$$

Onde ω_o é frequência de ressonância natural e ζ é a taxa de amortecimento ou apenas amortecimento. Reescrevendo a equação 5 em função dos novos parâmetros, tem-se:

$$\ddot{x} + 2\zeta\omega_o\dot{x} + \omega_o^2x = 0 \quad (8)$$

E assumindo a solução (Thorby, 2008):

$$x = e^{\gamma t} \quad (9)$$

Chega-se a γ descrito por:

$$\gamma = \omega_o(-\zeta \pm \sqrt{\zeta^2 - 1}) \quad (10)$$

Desta forma, o comportamento descrito pela equação acima depende da solução de γ :

Para $\zeta > 1$: há duas soluções reais e chamamos de caso superamortecido;

Para $\zeta = 1$: há uma solução real e chamamos de caso criticamente amortecido;

Para $0 \leq \zeta < 1$: há duas soluções complexas e chamamos de caso sub-amortecido.

Os casos superamortecido e criticamente amortecido são não oscilatórios e não tem importância nesse estudo.

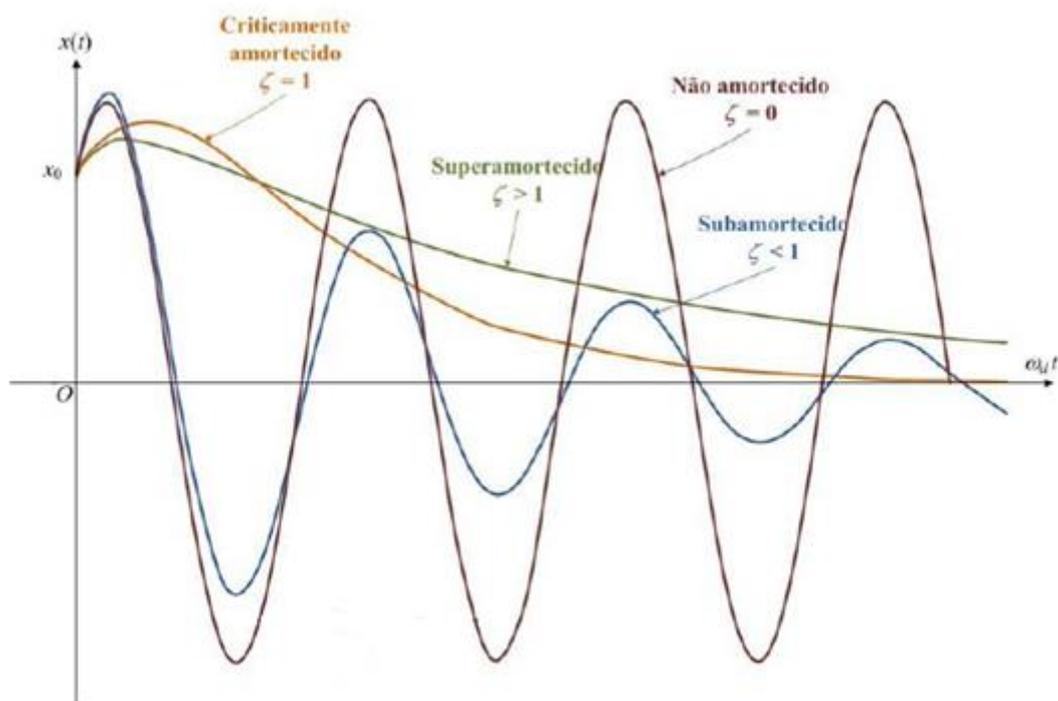


Figura 2.20 - Ilustração do fator de amortecimento (Cossolino & Pereira, 2010).

2.6 TÉCNICAS UTILIZADAS

Como foi dito anteriormente, o objetivo do trabalho é a análise da influência do tratamento criogênico nas propriedades termomecânicas das SMA. O enfoque será dado no módulo elástico, amortecimento, dureza, temperaturas de transformação de fases e calor latente de transformação. As técnicas para determinação das propriedades descritas acima serão discutidas neste item.

2.6.1 CARACTERIZAÇÃO DO MÓDULO ELÁSTICO E DO AMORTECIMENTO

Os módulos elásticos podem ser caracterizados por métodos quase-estáticos, dinâmicos ou por ultra-som. Os métodos quase-estáticos ou isotérmicos são baseados em ensaios mecânicos usualmente destrutivos, e os dinâmicos ou adiabáticos, em técnicas de ressonância não destrutivas. Os valores determinados pelos métodos dinâmicos são maiores que aqueles determinados pelos estáticos em um percentual típico de 0,5% para metais. Para outros materiais, a diferença pode ser grande dependendo dos efeitos anelásticos presentes (Cossolino & Pereira, 2004).

Os métodos dinâmicos permitem obter informações tanto quantitativas (módulos elásticos e coeficiente de amortecimento) quanto qualitativas sobre a integridade de um componente mecânico. Vale ressaltar ainda que o corpo de prova não fica inutilizado após o ensaio e pode retornar intacto às condições normais de serviço ou ser ensaiado muitas outras vezes. Assim, podem-se determinar os efeitos específicos que um tratamento térmico gerou em um determinado material. Além disso,

permite rapidez e precisão na aquisição de resultados. Se fosse utilizada outra técnica, a medição de módulo de ruptura, por exemplo, seria necessária uma amostra para cada medição (Cossolino & Pereira, 2004).

A caracterização do módulo de elasticidade e do amortecimento deu-se por método dinâmico. Os ensaios foram realizados nos materiais antes e após a realização de tratamento criogênico.

O método de decaimento logarítmico foi utilizado para calcular o amortecimento do material. Este consiste em calcular o amortecimento a partir da atenuação da resposta acústica do material ou estrutura após uma excitação por impulso.

Existem diversos métodos para a determinação do amortecimento interno, sendo os mais utilizados os do decaimento logarítmico e o da largura de banda de meia potência. O termo decremento logarítmico refere-se à taxa de redução logarítmica, relacionada com a redução do movimento após o impulso, pois a energia é transferida para outras partes do sistema ou é absorvida pelo próprio elemento. É importante ressaltar ainda que para os cálculos que se seguem, foi utilizado o modelo de amortecimento viscoelástico (Cossolino & Pereira, 2010). A escolha do método depende principalmente da faixa de amortecimento e da frequência de vibração (Silva, 2007).

Quando um sistema oscilatório com um grau de liberdade, com amortecimento viscoso é excitado por um impulso (técnica de excitação por impulso, *Sonelastic*®) sua resposta vem na forma de decaimento no tempo Figura 2.21, dada por:

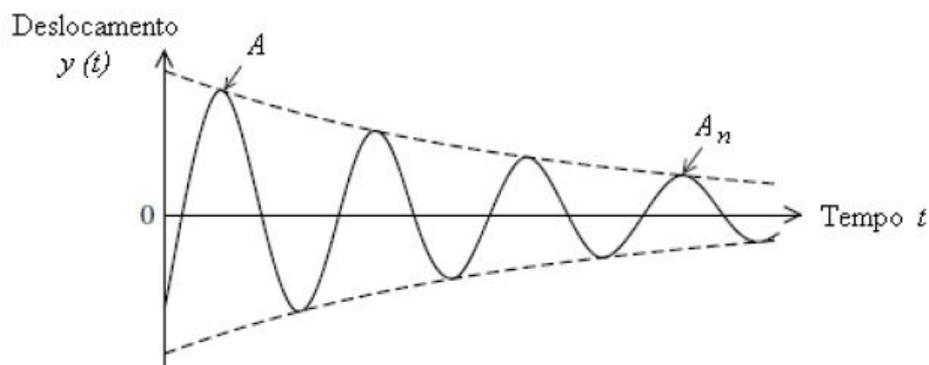


Figura 2.21 - Resposta ao impulso para um oscilador simples (Cossolino & Pereira, 2010).

$$y(t) = ye^{-\zeta\omega_0 t} \sin(\omega_d t) \quad (11)$$

Esta equação é análoga à equação 11, onde a frequência natural amortecida, dada pela equação 12, é:

$$\omega_d = \omega_0 \sqrt{1 - \zeta^2} \quad (12)$$

Se a resposta no tempo $t=t_n$ é denotada por y , e a resposta no tempo $t = t_n + 2\pi r / \omega_d$ é denotada por y_n , então, da equação 14, temos que:

$$\frac{y_n}{y} = \exp(-\zeta \frac{\omega_0}{\omega_d} 2\pi r), n=1,2,.. \quad (13)$$

Suponha que y corresponda a um ponto no decaimento da função com magnitude igual a A , e que y_n corresponde ao pico, r ciclos mais tarde, com magnitude A_n . Assim, temos que:

$$\frac{A_n}{A} = \exp(-\zeta \frac{\omega_0}{\omega_d} 2\pi r) = \exp[-\frac{\zeta}{\sqrt{1-\zeta^2}} 2\pi r] \quad (14)$$

Onde o valor da frequência amortecida da Eq. 12 foi utilizado. Desta forma, o decremento logarítmico (δ), é obtido por:

$$\delta = \frac{1}{n} \ln\left(\frac{A}{A_n}\right) = \frac{2\pi\zeta}{\sqrt{1-\zeta^2}} \quad (15)$$

Em termos do amortecimento (ζ), tem-se:

$$\zeta = \frac{1}{\sqrt{1+(\frac{2\pi}{\delta})^2}} \quad (16)$$

Quando o amortecimento é baixo ($\zeta < 0,1$), a frequência de amortecimento é praticamente igual à frequência natural, ou seja, $\omega_d \approx \omega_0$, e então a Eq.17, pode ser escrita como:

$$\frac{A_n}{A} \approx \exp(-\zeta 2\pi r) \quad (17)$$

Ou ainda,

$$\zeta = \frac{1}{2\pi} \ln\left(\frac{A}{A_n}\right) = \frac{\delta}{2\pi} \text{ para } \zeta < 0,1 \quad (18)$$

A Figura 2.22 representa um resumo dos principais conceitos apresentados a respeito do método do decremento logarítmico.

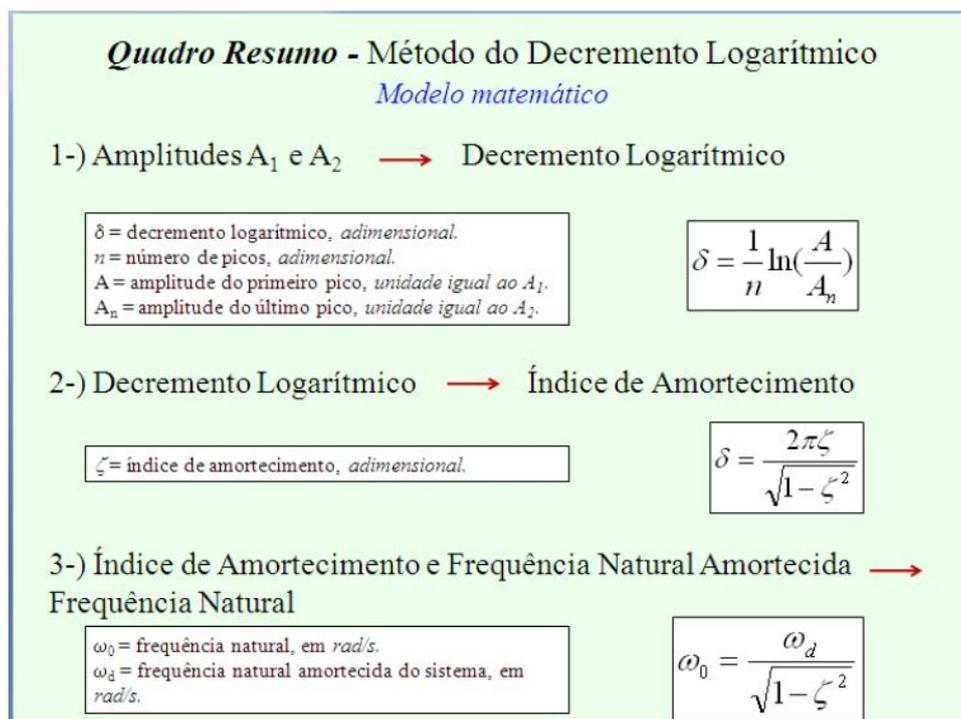


Figura 2.22 - Resumo das principais informações para a determinação do amortecimento pelo método do decremento logarítmico (Cossolino & Pereira, 2010).

2.6.2 TÉCNICA DE EXCITAÇÃO POR IMPULSO

A Técnica de Excitação por Impulso é um ensaio dinâmico (não-destrutivo) para a determinação dos módulos de elasticidade dinâmicos e do amortecimento de materiais e consiste essencialmente em excitar através de um impacto mecânico. O impacto de um pino metálico excita as frequências flexionais e torcionais do corpo de prova; utilizando o método do decremento logarítmico (para o modelo de amortecimento viscoelástico) determina-se o amortecimento. Equipamentos modernos, como o *Sonelastic*®, fornecem as frequências naturais, além das harmônicas e o amortecimento dos mais diversos tipos de materiais, de maneira prática e rápida. O equipamento utiliza um software para calcular o decremento logarítmico e fornecer o valor do amortecimento além dos módulos elásticos.

O impacto gera um som que é emitido pelo corpo de prova e tem origem nas suas frequências naturais de vibração. É importante ressaltar ainda que para os casos de geometrias simples (barra, cilindro, disco, anel e placa) existe uma relação unívoca entre as frequências naturais de vibração com as dimensões, a massa e os módulos de elasticidade do corpo de prova.

As dimensões e a massa são parâmetros mensuráveis com um paquímetro e uma balança de precisão, respectivamente. Conhecendo-se as dimensões, a massa e as frequências naturais de vibração, o cálculo dos módulos elásticos a partir de modelos matemáticos é imediato. Portanto, é possível calcular os módulos de elasticidade a partir das frequências naturais e o amortecimento a partir da atenuação da resposta acústica. De uma maneira geral, o som emitido contém informações que permitem determinar as propriedades elásticas (Cossolino & Pereira, 2010).

2.6.3 CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE VARREDURA (DSC)

A técnica de análise térmica usada nesse trabalho para a caracterização das ligas foi a Calorimetria Diferencial de Varredura (*Differential Scanning Calorimeter*). A partir dela, obtiveram-se as temperaturas de transformação de fases e o calor latente de transformação. A calorimetria diferencial de varredura (DSC) é amplamente utilizada para estudar as temperaturas de transformação das ligas SMA e tem a vantagem de requerer pequenas quantidades de materiais (Lagoudas, 2008).

O princípio de operação do DSC é medir a taxa de fornecimento de energia calorífica entre uma substância e um material de referência em função da temperatura, enquanto ambas são submetidas a um mesmo programa de aquecimento ou resfriamento, rigorosamente controlado. O dispositivo é chamado de diferencial porque tem a capacidade de monitorar a resposta de duas amostras e subtrair o resultado. Isso é muito útil quando uma amostra de um material é colocada em um forno vazio. O resultado da calorimetria diferencial de varredura é a resposta da amostra. O material da amostra pode ser encapsulado numa atmosfera inerte para evitar a oxidação (Lagoudas, 2008).

No DSC, tanto a amostra quanto a referência são mantidas a mesma temperatura ao longo do ciclo térmico programado. Para tanto, é necessária a correção da temperatura da amostra no momento de um evento térmico e isto é chamado de compensação térmica. Esta compensação térmica é feita através do aumento do suprimento de energia elétrica a micro-resistências conectadas à amostra e à referência. Esta diferença de energia é então registrada em função do ciclo térmico programado. Os eventos térmicos da amostra são então representados como desvios da linha de base, tanto para eventos endotérmicos como exotérmicos (Caponero & Tenório). A Figura 2.23 é simplificação do equipamento utilizado.

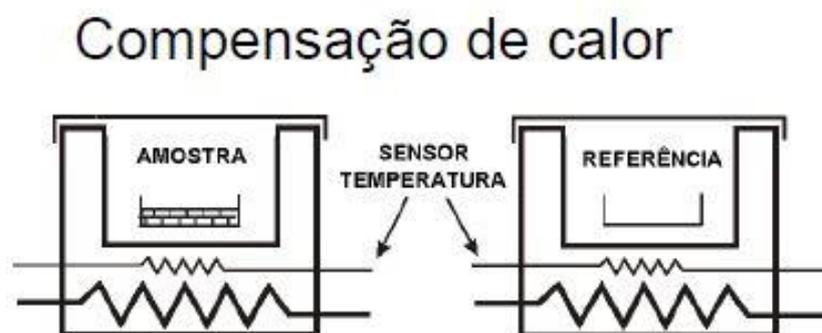


Figura 2.23 - Equipamento típico de Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC), (Perkin Elmer, 2011).

