CEFET/RJ
DIRETORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO

FABRICAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE MOLAS HELICOIDAIS DE LIGAS COM MEMÓRIA DE FORMA

Brenno Tavares Duarte

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica e Tecnologia de Materiais do Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca, CEFET/RJ, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica e Tecnologia de Materiais.

Orientador: Ricardo Alexandre Amar de Aguiar

Coorientador: Pedro Manuel Calas Lopes Pacheco

Rio de Janeiro
Fevereiro/2019

FABRICAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE MOLAS DE LIGAS DE MEMÓRIA DE FORMA

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica e Tecnologia de Materiais, do Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca, CEFET/RJ, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica e Tecnologia de Materiais.

Brenno Tavares Duarte

Banca Examinadora:

_____

Presidente, Professor Dr. Ricardo Alexandre Amar de Aguiar(CEFET/RJ)(Orientador)

_____

Professor Dr. Pedro Manuel Calas Lopes Pacheco (CEFET/RJ) (Coorientador)

_____

Professor Dr. Luís Felipe Guimarães de Souza (CEFET/RJ)

_____

Professor Dr. Paulo Cesar da Camara Monteiro Junior (UFRJ)

Rio de Janeiro
Fevereiro/2019

CEFET/RJ – Sistema de Bibliotecas / Biblioteca Central

D812 Duarte, Brenno Tavares
Fabricação e caracterização de molas helicoidais de ligas com memória de forma / Brenno Tavares Duarte.—2019.
101f. + anexo : il. (algumas color.) , grafs. , tabs. ; enc.

Dissertação (Mestrado) Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca , 2019.
Bibliografia : f. 100-101
Orientador : Ricardo Alexandre Amar de Aguiar
Coorientador : Pedro Manuel Calas Lopes Pacheco

1. Ligas com memória de forma. 2. Ligas com memória de forma - Propriedades termomecânicas. 3. Molas. 4. Tecnologia dos materiais I. Aguiar, Ricardo Alexandre Amar de (Orient.). II. Pacheco, Pedro Manuel Calas Lopes (Coorient.). III. Título.

CDD 620.1632

Elaborada pela bibliotecária Mariana Oliveira CRB-7/5929

AGRADECIMENTOS

Agradeço ao CEFET/RJ pelo suporte financeiro e pela aquisição de equipamentos indispensáveis para a realização desse trabalho e a todos professores pelos ensinamentos que me foi oferecido ao longo desses anos, sendo indispensáveis para chegar onde cheguei. Principalmente meu orientador Ricardo Alexandre Amar de Aguiar e coorientador Pedro Manuel Calas Lopes Pacheco por seu apoio, incentivo e vários conselhos que me possibilitaram realizar essa pesquisa. Aos Professores Luciana Loureiro e Luís Felipe pelos conhecimentos fundamentais para essa dissertação.

Aos amigos que me apoiaram ao longo dessa jornada, em especial ao grupo formado no LASEI por todo suporte, trocas de ideias e amizade.

Ao professor Marcelo Savi por sua ajuda e colocar os equipamentos do MECANON a minha disposição. À amiga Marina Castro por estar ao meu lado durante horas intermináveis de ensaios.

À minha família por todo suporte, educação e dedicação. Em especial aos meus pais e irmãs pelo carinho e paciência. A minha namorada Mayara por ser essa pessoa maravilhosa, pelo companheirismo, amor, paciência, carinho e pelo apoio nos momentos difíceis.

Por fim agradeço à minha avó Geny, sem suas palavras e incentivo eu não teria entrado neste caminho.

EPIGRAFE

„A frase mais empolgante de ouvir em ciência,
a que prenuncia novas descobertas, não é "Eureka!",
mas sim "Isto é estranho..."

Isaac Asimov (1919-1992)

RESUMO

As Ligas com Memória de Forma (*Shape Memory* Alloys – SMAs) são ligas metálicas que possuem a capacidade de retornar à sua forma original quando submetidas a um processo termomecânico apropriado. As ligas Nitinol têm se destacado entre as SMAs e vêm sendo aplicadas em diversas áreas do conhecimento tais como aeroespacial, biomecânica e automobilística. Uma de suas principais aplicações é na forma de atuadores, podendo ser utilizada na forma de fio, sendo capaz de recuperar deformações de até 10% e de produzir elevadas forças, ou na forma de molas helicoidais, que pelas características geométricas são capazes produzir grandes deslocamentos porém, com uma menor força de atuação. Este trabalho apresenta uma análise experimental de como o comportamento termomecânico da liga varia em função dos tratamentos termomecânicos aplicados ao material. Para estudar esses efeitos foram realizados uma série de tratamentos térmicos em fios e em duas molas helicoidais de diferentes diâmetros feitos de Nitinol. Os tratamentos foram realizados com temperaturas de 465, 490 e 540°C, realizados em durações de 30 e 60 minutos e utilizando resfriamentos na água, no ar e no forno . Os efeitos dos tratamentos foram analisados através de ensaios de DSC e de tração. Os resultados experimentais obtidos mostraram que o comportamento termomecânico é bem sensível ao tratamento térmico, foram observados variações na rigidez das molas, no tamanho dos laços de histerese, as tensões para iniciar as transformações. Mostrando que é possível fazer um controle das propriedades das molas e dos fios variando-se os parâmetros dos tratamentos termomecânicos aplicados.

Palavras-chave: Ligas com Memória de Forma; Molas Helicoidais; Tratamento Térmico; Comportamento Termomecânico; Analise Experimental

ABSTRACT

Shape memory Alloys (SMAs) are alloys that have the ability to return to their original shape when subjected to an appropriate thermomechanical process. Nitinol alloys has stood out among SMAs and have been applied in several areas of knowledge such as aerospace, biomechanics and automotive. One of its main applications is in the form of actuators, when used in the form of wire are able to recover strains up to 10% and produce high forces, or in helical springs shape, due to the geometrical characteristics, they are able to achieve large displacements but with diminished actuating forces. This work presents an experimental analysis of how the thermomechanical behavior of the alloy varies with the thermomechanical treatments applied in the material. To study these effects a series of heat treatments were carried out on Nitinol wire and two helical springs. The heat treatments were made on 465, 490 e 540°C temperatures, for 30 and 60 minutes and then cooled in water, air and furnace. The effects were analyzed by DSC and tensile tests. The experimental results showed that the thermomechanical behavior is very sensitive to the heat treatment, were observed variations on the spring stiffness, the hysteresis loop size, the transformation tensions. Showing that it is possible to control the properties of the springs and wires by varying the parameters of the thermomechanical treatments applied.

Keywords: Shape Memory Alloys; Helical Springs; Heat treatment; Thermomechanical Behavior; Experimental Analysis

SUMÁRIO

Lista de Figuras 9
Lista de Tabelas 13
1. Introdução 14
2. Materiais com Memória de Forma 16
2.1. Ligas de Memória de Forma 16
2.1.1. Transformação de Fase induzida por Temperatura 17
2.1.2. Transformação de Fase induzida por Tensão 18
2.1.3. Efeitos das Ligas de Memória de Forma 19
2.2. Nitinol 21
2.2.1. Diagrama de Fase 21
2.2.2. Fase R 24
2.2.3. Trabalho a Frio 25
2.2.4. Tratamentos Térmicos 26
2.2.5. Aplicações da liga Nitinol 29
3. – Metodologia Experimental 33
3.1. Caracterização do fio Nitinol 33
3.2. Metodologia para analisar os efeitos dos tratamentos termomecânicos 35
4. Resultados e Discussão 40
4.1. Caracterização das Temperaturas de Transformação de Fase 40
4.1.1. Fios 40
4.1.2. Molas Helicoidais 52
4.1.3. Efeito da Tensão Aplicada 75
4.2. Caracterização do Comportamento Mecânico 78
4.2.1. Fios 79
4.2.2. Molas Helicoidais M12 86
4.2.3. Molas M6 92
5. Conclusão e Sugestões para Trabalhos Futuros 98
5.1. Conclusão 98
5.2. Trabalhos Futuros 99
Referências ..... **Erro! Indicador não definido.**
ANEXO A – Certificado de Qualidade ..... **Erro! Indicador não definido.**

Lista de Figuras

Figura 1 - Comportamento das SMAs (MAHMUD, 2009) 14
Figura 2 – Ilustração da estrutura cristalina da (a) Austenita, (b) martensita maclada e (c) martensita demaclada (BARBARINO, *et al*., 2014) 17
Figura 3 – Temperaturas características das Ligas de Memória de Forma (LAGOUDAS, 2008) . 17
Figura 4 – Processo de Demaclação de ligas de memória de forma (LAGOUDAS, 2008) 18
Figura 5 –Processo de remoção das deformações geradas na demaclação (LAGOUDAS, 2008) 18
Figura 6 – Efeito de memória de forma (LAGOUDAS, 2008) 19
Figura 7 – Efeito pseudoelástico (LAGOUDAS, 2008) 20
Figura 8 – Laços de histerese (a) completo e (b) parcial (DA HORA, 2015) 20
Figura 9 – Diagrama de Fase NiTi (OTSUKA & REN, 2005) 22
Figura 10 – Influência da composição química na Temperatura de transição M_s (FRENZEL, *et al*., 2010) 23
Figura 11 - (a) Diagrama TTT para precipitação em uma liga Ti-52at%Ni e (b) Diagrama de fase de precipitados metaestáveis 23
Figura 12 – Representação esquemática da ordem de transformação de fase (OTSUKA & REN, 2005) 24
Figura 13 – Ordens possíveis de Transformação (OTSUKA & REN, 2005) 25
Figura 14 - Efeitos do encruamento nas temperaturas de transformação (MAHMUD, 2009) ... 25
Figura 15 – Exemplo da influência do recozimento nas temperaturas de transformação em NiTi quasi-equiatomico (MAHMUD, 2009) 26
Figura 16 – Efeito da temperatura de recozimento na tensão de escoamento de Ti-50,2 at%Ni (MAHMUD, 2009) 27
Figura 17 – Ilustração da relação da taxa de nucleação e o grau de supersaturação entre o contorno de grão (I_{GB}) e o interior do grão (I_{GI}) (Fan, *et al*., 2004) 28
Figura 18 – Ilustração mostrando os efeitos da supersaturação de Ni e condições de envelhecimento na microestrutura e suas possíveis transformações martensíticas (Nishida, *et al*., 2014). 29
Figura 19 – Stent (LAGOUDAS, 2008) 30
Figura 20 – Aparelho ortodôntico com liga de Nitinol (LAGOUDAS, 2008) 30
Figura 21 – Flap com atuador de SMA (DA HORA, 2015) 31
Figura 22 – Exemplos de utilzação na indústria automotiva (DA HORA, 2015) 31
Figura 23 – Exemplo de utilização em atenuadores de vibrações (DA HORA, 2015) 32
Figura 24 – Exemplo de uso na industria aeronautica (LAGOUDAS, 2008) 32
Figura 25 – Análise de DSC do fio solubilizado e comparação com os resultados de Frenzel *et al* (2010), destacado em vermelho a liga utilizada no estudo. 34
Figura 26 – Resultados do fio como recebido (a) DSC e (b) ultimo ciclo do ensaio de tração 35
Figura 27 – Ensaio de ruptura no fio 36
Figura 28 – Molas e Fios utilizados em tratamentos térmicos: (a) Molas ainda enroladas nos parafusos e (b) indicação com seta vermelha do local de onde foram removidas as amostras para os ensaios de DSC 37
Figura 29 – (a) Molas presas no sistema de fixação e (b) Mola M12 acoplada na máquina de tração. 39
Figura 30 – Resultado de DSC do fio como recebido 40
Figura 31 – Resultados de ensaios de DSC dos fios tratados a 465°C para as seguintes condições: (a) 30 min e resfriado na água; (b) 60 min e resfriado na água; (c) 30 min e resfriado no ar, (d) 60 min e resfriado no ar; (e) 30 min e resfriado no forno, (f) 60 min e resfriado no forno 41
Figura 32 – Resultados de ensaios de DSC dos fios tratados a 490°C para as seguintes