A Figura 2.24 mostra uma curva DSC típica de ligas SMA. Nela, a potência (mW) necessária para manter uma taxa constante de aquecimento ou de resfriamento para a amostra de SMA é representada no eixo das ordenadas e a temperatura da câmara é representada no eixo das abscissas. A partir da curva pode-se observar que caso uma amostra na fase de martensita maclada seja aquecida será observada uma transformação de fase reversa que tem início em A_s . A reação que ocorre durante essa transformação é endotérmica e requer que seja fornecido calor adicional para a amostra a fim de

manter a taxa de aquecimento prescrita anteriormente constante. Essa mudança na energia fornecida como o aumento da temperatura é registrada como uma transformação "pico" durante o aquecimento. Um pico semelhante é também registrado durante o processo de resfriamento no qual ocorre uma transformação da austenita para martensita (direta). As temperaturas de transformação são obtidas por meio dos gráficos pelos desenhos de tangentes a partir das regiões de início e fim dos picos. A intersecção dessas tangentes com as linhas base permite a obtenção das temperaturas. O calor latente associado para a transformação de fase pode ser calculado a partir das áreas dessas curvas (Lagoudas, 2008).

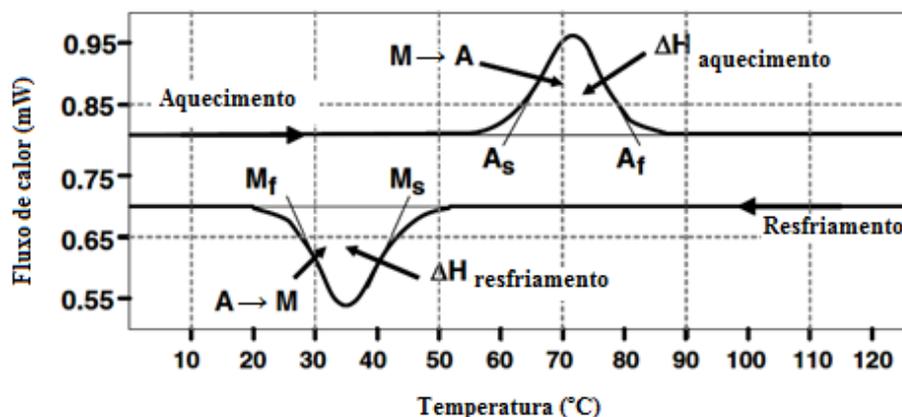


Figura 2.24 - Diagrama esquemático de uma curva de DSC para uma SMA mostrando as temperaturas de transformação de fase e o calor latente associado (Lagoudas, 2008. Modificado).

2.7 TRATAMENTO CRIOGÊNICO

O tratamento criogênico vem sendo apresentado como um tratamento térmico com grandes efeitos nas propriedades dos aços ferramentas. A ele são atribuídas melhoras na resistência ao desgaste e na tenacidade dos aços ferramentas. Estes benefícios dependem tanto da temperatura utilizada quanto do tempo de permanência nesta temperatura. Os micromecanismos propostos para explicar os fenômenos que ocorrem na microestrutura durante a permanência em temperaturas criogênicas e no aquecimento subsequente não estão estabelecidos de forma clara (Farina, 2011).

Durante anos, os tratamentos criogênicos desenvolveram-se rodeados de ceticismo. A sua aplicação foi fundamentalmente empírica, baseada na experiência. Praticamente não houve investigação aprofundada em torno deste assunto e sabe-se muito pouco acerca do que ocorre nos materiais sujeitos a temperaturas criogênicas (Sartori et al, 2006). Perante a clara evidência de resultados, nos últimos anos, tem crescido o interesse neste processo e, conseqüentemente, surgido um crescente esforço de investigação (Leskovsec et al, 2006).

Eboni (2010) analisou as microestruturas e as propriedades mecânicas geradas por processos realizados em temperaturas abaixo de 0°C, em corpos de prova de aço SAE M2, tratados termicamente. Os resultados obtidos para os corpos de prova submetidos a -196 °C mostraram que ocorre algum outro fenômeno, além da transformação de austenita retida em martensita. A bibliografia

afirma que ocorre a precipitação de nanocarbonetos. Ainda pode-se afirmar que aços rápidos tratados criogenicamente terão um resultado superior aos tratados pelo processo convencional (têmpera e três revenidos).

Farina (2011) estudou os efeitos da introdução de etapas de tratamento criogênico e do alívio de tensões no ciclo térmico do aço ferramenta para trabalho a frio AISI D2. Variaram-se as temperaturas de tratamento criogênico, sendo elas principalmente: criogênica (-196 °C) e subzero (-80°C). Foram variados os tempos e permanência às temperaturas criogênicas: 2, 3, 10, 24, 30 e 36 horas. Verificou-se o efeito da adição da etapa de alívio de tensões previamente ao tratamento criogênico. A partir da análise, concluiu-se que os carbonetos secundários (micrométricos) não apresentaram variação. Os carbonetos secundários de revenido (nanométricos) apresentam-se mais finamente dispersos na matriz nas amostras com tratamento criogênico e sem alívio de tensões.

Ashiuchi (2009) investigou o efeito do DCT na vida por fadiga sob condições de *fretting* no Al 7050-T7451. Este material é usado principalmente pela indústria aeronáutica na construção de nervuras de asas, trens de pouso e outros componentes de aeronaves. As principais conclusões obtidas com esse trabalho foram: para vidas longas, em geral, superiores a 2×10^6 ciclos, observou-se um prolongamento na vida em fadiga pro *fretting* com o uso do DCT. Mais especificamente, o aumento da durabilidade para os corpos tratados foi de 227% com relação aos corpos não tratados sob condições nominalmente idênticas de carregamento. Já para vidas inferiores a 2×10^6 ciclos o DCT pode afetar negativamente a resistência em fadiga sob condições de *fretting*. Por outro lado, o número de ensaios nessa região foi menor e a dispersão maior.

Gobbi (2009) estudou o desempenho de corpos de provas do aço AISI D2 criogenicamente tratados em relação à resistência ao desgaste microabrasivo, a influência da temperatura de austenitização no ciclo de tratamento térmico e da ordem do revenimento em relação ao DCT. A partir da análise, concluiu-se que com o DCT, temperaturas elevadas de austenitização não beneficiam a resistência ao desgaste abrasivo do material. Este efeito pode estar relacionado aos diferentes níveis de austenita residual na microestrutura do aço, na condição somente temperado. Já para amostras austenitizadas a temperaturas mais baixas, os resultados revelaram que o DCT aumenta a resistência ao desgaste do aço AISI D2 em até 44%. Este efeito está principalmente relacionado ao aumento da quantidade de finos carbonetos dispersos nas matrizes das amostras tratadas criogenicamente.

2.7.1 TÉCNICAS

Há diversas formas e técnicas de fazer tratamento a frio nos materiais, uma vez que frio pode ser entendido como temperaturas menores que a temperatura ambiente.

De acordo com Bryson (1999), os tratamentos dos materiais a frio podem ser classificados como:

- Tratamento Sub-zero – de alguns minutos a algumas horas em até -80°C por exposição ao gelo seco de CO₂;

- Tratamento Criogênico de forma brusca – de alguns minutos a algumas horas em até -196°C por exposição rápida ao nitrogênio líquido (N₂L);
- Tratamento Criogênico Profundo (DCT) – resfriamento lento, dezenas de horas em até -196°C por exposição lenta e controlada ao gás resfriado obtido da evaporação do N₂L e aquecimento lento e controlado.

O tratamento sub-zero é hoje o mais popular e conhecido dos tratamentos a frio, ele é utilizado na indústria para promover maior estabilidade dimensional e remover tensões residuais dos processos de laminação, extrusão, forja, austenitização, etc. É conhecida por complementar o revenimento e remover alterações dimensionais da têmpera. Esse tratamento também representa o de menor investimento inicial. O processo criogênico passou por um período de descrédito, pelo menos até a última década, devido à falta de cuidado ou recursos com o que era executado. Por ausência de controle automatizado que a tecnologia da época permitia, as peças tratadas eram mergulhadas diretamente no N₂ líquido, com isso aconteciam trincas por gradiente de contração entre as camadas externas e internas do material. O tratamento criogênico precisou esperar o desenvolvimento da informática e da eletrônica de microprocessamento para ser redescoberto, assim todo o processo pode ser acompanhado sem a necessidade de um operador presente durante o tempo do ciclo (Ashiuchi, 2009).

O chamado Tratamento Criogênico Profundo consiste em um resfriamento a uma baixa taxa, a partir da temperatura ambiente até a temperatura do nitrogênio líquido (-196°C. Embora os efeitos e resultados que proporciona sejam função do material e da aplicação, a maior ou menor magnitude desses efeitos depende de uma combinação previa entre o tratamento habitual e o tratamento criogênico (Mariante, 1999; Farina, 2011).

O ciclo de criogenia pode ser feito em atmosfera gasosa de nitrogênio ou usando a imersão direta no líquido. Normalmente, esse resfriamento é mantido durante 24 horas (podendo ser superior) e depois retorna à temperatura ambiente, também a taxas baixas (Yun & Xiaoping, 1998).

O tratamento criogênico não altera a aparência nem as dimensões dos componentes. Ele é realizado em atmosfera inerte e não ocorre mudança de cor ou oxidação. Uma das particularidades desse tratamento é que ele é indetectável. As alterações são sutis e afetam o material à escala microestrutural (Silva, 1999). Isso evita mudanças bruscas de temperatura que possam provocar o aparecimento de trincas e tensões internas (Carlson, 1969; Albert, 1992).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 MATERIAIS ANALISADOS

3.1.1 COMPOSIÇÃO QUÍMICA

A liga NiTi utilizada para estudo é fabricada pela empresa Nimesis. Na temperatura ambiente, a liga encontra-se na fase martensítica, possui efeitos de memória de forma. A composição química foi determinada por ensaio de EDX (Espectroscopia por Fluorescência de Raio-X, Anexo 1), resultando nos valores apresentados na tabela 3.1.

Tabela 3.1 - Composição química da liga NiTi (Albano, 2013).

Composição química	
Componente	pp %
Ni	55,408
Ti	43,888
Al	0,295
Fe	0,157
Ca	0,143
Si	0,109

3.1.2 CORPOS DE PROVA

Os corpos de prova utilizados foram cortados com uma serra circular de disco abrasivo e podem ser visualizados pelas Figuras 3.1, 3.2, 3.3, 3.4. Foram utilizados três corpos de prova para cada tempo de encharque diferente.



Figura 3.1 – Corpos de prova de NiTi tratado criogenicamente com tempo de encharque de 15 minutos (NiTi_TC15min, à esquerda) e sem tratamento (NiTi_ST, à direita) utilizados nos ensaios da Técnica de Excitação por Impulso e de Dureza.



Figura 3.2 – Corpos de prova de NiTi tratado criogenicamente com tempo de encharque de 8 horas (NiTi_TC8h) utilizados nos ensaios da Técnica de Excitação por Impulso e de Dureza.



Figura 3.3 – Corpos de prova de NiTi tratado criogenicamente com tempo de encharque de 16 horas (NiTi_TC16h) utilizados nos ensaios da Técnica de Excitação por Impulso e de Dureza.



Figura 3.4 – Corpos de prova de NiTi tratado criogenicamente com tempo de encharque de 24 horas (NiTi_TC24h) utilizados nos ensaios da Técnica de Excitação por Impulso e de Dureza.

As Tabelas 3.2 a 3.12 resumem os dados referentes às geometrias dos corpos de prova de NiTi e suas respectivas massas. As dimensões foram realizadas em três pontos diferentes: nas extremidades e no meio do corpo de prova. Esses dados foram obtidos por meio de um paquímetro com incerteza de 0,05 mm e uma balança digital com incerteza de 0,0001 g.

Tabela 3.2 - Parâmetros geométricos e de massa do corpo de prova cilíndrico sem tratamento.

Corpo de prova	Comprimento (mm)	Diâmetro (mm)	Massa (g)
Medida 1	78,40	10	40,2121
Medida 2	78,35	10	40,2121
Medida 3	78,35	10	40,2121
Valor médio	78,37	10	40,2121
Desvio-padrão	0,26	0	0
Coef. de variação %	0,516	0	0
Dimensões médias	$78,37 \pm 0,1$	$10 \pm 0,05$	$40,2121 \pm 0,0001$

Tabela 3.3 - Parâmetros geométricos e de massa do corpo de prova cilíndrico tratado criogenicamente com tempo de encharque de 15 minutos.

Corpo de prova	Comprimento (mm)	Diâmetro (mm)	Massa (g)
Medida 1	77,90	10	39,9864
Medida 2	77,90	10	39,9865
Medida 3	77,95	10	39,9864
Valor médio	77,92	10	39,9864
Desvio-padrão	0,03	0	0
Dimensões médias	$77,92 \pm 0,08$	$10 \pm 0,05$	$39,9864 \pm 0,0001$

Tabela 3.4 - Parâmetros geométricos e de massa do corpo de prova 1 cilíndrico tratado criogenicamente com tempo de encharque de 8 horas.

Corpo de prova 1	Comprimento (mm)	Diâmetro (mm)	Massa (g)
Medida 1	40,25	10	20,6854
Medida 2	40,25	10	20,6853
Medida 3	40,30	10	20,6853
Valor médio	40,27	10	20,6853
Desvio-padrão	0,03	0	0
Dimensões médias	$40,27 \pm 0,08$	$10 \pm 0,05$	$20,6853 \pm 0,0001$

Tabela 3.5 - Parâmetros geométricos e de massa do corpo de prova 2 cilíndrico tratado criogenicamente com tempo de encharque de 8 horas.

Corpo de prova 2	Comprimento (mm)	Diâmetro (mm)	Massa (g)
Medida 1	36,20	10	18,6977
Medida 2	36,15	10	18,6977
Medida 3	36,20	10	18,6976
Valor médio	36,17	10	18,6977
Desvio-padrão	0,03	0	0
Dimensões médias	$36,17 \pm 0,08$	$10 \pm 0,05$	$18,6977 \pm 0,0001$

Tabela 3.6 - Parâmetros geométricos e de massa do corpo de prova 3 cilíndrico tratado criogenicamente com tempo de encharque de 8 horas.

Corpo de prova 3	Comprimento (mm)	Diâmetro (mm)	Massa (g)
Medida 1	40,50	10	20,8178
Medida 2	40,50	10	20,8179
Medida 3	40,45	10	20,8179
Valor médio	40,47	10	20,8179
Desvio-padrão	0,03	0	0
Dimensões médias	$40,47 \pm 0,08$	$10 \pm 0,05$	$20,8179 \pm 0,0001$

Tabela 3.7 - Parâmetros geométricos e de massa do corpo de prova 1 cilíndrico tratado criogenicamente com tempo de encharque de 16 horas.

Corpo de prova 1	Comprimento (mm)	Diâmetro (mm)	Massa (g)
Medida 1	36,40	10	18,2876
Medida 2	36,40	10	18,2877
Medida 3	36,40	10	18,2878
Valor médio	36,40	10	18,2877
Desvio-padrão	0	0	0
Dimensões médias	$36,40 \pm 0,05$	$10 \pm 0,05$	$18,2877 \pm 0,0001$

Tabela 3.8 - Parâmetros geométricos e de massa do corpo de prova 2 cilíndrico tratado criogenicamente com tempo de encharque de 16 horas.

Corpo de prova 1	Comprimento (mm)	Diâmetro (mm)	Massa (g)
Medida 1	35,65	10	18,4187
Medida 2	35,65	10	18,4188
Medida 3	35,65	10	18,4187
Valor médio	35,65	10	18,2877
Desvio-padrão	0	0	0
Dimensões médias	$35,65 \pm 0,05$	$10 \pm 0,05$	$18,4187 \pm 0,0001$

Tabela 3.9 - Parâmetros geométricos e de massa do corpo de prova 3 cilíndrico tratado criogenicamente com tempo de encharque de 16 horas.

Corpo de prova 1	Comprimento (mm)	Diâmetro (mm)	Massa (g)
Medida 1	35,20	10	18,1763
Medida 2	35,20	10	18,1764
Medida 3	35,20	10	18,1763
Valor médio	35,20	10	18,1763
Desvio-padrão	0	0	0
Dimensões médias	$35,20 \pm 0,05$	$10 \pm 0,05$	$18,1763 \pm 0,0001$

Tabela 3.10 - Parâmetros geométricos e de massa do corpo de prova 1 cilíndrico tratado criogenicamente com tempo de encharque de 24 horas.

Corpo de prova 1	Comprimento (mm)	Diâmetro (mm)	Massa (g)
Medida 1	33,00	10	17,0574
Medida 2	33,00	10	17,0575
Medida 3	33,05	10	17,0576
Valor médio	33,02	10	17,0575
Desvio-padrão	0,03	0	0
Dimensões médias	$33,02 \pm 0,08$	$10 \pm 0,05$	$18,1763 \pm 0,0001$

Tabela 3.11 - Parâmetros geométricos e de massa do corpo de prova 2 cilíndrico tratado criogenicamente com tempo de encharque de 24 horas.

Corpo de prova 1	Comprimento (mm)	Diâmetro (mm)	Massa (g)
Medida 1	35,10	10	18,1520
Medida 2	35,15	10	18,1520
Medida 3	35,10	10	18,1521
Valor médio	35,12	10	18,1520
Desvio-padrão	0,03	0	0
Dimensões médias	$35,12 \pm 0,08$	$10 \pm 0,05$	$18,1520 \pm 0,0001$

Tabela 3.12 - Parâmetros geométricos e de massa do corpo de prova 3 cilíndrico tratado criogenicamente com tempo de encharque de 24 horas.

Corpo de prova 1	Comprimento (mm)	Diâmetro (mm)	Massa (g)
Medida 1	42,75	10	21,9953
Medida 2	42,75	10	21,9955
Medida 3	42,75	10	21,9955
Valor médio	42,75	10	21,9954
Desvio-padrão	0	0	0
Dimensões médias	$42,75 \pm 0,03$	$10 \pm 0,05$	$21,9954 \pm 0,0001$

3.2 TRATAMENTOS CRIOGÊNICOS

3.2.1 TRATAMENTO CRIOGÊNICO BRUSCO

O tratamento criogênico de forma brusca, como se fosse uma “têmpera” criogênica, foi realizado com a imersão do corpo de prova diretamente no N₂ líquido. Ou seja, o resfriamento procedeu com a maior taxa de resfriamento possível. O processo é simples, o tempo de encharque da liga NiTi no N₂ líquido foi variado em: 15 minutos, 8 horas, 16 horas e 24 horas. Na Figura 3.5 pode-se verificar o recipiente de armazenamento de nitrogênio líquido. Posteriormente os corpos de prova foram retirados do recipiente e ocorreu o aquecimento até a temperatura ambiente de forma natural (Figura 3.6).

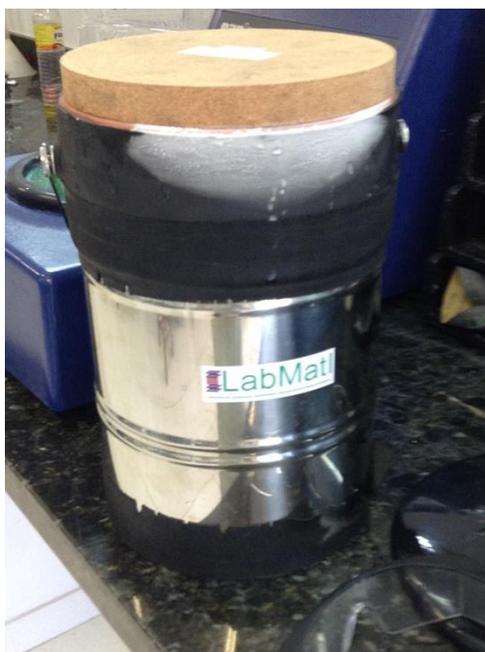


Figura 3.5 – Recipiente onde foi armazenado nitrogênio líquido.



Figura 3.6 – Aquecimento do corpo de prova até a temperatura ambiente.

3.2.2 TRATAMENTO CRIOGÊNICO PROFUNDO

O tratamento criogênico profundo foi realizado por Albano (2013). O processo disponibilizado pela empresa Kryos Tecnologia é comercialmente chamado de ULTP®, *Ultra Low Temperature Process*, no qual se utiliza vapor de nitrogênio líquido como meio de resfriamento. Todo o processo, ou seja, a taxa de resfriamento, manutenção na temperatura de tratamento criogênico e aquecimento até a temperatura ambiente é controlado por *software* e *hardware* específicos desenvolvidos pela

empresa (Gobbi, 2009). Na Figura 3.7, pode-se identificar a câmara de tratamento e o cilindro de armazenamento de nitrogênio líquido, pertencentes à Kryos Tecnologia.



Figura 3.7 - Equipamento para tratamento criogênico Kryos Tecnologia (Gobbi, 2009).

O corpo de prova de NiTi foi submetido ao tratamento térmico baseado no ciclo indicado na Figura 3.7. De acordo com esse ciclo, a liga é resfriada até a temperatura em torno de -190°C e mantido a essa temperatura entre doze e vinte e quatro horas. Em seguida, ocorre aquecimento até a temperatura ambiente.

Albano (2013) realizou este experimento com taxa de variação de temperatura no resfriamento e no aquecimento de $17,83^{\circ}\text{C/h}$. No presente trabalho foram realizados experimentos com taxas elevadíssimas de resfriamento (imersão em N_2 variando-se o tempo de encharque) para a comparação de resultados. A princípio, os corpos de prova não necessitam de uma taxa tão lenta como mostrada na Figura 3.8, contudo, foi realizado para garantir a integridade dos mesmos sobre critério científico.

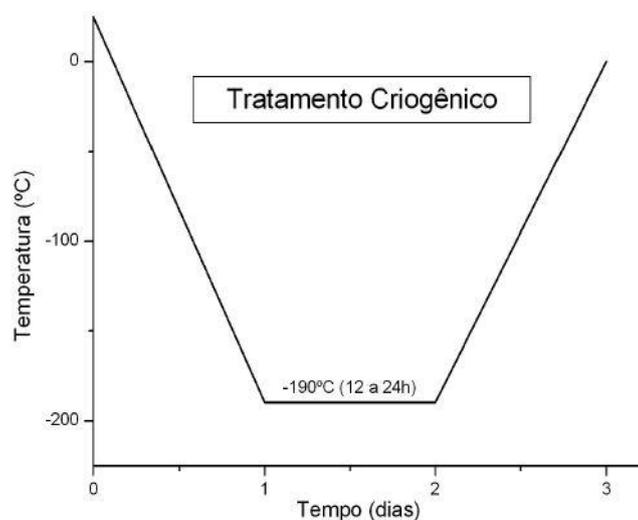


Figura 3.8 – Curva geral de resfriamento e reaquecimento do tratamento criogênico profundo.

3.3 TÉCNICA DE EXCITAÇÃO POR IMPULSO - SONELASTIC®

O *Software* para a caracterização dos módulos de elasticidade e do amortecimento pela Técnica de Excitação por Impulso utilizado foi o *Sonelastic®* versão *PC Based Lab I*. Tecnicamente, o *Software Sonelastic®* consiste em um analisador de vibrações transitórias, das quais são extraídas as frequências e a respectiva taxa de atenuação para a realização do cálculo do amortecimento.

Na aplicação a que se destina, o *Software* identifica quais são as frequências de vibração e os respectivos amortecimentos mediante o processamento da resposta acústica do corpo de prova, resposta esta induzida por uma excitação mecânica por impulso (uma leve “pancada” na superfície do corpo de prova). Para desempenhar tal tarefa, o *Software Sonelastic®* possui um sistema de programação computacional avançado e faz uso de ferramentas matemáticas nos cálculos dos módulos de elasticidade e amortecimento a partir do decaimento logarítmico, em acordo com a Norma ASTM E-1876 e correlatas (Cossolino & Pereira, 2010).



Figura 3.9 - Sonelastic®; 1: Sistema de suporte Sonelastic RTS-Auto; 2: Sistema de excitação Sonelastic IED1; 3: Pulsador com solenóide tubular; 4: Microfone; 5: Corpo de prova (Cossolino & Pereira, 2010. Modificado).

O equipamento é constituído basicamente por um pulsador automático, transdutor (microfone) e um suporte, conforme mostrado na Figura 3.9 acima. A função do pulsador é aplicar um impacto no corpo de prova para gerar as vibrações mecânicas, sem danificá-lo; a do transdutor é captar a resposta acústica e transformá-la em sinal elétrico para que seja possível identificar as frequências de ressonância. Os suportes de corpo de prova têm o objetivo de apoiar os corpos de prova em seus pontos e/ou linhas nodais para poder vibrar livremente ao receber a excitação. Vale lembrar ainda que os suportes dependem das dimensões e da geometria dos corpos de prova

A aquisição do sinal é feita por meio de um microfone com cápsula e largura de banda de 20 kHz. É importante que o sistema de excitação e captação do sinal exerça mínima influência sobre o amortecimento da vibração flexional fundamental. As caracterizações foram realizadas utilizando o suporte de corpo de prova *Sonelastic RTS-Auto*, indicado pelo número 1 na Figura 3.9, que impõem as condições de contorno mecânico ótimas para o modo de vibração flexional fundamental. Neste suporte a amostra é apoiada exatamente sobre os nós de vibração flexional fundamental por finos fios metálicos na posição $0,224C$, em que C é o comprimento do corpo de prova. O ajuste da posição é realizado automaticamente por um sistema mecânico baseado no comprimento total do corpo de prova (Figura 3.9).

O experimento utilizando a Técnica de Excitação por Impulso foi realizado em duas etapas. Na primeira foram realizados ensaios de caracterização do NiTi sem tratamento criogênico e a segunda consistiu na realização dos ensaios para os materiais tratados criogenicamente.

3.4 ENSAIO DE DUREZA

O próximo passo no processo de caracterização mecânica das ligas NiTi com e sem o tratamento criogênico consistiu na realização de ensaios de dureza. Esse ensaio foi realizado com o objetivo de se comparar a dureza das ligas com memória de forma (NiTi) sem tratamento e com tratamento térmico e, assim, verificar a influência dele na dureza do material. O equipamento utilizado para análise foi o durômetro *Pantec* modelo *Rasn-Rs Panambra*, com incerteza de $\pm 1HR$ e escala Rockwell B, Figura (3.10).



Figura 3.10 - Durômetro *Pantec* modelo *Rasn-Rs Panambra*.

Nesse ensaio foram realizadas cinco medições na superfície preparada em pontos ao longo do corpo de prova. Em seguida, foram calculadas as durezas médias para cada um dos ensaios e os desvios-padrão, assim como o coeficiente de variação, o que permite fazer uma avaliação da existência ou não de dispersão nos resultados. Dessa forma, podemos verificar se os valores obtidos mostraram repetibilidade.

3.5 CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE VARREDURA (DSC)

O equipamento utilizado no ensaio de calorimetria diferencial de varredura foi o *DSC 8000 Perkin Elmer®* de forno duplo, Figura 3.11. O seu funcionamento se dá por meio de um exclusivo sistema de compensação de potência que mede o fluxo de calor (energia) diretamente sem conversões ou uso de cálculos. Ele opera em uma faixa de temperatura de: -80°C a 600°C e possui taxa de aquecimento e resfriamento controlada de 0,01 a $750^{\circ}\text{C}/\text{min}$ (*Technical Specifications for the DSC 8000/8500 Differential Scanning Calorimeters*, 2009).

O objetivo do ensaio DSC é determinar as temperaturas de início e término das transformações de fases, assim como o valor do calor latente (entalpia) envolvido nessas transformações tanto para os materiais tratados criogenicamente quanto para o sem tratamento.



Figura 3.11 - Equipamento DSC 8000 Perkin Elmer® .

As amostras foram cortadas numa cortadeira de precisão automática *Struers*, modelo *Secotom15*, com rotação de 2200 rpm, e discos de corte de óxido de alumínio (código 30A20), com diâmetro de 200 mm e espessura 0.8 mm (Figura 3.12).



Figura 3.12 - Cortadeira elétrica Struers secotom15.

O procedimento realizado antes do ensaio consistiu em limpar as amostras com água destilada e colocá-las em banho de limpeza de ultrassom com acetona por vinte minutos para evitar contaminação no experimento (Figura 3.13).



Figura 3.13 - Banho de Limpeza Ultrassom - Q335D.

Em seguida, as amostras foram colocadas, cada uma, em um cadinho de alumínio e no forno destinado para a amostra enquanto o forno da referência foi colocado o cadinho de alumínio vazio (Figura 3.14).



Figura 3.14 - Duplo-forno que permite a medição direta do fluxo de calor.

Na programação do DSC utilizaram-se as seguintes condições de ensaio:

- 1) Estabilização de início a uma temperatura de -20°C por 1 minuto.
- 2) Primeiro ciclo de aquecimento desde -20°C até 120°C a $40^{\circ}\text{C}/\text{min}$ e estabilização na temperatura final por 1 minuto.
- 3) Primeiro ciclo de resfriamento desde 120°C até -20°C a $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$ e estabilização na temperatura final por 1 minuto.
- 4) Segundo ciclo de aquecimento desde -20°C até 120°C a $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$ e estabilização na temperatura final por 1 minuto.
- 5) Segundo ciclo de resfriamento desde 120°C até -20°C a $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

As condições são apresentadas esquematicamente no seguinte gráfico (Figura 3.15):

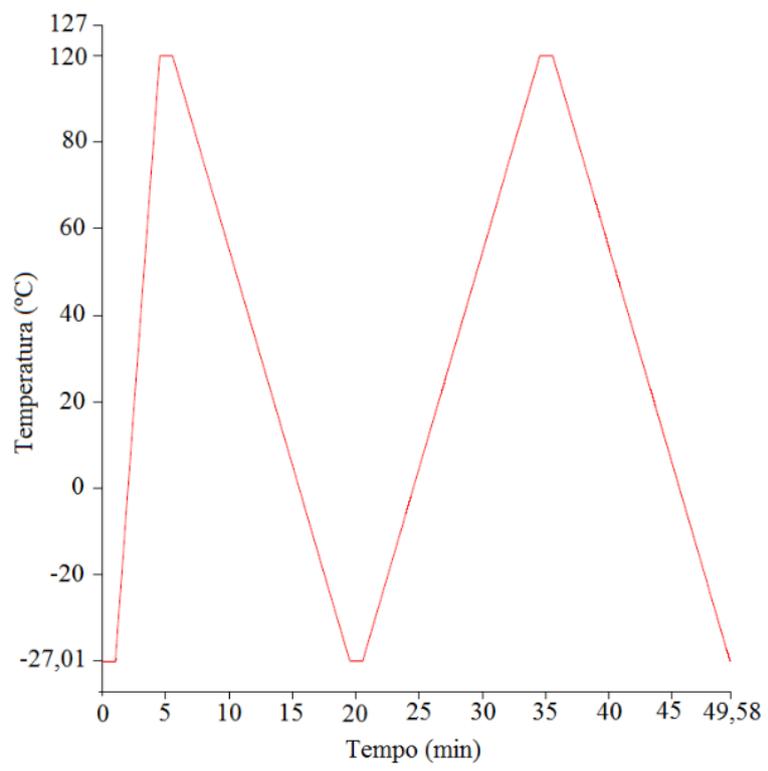


Figura 3.15 - Ciclo de aquecimento e resfriamento usados para o ensaio de DSC.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 RESULTADO E ANÁLISE DO ENSAIO DINÂMICO

Ao inserir as dimensões dos corpos de prova o *Software* calcula automaticamente a densidade (ρ) em g/cm^3 , e mostra a localização dos pontos nodais (nos quais o corpo de prova deve ser apoiado) a partir da relação $0,224C$ em mm, onde C é o comprimento do corpo de prova. Os valores de densidades calculadas foram de $6,46 \text{ g/cm}^3$ tanto para os materiais sem tratamento quanto para os tratados criogenicamente. A título de comparação foi apresentado resultados do material com tratamento criogênico profundo (TCP) realizado por Albano (2013). É importante ressaltar ainda que não há dependência entre o ensaio e o tamanho dos corpos de prova ensaiados. Os resultados tanto do módulo de elasticidade quanto do fator de amortecimento gerados a partir da frequência fundamental, pelo *software* Sonelastic, foram exportados para o programa Excel e estão registrados nas Tabelas 4.1 a 4.6. Nesse ensaio, foram realizadas cinco medições no mesmo corpo de prova. Utilizaram-se três corpos de prova para cada tempo de encharque (8 horas, 16 horas e 24 horas).