condições: (a) 30 min e resfriado na água; (b) 60 min e resfriado na água; (c) 30 min e resfriado no ar, (d) 60 min e resfriado no ar; (e) 30 min e resfriado no forno, (f) 60 min e resfriado no forno 42
Figura 33 – Resultados de ensaios de DSC dos fios tratados a 540°C para as seguintes condições: (a) 30 min e resfriado na água; (b) 60 min e resfriado na água; (c) 30 min e resfriado no ar, (d) 60 min e resfriado no ar; (e) 30 min e resfriado no forno, (f) 60 min e resfriado no forno 43
Figura 34 - Efeito da Velocidade de Resfriamento nos Fios: (a) 465°C – 30 min ;(b) 465°C – 60 min ;(c) 490°C – 30 min ;(d) 490°C – 60 min ;(e) 540°C – 30 min ;(f) 540°C – 60 min 45
Figura 35 – Comparação entre as temperaturas de transformação para o efeito da velocidade de resfriamento nos fios, (a) no aquecimento e (b) no resfriamento 46
Figura 36 – Efeito do Tempo de Tratamento nos Fios: (a) 465°C – Água ;(b) 465°C – Ar ;(c) 465°C – Forno ;(d) 490°C – Água ;(e) 490°C – Ar ;(f) 490°C – Forno ;(g) 540°C – Água ;(h) 540°C – Ar ;(i) 540°C – Forno 48
Figura 37 – Comparação entre as temperaturas de transformação para o efeito do tempo de tratamento nos fios, (a) no aquecimento e (b) no resfriamento 49
Figura 38 – Efeito da Temperatura de tratamento nos Fios;(a) 30 min;(b) 60 min 50
Figura 39 – Comparação entre as temperaturas de transformação para o efeito da temperatura de tratamento nos fios, (a) no aquecimento e (b) no resfriamento 51
Figura 40 – Resultados de ensaios de DSC para as molas helicoidais M12 tratadas a 465°C para as seguintes condições: (a) 30 min e resfriado na água; (b) 60 min e resfriado na água; (c) 30 min e resfriado no ar, (d) 60 min e resfriado no ar; (e) 30 min e resfriado no forno, (f) 60 min e resfriado no forno 53
Figura 41 – Resultados de ensaios de DSC para as molas helicoidais M12 tratadas a 490°C para as seguintes condições: (a) 30 min e resfriado na água; (b) 60 min e resfriado na água; (c) 30 min e resfriado no ar, (d) 60 min e resfriado no ar; (e) 30 min e resfriado no forno, (f) 60 min e resfriado no forno 54
Figura 42 – Resultados de ensaios de DSC para as molas helicoidais M12 tratadas a 540°C para as seguintes condições: (a) 30 min e resfriado na água; (b) 60 min e resfriado na água; (c) 30 min e resfriado no ar, (d) 60 min e resfriado no ar; (e) 30 min e resfriado no forno, (f) 60 min e resfriado no forno 55
Figura 43 - Efeito da Velocidade de Resfriamento nas Molas M12: (a) 465°C – 30 min ;(b) 465°C – 60 min ;(c) 490°C – 30 min ;(d) 490°C – 60 min ;(e) 540°C – 30 min ;(f) 540°C – 60 min 57
Figura 44 – Comparação entre as temperaturas de transformação para o efeito da velocidade de resfriamento nas molas M12, (a) no aquecimento e (b) no resfriamento 58
Figura 45 – Efeito do Tempo de Tratamento nas molas M12;(a) 465°C – Água ;(b) 465°C – Ar ;(c) 465°C – Forno ;(d) 490°C – Água ;(e) 490°C – Ar ;(f) 490°C – Forno ;(g) 540°C – Água ;(h) 540°C – Ar ;(i) 540°C – Forno 60
Figura 46 – Comparação entre as temperaturas de transformação para o efeito do tempo de tratamento nas molas M12, (a) no aquecimento e (b) no resfriamento 61
Figura 47 – Efeito da Temperatura de tratamento nas molas M12;(a) 30 min;(b) 60 min 62
Figura 48 – Comparação entre as temperaturas de transformação para o efeito da temperatura de tratamento nos fios, (a) no aquecimento e (b) no resfriamento 63
Figura 49 – Resultados de ensaios de DSC para as molas helicoidais M6 tratadas a 465°C para as seguintes condições: (a) 30 min e resfriado na água; (b) 60 min e resfriado na água; (c) 30 min e resfriado no ar, (d) 60 min e resfriado no ar; (e) 30 min e resfriado no forno, (f) 60 min e resfriado no forno 65
Figura 50 – Resultados de ensaios de DSC para as molas helicoidais M6 tratadas a 490°C para as seguintes condições: (a) 30 min e resfriado na água; (b) 60 min e resfriado na água; (c) 30 min e resfriado no ar, (d) 60 min e resfriado no ar; (e) 30 min e resfriado no forno, (f) 60 min

e resfriado no forno 66
Figura 51 – Resultados de ensaios de DSC para as molas helicoidais M6 tratadas a 540°C para as seguintes condições: (a) 30 min e resfriado na água; (b) 60 min e resfriado na água; (c) 30 min e resfriado no ar, (d) 60 min e resfriado no ar; (e) 30 min e resfriado no forno, (f) 60 min e resfriado no forno 67
Figura 52 - Efeito da Velocidade de Resfriamento nas Molas M6;(a) 465°C – 30 min ;(b) 465°C – 60 min ;(c) 490°C – 30 min ;(d) 490°C – 60 min ;(e) 540°C – 30 min ;(f) 540°C – 60 min 68
Figura 53 – Comparação entre as temperaturas de transformação para o efeito da velocidade de resfriamento nas molas M6, (a) no aquecimento e (b) no resfriamento 69
Figura 54 – Efeito do Tempo de Tratamento nas molas M6;(a) 465°C – Água ;(b) 465°C – Ar ;(c) 465°C – Forno ;(d) 490°C – Água ;(e) 490°C – Ar ;(f) 490°C – Forno ;(g) 540°C – Água ;(h) 540°C – Ar ;(i) 540°C – Forno 71
Figura 55 – Comparação entre as temperaturas de transformação para o efeito do tempo de tratamento nas molas M6, (a) no aquecimento e (b) no resfriamento 72
Figura 56 – Efeito da Temperatura de tratamento nas molas M6;(a) 30 min;(b) 60 min 73
Figura 57 – Comparação entre as temperaturas de transformação para o efeito da temperatura de tratamento nas molas M6, (a) no aquecimento e (b) no resfriamento 74
Figura 58 –Efeito da Tensão aplicada para os tratamentos a 465°C: (a) 30 min e resfriado na água; (b) 60 min e resfriado na água; (c) 30 min e resfriado no ar, (d) 60 min e resfriado no ar; (e) 30 min e resfriado no forno, (f) 60 min e resfriado no forno 76
Figura 59 –Efeito da Tensão aplicada para os tratamentos a 490°C: (a) 30 min e resfriado na água; (b) 60 min e resfriado na água; (c) 30 min e resfriado no ar, (d) 60 min e resfriado no ar; (e) 30 min e resfriado no forno, (f) 60 min e resfriado no forno 77
Figura 60 –Efeito da Tensão aplicada para os tratamentos a 540°C: (a) 30 min e resfriado na água; (b) 60 min e resfriado na água; (c) 30 min e resfriado no ar, (d) 60 min e resfriado no ar; (e) 30 min e resfriado no forno, (f) 60 min e resfriado no forno 78
Figura 61 – Resultados de os ensaios de Tração dos fios tratados a 465°C para as seguintes condições: (a) 30 min e resfriado na água; (b) 60 min e resfriado na água; (c) 30 min e resfriado no ar, (d) 60 min e resfriado no ar; (e) 30 min e resfriado no forno, (f) 60 min e resfriado no forno 80
Figura 62 – Resultados de os ensaios de Tração dos fios tratados a 465°C para as seguintes condições: (a) 30 min e resfriado na água; (b) 60 min e resfriado na água; (c) 30 min e resfriado no ar, (d) 60 min e resfriado no ar; (e) 30 min e resfriado no forno, (f) 60 min e resfriado no forno 81
Figura 63 – Resultados de os ensaios de Tração dos fios tratados a 465°C para as seguintes condições: (a) 30 min e resfriado na água; (b) 60 min e resfriado na água; (c) 30 min e resfriado no ar, (d) 60 min e resfriado no ar; (e) 30 min e resfriado no forno, (f) 60 min e resfriado no forno 82
Figura 64 - Compilado dos resultados de tração dos fios 84
Figura 65 – Ciclos para estabilizaçao de Fios com suposto efeito pseudoelástico. 85
Figura 66 – Resultados de os ensaios de Tração das molas helicoidais M12 tratadas a 465°C para as seguintes condições: (a) 30 min e resfriado na água; (b) 60 min e resfriado na água; (c) 30 min e resfriado no ar, (d) 60 min e resfriado no ar; (e) 30 min e resfriado no forno, (f) 60 min e resfriado no forno 87
Figura 67 – Resultados de os ensaios de Tração das molas helicoidais M12 tratadas a 490°C para as seguintes condições: (a) 30 min e resfriado na água; (b) 60 min e resfriado na água; (c) 30 min e resfriado no ar, (d) 60 min e resfriado no ar; (e) 30 min e resfriado no forno, (f) 60 min e resfriado no forno 88
Figura 68 – Resultados de os ensaios de Tração das molas helicoidais M12 tratadas a 540°C para as seguintes condições: (a) 30 min e resfriado na água; (b) 60 min e resfriado na água;

(c) 30 min e resfriado no ar, (d) 60 min e resfriado no ar; (e) 30 min e resfriado no forno, (f) 60 min e resfriado no forno 89
Figura 69 Compilado dos resultados de tração das molas M12 90
Figura 70 – Resultados de os ensaios de Tração das molas helicoidais M6 tratadas a 465°C para as seguintes condições: (a) 30 min e resfriado na água; (b) 60 min e resfriado na água; (c) 30 min e resfriado no ar, (d) 60 min e resfriado no ar; (e) 30 min e resfriado no forno, (f) 60 min e resfriado no forno 93
Figura 71 – Resultados de os ensaios de Tração das molas helicoidais M6 tratadas a 490°C para as seguintes condições: (a) 30 min e resfriado na água; (b) 60 min e resfriado na água; (c) 30 min e resfriado no ar, (d) 60 min e resfriado no ar; (e) 30 min e resfriado no forno, (f) 60 min e resfriado no forno 94
Figura 72 – Resultados de os ensaios de Tração das molas helicoidais M6 tratadas a 540°C para as seguintes condições: (a) 30 min e resfriado na água; (b) 60 min e resfriado na água; (c) 30 min e resfriado no ar, (d) 60 min e resfriado no ar; (e) 30 min e resfriado no forno, (f) 60 min e resfriado no forno 95
Figura 73 Compilado dos resultados de tração das molas M6 96

Lista de Tabelas

Tabela 1 – Composição química do fio (porcentagem mássica) 33
Tabela 2 – Métodos de Tratamento Térmico 35
Tabela 3 – Valores de σs dos Fios 83
Tabela 4 – Valores de σF dos Fios 83
Tabela 5 – Valores de Es dos Fios 83
Tabela 6 – Valores de EF dos Fios 83
Tabela 7 – Valores de $\varepsilon máx$ dos Fios 83
Tabela 8 – Valores de Rigidez das Molas M12 91
Tabela 9 – Trabalho equivalente a área das molas M12 91
Tabela 10 – Valores de Rigidez das Molas M6 96
Tabela 11 – Trabalho equivalente a área das molas M12 96

1. Introdução

As ligas com memória de forma (SMA, *Shape Memory Alloys*) são ligas metálicas que quando submetidas a carregamentos mecânicos são capazes de desenvolver grandes deformações recuperáveis. Em altas temperaturas, após a retirada do carregamento mecânico as deformações são recuperadas. Em baixas temperaturas, as deformações são recuperadas através da aplicação de calor. Esses comportamentos são chamados de efeito pseudoelástico e efeito de memória de forma, respectivamente (Fig. 1), e ocorrem devido a transformações de fase martensíticas geradas por carregamentos térmicos ou mecânicos. Devido a suas propriedades especiais, as SMAs têm sido utilizadas principalmente na forma de atuadores ou atenuadores de vibrações, em diversas áreas do conhecimento, destacando-se o seu uso nas áreas médica e aeroespacial (Leal & Savi, 2017; Sitnikova *et al*., 2008).

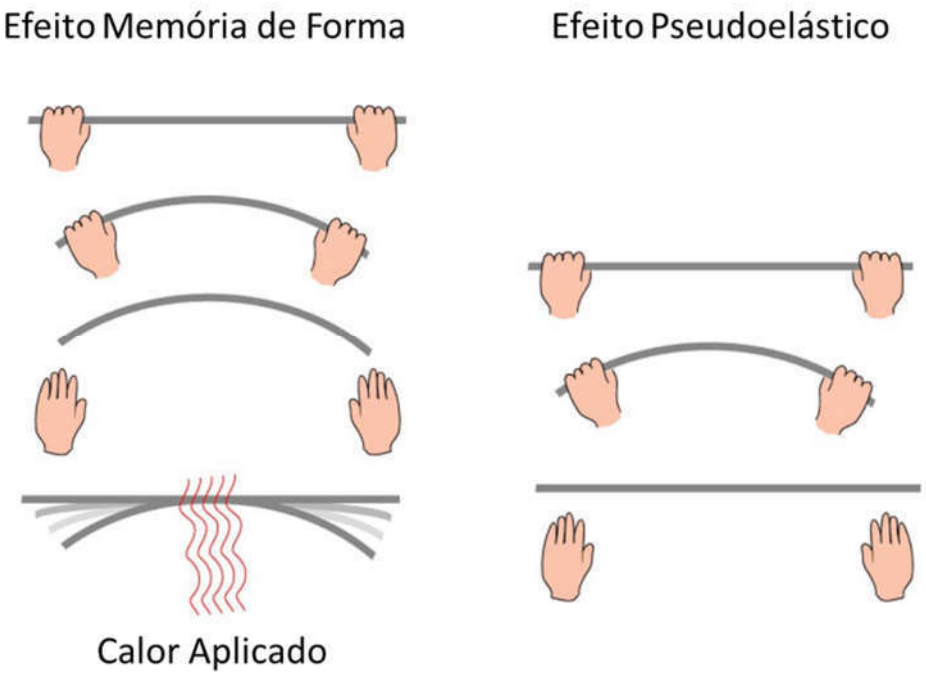


Figura 1 - Comportamento das SMAs (MAHMUD, 2009)

O uso de elementos atuadores na forma de fios de SMA permite o desenvolvimento de grandes forças, porém com um deslocamento de atuação muito reduzido. A obtenção de grandes descolamentos, requer o uso de outras geometrias, como molas helicoidais (FOLLADOR *et al*., 2012; FROST *et al*., 2016)

Diferente da fabricação de molas de aço, onde a conformação mecânica é capaz de gerar a configuração geométrica final da mola, nas molas fabricadas de SMA, em função das suas propriedades características, a sua configuração geométrica poderá ser desfeita para determinada faixa de temperatura. Assim, a fabricação de molas de SMA requer duas etapas, realizadas a partir de uma conformação mecânica seguida de um tratamento térmico. (HEIDARI *et al*., 2016)

O comportamento termomecânico das SMAs muda drasticamente com o processamento do material, seja mecânico ou térmico (LAGOUDAS & MILLER, 2001; HEIDARI *et al*., 2016; Karimzadeh *et al*., 2015). Então, é necessária uma atenção especial para a definição dos parâmetros dos tratamentos térmicos (temperatura e velocidade de resfriamento) durante a fabricação da mola de SMA. Estes parâmetros devem ser estabelecidos em função das propriedades termomecânicas desejadas.

O objetivo deste trabalho é produzir uma metodologia para a fabricação de molas helicoidais de SMA com o comportamento desejado para os mais variados usos, isso será obtido através do desenvolvimento de uma metodologia experimental para caracterizar o comportamento de molas helicoidais de SMAs submetidas a processamentos termomecânicos distintos. Para isso, uma série de tratamentos térmicos associados a diferentes níveis de conformação mecânica são definidos com o objetivo de analisar a influência no comportamento das molas de SMA produzidas.