Legenda:

E (flex): Módulo de Elasticidade flexional (GPa);

Freq TF: Frequência "Time- Frequency";

ζ TF: Fator de amortecimento "Time Frequency".

Tabela 4.1 - Resultado do ensaio da Técnica de Excitação por Impulso para material sem tratamento (NiTi_ST).

Name	E (flex)	\pm	Freq TF	ζ TF (E-6)
NiTi_ST	72,12	1,7	4624,980	774,0
NiTi_ST	72,11	1,7	4624,938	755,4
NiTi_ST	72,12	1,7	4625,022	746,2
NiTi_ST	72,12	1,7	4625,085	751,2
NiTi_ST	72,12	1,7	4625,125	744,7
Valor médio	72,12	1,7	4625,030	754,3
Desvio-padrão	0,004472136	0	0,0070993348	11,79703353
Média	$72,12 \pm 1,7$	1,7	$4625,03 \pm 0,01$	$754,30 \pm 11,80$

Tabela 4.2 - Resultado do ensaio da Técnica de Excitação por Impulso para o material com tratamento criogênico profundo (Albano, 2013) (NiTi_TCP).

Name	E (flex)	±	Freq TF	ζ TF (E-6)
NiTi_TCP	74,92	2,36	10932,144	931,4
NiTi_TCP	74,93	2,36	10932,603	926,9
NiTi_TCP	74,93	2,36	10932,51	914,6
NiTi_TCP	74,93	2,36	10932,593	932,6
NiTi_TCP	74,93	2,36	10932,585	894,9
Valor médio	74,93	2,36	10932,487	920,08
Desvio-padrão	0,004472136	0	0,195239596	15,77551901
Média	74,93 ± 2,36	2,36	10932 ± 0,2	920,08 ± 15,78

Tabela 4.3 - Resultado do ensaio da Técnica de Excitação por Impulso para o material tratado criogenicamente de forma brusca, 15 minutos de encharque (NiTi_TC15min).

Name	E (flex)	±	Freq TF	ζ TF (E-6)
NiTi_TC15min	70,83	1,66	4634,287	1135,7
NiTi_TC15min	70,83	1,66	4634,332	1110,6
NiTi_TC15min	70,84	1,66	4634,426	1134,7
NiTi_TC15min	70,84	1,66	4634,520	1126,5
NiTi_TC15min	70,85	1,66	4634,735	1120,0
Valor médio	70,84	1,66	4634,46	1125,5
Desvio-padrão	0,008660254	0	0,18267339	10,51118452
Média	70,84 ± 2,36	1,66	4634,46 ± 0,2	1125,5 ± 10,51

Tabela 4.4 - Resultado do ensaio da Técnica de Excitação por Impulso para os corpos de prova 1, 2 e 3 tratado criogenicamente de forma brusca, 8 horas de encharque (NiTi_TC8h).

Name	E (flex)	±	Freq TF	ζ TF (E-6)
NiTi_TC8h_1	71,69	1,73	4634,287	1485,3
NiTi_TC8h_1	71,78	1,73	4634,332	1460,3
NiTi_TC8h_1	71,79	1,73	4634,426	1484,4
NiTi_TC8h_1	71,81	1,73	4634,520	1476,2
NiTi_TC8h_1	71,79	1,73	4634,735	1471,1
NiTi_TC8h_1	70,96	1,73	4634,353	1472,3
NiTi_TC8h_1	70,97	1,73	4634,845	1461,3
NiTi_TC8h_1	70,96	1,73	4634,735	1463,4
NiTi_TC8h_1	71,29	1,73	4634,954	1433,4
NiTi_TC8h_1	71,27	1,73	4634,378	1480,1
NiTi_TC8h_1	71,97	1,73	4634,023	1486,3
NiTi_TC8h_1	71,96	1,73	4634,845	1470,6
NiTi_TC8h_1	71,96	1,73	4634,998	1481,4
NiTi_TC8h_1	71,96	1,73	4634,156	1477,2
NiTi_TC8h_1	71,97	1,73	4634,654	1470,1
Valor médio	71,77	1,73	4634,555	1475,46
Desvio-padrão	0,001866025	0	0,17456788	12,4511845
Média	71,77 ± 2,44	1,73	4634,55 ± 0,2	1475,46 ± 12,45

Tabela 4.5 - Resultado do ensaio da Técnica de Excitação por Impulso para os corpos de prova 1, 2 e 3 tratado criogenicamente de forma brusca, 16 horas de encharque (NiTi_TC16h).

Name	E (flex)	±	Freq TF	ζ TF (E-6)
NiTi_TC16h_1	71,54	1,73	4634,677	1535,3
NiTi_TC16h_1	71,56	1,73	4634,332	1510,3
NiTi_TC16h_1	71,57	1,73	4634,426	1534,4
NiTi_TC16h_1	71,58	1,73	4634,520	1526,2
NiTi_TC16h_1	71,62	1,73	4634,735	1521,1
NiTi_TC16h_2	71,19	1,73	4634,353	1532,3
NiTi_TC16h_2	71,49	1,73	4634,234	1534,4
NiTi_TC16h_2	71,49	1,73	4634,735	1526,2
NiTi_TC16h_2	71,26	1,73	4634,654	1522,1
NiTi_TC16h_2	71,53	1,73	4634,378	1521,3
NiTi_TC16h_3	70,66	1,73	4634,023	1532,3
NiTi_TC16h_3	70,63	1,73	4634,845	1534,4
NiTi_TC16h_3	70,64	1,73	4634,832	1526,2
NiTi_TC16h_3	70,65	1,73	4634,156	1522,1
NiTi_TC16h_3	70,66	1,73	4634,654	1521,3
Valor médio	71,14	1,73	4634,348	1535,63
Desvio-padrão	0,001964025	0	0,18477748	11,5511866
Média	71,14 ± 2,34	1,73	4634,548 ± 0,2	1535,63 ± 11,55

Tabela 4.6 - Resultado do ensaio da Técnica de Excitação por Impulso para os corpos de prova 1, 2 e 3 tratado criogenicamente de forma brusca, 24 horas de encharque (NiTi_TC24h).

Name	E (flex)	±	Freq TF	ζ TF (E-6)
NiTi_TC24h_1	71,21	1,73	4634,287	1625,3
NiTi_TC24h_1	71,21	1,73	4634,332	1640,3
NiTi_TC24h_1	71,21	1,73	4634,426	1624,4
NiTi_TC24h_1	71,27	1,73	4634,520	1626,2
NiTi_TC24h_1	71,26	1,73	4634,735	1621,1
NiTi_TC24h_2	70,78	1,73	4634,353	1632,3
NiTi_TC24h_2	70,79	1,73	4634,845	1634,4
NiTi_TC24h_2	70,84	1,73	4634,735	1626,2
NiTi_TC24h_2	70,82	1,73	4634,954	1662,1
NiTi_TC24h_2	70,83	1,73	4634,378	1621,3
NiTi_TC24h_3	70,43	1,73	4634,023	1632,3
NiTi_TC24h_3	70,46	1,73	4634,845	1634,4
NiTi_TC24h_3	70,47	1,73	4634,998	1626,2
NiTi_TC24h_3	70,47	1,73	4634,156	1672,1
NiTi_TC24h_3	70,46	1,73	4634,654	1621,3
Valor médio	70,64	1,73	4634,344	1630,73
Desvio-padrão	0,001764033	0	0,18477748	13,4521856
Média	70,64 ± 2,34	1,73	4634,344 ± 0,2	1630,73 ± 13,45

Os resultados dos módulos de elasticidade obtidos pelo ensaio da Técnica de Excitação por Impulso foram: 72,12 ± 1,7 GPa para a liga sem tratamento, 74,93 ± 2,36 GPa para a liga com tratamento criogênico profundo (Albano, 2013), 70,84 ± 1,66 GPa para a liga tratada

criogenicamente de forma brusca com 15 minutos de encharque, $71,77 \pm 2,44$ para a liga tratada criogenicamente de forma brusca com 8 horas de encharque, $71,14 \pm 2,34$ para a liga tratada criogenicamente de forma brusca com 16 horas de encharque e $70,64 \pm 2,34$ para a liga tratada criogenicamente de forma brusca com 24 horas de encharque. O gráfico da Figura 4.1 apresenta os resultados comparativos dos valores do módulo de elasticidade obtidos para os materiais.

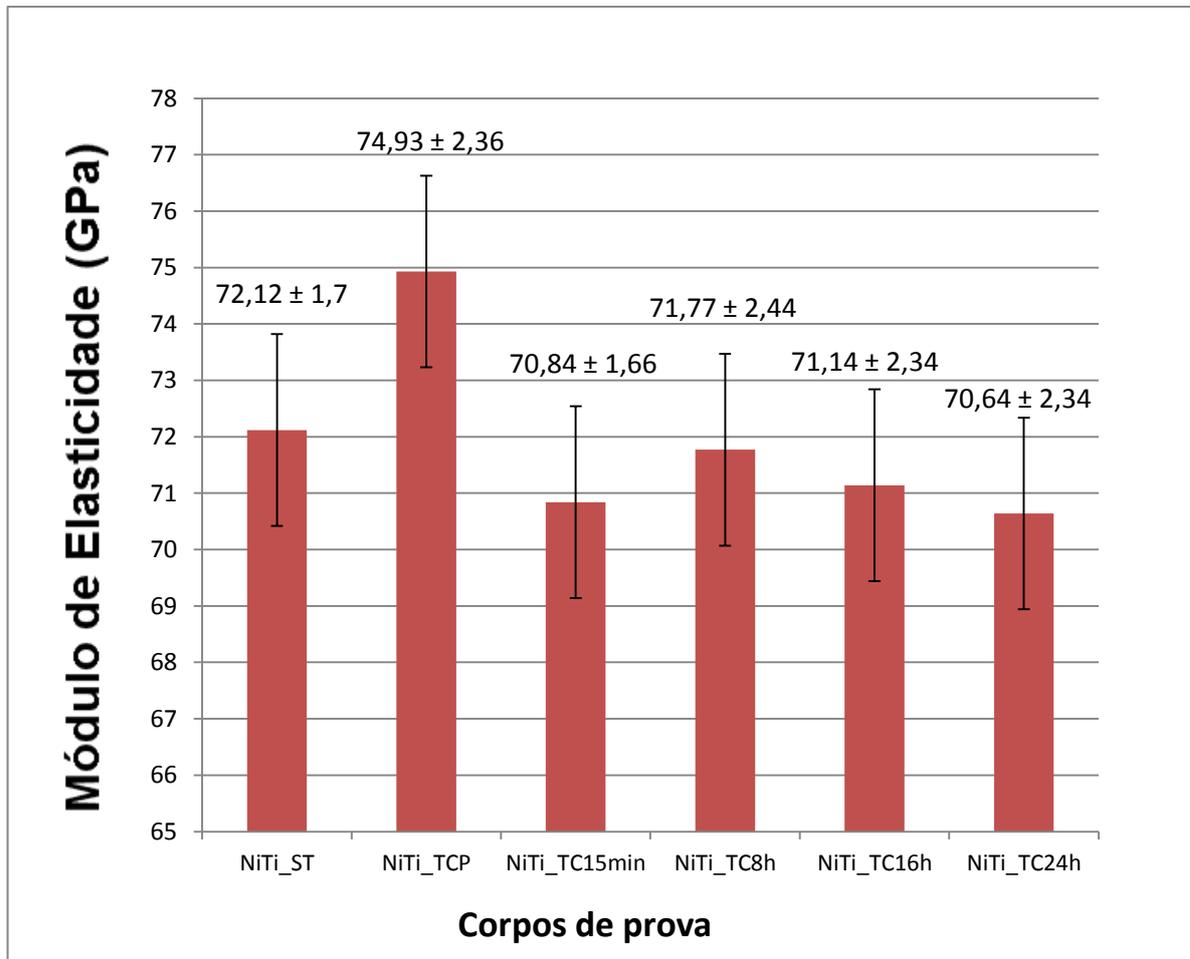


Figura 4.1 - Módulo de elasticidade dos corpos de prova de NiTi sem tratamento, com tratamento criogênico profundo e tratado criogenicamente de forma brusca com 15 minutos, 8 horas, 16 horas e 24 horas de tempo de encharque, via Sonelastic®.

A partir do equipamento Sonelastic® os cálculos do amortecimento são feitos juntamente com o módulo de elasticidade pelo *Software*. Existem dois fatores de amortecimento nos resultados dos ensaios: no domínio do tempo e no domínio da frequência. No time-damping (domínio do tempo) o ajuste da curva exponencial é realizado sobre a resposta acústica e no time-frequency damping (domínio da frequência) sobre a amplitude da frequência em função do tempo. No time-damping a presença de outras frequências pode afetar o ajuste da curva, enquanto que no time-frequency damping esta influência é muito menor, pois o ajuste é focado em apenas uma frequência. Além disso, este módulo permite a obtenção do amortecimento por um método baseado no decremento logarítmico da

amplitude da raia (no domínio da frequência) e não da amplitude do sinal (domínio do tempo) (ATCP, 2012). Isso implicou a escolha do fator de amortecimento no domínio da frequência como opção para o estudo do fator de amortecimento.

Os resultados dos fatores de amortecimento obtidos pelo ensaio da Técnica de Excitação por Impulso foram: $754,30 \pm 11,80$ (E-6) para a liga sem tratamento, $920,08 \pm 15,78$ (E-6) para a liga com tratamento criogênico profundo (Albano, 2013), $1125,5 \pm 10,51$ (E-6) para a liga tratada criogenicamente de forma brusca com 15 minutos de encharque, $1475,46 \pm 12,45$ (E-6) para a liga tratada criogenicamente de forma brusca com 8 horas de encharque, $1535,63 \pm 11,55$ (E-6) para a liga tratada criogenicamente de forma brusca com 16 horas de encharque e $1630,73 \pm 13,45$ (E-6) para a liga tratada criogenicamente de forma brusca com 24 horas de encharque. O gráfico da Figura 4.2 exibe os valores dos fatores de amortecimento para os corpos de prova de NiTi sem tratamento e tratados criogenicamente.