O trabalho está dividido em quatro capítulos. No primeiro capítulo é apresentada uma revisão bibliográfica sobre ligas com memória de forma, explicando seus comportamentos principais, destacando as ligas de níquel-titânio e suas aplicações.

O segundo capítulo discorre sobre a metodologia experimental utilizada, envolvendo a descrição do processo de fabricação das molas de SMA, os tratamentos térmicos pré-definidos e os ensaios desenvolvidos em um calorímetro de varredura diferencial (*Differential Scanning Calorimeter,* DSC) para caracterizar seu comportamento térmico e os ensaios de tração para caracterizar o comportamento mecânico. Também são apresentadas as características do material utilizado e os equipamentos utilizados.

No terceiro capítulo são apresentados e discutidos os resultados experimentais obtidos para as molas e fios de SMA.

Por último, o capítulo quarto apresenta as conclusões e propostas para trabalhos futuros.

2. Materiais com Memória de Forma

2.1. Ligas de Memória de Forma

As ligas de memória de forma são materiais metálicos que possuem a capacidade de realizar uma transformação de fase reversível através de carregamentos térmicos e ou mecânicos (LESTER *et al*., 2015; SAVI *et al*., 2015; Duarte *et al*., 2017). Esta propriedade foi descoberta na década de 30 em ligas de AuCd por Arne Örlander (SAVI *et al*., 2015) e nas décadas seguintes foram observados os mesmos efeitos em outras ligas como CuZn, CuAl, CuAlZn, CuZnSi e InTl (LAGOUDAS, 2008). Porém, o interesse pelas SMAs só se intensificou após a descoberta do efeito na liga NiTi em 1963 por Buehler (LAGOUDAS, 2008; OTSUKA & REN, 2005; Duarte *et al*., 2017), por causa de suas boas propriedades mecânicas e por apresentar o efeito de memória de forma mais intenso quando comparado com outras ligas (LAGOUDAS, 2008). Atualmente as SMAs mais utilizadas em aplicações industriais são as NiTi, CuZnAl e CuAlNi (DE AZEVEDO, 2016).

As SMAs apresentam duas fases principais, uma associada a altas temperaturas, chamada de austenita, e a outra associada a baixas temperaturas, chamada de martensita (LAGOUDAS, 2008; Sitnikova *et al*., 2008). A fase austenítica possui uma estrutura cristalina diferente da fase martensítica, sendo a primeira cúbica para ligas de NiTi e a segunda monoclínica (NiTi) (LAGOUDAS, 2008; OTSUKA & REN, 2005). A transformação de uma estrutura para a outra ocorre de forma não difusiva, através de uma transformação martensítica (LAGOUDAS, 2008). A estrutura da fase martensítica pode ser formada de modo que cada grão tenha uma direção diferente, chamada de variante (LAGOUDAS, 2008). Por causa dessas variantes a estrutura martensítica pode existir em duas formas distintas: martensita maclada, que é formada por uma combinação “auto acomodada” de variantes martensíticas; e martensita não maclada, onde uma variante específica da martensita é predominante (LAGOUDAS, 2008). A Figura 2 apresenta um desenho esquemático da estrutura cristalina da austenita, martensita maclada e não maclada. As duas formas de martensita diferem pela forma de indução, uma vez que as transformações de fase podem ser induzidas por carregamento térmicos ou mecânicos (DE AZEVEDO, 2016).

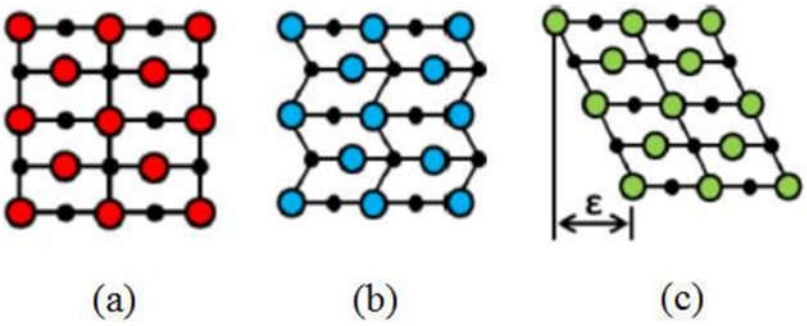


Figura 2 – Ilustração da estrutura cristalina da (a) Austenita, (b) martensita maclada e (c) martensita demaclada (BARBARINO *et al*., 2014)

2.1.1. Transformação de Fase induzida por Temperatura

A martensita maclada é gerada pela transformação de fase induzida pela variação de temperatura (LAGOUDAS, 2008). Em um estado livre de tensão a baixa temperatura, a fase martensítica será estável. A partir de um aquecimento, ocorrerá a transformação para a fase austenítica, chamada de transformação reversa. No resfriamento subsequente, o processo é chamado de transformação direta, partindo da fase austenítica para a martensítica maclada (LAGOUDAS, 2008). Esses dois processos de transformação envolvem 4 parâmetros: A_s, temperatura de início de transformação da fase martensita para austenita; A_f, temperatura de final de transformação da fase martensita para austenita; M_s, temperatura de início de transformação da fase austenita para martensita; e M_f, temperatura de final de transformação da fase austenita para martensita (LAGOUDAS, 2008), conforme indicado na Fig. 3.

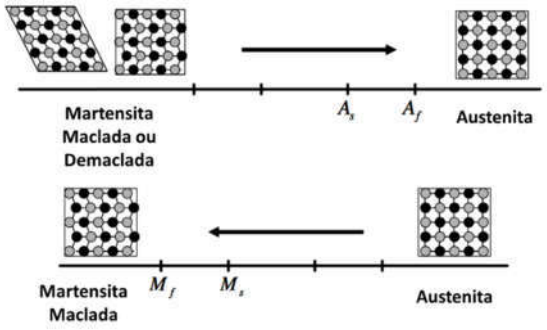


Figura 3 – Temperaturas características das Ligas de Memória de Forma (LAGOUDAS, 2008)

2.1.2. Reorientação de Variante induzida por Tensão

Em baixas temperaturas, a partir da martensita maclada, torna-se necessária a aplicação de um carregamento mecânico para reorientar as variantes martensíticas, gerando assim a martensita não maclada. A partir de um determinado valor de tensão σ_s, tem início a transformação que é completada ao atingir uma tensão σ_f, conforme mostrado na Fig. 4 (LAGOUDAS, 2008).

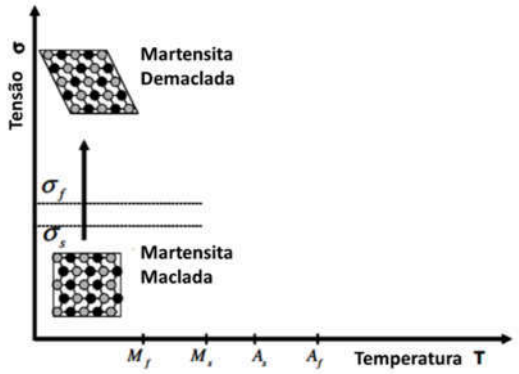


Figura 4 – Processo de Demaclação de ligas de memória de forma (LAGOUDAS, 2008)

Essa mudança na microestrutura gera uma grande deformação, chegando a 10% em ligas NiTi, que se mantem mesmo após a retirada da tensão (LAGOUDAS, 2008). Para retornar para a configuração inicial, é necessário aquecer o material a uma temperatura acima de A_f, causando uma transformação para a fase austenítica, conforme pode ser visto na Fig. 5 (LAGOUDAS, 2008).

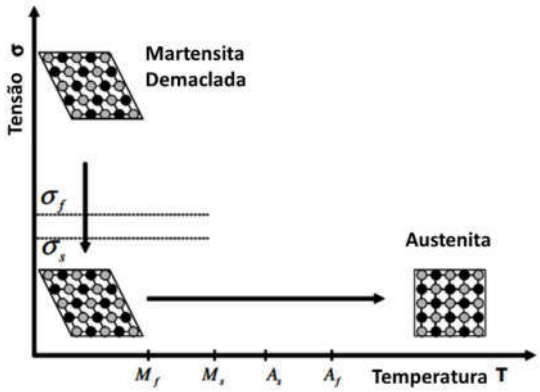


Figura 5 –Processo de remoção das deformações geradas na demaclação (LAGOUDAS, 2008)

2.1.3. Efeitos das Ligas de Memória de Forma

As transformações descritas nos itens anteriores, possibilitam que o material possua dois comportamentos macroscópicos principais: o efeito de memória de forma e o efeito pseudoelástico (LAGOUDAS, 2008). O efeito de memória de forma ocorre com carregamentos mecânicos a baixas temperaturas, a partir do estado maclado livre de tensão (Ponto B da Fig. 6), a aplicação de um carregamento mecânico gera grandes deformações associadas à transformação de fase descrita no Item 2.1.2 até σ_f seguido por uma fase linear da martensita não maclada até o ponto (c). A remoção da carga gera um retorno elástico até o ponto D mantendo um nível de deformação elevado, que posteriormente são removidas com carregamento térmico, trecho D-E-A-B da Fig. 6.

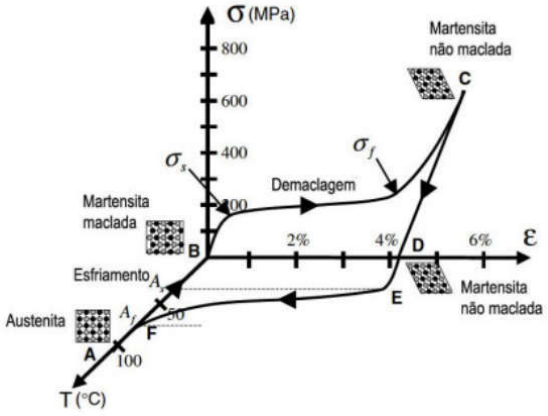


Figura 6 – Efeito de memória de forma (LAGOUDAS, 2008)

Já o efeito pseudoelástico ocorre apenas em temperaturas superiores a A_f, garantindo que a fase austenítica seja a única estável em um estado livre de tensões, sendo observado na Fig. 7 (LAGOUDAS, 2008; Sitnikova *et al.*, 2008). Com a aplicação de um carregamento mecânico, observa-se inicialmente uma região linear-elástica até alcançar o valor de σ_{M_s}, definido como tensão crítica para a transformação de fase martensítica, seguido de uma região de transição referente à transformação de fase austenita-martensita não maclada, que se desenvolve entre os valores σ_{M_s} e σ_{M_f}. Ao término da transformação de fase (material 100% martensítico), o sistema volta a apresentar um comportamento linear-elástico, dessa vez referente à deformação elástica da martensita. O processo de descarregamento é similar, apresentando as mesmas três regiões, porém o início e fim da transformação de fase martensita não

maclada – austenita ocorrem em níveis diferentes de tensão, quando comparado com o carregamento, sendo σ_{A_s} a tensão de início e σ_{A_f} a tensão de final da transformação, conforme ilustrado na Fig. 7. (LAGOUDAS, 2008)

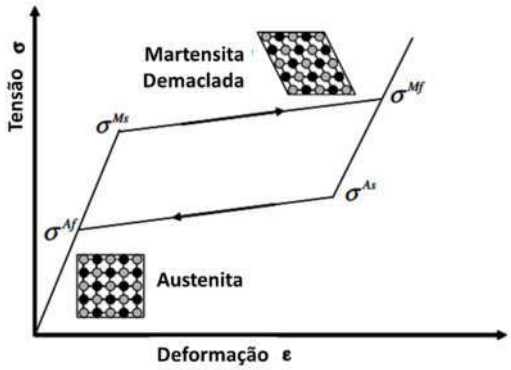


Figura 7 – Efeito pseudoelástico (LAGOUDAS, 2008)

Essa diferença entre o carregamento e descarregamento resulta em perda de energia no sistema associado a um comportamento histerético (LAGOUDAS, 2008). Além disso, como as fases austenítica e martensítica possuem módulos de elasticidade diferentes, a transformação de fase causa uma variação de rigidez do elemento de SMA. Em um sistema com elementos de SMA, estes dois efeitos podem ser utilizados para alterar o comportamento dinâmico. Estas características têm sido utilizadas em sistemas cujo objetivo é de atenuar vibrações mecânicas (Aguiar, 2011; Aguiar *et al*., 2013; da Hora *et al*., 2014). A área destacada na Fig. 8, chamada de laço de histerese, representa a quantidade de energia removida do sistema. A Fig.8 mostra gráficos força por deslocamento, onde pode ser observado um laço de histerese completo (Fig. 8a) e um laço de histerese parcial (Fig. 8b) relativo a uma oscilação que se desenvolve entre dois valores de carga ($F_{máx}$ e F_{min}) (DA HORA, 2015).

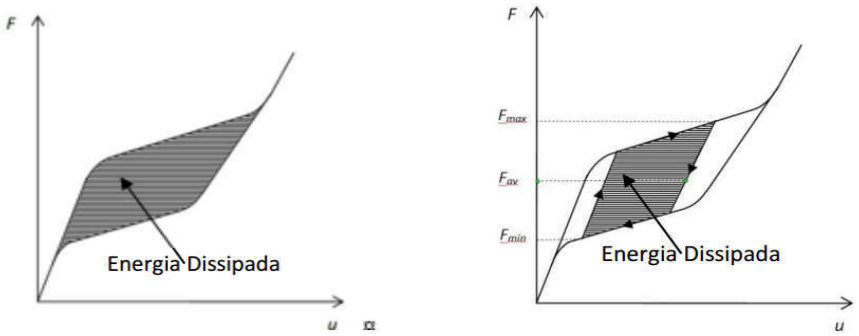


Figura 8 – Laços de histerese (a) completo e (b) parcial (DA HORA, 2015)

2.2. Nitinol

As ligas de memória de forma que possuem em sua composição os elementos níquel e titânio são chamadas de Nitinol, sendo este nome uma referência ao U. S. Naval Ordnance Laboratory (NOL) (LAGOUDAS, 2008). Essas ligas são as mais importantes e com maior uso prático entre as ligas de memória de forma. (OTSUKA & REN, 2005)

Ligas quasi-equiatômicas de Nitinol são normalmente produzidas por processo de fundição em ambientes de atmosfera controlada, seja por gás inerte ou vácuo, devido à alta reatividade do titânio com o oxigênio (MAHMUD, 2009; Khaleghi *et al*., 2013), sendo ligas fáceis de serem trabalhadas. Já ligas ricas em Ni (acima de 51%at) apresentam níveis elevados de encruamento, indo de valores de limite de escoamento próximos de 100 MPa, no estado recozido, para 1000 MPa em 40% de deformação (Otsuka & Wayman, 1998). Estas ligas requerem normalmente a utilização de uma sequência de tratamentos térmicos e mecânicos.

2.2.1. Diagrama de Fase

A Fig. 9 apresenta um diagrama de fase para a liga NiTi. Estes diagramas fornecem informações importantes sobre os comportamentos e mecanismos presentes nestas ligas. A fase responsável pelo efeito de memória de forma é a fase TiNi, esta fase tem duas estruturas cristalinas, a austenita em temperaturas elevadas (B2) e martensita em temperaturas baixas (também chamada de B19') (OTSUKA & REN, 2005; FRENZEL *et al*., 2010). As propriedades de memória de forma descritas no Item 2.1.3 só são encontradas em ligas de Nitinol com composição química próxima da equiatômica, entre 49,5 at% e 51,5 at% (OTSUKA & REN, 2005; MAHMUD, 2009).

Pode ser observado também no diagrama de fase que a fase TiNi tem uma composição química entre aproximadamente 49,5 e 57 at% em 1118°C. Tendo seu limite do lado rico em Ti uma linha praticamente vertical, indicando que a fase TiNi tem pouca capacidade de solubilizar o titânio, sendo que o excesso de titânio na matriz estará na forma de Ti_2Ni (OTSUKA & REN, 2005; MAHMUD, 2009). Já o lado rico em Ni possui uma inclinação positiva indicando que é possível solubilizar bastante níquel na matriz. Porém essas composições não são estáveis a temperatura ambiente,

tornando possível a realização de tratamentos térmicos em temperaturas intermediárias que geram precipitados (Fan *et al.*, 2017; Razali & Mahmud, 2015). Esses precipitados tem a capacidade de modificar o comportamento termomecânico das ligas.

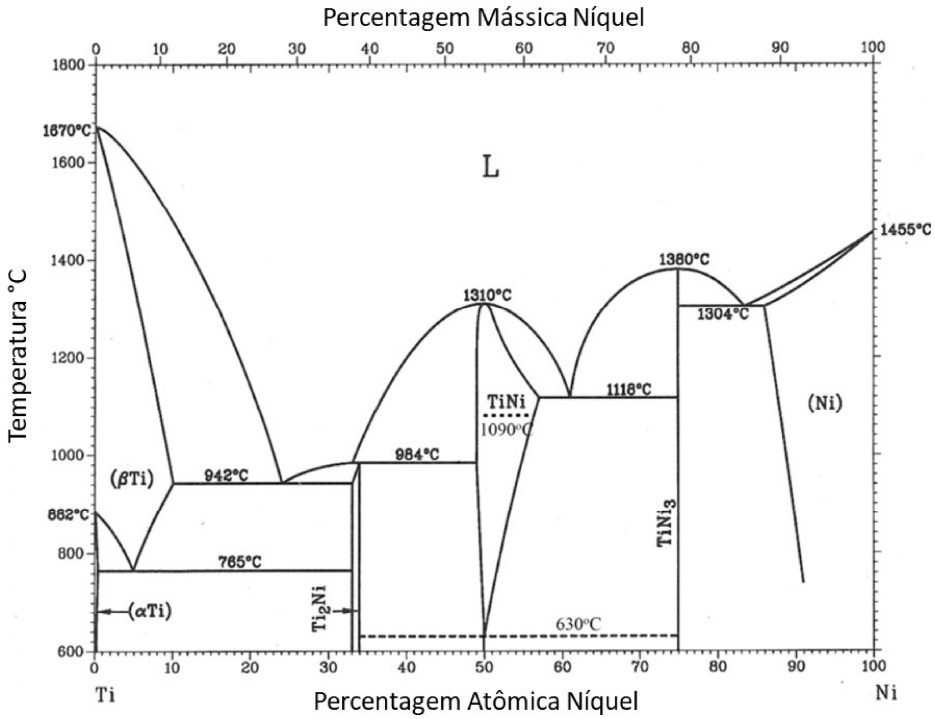


Figura 9 – Diagrama de Fase NiTi (OTSUKA & REN, 2005)

Os parâmetros de transformação são sensíveis à sua composição química, como pode ser visto na Fig. 10 (FRENZEL *et al.*, 2010). O valor de M_S, para amostras solubilizadas, varia significativamente após alcançar da porcentagem de 50% Ni, o que permite que com pequenas variações na composição química se possa controlar a temperatura de início de transformação de fase martensítica. Dessa forma, é possível produzir ligas para as quais a fase austenítica ou a fase martensítica estejam presentes em temperatura ambiente, para um estado livre de tensões.

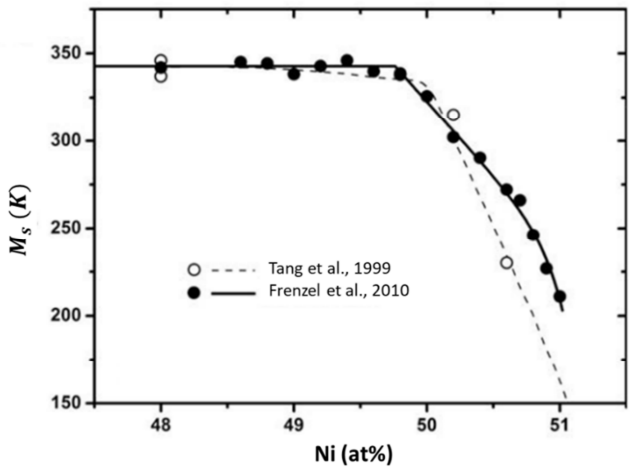
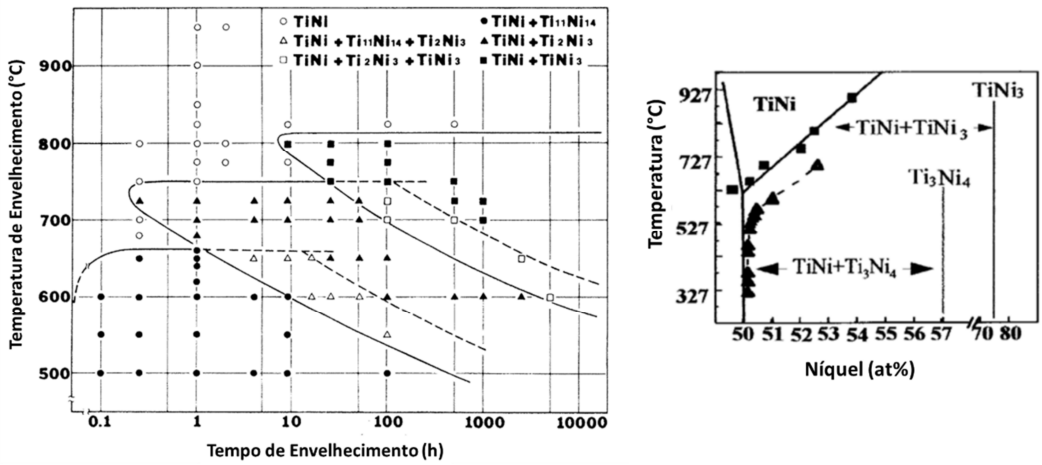


Figura 10 – Influência da composição química na Temperatura de transição M_s (FRENZEL *et al.*, 2010)

Em ligas ricas em níquel, existem duas fases metaestáveis, Ti_2Ni_3 e Ti_3Ni_4, que podem se formar durante o tratamento de envelhecimento da liga, como pode ser observado na Fig. 11 (OTSUKA & REN, 2005; Karimzadeh *et al.*, 2015; Fan *et al.*, 2017). Estas fases aparecem na forma de precipitado quando tratamentos térmicos são realizados.



(a) (b)

Figura 11 - (a) Diagrama TTT para precipitação em uma liga Ti-52at%Ni e (b) Diagrama de fase de precipitados metaestáveis

2.2.2. Fase R

A presença de precipitados ou defeitos na microestrutura causa uma mudança no nível de entropia necessária para realizar as transformações martensíticas, modificando a estabilidade relativa das fases (OTSUKA & REN, 2005). Desta forma, além de modificar as temperaturas de transição, esse precipitado pode induzir a formação de uma fase intermediária, chamada fase R (OTSUKA & REN, 2005).

A Figura 12 ilustra as curvas de energia livre para as fases B2, R e B19'. Seguindo sempre o caminho de menor energia, as linhas contínuas representam as fases estáveis para uma determinada temperatura (OTSUKA & REN, 2005). A presença de precipitados ou defeitos, tendem a desestabilizar as fases martensíticas, elevando suas retas e modificando a estabilidade das possíveis fases. Portanto, alguns casos fazem com que a fase R seja a mais estável, porém ela aparecerá normalmente como uma intermediária entre a fase B2 e a fase B19' (OTSUKA & REN, 2005).

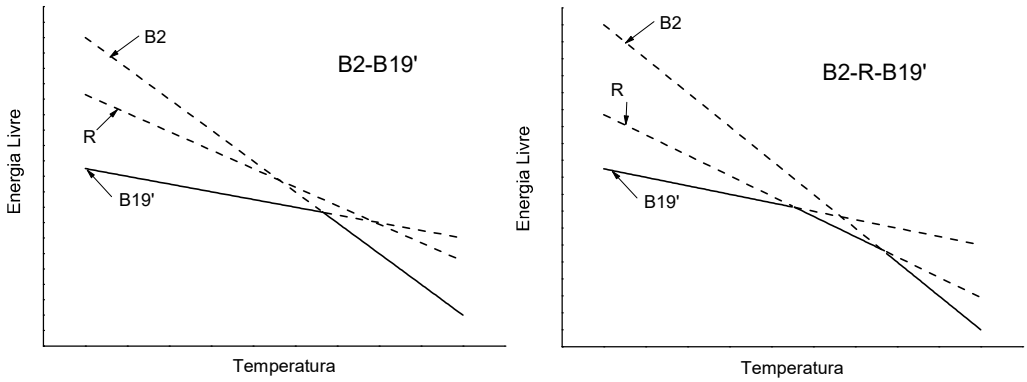


Figura 12 – Representação esquemática da ordem de transformação de fase (OTSUKA & REN, 2005)

A fase R é uma fase que pode aparecer tanto no processo de transformação direta quanto na transformação reversa, e tem uma estrutura trigonal (OTSUKA & REN, 2005). Apesar dela apresentar o efeito de memória de forma e pseudoelástico, as deformações e o laço de histerese são muito pequenos (OTSUKA & REN, 2005). Assim, existem duas ordens possíveis de transformação, conforme pode ser visto na Fig. 13 (OTSUKA & REN, 2005).

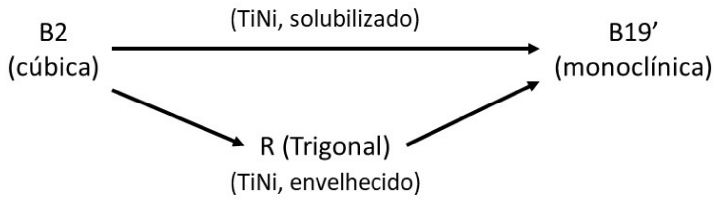


Figura 13 – Ordens possíveis de Transformação (OTSUKA & REN, 2005)

2.2.3. Trabalho a Frio

Esse trabalho mecânico introduz uma alta densidade de discordâncias e defeitos na matriz, causando tensões internas e afetando as transformações martensíticas. Um recozimento parcial em temperaturas abaixo da recristalização altera os níveis de discordâncias, podendo ser usado para ajustar as transformações martensíticas e o comportamento mecânico da liga. (Otsuka & Wayman, 1998; OTSUKA & REN, 2005; MAHMUD, 2009; Karimzadeh *et al*., 2015)

O trabalho a frio aumenta o efeito pseudoelástico (Khaleghi *et al*., 2013) e reduz drasticamente as temperaturas de transformação, em especial M_s e M_f, e como dito no Item 2.2.2, possibilita a formação da fase R, como pode ser observado na Fig. 14.

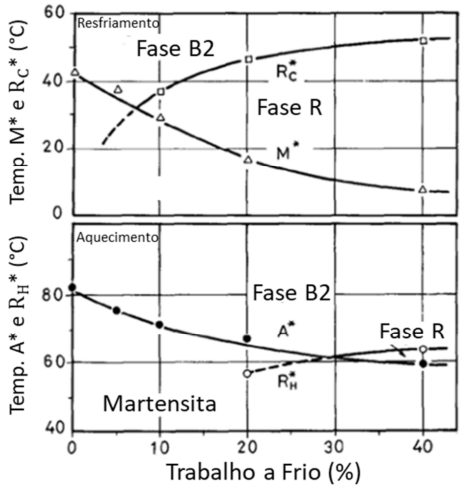


Figura 14 - Efeitos do encruamento nas temperaturas de transformação (MAHMUD, 2009)

2.2.4. Tratamentos Térmicos

As ligas de NiTi podem ser submetidas a uma série de tratamentos térmicos, como solubilização e recozimento após um trabalho a frio, e envelhecimento.

O tratamento de solubilização envolve o aquecimento do material a uma temperatura suficiente para atingir a região NiTi (B2) do diagrama de fase, com o intuito de eliminar as possíveis discordâncias e precipitados que poderiam estar presentes na liga. Este tratamento permite restabelecer as condições iniciais do material de modo a prepará-lo para um novo tratamento termomecânico. Nishida (2014) mostrou que em ligas de até 51 at% a solubilização pode ser realizada a 950°C mantendo a amostra nessa temperatura durante 1 hora.

O recozimento tem como objetivo minimizar os efeitos do trabalho a frio (Khaleghi *et al*., 2013), os efeitos podem ser observados na Fig.15, onde as temperaturas de transformação variam com a temperatura de recozimento.