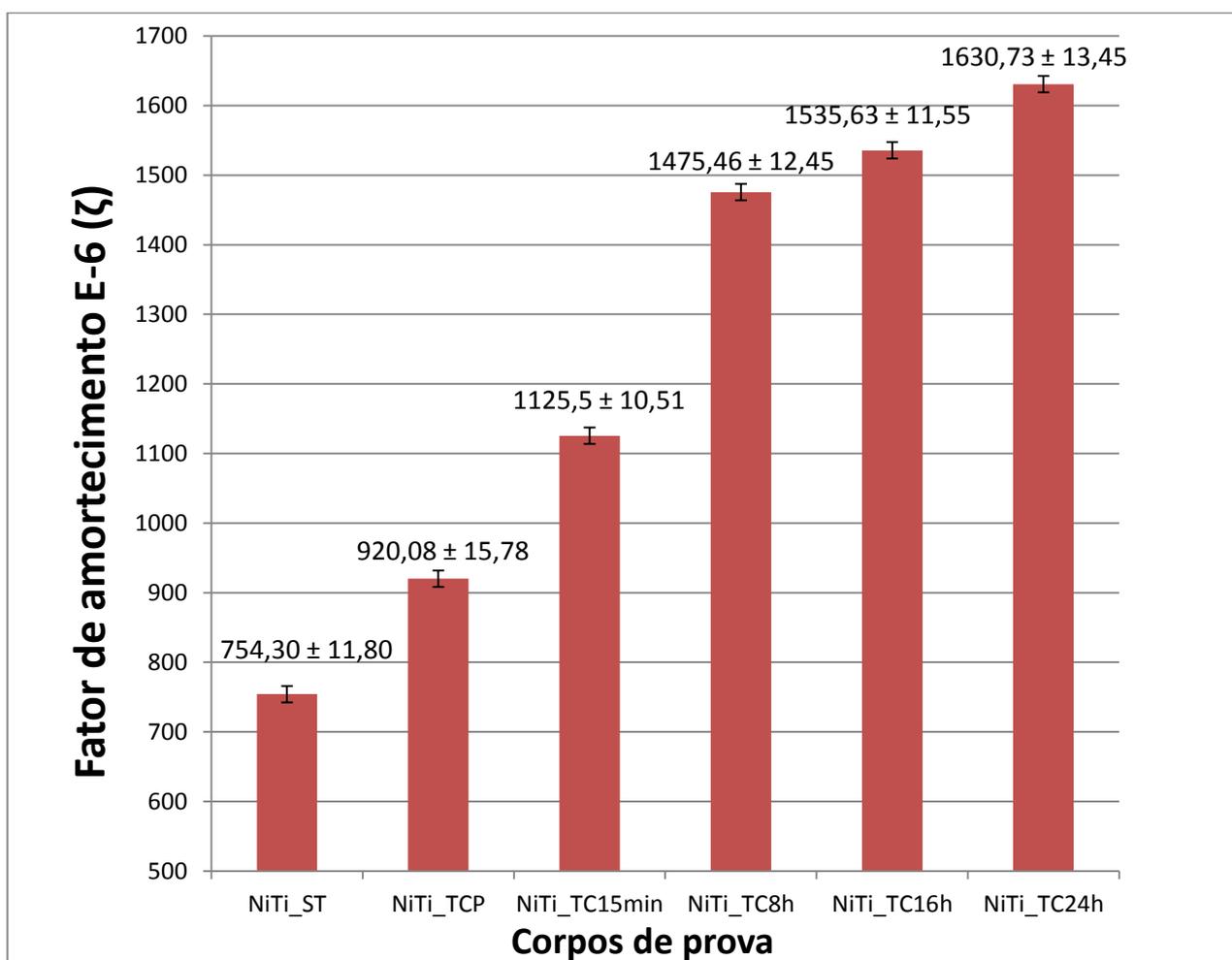


Figura 4.2 - Fator de Amortecimento dos corpos de prova de NiTi sem tratamento, com tratamento criogênico profundo e tratado criogenicamente de forma brusca com 15 minutos, 8 horas, 16 horas e 24 horas de tempo de encharque, via Sonelastic®.

4.2 RESULTADO E ANÁLISE DO ENSAIO DE DUREZA ROCKWELL B

O próximo passo no processo de caracterização mecânica do material NiTi com e sem o tratamento criogênico consistiu na realização de ensaios de dureza usando um durômetro com incerteza de ± 1 HR. A pré-carga utilizada foi de 10 kgf, carga de 100 kgf, penetrador de esfera de cromo com 1/16 de polegada e escala Rockwell. Os valores dos erros foram obtidos pela soma do erro aleatório e do erro do equipamento (± 1 HR). A Tabela 4.7 a 4.12 apresentam os resultados de dureza Rockwell para os corpos de prova de NiTi tratados criogenicamente e sem tratamento. Nesse ensaio, foram realizadas cinco medições no mesmo corpo de prova. Utilizaram-se três corpos de prova para cada tempo de encharque de 8 horas, 16 horas e 24 horas.

Tabela 4.7 - Resultado do ensaio de Dureza Rockwell para material sem tratamento (NiTi_ST).

Corpo de prova	Dureza HRB
NiTi_ST	89
Valor médio	89
Desvio-padrão	0
Dureza	89 ± 1

Tabela 4.8 - Resultado do ensaio de Dureza Rockwell para o material com tratamento criogênico profundo (Albano, 2013) (NiTi_TCP).

Corpo de prova	Dureza HRB
NiTi_TCP	91
NiTi_TCP	91
NiTi_TCP	92
NiTi_TCP	92
NiTi_TCP	92
Valor médio	91,6
Desvio-padrão	0,26
Dureza	$91,6 \pm 1,26$

Tabela 4.9 - Resultado do ensaio de Dureza Rockwell para o material tratado criogenicamente de forma brusca, 15 minutos de encharque (NiTi_TC15min).

Corpo de prova	Dureza
NiTi_TC15min	90
NiTi_TC15min	91
NiTi_TC15min	91
NiTi_TC15min	90
NiTi_TC15min	90
Valor médio	90,4
Desvio-padrão	0,547722
Dureza	90,4 ± 1,58

Tabela 4.10 - Resultado do ensaio de Dureza Rockwell para os materiais tratados criogenicamente de forma brusca, 8 horas de encharque (NiTi_TC8h).

Corpo de prova	Dureza
NiTi_TC8h_1	90
NiTi_TC8h_1	91
NiTi_TC8h_1	91
NiTi_TC8h_1	89
NiTi_TC8h_1	90
NiTi_TC8h_2	91
NiTi_TC8h_2	92
NiTi_TC8h_2	92
NiTi_TC8h_2	91
NiTi_TC8h_2	91
NiTi_TC8h_3	90
NiTi_TC8h_3	89
NiTi_TC8h_3	89
NiTi_TC8h_3	90
NiTi_TC8h_3	90
Valor médio	90,4
Desvio-padrão	0,647132
Dureza	90,4 ± 1,64

Tabela 4.11 - Resultado do ensaio de Dureza Rockwell para os materiais tratados criogenicamente de forma brusca, 16 horas de encharque (NiTi_TC16h).

Corpo de prova	Dureza
NiTi_TC16h_1	89
NiTi_TC16h_1	89
NiTi_TC16h_1	90
NiTi_TC16h_1	89
NiTi_TC16h_1	88
NiTi_TC16h_2	89
NiTi_TC16h_2	89

NiTi_TC16h_2	90
NiTi_TC16h_2	89
NiTi_TC16h_2	88
NiTi_TC16h_3	89
NiTi_TC16h_3	88
NiTi_TC16h_3	88
NiTi_TC16h_3	89
NiTi_TC16h_3	89
Valor médio	88,9
Desvio-padrão	0,597142
Dureza	88,9 ± 1,59

Tabela 4.12 - Resultado do ensaio de Dureza Rockwell para os materiais tratados criogenicamente de forma brusca, 24 horas de encharque (NiTi_TC24h).

Corpo de prova	Dureza
NiTi_TC24h_1	90
NiTi_TC24h_1	91
NiTi_TC24h_1	90
NiTi_TC24h_1	90
NiTi_TC24h_1	90
NiTi_TC24h_2	89
NiTi_TC24h_2	89
NiTi_TC24h_2	88
NiTi_TC24h_2	88
NiTi_TC24h_2	89
NiTi_TC24h_3	90
NiTi_TC24h_3	90
NiTi_TC24h_3	91
NiTi_TC24h_3	90
NiTi_TC24h_3	89
Valor médio	89,6
Desvio-padrão	0,925732
Dureza	89,6 ± 1,92

Com os resultados observa-se que não houve alteração significativa na dureza da liga após o tratamento criogênico de forma brusca. E alteração de 2,92% na dureza da liga após o tratamento criogênico profundo. O gráfico da Figura 4.3 apresentam os resultados comparativos dos valores de dureza obtidos para os materiais.

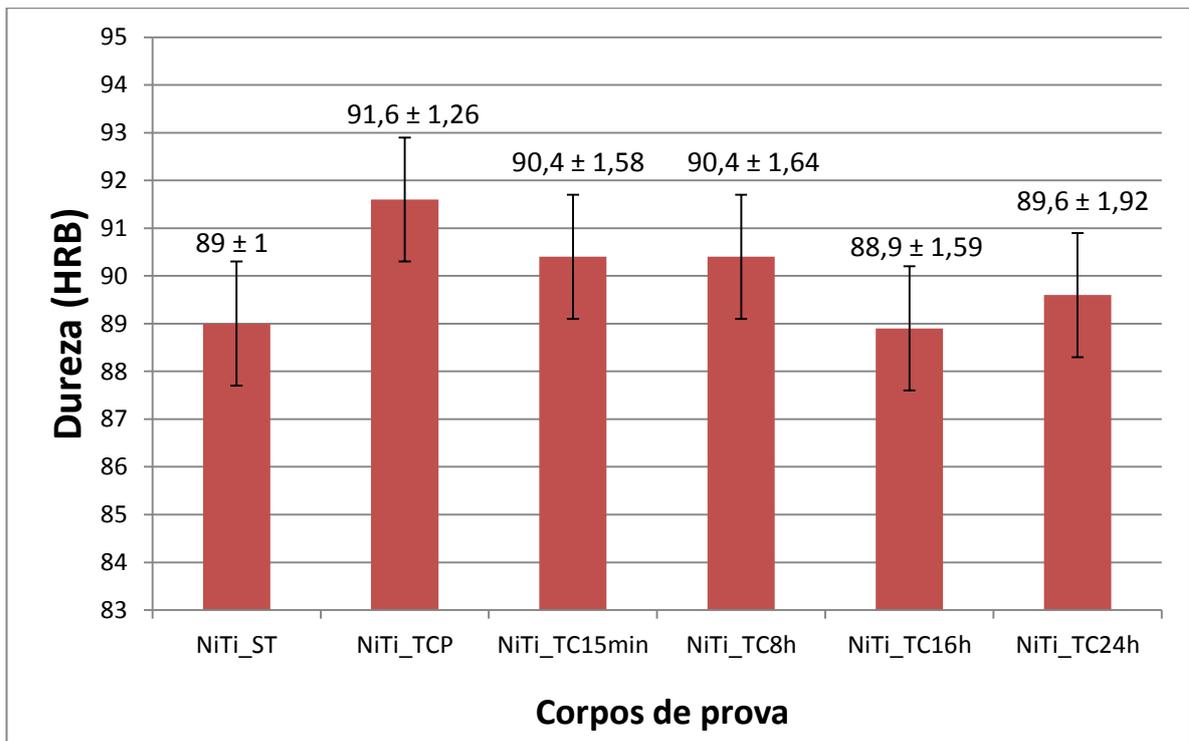


Figura 4.3 - Dureza dos corpos de prova de NiTi sem tratamento, tratado criogenicamente de forma brusca e com tratamento criogênico profundo (Albano, 2013).

4.3 RESULTADO E ANÁLISE DO ENSAIO TÉRMICO

Nesta seção, as análises de DSC das amostras sem tratamento e tratadas criogenicamente são relatadas e discutidas. A partir da observação das curvas determinaram-se as propriedades térmicas das ligas estudadas (Temperaturas de Transformação de Fases e Calor Latente de Transformação) e registraram-se as mudanças do comportamento das propriedades térmicas.

As curvas obtidas a partir do ensaio de DSC estão registradas abaixo (Figuras 4.4 a 4.9). A partir delas pode-se visualizar que no resfriamento da amostra de 120°C a -20°C (curva inferior) ocorreu um pico exotérmico que está associado à transformação direta (da fase austenita para martensita) e no posterior aquecimento de -20°C a 120°C (curva superior) ocorreu um pico endotérmico que está associado à transformação reversa (fase martensita para austenita).

Os valores das Temperaturas de Transformação de Fase e Calores Latente de Transformação obtidos nas curvas de resfriamento e aquecimento na análise via DSC tanto para a liga sem tratamento quanto para as ligas tratadas criogenicamente estão registrados na Tabela 4.13.

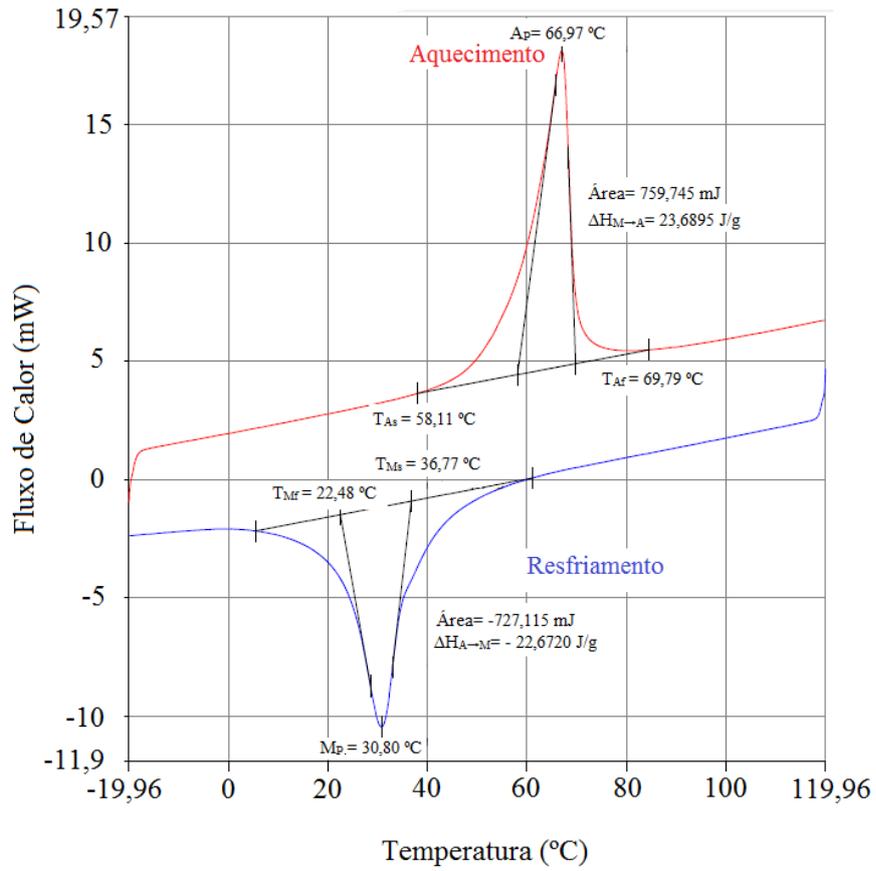


Figura 4.4 - Curva de DSC para a liga NiTi sem tratamento criogênico.

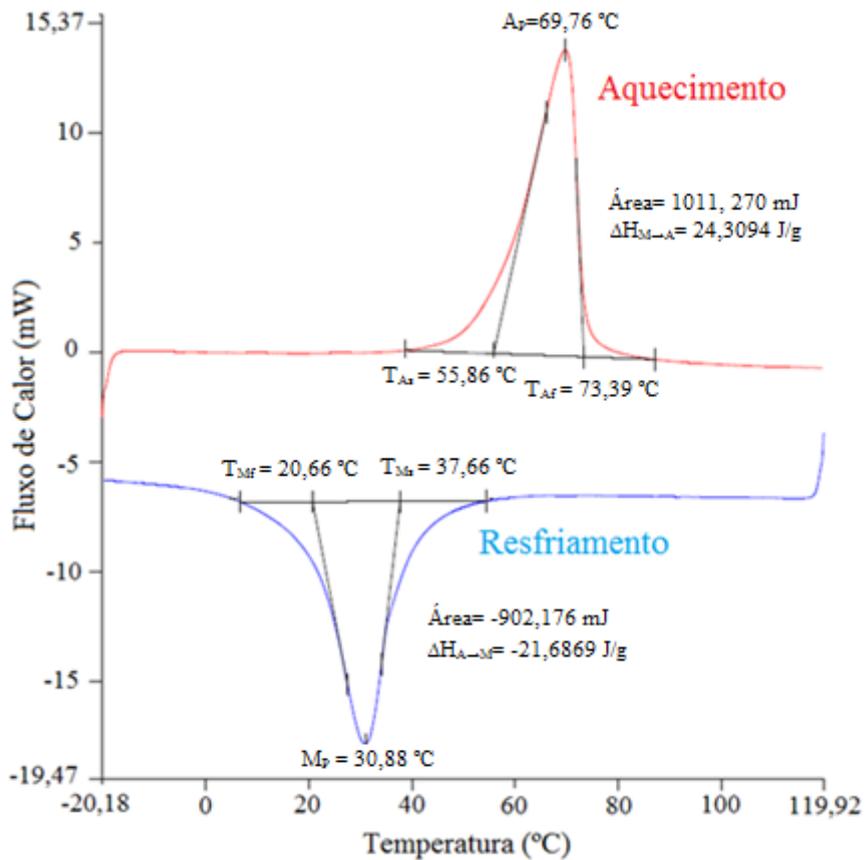


Figura 4.5 - Curva de DSC para a liga NiTi com tratamento criogênico profundo (NiTi_TCP), (Albano, 2013) .