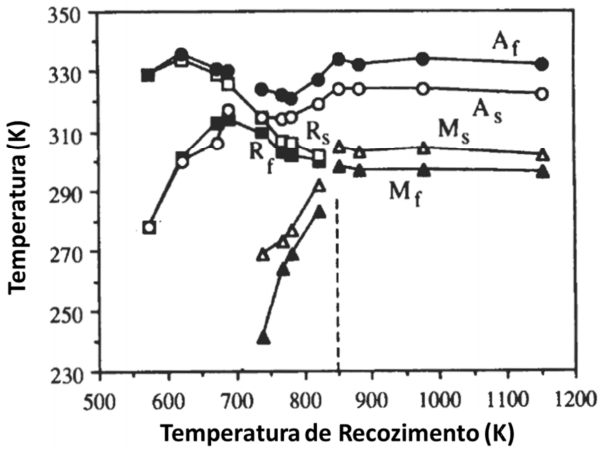


Figura 15 – Exemplo da influência do recozimento nas temperaturas de transformação em NiTi quasi-equiatomico (MAHMUD, 2009)

Também é possível observar que o recozimento em temperaturas mais elevadas, propicia uma redução na tensão de escoamento (σ_{ay}), chegando a um ponto em que muda do efeito pseudoelástico para o efeito de memória de forma, como pode ser visto no exemplo da Fig. 16.

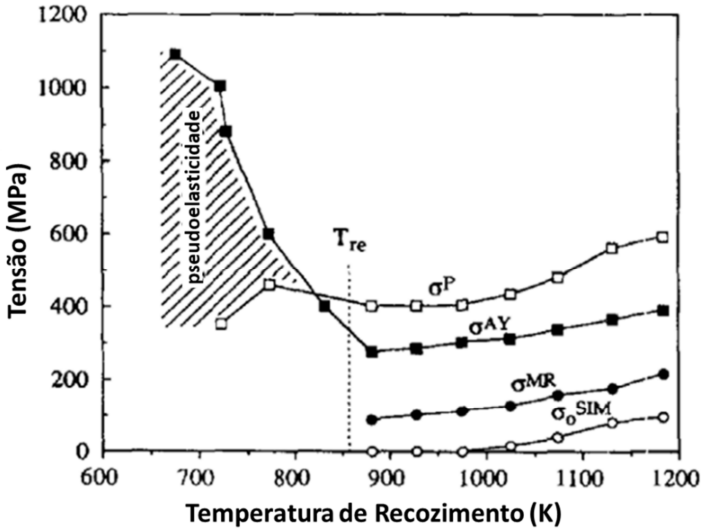


Figura 16 – Efeito da temperatura de recozimento na tensão de escoamento de Ti-50,2 at%Ni (MAHMUD, 2009)

Já o envelhecimento tem como objetivo, através da precipitação de Ti_3Ni_4, desestabilizar a transformação em B19', mudando as temperaturas de transformação, além disso a presença do precipitado Ti_3Ni_4 remove níquel da matriz B2 e essas pequenas mudanças na composição química influenciam bastante nas temperaturas de transformação (OTSUKA & REN, 2005).

O tratamento térmico de envelhecimento é utilizado principalmente em ligas ricas em Ni. O processo de envelhecimento normalmente é realizado em temperaturas entre 200 e 550°C (Nishida *et al*., 2014; OTSUKA & REN, 2005; Fan *et al*., 2004).

As temperaturas dos tratamentos de recozimento e envelhecimento são as mesmas, então em ligas ricas em Ni o recozimento irá gerar precipitados na matriz. O tratamento de envelhecimento é o mais utilizado para controle de temperatura e tensões, pois pode ser aplicado em qualquer liga, sem que haja a necessidade de um processo de conformação antes.

O processo de nucleação dos precipitados tem uma preferência de local, dependendo do grau de supersaturação de Ni, sendo mais propenso a acontecer no contorno de grão ou em defeitos na microestrutura, como pode ser observado na Fig.17. Como pode ser visto onde tem uma menor supersaturação, em torno de 50,6 at%Ni a razão entre a nucleação no contorno e no interior é mais elevada, sendo 9 vezes maior. Já para níveis altos de supersaturação a nucleação acontece de forma similar, 1,2 vezes maior para 51,5 at%Ni (Fan *et al*., 2004; OTSUKA & REN, 2005).

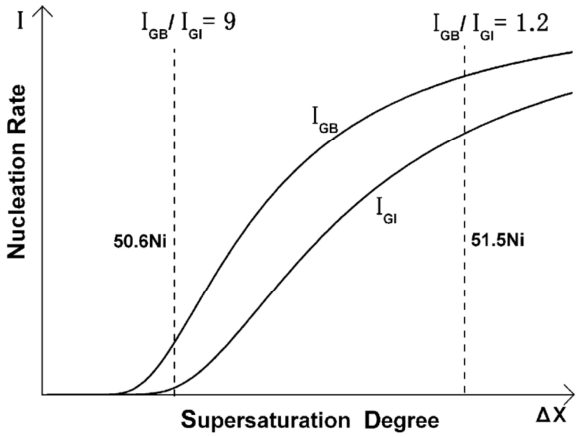
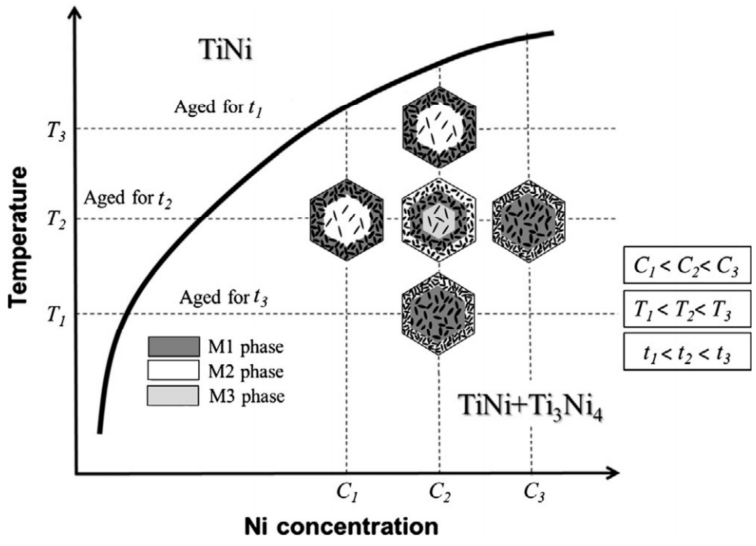


Figura 17 – Ilustração da relação da taxa de nucleação e o grau de supersaturação entre o contorno de grão (I_{GB}) e o interior do grão (I_{GI}) (Fan *et al*., 2004)

Essa diferença de nucleação de precipitados, entre o contorno e o interior do grão, acaba por gerar uma heterogeneidade na composição química da matriz e na distribuição de precipitados. Isso gera transformações martensíticas em múltiplas etapas, sendo elas as responsáveis pelas transformações para a fase R. Para cada região da matriz, a transformação ocorre em uma temperatura diferente por causa da variação da composição química, como pode ser observado na Fig. 18.



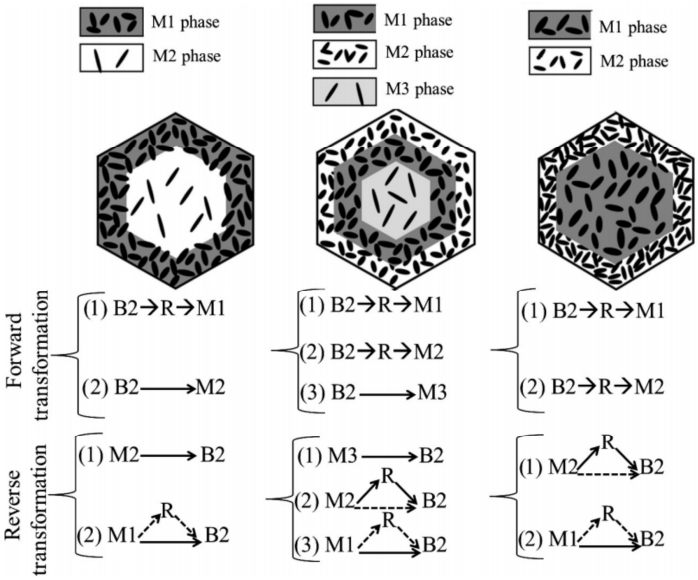


Figura 18 – Ilustração mostrando os efeitos da supersaturação de Ni e condições de envelhecimento na microestrutura e suas possíveis transformações martensíticas (Nishida *et al*., 2014).

Otsuka (2005) também como a forma dos precipitados influenciam na transformação, sendo uma competição entre as tensões internas causadas pelos precipitados e pela composição química na matriz. Então com uma alta densidade de precipitados finos ocorre a transformação intermediária na fase R. Com tempo suficiente para o crescimento dos precipitados essa transformação é dissipada e a redução da composição química da matriz reduz as temperaturas de transformação.

2.2.5. Aplicações da liga Nitinol

Devido às suas propriedades, o Nitinol tem atraído grande interesse e tem sido aplicado em diversos campos da tecnologia (SAVI *et al*., 2015; Leal & Savi, 2017), destacando-se o uso medicinal pela sua biocompatibilidade (Fan *et al*., 2017). Um uso bem difundido é em *stents* (Fig. 19), dispositivos auto expansivos utilizados para sustentação de vasos sanguíneos, dutos biliares e outros vasos tubulares do corpo humano. A estrutura é deformada em seu estado martensítico, de modo a reduzir o seu diâmetro, sendo posicionada com a utilização de cateter. Após a sua liberação, o contato com o corpo humano promove o aumento de temperatura, fazendo a liga retornar à forma austenítica e desobstruído a veia ou artéria, além de garantir a sustentação da mesma. (LAGOUDAS, 2008)



Figura 19 – Stent (LAGOUDAS, 2008)

Ainda na área médica, as ligas de Nitinol são utilizadas em aplicações odontológicas. Em aparelhos ortodônticos, a utilização de fios de aço requer um nível alto de força para uma pequena movimentação de correção. A utilização de fios de SMA possibilita efetuar grandes correções sem necessidade de ajustes, uma vez que garante uma variação mínima na carga inicialmente aplicada mesmo após grandes deslocamentos, graças ao efeito pseudoelástico Fig. 20 (LAGOUDAS, 2008).



Figura 20 – Aparelho ortodôntico com liga de Nitinol (LAGOUDAS, 2008)

Elementos de SMA também têm sido bastante utilizados como atuadores. Um exemplo na área aeronáutica, é a utilização em *flaps* de avião de atuadores com Nitinol, conforme mostrado na Fig. 21. Esta abordagem reduz, assim, a quantidade de componentes e o peso total da aeronave, o que é crucial para a aeronáutica. (DA HORA, 2015)

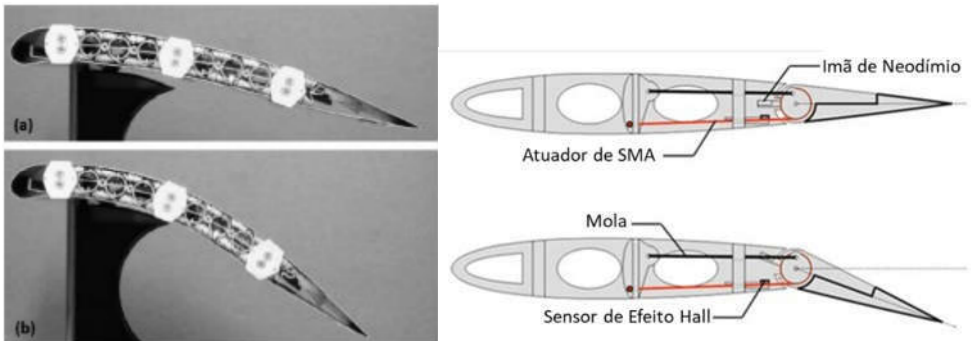


Figura 21 – Flap com atuador de SMA (DA HORA, 2015)

Na indústria automotiva também existem várias aplicabilidades, indo de atuadores lineares para posicionamento de retrovisor, até controle de temperatura do motor e válvulas com atuação por tensão induzida, Fig. 22. (DA HORA, 2015)

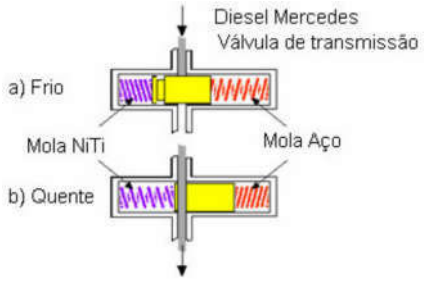


Figura 22 – Exemplos de utilzação na indústria automotiva (DA HORA, 2015)

Outra aplicação importante de elementos de SMA é na atenuação de vibrações, devido a sua grande capacidade de dissipação de energia mecânica em conjunto com a alteração da rigidez do elemento. Durante abalos sísmicos é necessário a utilização de atuadores para limitar a abertura de juntas em pontes. Neste contexto, cabos de SMA têm sido utilizados em pontes estaiadas, colunas de concreto e estruturas metálicas, conforme mostrado na Fig. 23. (DA HORA, 2015)

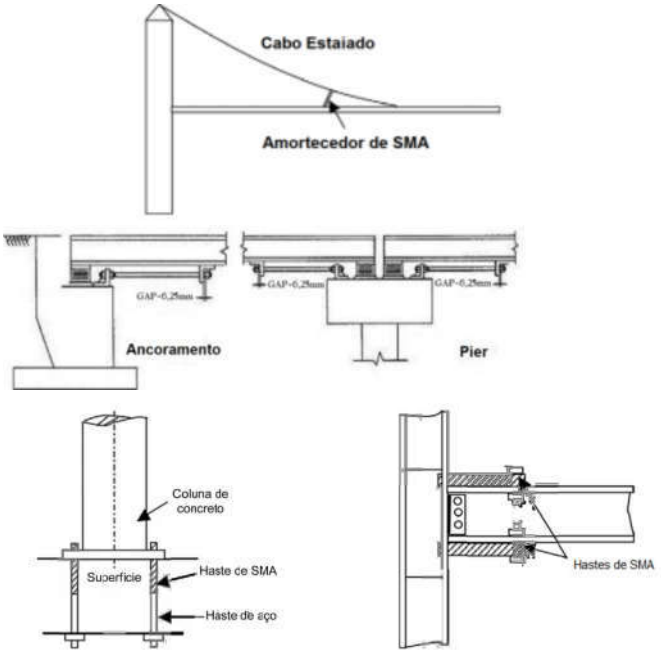


Figura 23 – Exemplo de utilização em atenuadores de vibrações (DA HORA, 2015)

Uma outra aplicação na área da engenharia aeronáutica, envolve a redução dos ruídos nas turbinas durante a aterrisagem e decolagem. Para tal, são utilizados *chevrons* nas turbinas para misturar o fluxo dos gases de escape, de modo a reduzir o ruído. A utilização de vigas de SMA nos *chevrons* promove o fechamento do bocal de saída, melhorando a mistura em ambientes aquecidos (Fig. 24) e reduzindo ao máximo os ruídos em situação de decolagem e aterrissagem. Em altas altitudes, a temperatura do ar irá manter a liga em fase martensítica, deixando os bocais livres para o uso normal (DE AZEVEDO, 2016; LAGOUDAS, 2008).