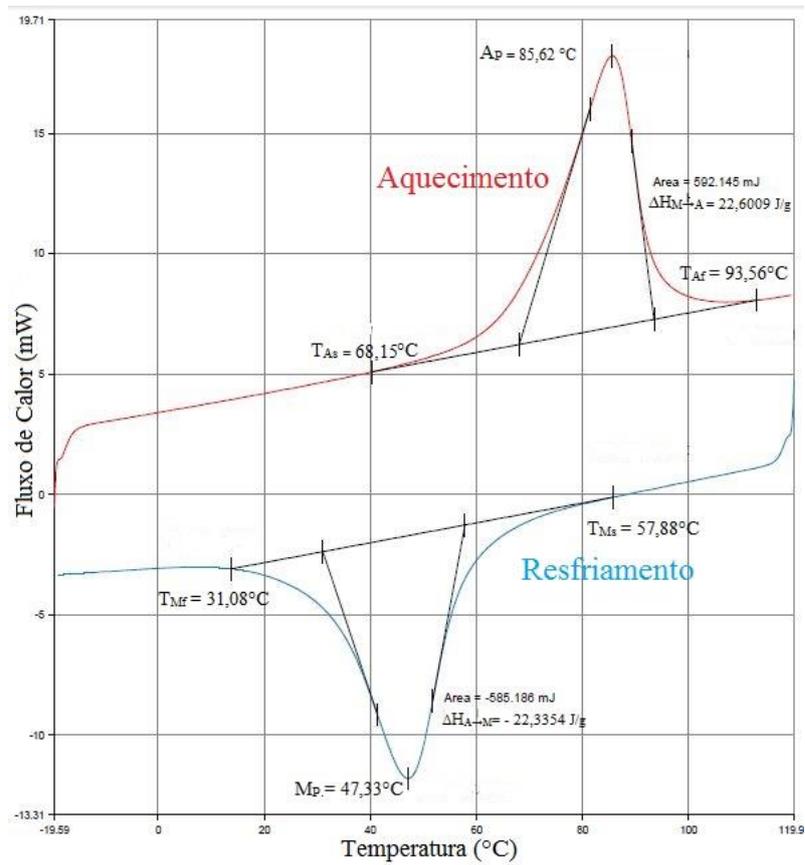


Figura 4.6 - Curva de DSC para a liga NiTi tratada criogenicamente de forma brusca, 15 minutos de encharque (NiTi_TC15min).

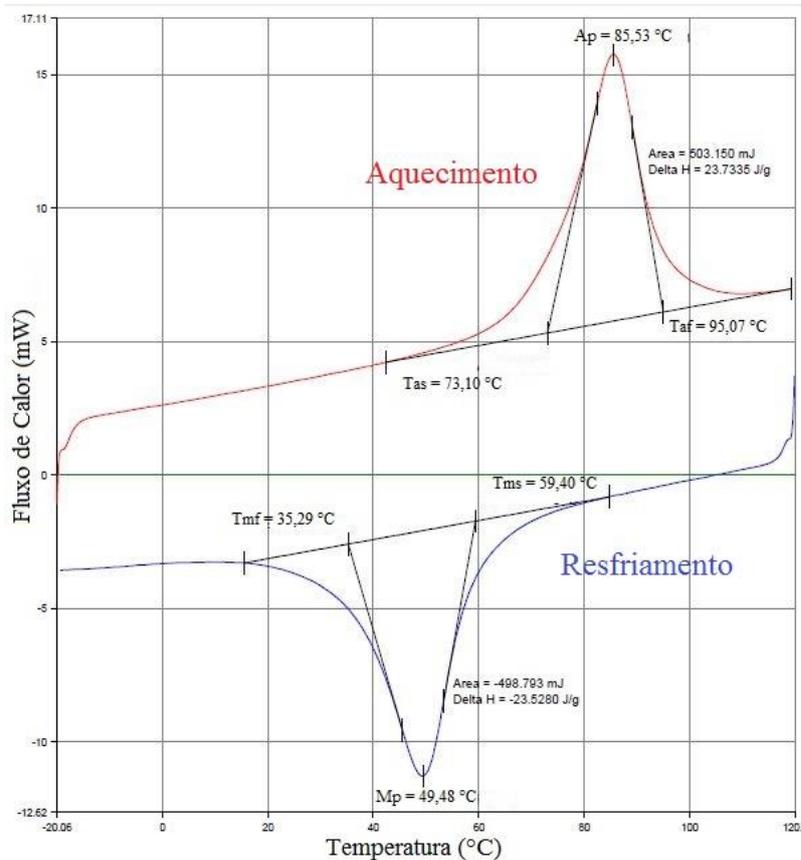


Figura 4.7 - Curva de DSC para a liga NiTi tratada criogenicamente de forma brusca, 8 horas de encharque (NiTi_TC8h).

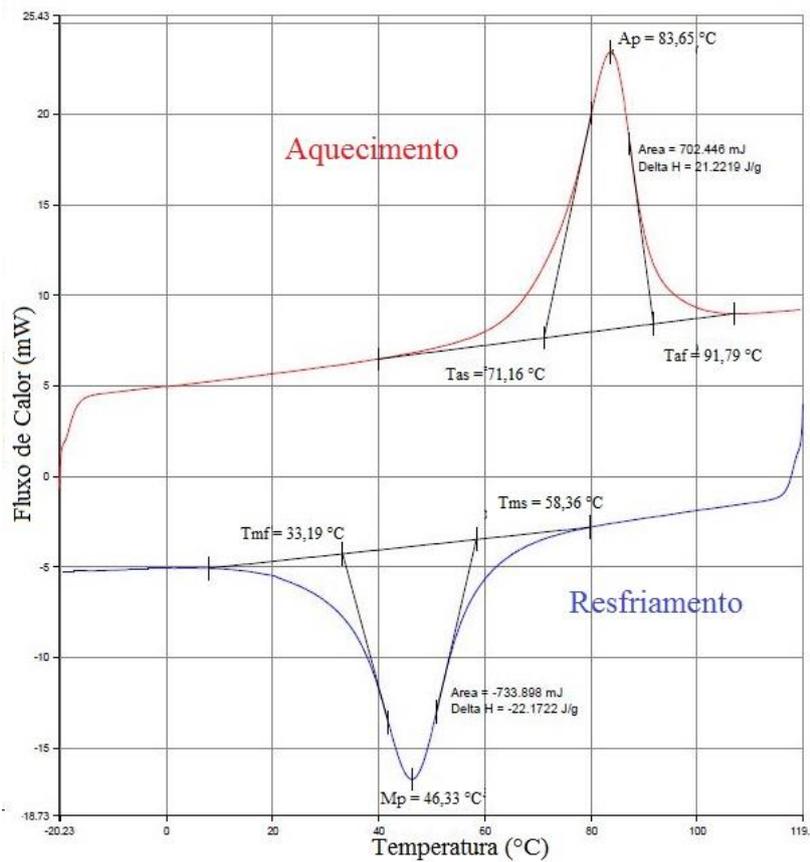


Figura 4.8 - Curva de DSC para a liga NiTi tratada criogenicamente de forma brusca, 16 horas de encharque (NiTi_TC16h).

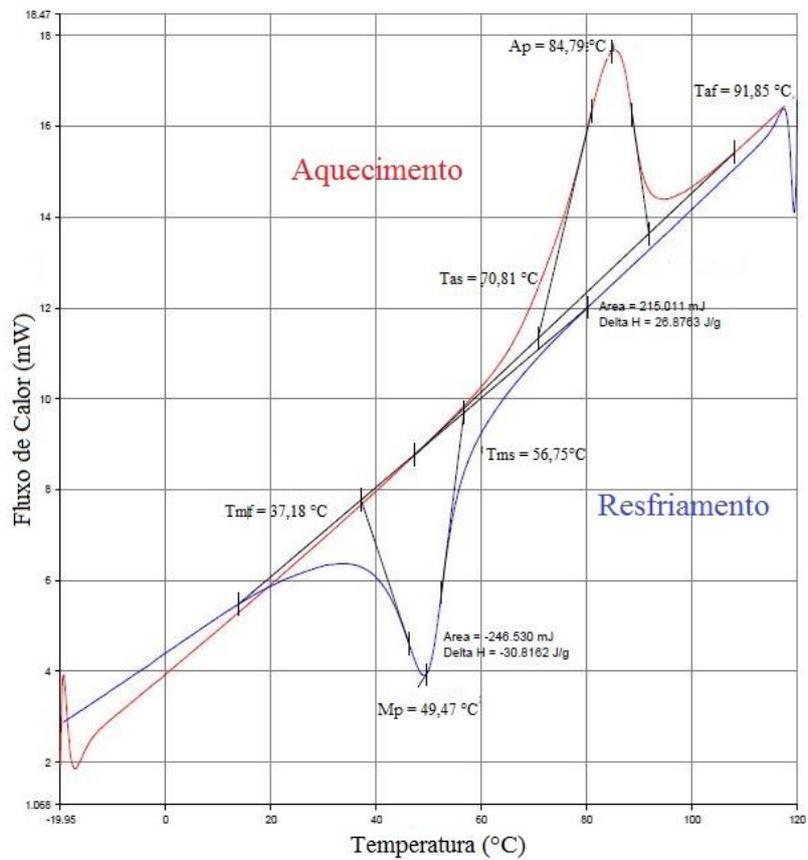


Figura 4.9 - Curva de DSC para a liga NiTi tratada criogenicamente de forma brusca, 24 horas de encharque (NiTi_TC24h).

Tabela 4.13 – Temperaturas de Transformação de Fases e Calores Latentes de Transformação das Ligas NiTi sem tratamento e tratadas criogenicamente obtidos a partir do DSC.

Propriedades Termomecânicas					
NiTi_ST	NiTi_TCP	NiTi_TC15min	NiTi_TC8h	NiTi_TC16h	NiTi_TC24h
Temperaturas de Transformação de Fase (°C)					
$T_{Ms} = 36,77$	$T_{Ms} = 37,66$	$T_{Ms} = 57,88$	$T_{Ms} = 59,40$	$T_{Ms} = 58,36$	$T_{Ms} = 56,75$
$T_{Mf} = 22,48$	$T_{Mf} = 20,66$	$T_{Mf} = 31,08$	$T_{Mf} = 35,29$	$T_{Mf} = 33,19$	$T_{Mf} = 37,18$
$T_{As} = 58,11$	$T_{As} = 55,86$	$T_{As} = 68,15$	$T_{As} = 73,10$	$T_{As} = 71,16$	$T_{As} = 70,81$
$T_{Af} = 69,79$	$T_{Af} = 73,39$	$T_{Af} = 93,56$	$T_{Af} = 95,07$	$T_{Af} = 91,79$	$T_{Af} = 91,87$
$M_P = 30,80$	$M_P = 30,88$	$M_P = 47,33$	$M_P = 49,48$	$M_P = 46,33$	$M_P = 49,47$
$A_P = 66,97$	$A_P = 69,76$	$A_P = 85,62$	$A_P = 85,53$	$A_P = 83,65$	$A_P = 84,79$
Calor Latente de Transformação (J/g)					
$\Delta H_{A \rightarrow M} = -22,6720$	$\Delta H_{A \rightarrow M} = -21,6869$	$\Delta H_{A \rightarrow M} = -22,3354$	$\Delta H_{A \rightarrow M} = -23,5280$	$\Delta H_{A \rightarrow M} = -22,1722$	$\Delta H_{A \rightarrow M} = -30,8162$
$\Delta H_{M \rightarrow A} = 23,6895$	$\Delta H_{M \rightarrow A} = 24,3094$	$\Delta H_{M \rightarrow A} = 22,6009$	$\Delta H_{M \rightarrow A} = 23,7335$	$\Delta H_{M \rightarrow A} = 21,2219$	$\Delta H_{M \rightarrow A} = 26,8763$

Os valores das Temperaturas de Transformação de Fase obtidos nas curvas de resfriamento e aquecimento na análise via DSC tanto para a liga sem tratamento quanto para as ligas tratadas criogenicamente estão registrados também nas figuras a seguir:

No caso da transformação direta (resfriamento) ocorreu um aumento significativo na temperatura de início da fase martensita (T_{Ms}) após o tratamento criogênico de forma brusca com 15 minutos de encharque, 57,41%. Albano (2013) obteve um aumento na ordem de 2,42% em seus resultados com o tratamento criogênico profundo. A temperatura final da fase martensita (T_{Mf}) apresentou um aumento de 38,25% enquanto Albano (2013) obteve uma diminuição de 8,1%.

No caso da transformação reversa (aquecimento) ocorreu um aumento na temperatura de início da fase austenítica (T_{As}) de 17,28 % enquanto Albano (2013) obteve uma redução percentual de 3,87. A temperatura final da fase austenítica (T_{Af}) apresentou um aumento de 34,06% em relação ao material não tratado diante de 5,16% obtido por Albano (2013).

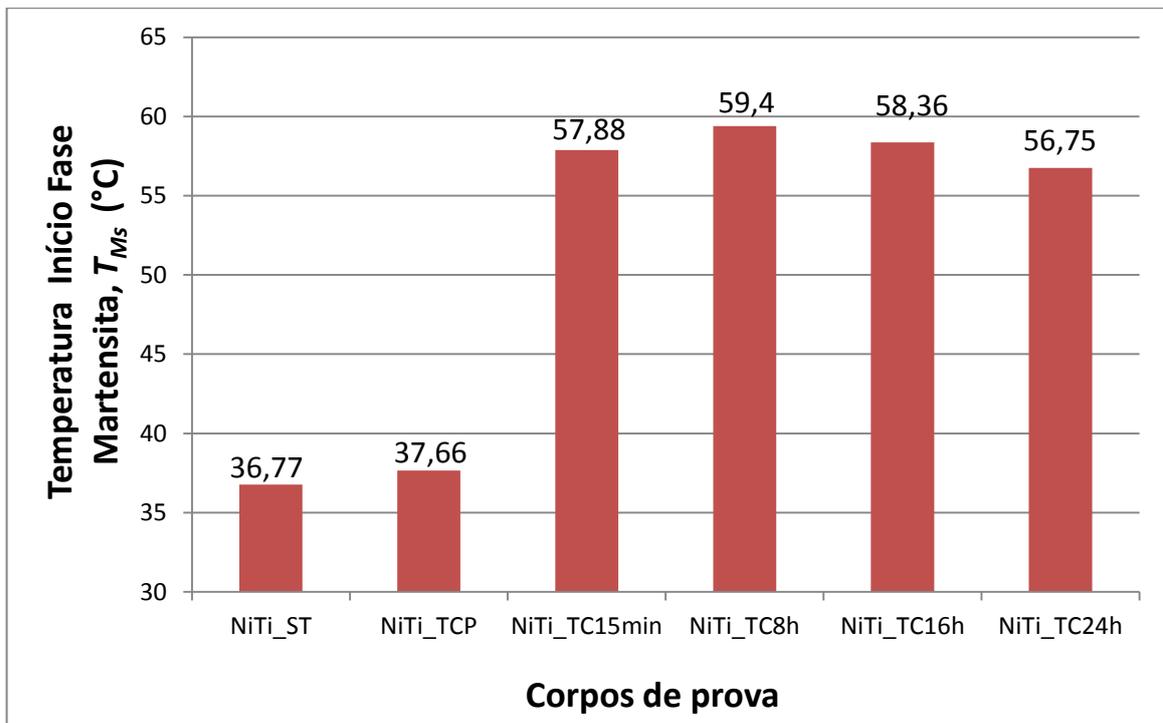


Figura 4.10 - Temperatura de início da fase martensita dos corpos de prova de NiTi sem tratamento, com tratamento criogênico profundo e tratado criogenicamente de forma brusca com 15 minutos, 8 horas, 16 horas e 24 horas de tempo de encharque.