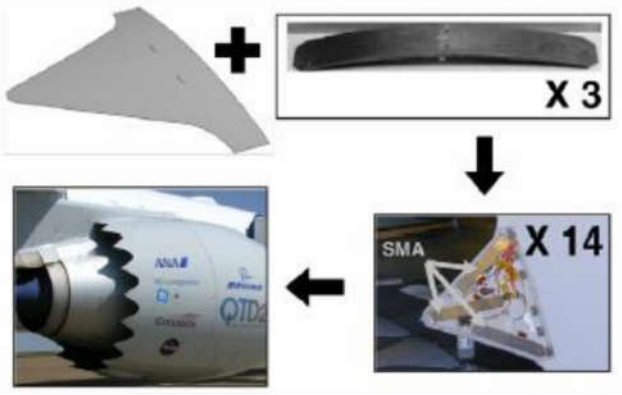


Figura 24 – Exemplo de uso na industria aeronautica (LAGOUDAS, 2008)

3. – Metodologia Experimental

A fabricação de uma mola de SMA é um processo termomecânico, onde o arame utilizado é fixado na configuração da mola desejada e em seguida levado ao forno para um tratamento térmico pré-determinado para o fio reter a sua configuração. Como já explicado, o comportamento termomecânico de SMAs depende do processamento a que o material é submetido, seja mecânico ou térmico (LAGOUDAS & MILLER, 2001; HEIDARI *et al*., 2016). Com o objetivo de avaliar os efeitos dos tratamentos térmicos e dos níveis de conformação mecânica, elementos de SMA na forma de fios e de duas configurações de molas helicoidais de SMA foram fabricadas variando os parâmetros dos tratamentos térmicos. Estes elementos foram analisados através de um procedimento experimental para caracterizar seus comportamentos térmicos e mecânicos.

Foram definidas quatro variáveis de interesse a serem analisadas neste trabalho: temperatura, velocidade de resfriamento, tempo do tratamento térmico; e nível de conformação aplicados no material durante o processo de fabricação dos elementos de SMA.

3.1. Caracterização do fio Nitinol

Para fabricar as molas e realizar os tratamentos térmicos, foram utilizados fios de memória de forma comercial com um diâmetro de 0,9 mm, fabricado pela empresa *Sandinox* (p. Nitinol F2063). Junto com o material a empresa forneceu a composição química do fio (Anexo A), como pode ser visto na Tab. 1. Os dados fornecidos na tabela indicam que a liga é aproximadamente Ni 50,90 at. %-Ti.

Tabela 1 – Composição química do fio (porcentagem mássica)

Ni	**Cr**	**Cu**	**H**	**Fe**	**Nb**
55,97	0,0030	0,0007	<0,0050	0,019	0,0001
C	**Co**	**N**	**O**	**Ti**	
0,0261	0,0001	0,0015	0,0258	Bal.	

Frenzel *et al.* (2010), mostraram em seu estudo que a temperatura de início da

transformação reversa (M_s) do material solubilizado varia de acordo com a composição química (Fig.25b). Com o objetivo de conferir os dados fornecidos pelo fabricante, uma amostra do fio foi solubilizada a 950°C por 60 min e levada a uma análise utilizando um calorímetro de varredura (DSC, *Differential Scanning Calorimeter*) para identificar a temperatura de transformação M_s, de modo a estimar a composição química da liga.

O DSC é um método de análise que registra o fluxo de calor durante ciclos térmicos pré-determinados. Essas medições fornecem dados sobre os processos endotérmicos e exotérmicos que ocorrem na amostra analisada (DE AZEVEDO, 2016). Como os processos de mudança de fase nas ligas de SMA são endotérmicos para a transformação direta e exotérmicos para a transformação reversa, analisando a variação do fluxo térmico é possível determinar as temperaturas de transição M_s, M_f, A_s e A_f. (LAGOUDAS, 2008) (OTSUKA & REN, 2005)

A Fig. 25a mostra o resultado do ensaio no DSC desenvolvido na amostra do material utilizado após o processo de solubilização descrito. A análise da curva mostrada indica que M_s= -35,89°C. Comparando este valor com os resultados obtidos por Frenzel *et al.* (2010), pode-se estimar que a composição química do material é de Ni 50.88 at.%-Ti, estando de acordo com os dados fornecidos pelo fabricante.

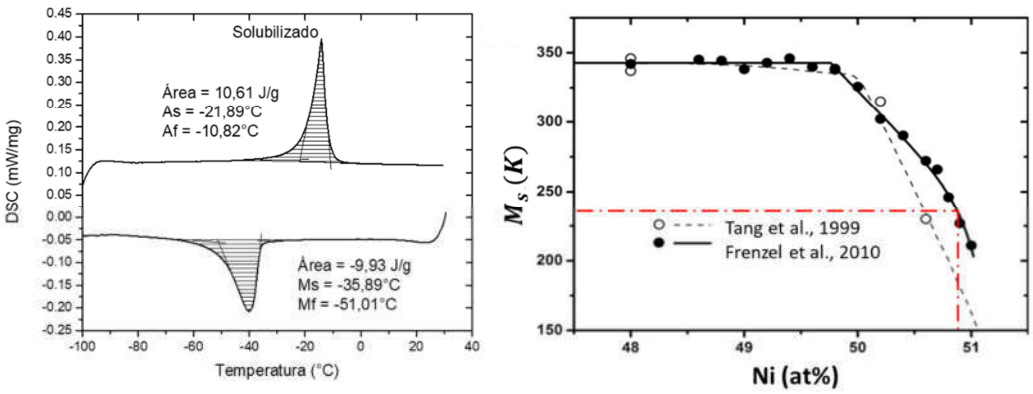


Figura 25 – Análise de DSC do fio solubilizado e comparação com os resultados de Frenzel *et al* (2010), destacado em vermelho a liga utilizada no estudo.

Além disso, para ter uma base para comparação dos resultados foi necessário caracterizar o comportamento do fio como recebido. Para isso, uma amostra do fio foi analisada através de um ensaio no DSC e foi realizado um ensaio de tração no fio, com 3 ciclos de carregamento mecânico numa máquina universal de tração.

Como pode ser observado na Fig. 26a, o DSC do fio como recebido tem as temperaturas de transição diferentes do fio solubilizado, o que indica que foi realizado

algum processamento termomecânico, possivelmente um trefilamento a frio com alta redução da seção transversal. Isto pode ser comprovado pela diminuição do calor latente de transformação definido pela área hachurada nos gráficos. Posteriormente deve ter sido feito um recozimento a baixas temperaturas, gerando precipitados na microestrutura, explicando o aumento das temperaturas de transformação de fase sem o aumento do calor latente. Já a Fig. 26b mostra que o fio possui um comportamento pseudoelástico, apesar do ensaio ter sido realizado em temperatura ambiente (23ºC) abaixo de A_f (isso ocorre porque mesmo estando abaixo de A_f a temperatura está acima de M_s), chegando a uma deformação de cerca de 9% com 900 MPa de tensão aplicada.

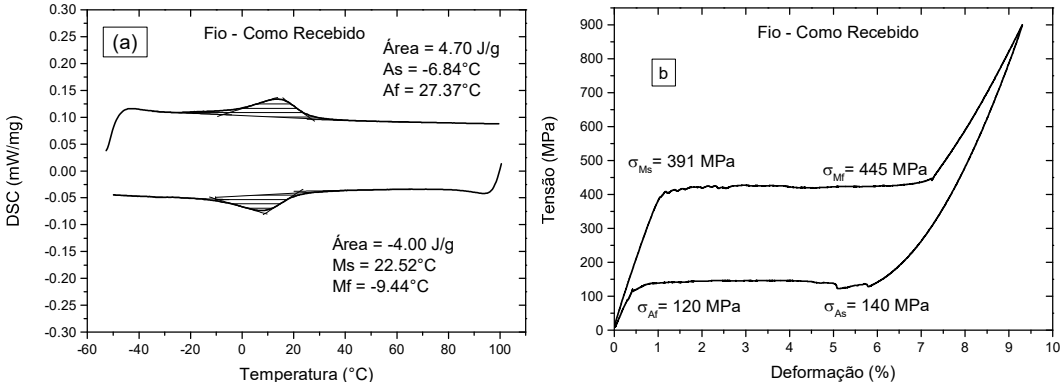


Figura 26 – Resultados do fio como recebido (a) DSC e (b) ultimo ciclo do ensaio de tração

3.2. Metodologia para analisar os efeitos dos tratamentos termomecânicos

Com o objetivo de analisar os efeitos de tratamentos térmicos no comportamento termomecânico do material, foram realizados tratamentos térmicos considerando três temperaturas diferentes e três velocidades de resfriamento distintas, de acordo com a Tab. 2.

Tabela 2 – Métodos de Tratamento Térmico

Temperatura	465°C	**Resfriamento**	Água	**Tempo**	30min
	490°C		Ar		60min
	540°C		Forno		

Para analisar os efeitos da conformação mecânica aplicada durante a fabricação

das molas de Nitinol, foram definidos três grupos para os tratamentos térmicos. Fios sem conformação mecânica e livres de tensão, com comprimento de 160 mm, utilizados para estabelecer uma referência de comparação para as molas, o comprimento dos fios foi definido de forma a possibilitar a remoção de amostras para os ensaios de DSC e ainda sobrar comprimento suficiente para a realização dos ensaios de tração. Também foram consideradas duas configurações geométricas de molas helicoidais com dois diâmetros. Essa escolha foi realizada a fim de garantir que uma das configurações obtenha deformação plástica no processo de enrolamento das molas. Para isso foi realizado um ensaio de ruptura no fio, observado na fig. 27, onde a linha azul mostra que a partir de 13% de deformação começa a plastificar o material.

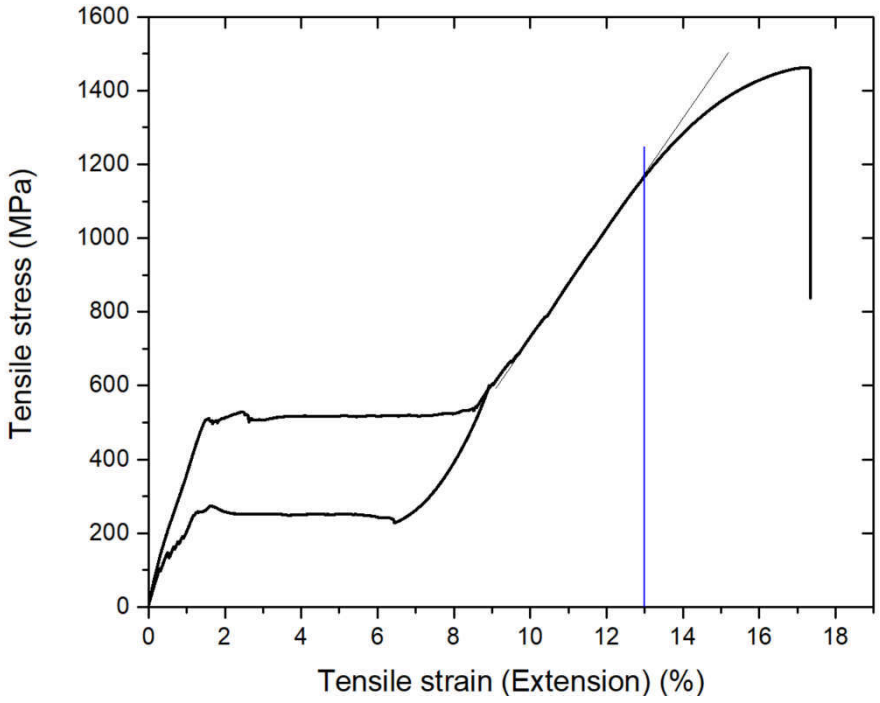


Figura 27 – Ensaio de ruptura no fio

A partir da equação 1 obtida no livro do Hibbeler (2010),onde ρ é o raio de curvatura, ε é a deformação e y o raio do fio utilizado. Foi calculado o raio crítico ρ_c onde a partir dele ocorre deformações plásticas.

$$\varepsilon = -\frac{y}{\rho} \tag{1}$$

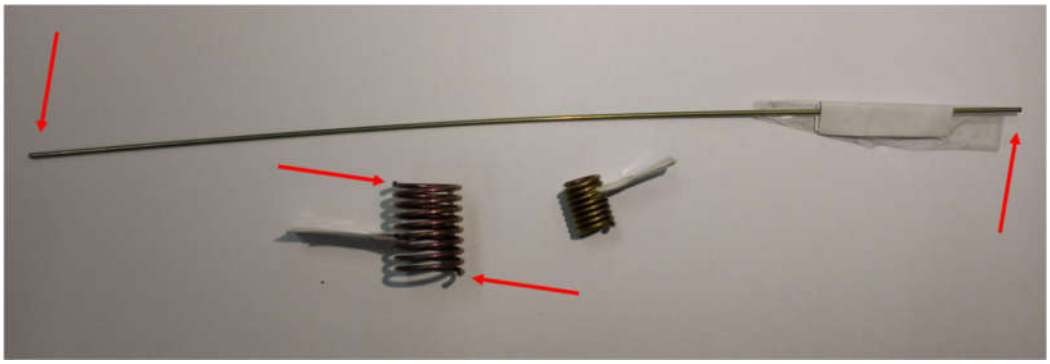
$$\rho_c = \frac{y}{\varepsilon} = \frac{0{,}45}{0{,}13} \cong 6{,}92mm$$

Portanto serão fabricados as duas configurações de molas enrolando-se os fios

em parafusos M6 e M12 com 9 espiras de comprimento, respectivamente, e travando as extremidades com porcas, conforme mostrado na Fig. 28.



(a)



(b)

Figura 28 – Molas e Fios utilizados em tratamentos térmicos: (a) Molas ainda enroladas nos parafusos e (b) indicação com seta vermelha do local de onde foram removidas as amostras para os ensaios de DSC

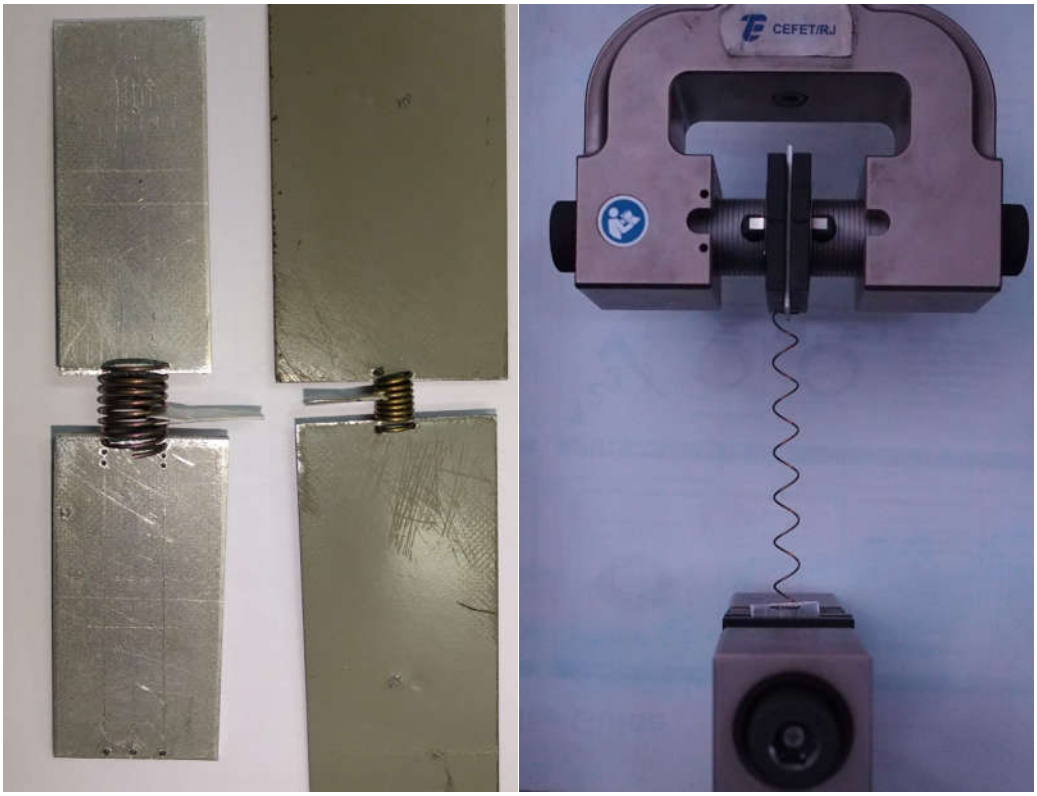
Os tratamentos térmicos foram realizados inserindo as amostras do material em um forno preaquecido na temperatura estabelecida, sendo mantidas dentro do forno durante o tempo designado para o tratamento, seguido do resfriamento indicado. Para cada tratamento térmico foi fabricada uma mola para cada um dos diâmetros, além de um fio. Os tratamentos térmicos foram realizados em um forno a resistência do tipo mufla da marca Jung com temperatura máxima de operação de 1400°C do Laboratório de Soldagem (LASOL) do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica e Tecnologia dos Materiais (PPEMM) do CEFET/RJ.

Foram fabricados um total de 36 molas helicoidais e 19 fios para ser analisados (incluindo o fio como recebido). Para se analisar os parâmetros de transformação de fase dos materiais após os tratamentos térmicos, foram removidas duas amostras de cada mola e fio, sendo uma de cada extremidade, como indicado na Fig. 27. O objetivo

é garantir a homogeneidade do fio ou mola, analisando a variação entre as extremidades. As amostras foram removidas utilizando uma cortadora de precisão da marca Struers, a utilização desse equipamento é para garantir que o processo de corte não aqueça e nem gere deformações na microestrutura do material. Essas amostras foram analisadas em um equipamento de Calorimetria de varredura diferencial da marca Netzsch com uma faixa de temperatura de – 170 à 600 °C e precisão de 0,1 °C através de ciclos térmicos com uma taxa de 10°C/min. Para cada ensaio foram realizados 3 ciclos completos e foi selecionando o ciclo intermediário para caracterização, com o objetivo de determinar as temperaturas de transição e a possibilidade da formação da fase R.

Posteriormente os fios e molas foram rigidamente fixados em uma máquina universal de ensaio da marca Instron, com precisão de medição de carga de 0,5% com uma célula de carga de 1kN e então postos em ciclos de carregamento mecânico com temperatura controlada. Os ensaios de tração foram realizados fixando o corpo de prova entre as duas garras com o auxílio de um suporte (Fig. 29) e impondo uma taxa de deformação de 1%/min para os ensaios dos fios e 10mm/min para os ensaios das molas. As molas foram submetidas a uma taxa mais elevada, uma vez que as cargas geradas pelo deslocamento linear são pequenas quando comparadas com o fio.

Foram realizados 10 ciclos e posteriormente as amostras foram aquecidas a temperaturas acima de A_f, somente após isso foram executados mais três ciclos que são utilizados para analisar o seu comportamento mecânico. Os fios possuem um comprimento útil de 90 mm durante os ensaios de tração. Já as molas foram ensaiadas com sete espiras ativas para o carregamento. Devido à diferença de geometria, as molas de menor diâmetro sofreram um deslocamento prescrito máximo de 40 mm e as de maior 60 mm.



(a) (b)

Figura 29 – (a) Molas presas no sistema de fixação e (b) Mola M12 acoplada na máquina de tração.

4. Resultados e Discussão

Esta seção apresenta os resultados dos ensaios desenvolvidos para caracterizar as temperaturas de transformação de fase e o comportamento mecânico das amostras em função dos tratamentos térmicos realizados e do processo de conformação mecânica dos fios de SMA.

4.1. Caracterização das Temperaturas de Transformação de Fase

A análise dos resultados dos ensaios de DSC, envolve a identificação dos seguintes parâmetros: quantidade de picos, as temperaturas de início e final e a energia cedida ou absorvida associados a cada processo de transformação de fase. A Figura 30 apresenta o ensaio de DSC do fio como recebido. A curva superior indica a etapa de aquecimento e a inferior a etapa de resfriamento.

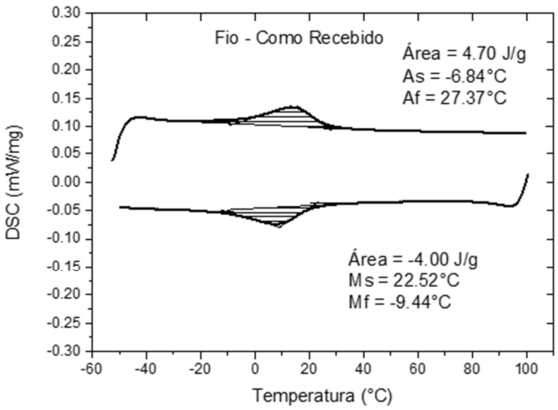


Figura 30 – Resultado de DSC do fio como recebido

4.1.1. Fios

As Figuras 31-33 mostram os resultados dos ensaios de DSC nos fios para as diversas condições de tratamentos térmicos desenvolvidos. Quando comparados com o fio como recebido (Fig. 30), pode-se perceber inicialmente que ao aumentar a

temperatura do tratamento térmico ocorre um aumento do calor latente. Isso ocorre porque o fio na condição de como recebido apresenta um estado de tensões residuais resultantes do processo de fabricação, o qual inibe a transformação de frações de martensita em austenita (LAGOUDAS & MILLER, 2001).

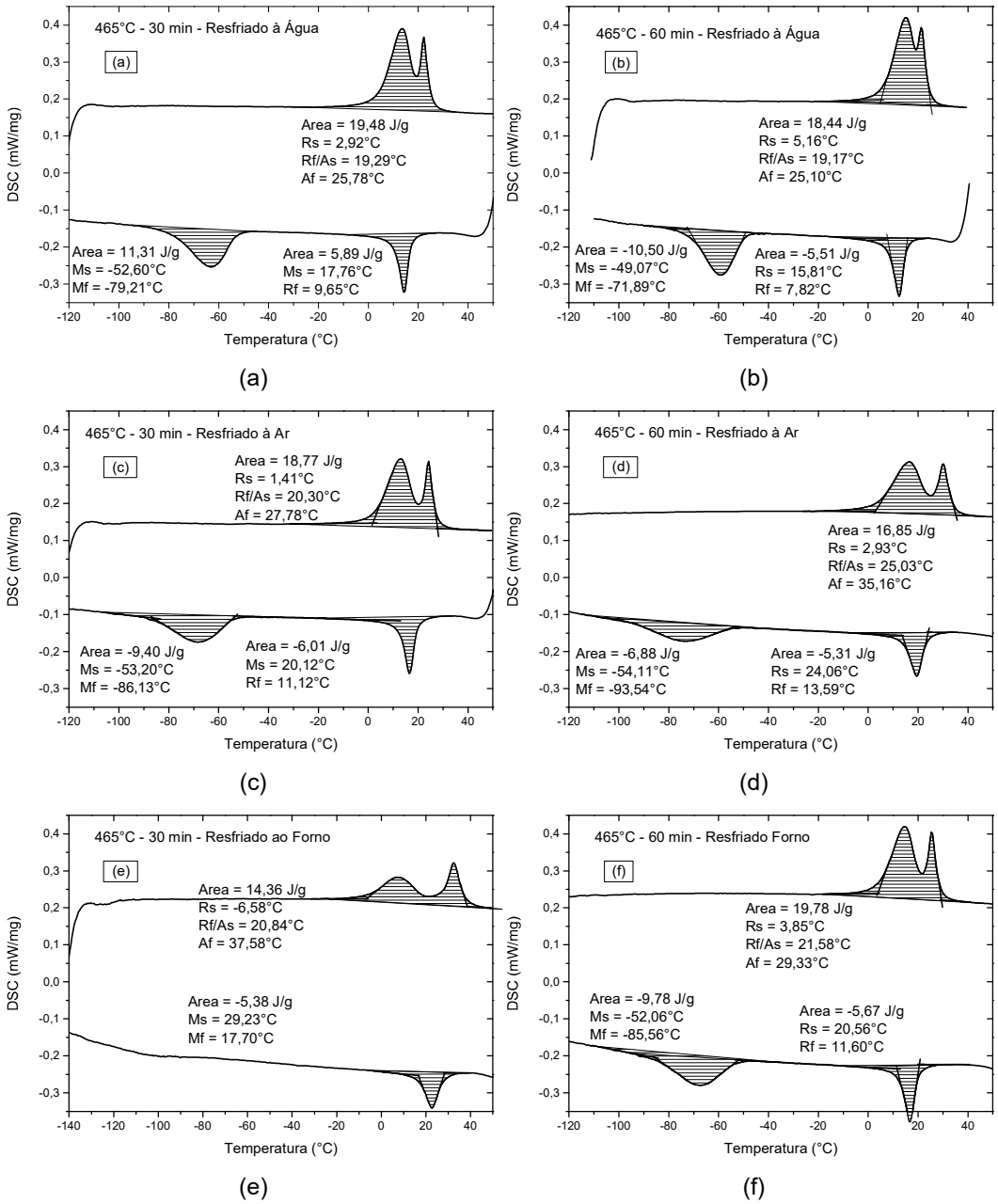


Figura 31 – Resultados de ensaios de DSC dos fios tratados a 465°C para as seguintes condições: (a) 30 min e resfriado na água; (b) 60 min e resfriado na água; (c) 30 min e resfriado no ar, (d) 60 min e resfriado no ar; (e) 30 min e resfriado no forno, (f) 60 min e resfriado no