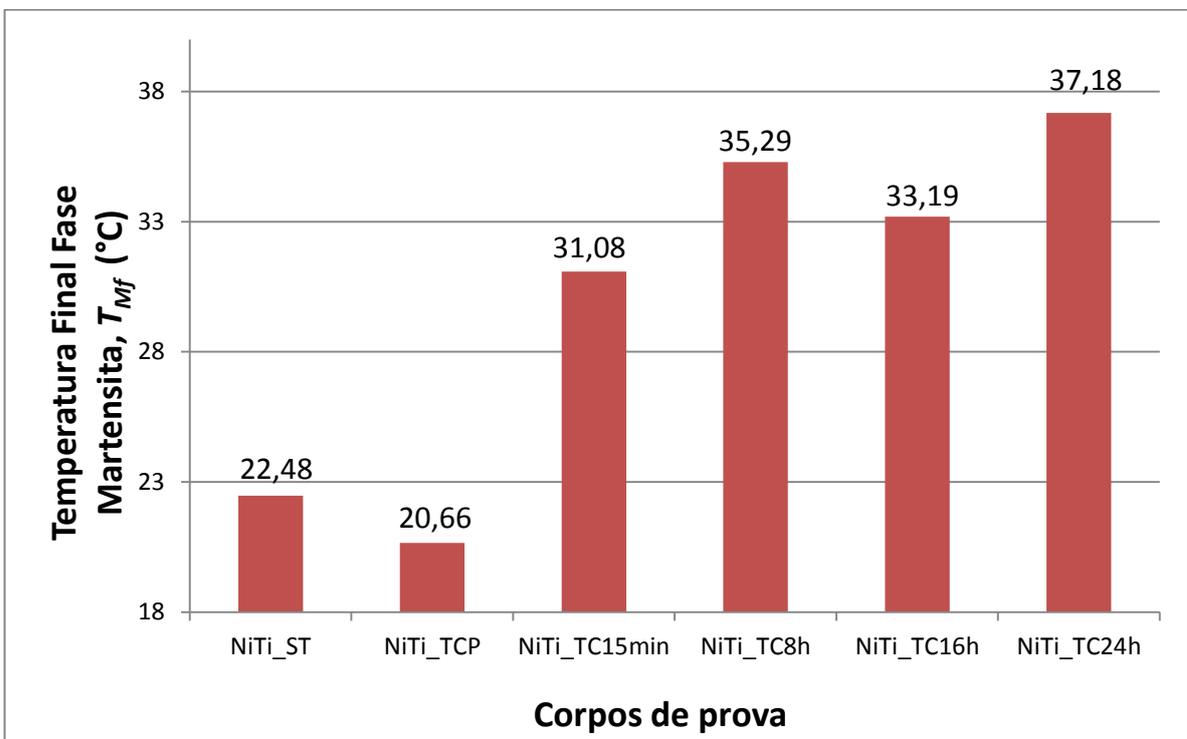


Figura 4.11 - Temperatura final da fase martensita dos corpos de prova de NiTi sem tratamento, com tratamento criogênico profundo e tratado criogenicamente de forma brusca com 15 minutos, 8 horas, 16 horas e 24 horas de tempo de encharque.

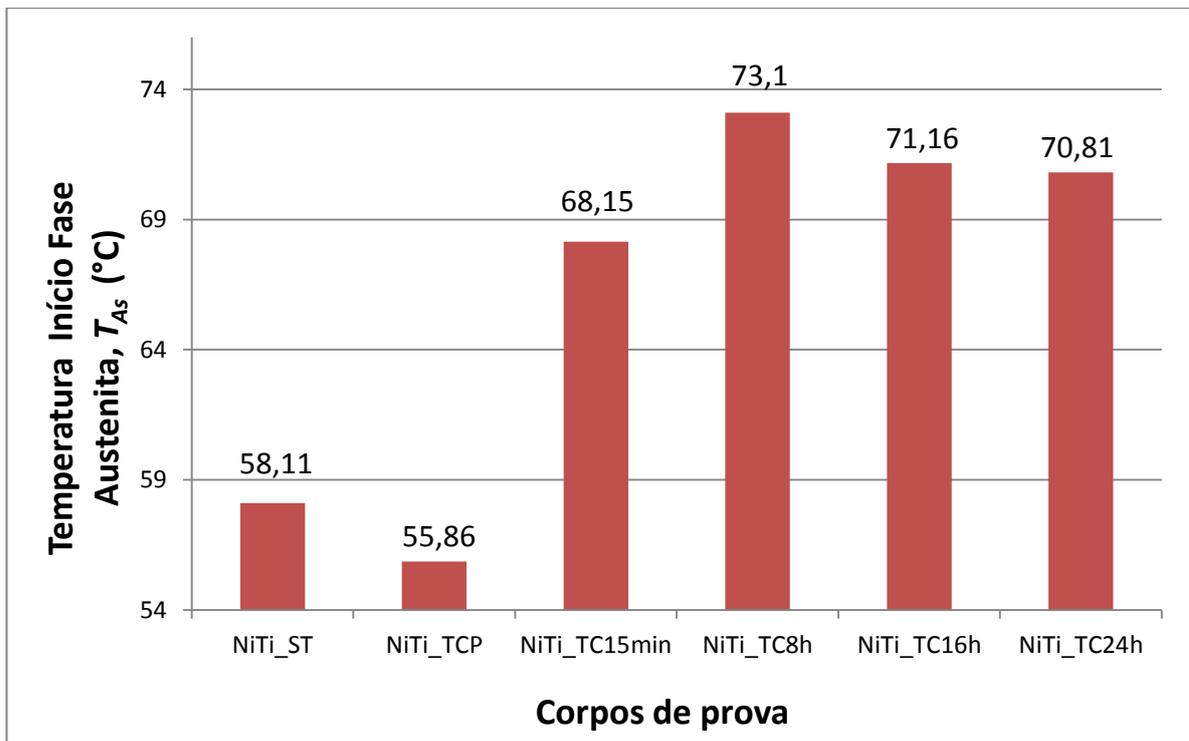


Figura 4.12 - Temperatura de início da fase austenita dos corpos de prova de NiTi sem tratamento, com tratamento criogênico profundo e tratado criogenicamente de forma brusca com 15 minutos, 8 horas, 16 horas e 24 horas de tempo de encharque.

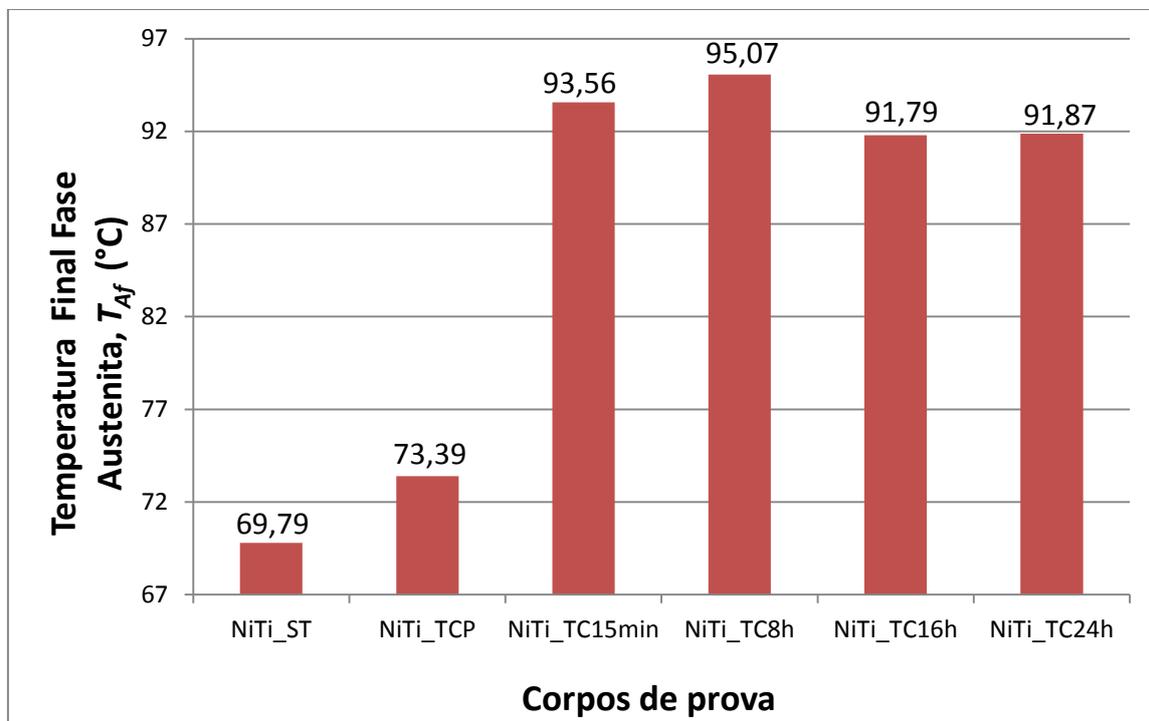


Figura 4.13 - Temperatura final da fase austenita dos corpos de prova de NiTi sem tratamento, com tratamento criogênico profundo e tratado criogenicamente de forma brusca com 15 minutos, 8 horas, 16 horas e 24 horas de tempo de encharque.

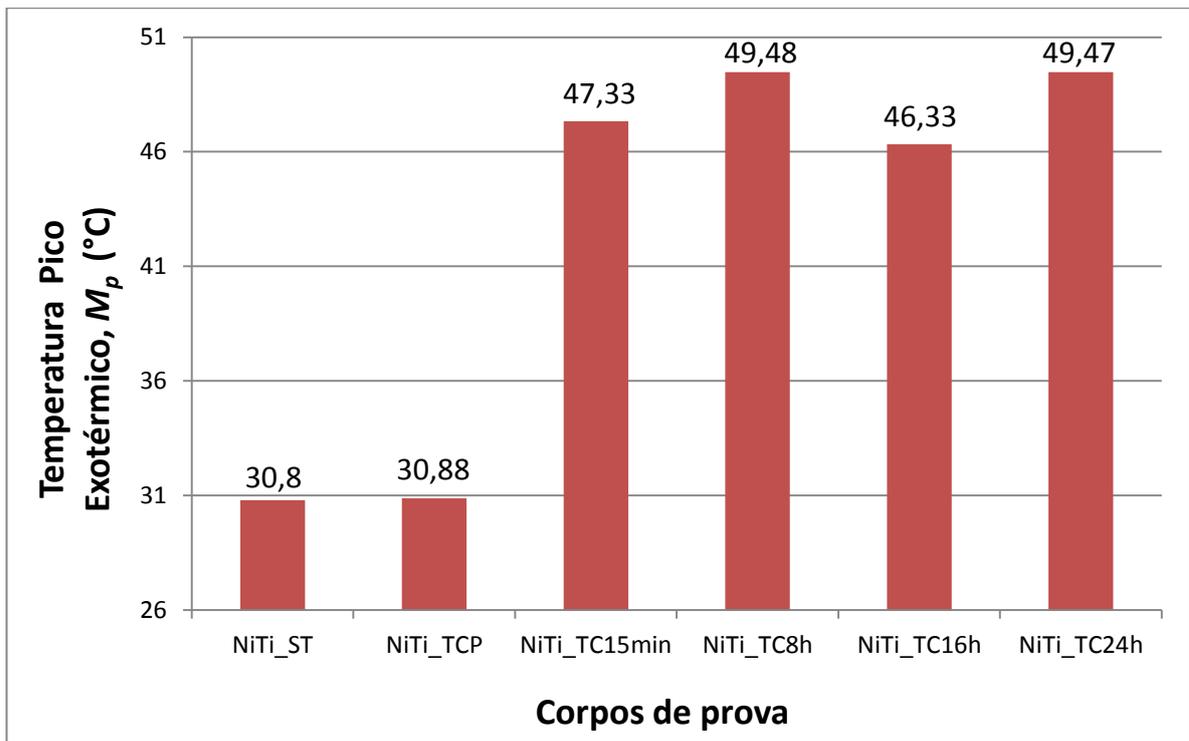


Figura 4.14 - Temperatura do Pico Exotérmico dos corpos de prova de NiTi sem tratamento, com tratamento criogênico profundo e tratado criogenicamente de forma brusca com 15 minutos, 8 horas, 16 horas e 24 horas de tempo de encharque.

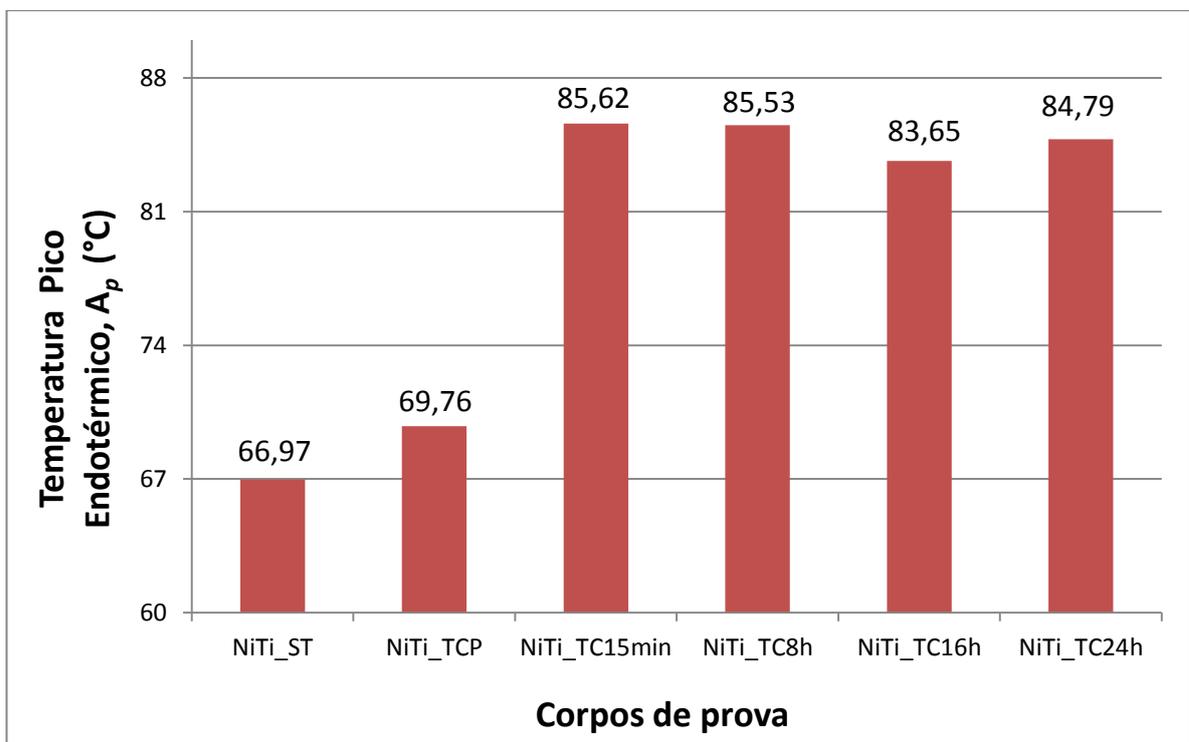


Figura 4.15 - Temperatura do Pico Endotérmico dos corpos de prova de NiTi sem tratamento, com tratamento criogênico profundo e tratado criogenicamente de forma brusca com 15 minutos, 8 horas, 16 horas e 24 horas de tempo de encharque.

As temperaturas de picos durante o resfriamento e o aquecimento são importantes para a análise das alterações nas propriedades térmicas. Esses pontos críticos de transformação ilustrados pelos símbolos M_p e A_p correspondem às temperaturas de picos das curvas DSC para as transformações diretas e reversas, respectivamente. A temperatura de pico M_p durante o resfriamento teve um aumento significativo de 53,67 % após do tratamento criogênico de forma brusca com 15 minutos de encharque. Os resultados de Albano (2013) mostram um aumento de apenas 0,26% no valor de M_p em comparação ao material sem tratamento. No aquecimento ocorreu um aumento na temperatura (A_p) de 27,85% e de 4,17 % nos resultados de Albano (2013), ambos com relação ao material sem tratamento.

Com relação às alterações nos calores latentes de transformação pode-se concluir que o calor liberado (reação exotérmica) durante a transformação direta (austenita para martensita) apresentou uma diminuição da ordem de 1,48 %. O calor absorvido (reação endotérmica) que ocorre durante a transformação reversa (martensita para austenita) apresentou redução de 4,60 %.

Após a realização do DSC e análise dos gráficos verifica-se que na temperatura ambiente a liga NiTi não tratada criogenicamente não é totalmente martensítica porque a temperatura M_f é inferior a 24°C. Entretanto, a liga que sofreu tratamento criogênico rápido teve sua temperatura M_f alterada para 31,08°C, logo conclui-se que a temperatura ambiente, 24°C, ela é totalmente martensítica pois M_f é superior a 24°C.

Os valores “Variação (%)” foram obtidos a partir da equação:

$$V (\%) = \left(\frac{T_{TC} - T_{ST}}{T_{ST}} \right) 100 \quad (24)$$

5 CONCLUSÕES

A partir das análises da Técnica de Excitação por Impulso, Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC) e ensaio de dureza Rockwell B verificou-se, respectivamente, o módulo de elasticidade, o amortecimento, as temperaturas de transformação de fases e o calor latente de transformação e a dureza das ligas NiTi com e sem tratamento criogênico. O Tratamento Criogênico ao que os materiais foram submetidos consistiu em um resfriamento instantâneo da temperatura ambiente (24 °C) até -190°C. Os tempos de encharque foram de 15 minutos, 8 horas, 16 horas e 24 horas. Em seguida, os corpos de prova foram aquecidos de -190 °C até a temperatura ambiente de forma espontânea. Por meio dos resultados obtidos concluiu-se que:

- Em relação ao material não tratado, o tratamento criogênico causou uma variação máxima de 3,9 % no módulo de Elasticidade. Considerando-se a margem de erro conclui-se que o módulo de elasticidade não foi alterado pelos tratamentos criogênicos. O módulo de Elasticidade das ligas NiTi sem tratamento, com tratamento criogênico profundo e tratadas criogenicamente com 15 minutos, 8 horas, 16 horas e 24 horas de encharque foram respectivamente de: $72,12 \pm 1,7$ GPa (NiTi_ST), $74,93 \pm 2,36$ GPa (NiTi_TCP), $70,84 \pm 1,66$ GPa (NiTi_TC15min), $71,77 \pm 2,44$ GPa (NiTi_TC8h), $71,14 \pm 2,34$ GPa (NiTi_TC16h) e $70,64 \pm 2,34$ GPa (NiTi_TC24h);
- Os fatores de amortecimento apresentaram aumento significativo após os tratamentos criogênicos. O aumento máximo, em relação ao material não tratado, foi de 116 % (NiTi_TC24h). Observou-se que, à medida que o tempo de encharque aumentava, ocorria também a elevação do fator de amortecimento. O fator de amortecimento das ligas NiTi sem tratamento, com tratamento criogênico profundo e tratadas criogenicamente com 15 minutos, 8 horas, 16 horas e 24 horas de encharque foram respectivamente de: $754,30 \pm 11,80$ (E-6) (NiTi_ST), $920,08 \pm 15,78$ (E-6) (NiTi_TCP), $1125,5 \pm 10,51$ (E-6) (NiTi_TC15min), $1475,46 \pm 12,45$ (E-6) (NiTi_TC8h), $1535,63 \pm 11,55$ (E-6) (NiTi_TC16h) e $1630,73 \pm 13,45$ (E-6) (NiTi_TC24h);
- Em relação ao material não tratado, o tratamento criogênico causou uma variação máxima de 2,9 % na dureza do material. Considerando-se a margem de erro conclui-se que a dureza não foi alterada pelos tratamentos criogênicos. A dureza das ligas NiTi sem tratamento e tratadas criogenicamente foram respectivamente de: 89 ± 1 HRB (NiTi_ST), $91,6 \pm 1,26$ HRB (NiTi_TCP), $90,4 \pm 1,58$ HRB (NiTi_TC15min), $90,4 \pm 1,64$ HRB (NiTi_TC8h), $88,9 \pm 1,59$ HRB (NiTi_16h), $89,6 \pm 1,92$ HRB (NiTi_24h);
- As Temperaturas de Transformação de Fase assim como os Calores Latentes de Transformação apresentaram alterações. Em relação ao material não tratado, o tratamento

criogênico causou um aumento máximo de 61,54 % na Temperatura de início da fase martensita (T_{Ms}). Um aumento de 65,39 % na Temperatura final da fase martensita (T_{Mf}). Na Temperatura de início da fase austenita (T_{As}), o aumento observado foi de 25,79 %. Um aumento percentual de 36,22 na Temperatura final da fase austenita (T_{Af}). Dentre os materiais tratados, o tempo de encharque não causou variações significativas nas Temperaturas de Transformação de Fase;

- Pode-se concluir, com relação às alterações nos Calores Latentes de Transformação, que o calor liberado (reação exotérmica) durante a transformação direta (austenita para martensita) apresentou uma variação máxima da ordem de 35,92 % do material não tratado para o tratado criogenicamente (NiTi_TC24h). O calor absorvido (reação endotérmica) que ocorre durante a transformação reversa (martensita para austenita) apresentou aumento de 13,45 % do material não tratado para o tratado criogenicamente (NiTi_TC24h);
- A liga NiTi sem tratamento criogênico não é 100% martensítica pois a temperatura final de transformação (T_{Mf}) é inferior a temperatura ambiente. Já as ligas NiTi tratadas criogenicamente são 100% martensíticas haja visto que T_{Mf} são superiores a temperatura ambiente. Assim obteve-se uma forma de garantir que seja martensítica na temperatura de 24°C.

Ainda é recente a aplicação do tratamento criogênico nas ligas com memória de forma e existem poucos estudos sobre o seu efeito nesse tipo de material. Como recomendações para trabalhos futuros, propõe-se a realização de difratometria de raio-X e análise de microscopia eletrônica para as ligas tratadas criogenicamente.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Ashiuchi, Edgar S. (2009). Influência do tratamento criogênico na fadiga sob condições de fretting no AL 7050-T7451. Dissertação de Mestrado em Ciências Mecânicas, Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade de Brasília, Brasília, DF, 95p.
- Albert, M. (1992). Cutting tools in the deep freeze. *Modern Maching Sho*, 64(8): p54-61.
- Amortecimento: classificação e métodos de detriminação. Informativo Técnico-Científico ITC-ME/ATCP. ATCP Engenharia Física, 14p.
- ATCP Engenharia Física. Disponível em: <<http://www.atcp.com.br/pt/produtos/caracterizacao-materiais/sonelastic/tecnica-excitacao-impulso.html>>
- ATCP Engenharia Física (2012). Manual de instalação e operação Software Sonelastic® Versão 2.2
- Albano, F.B.L. (2013). Influência de Tratamento Criogênico nas Propriedades Termomecânicas de Ligas NiTi. Projeto de Graduação em Engenharia Mecânica, Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade de Brasília, Brasília, DF.
- Batra, A. (1999), Shape Memory Alloys an Introduction, Department of Aerospace Engineering Indian Institute of Technology, Bombay, India.
- Bryson, W., E. (1999). “Cryogenics”, ed. Hansen Gardner Publications, 210p.
- Callister Jr., W. D.(2007). Ciência e Engenharia de Materiais - Uma Introdução, John Wiley & Sons, New York, – 4ª ed.
- Caponero, J.; Tenório, J. A. S.. “Técnicas de Análise Térmica”.
- Carlson, Earl A. (1969). “Heat Treating. Cold Treating and cryogenic treatment of steel”. *Asm Metal Handbook*, Lindberg ed. Heat Treating Company, Vol.4, Ninth Edition. Ed.Lyman Taylor, Metals, USA.
- Cossolino, L.C; Pereira, A.H.A (2010). Módulos elásticos: visão geral e métodos de caracterização. Informativo Técnico-Científico ITC-ME/ATCP. ATCP Engenharia Física, 27p.
- Delaey, L.; Krishnan, R.V.; Tas, H. (1974). “Thermoelasticity, pseudoelasticity, and the memory effects associated with martensitic transformations”. Part 1. Structural and microestrutural changes associated with transformations. *Journal of Materials Science*, 9 ed., p. 1521-1535.
- Eboni, G.A. (2010). Efeito do processamento criogênico na microestrutura e propriedades mecânicas do aço SAE M2 temperado e revenido.
- Farina, P. F. S. (2011). Efeito das adições de tratamentos criogênicos e de alívio de tensões no ciclo térmico do aço ferramenta AISI D2. Tese de Doutorado Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais.
- Funakubo, H.. Shape Memory Alloys. Precision Machinery and Robotics. Versão Inglesa traduzida do Japonês por J. B. Kennedy. Gordon and Breach Science Publishers, 1987.
- Gobbi, S.J. (2009). Influência do tratamento criogênico na resistência ao desgaste do aço para Trabalho a frio AISI D2. Dissertação de Mestrado em Ciência Mecânicas, Publicação ENM.DM 132/09. Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade de Brasília, Brasília, DF.
- <http://www.atcp.com.br/pt/produtos/caracterizacao-materiais/sonelastic.html>
- Krishnan, R.V.; Delaey, L.; Warlimont, H. et al (1974). “Thermoelasticity, pseudoelasticity and the memory effects associated with martensitic transformations, Part. 1 Structural and microstructural changes”. *Journal of Materials Science*, vol. 9, p. 1521-1535.
- Krishnan, R.V. (2004). Design, Fabrication and testing of shape memory alloy based cryogenic thermal conduction switch. Thesis of Master of Science in the Department of Mechanical, Materials and Aerospace Engineering in the College of Engineering and Computer Science at the University of Central Florida, Orlando, p.11-25.
- Lagoudas D. C. (2008), Shape Memory Alloys - Modeling and Engineering Applications.
- Mariante, G.R. (1999). Efeito do tratamento Criogênico nas propriedades mecânicas do aço rápido AISI M2, In: Dissertação de Mestrado – PPGEM-UFRJ.
- Mantovani D. (2000). Shape memory alloys: Properties and biomedical applications. *Journal of the Minerals. Metals and Materials Society*, 52: 36-44.
- Mohan Lal, D., Renganarayanan, S., Kalanidhi (2001). “Cryogenic treatment to augment wear resistance of tool and die steel”, in: *Cryogenic*, v.41 p:149-155.
- Moreira et al (2009). Influência do tratamento criogênico na usinabilidade do aço rolamento ABNT 52100 temperado.

- Musolino, B. C. (2011). Algoritmo de determinação do coeficiente de amortecimento em materiais refratários de alta alumina/ Bruno de Castro Musolino; orientador Carlos Dias Maciel. São Carlos.
- Novák, V., Sittner, P., Dayananda, G. n, Braz-Fernandes, F. M., Makesh, K. K. (2008). "Electric resistance variation of NiTi shape memory alloy wires in thermomechanical tests: Experiments and simulation", *Material Science and Engineering A*, Vol. 481-482, pp. 127-'33, 2008.
- Otsuka K., Ren X., Recent developments in the research of shape memory alloys, Institute of Materials Science, University of Tsukuba, Tsukuba, Ibaraki, 305- 8573, Japan. 1998
- Otsuka K.; Wayman C. M., (1998). "Shape Memory Materials", Cambridge University Press, Cambridge, UK.
- Pereira, A. H. A.; Musolino, B.; Maciel, C. D.; Rodrigues, J. A (2012). Algoritmo para determinação do amortecimento de materiais cerâmicos pela técnica das frequências naturais de vibração via excitação por impulse. *Cerâmica* vol.58 no.346 São Paulo
- Perkin Elmer (2009). Technical Specifications for the DSC 8000/8500 Differential Scanning Calorimeters.
- Perkin Elmer (2011). DSC 4000/6000/8000/8500. Soluções Abrangentes para Calorimetria Exploratória Diferencial.
- Rao, S.; *Vibrações Mecânicas*, 4ª Edição, Ed. Pearson Prentice Hall, 2008.
- Sartori, C. H. (2009). Influência dos tratamentos térmicos e tratamentos criogênicos na tenacidade do aço rápido AISI M2. Dissertação de Mestrado Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 123p.
- Sartori, C.H.; Yoshida, S.; Fagundes, M.G. (2006). Efeito do tratamento criogênico na tenacidade à fratura dos aços AISI M2, AISI D2 e aço para trabalho a frio com 8% Cr. In: 61º Congresso Anual da ABM, de 24 a 27 de julho de 2006, Rio de Janeiro- RJ.
- Savi, M.A.; Paiva, A.; Baêtanaves, A.P.; Pacheco, P.M.C.L. (2002). Phenomenological Modeling and Numerical Simulation of Shape Memory Alloys: A Thermo- Plastic-hase Transformation Coupled Model, *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, v.13, n.5, pp.261-273.
- Silva, E.P. (2011). Fenomenologia das Ligas com Memória de Forma: comportamento termomecânico. Brasília-DF
- Silva, E.P.; Castilho, W.S. (2011). Algumas aplicações das ligas com memória de forma. Shape memory alloys – SMA. *Sinergia*, São Paulo, v.12, n.1, p. 99-108.
- Silva, C.W (2007). *Vibration Damping, control, and design*. Vancouver, Canada: Taylor & Francis Group
- Silva, F.J., (1999). Influência do Tratamento Criogênico no Desempenho de Ferramentas de Aço Rápido. In: Dissertação de Mestrado-UFU.
- Software para a caracterização dos módulos de elasticidade e do amortecimento de materiais pela Técnica de Excitação por Impulso (técnica das frequências naturais de vibração).
- Surberg, C.H., Stratton, P., Lingenhöle, K., (2008). "The effect of some heat treatment parameters on the dimensional stability of AISI D2. In: *Cryogenics*, v.48, p.42-47, p42-47.
- Turner, T. L. (2000). "SMA Hybrid Composites for Dynamic Response Abatement Applications" in: 7th International Conference on Recent Advances in Structural Dynamics. University of Southampton, pp. 453-465.
- Yen, P.L., (1997). "Formation of fine eta carbide in special cryogenic and tempering process key to improve properties of alloy steels. In: *Industrial Heating*, v.14, p.40-44.
- Yun, D., Xiaoping, L., Hongshen, X. (1998); Deep Cryogenic treatment of high-speed steel and its mechnism. In: *Heat Treatment of Metals*, v.3, p.55-59.

ANEXOS

Pág.

Anexo I	Resultado do ensaio de EDX	51
----------------	-----------------------------------	-----------

ANEXO I: Resultado do ensaio de EDX

Sample : NT
 Operator: Cleber
 Comment : 5um PP_Vac_Metal
 Group : Cleber_easy_solid_
 Date : 2013-05-29 12:32:26

Measurement Condition

```
-----
Instrument: EDX-720      Atmosphere: Vac.    Collimator: 10(mm)      Spin: Off
-----
Analyte                  TG kV uA          FI Acq.(keV)  Anal.(keV)  Time(sec)  DT(%)
-----
Ti-U                    Rh 50 14-Auto ----  0 - 40      0.00-40.00  Live- 100 40
Na-Sc                   Rh 15 86-Auto ----  0 - 20      0.00- 4.40  Live- 100 39
-----
```

Quantitative Result

```
-----
Analyte          Result          (Std.Dev.) Proc.-Calc. Line      Int.(cps/uA)
-----
====[No. 1 Layer]====< Layer1      >=====
Layer1          5.000 um       (-----) Fix          -----
C3H6            100.000 %     (-----) Fix          -----
====[No. 2 Layer]====< Base        >=====
Ni              55.408 %      ( 0.049) Quan-FP      NiKa      918.9251
Ti              43.888 %      ( 0.053) Quan-FP      TiKa      463.3277
Al              0.295 %      ( 0.021) Quan-FP      AlKa      0.0470
Fe              0.157 %      ( 0.004) Quan-FP      FeKa      2.3914
Ca              0.143 %      ( 0.007) Quan-FP      CaKa      0.9612
Si              0.109 %      ( 0.007) Quan-FP      SiKa      0.0579
-----
```