forno

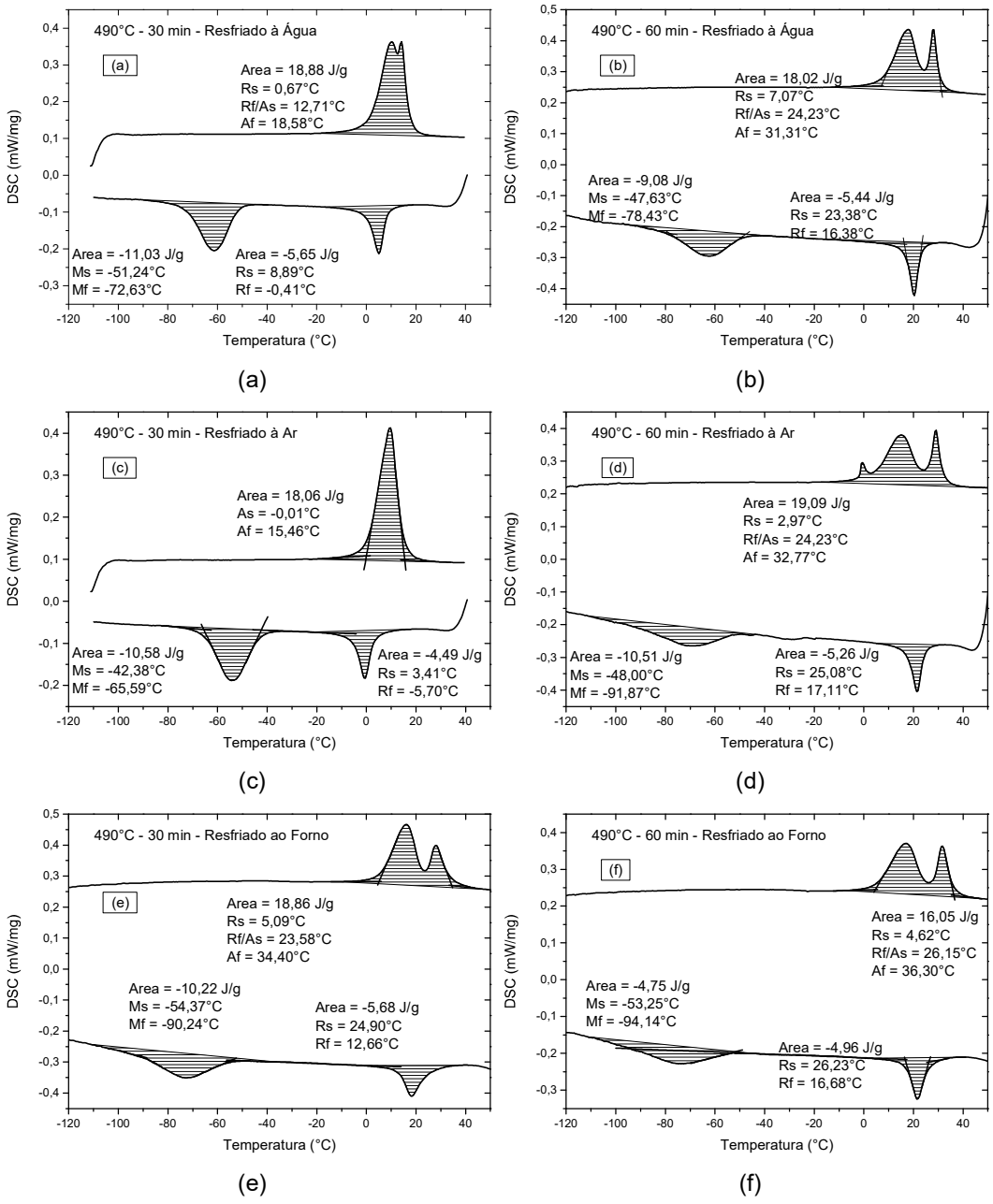


Figura 32 – Resultados de ensaios de DSC dos fios tratados a 490°C para as seguintes condições: (a) 30 min e resfriado na água; (b) 60 min e resfriado na água; (c) 30 min e resfriado no ar, (d) 60 min e resfriado no ar; (e) 30 min e resfriado no forno, (f) 60 min e resfriado no forno

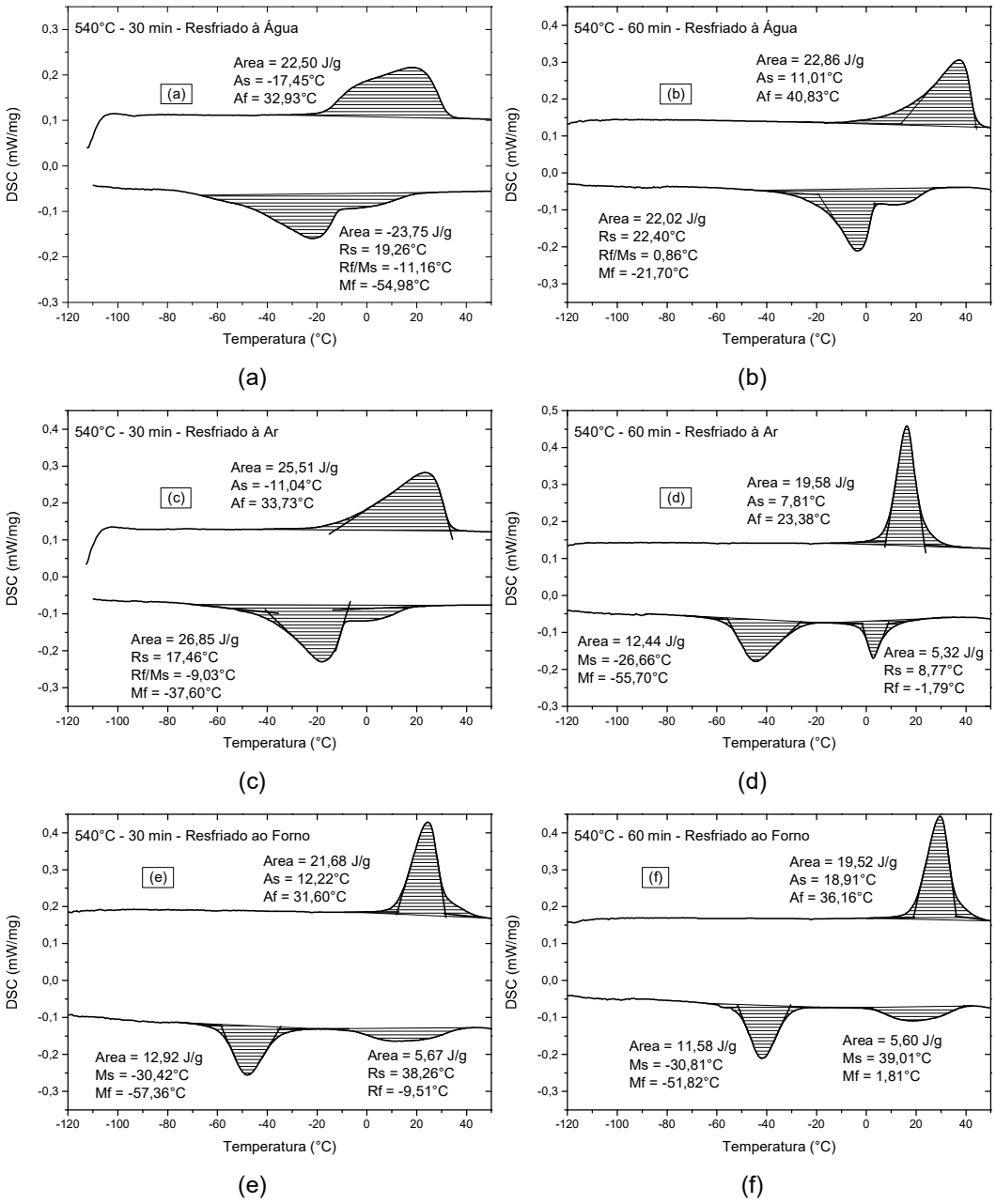


Figura 33 – Resultados de ensaios de DSC dos fios tratados a 540°C para as seguintes condições: (a) 30 min e resfriado na água; (b) 60 min e resfriado na água; (c) 30 min e resfriado no ar, (d) 60 min e resfriado no ar; (e) 30 min e resfriado no forno, (f) 60 min e resfriado no forno

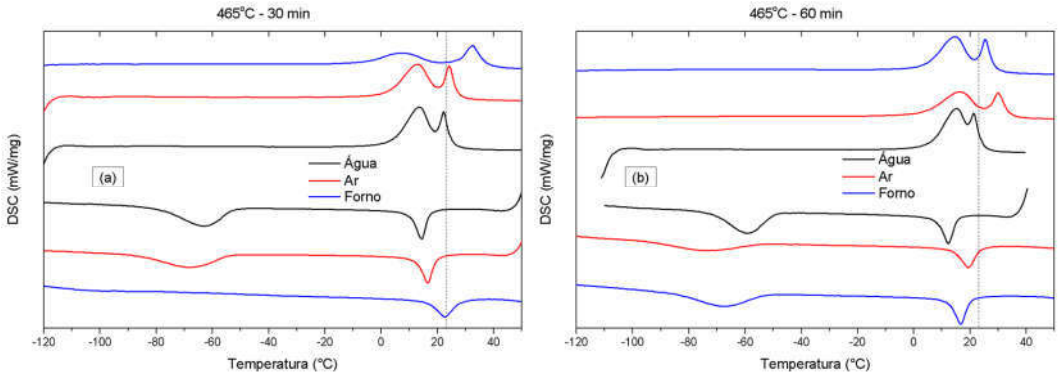
Os resultados das Figs. 31-33 também sugerem que o tratamento térmico promoveu a precipitação de uma quantidade de Ti_3Ni_4 suficiente para gerar a transformação intermediária para a fase R, como observado por Nishida (2014), Otsuka

(2005) e Fan (2004). Em alguns casos, como nos tratamentos a 465°C, os dois picos de transformação M→R e R→A estão muito próximos. Isso ocorre devido à baixa temperatura do tratamento associado a tempos curtos, não deixando o precipitado crescer. Quando o tempo de resfriamento é maior (resfriado no ar), ocorre uma diminuição do pico associado à fase R, chegando a desaparecer em alguns casos. Isso ocorre em função de que uma maior duração do tempo de resfriamento possibilita que o precipitado cresça, conforme Nishida (2014).

Nas seções seguintes, os resultados foram agrupados, para se observar melhor os efeitos dos tratamentos térmicos nas transformações de fase dos fios de SMA.

4.1.1.1. Efeito da Velocidade de Resfriamento

A Figura 34 mostra os efeitos da velocidade de Resfriamento dos tratamentos térmicos nos fios. Nos gráficos mostrados, os resultados de resfriamento à água estão representados através de linhas pretas, os ao ar em linhas vermelhas e ao forno em linhas azuis. A linha vertical tracejada indica a temperatura em que os ensaios de tração foram realizados.



(a) (b)

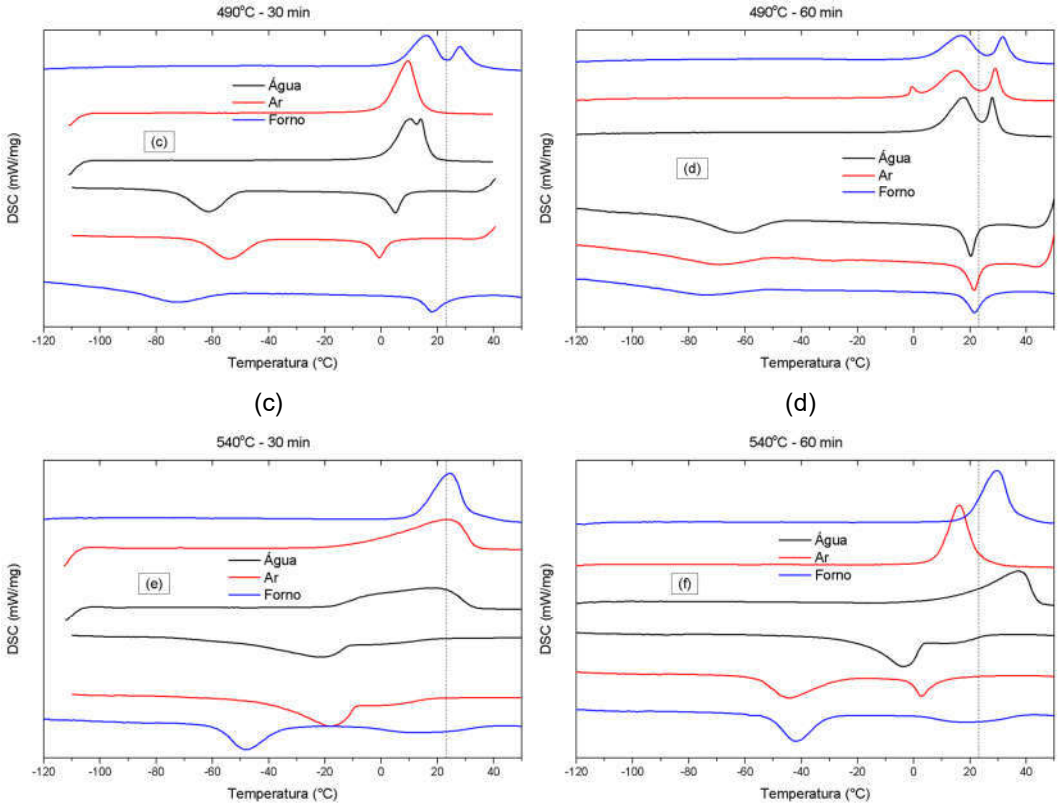
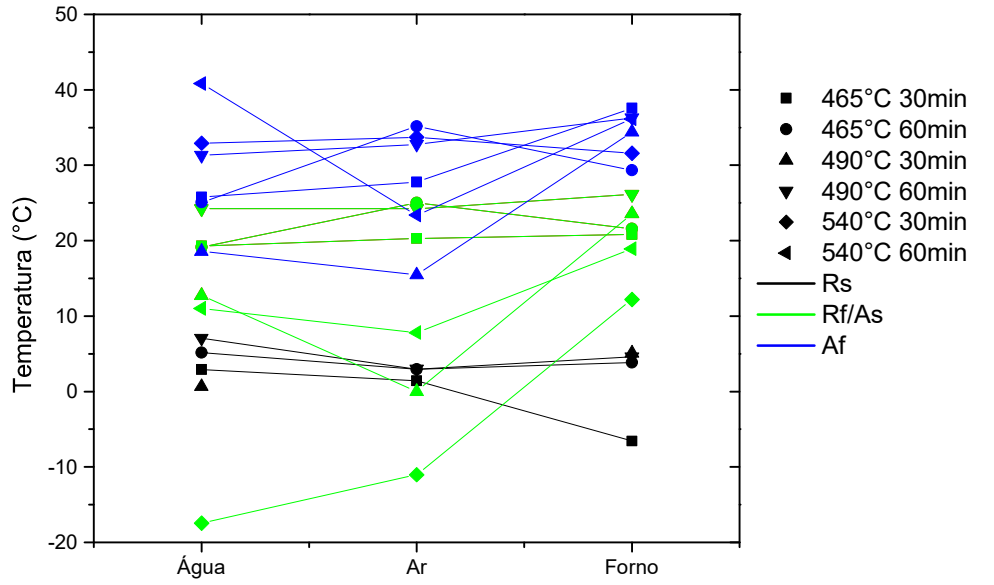
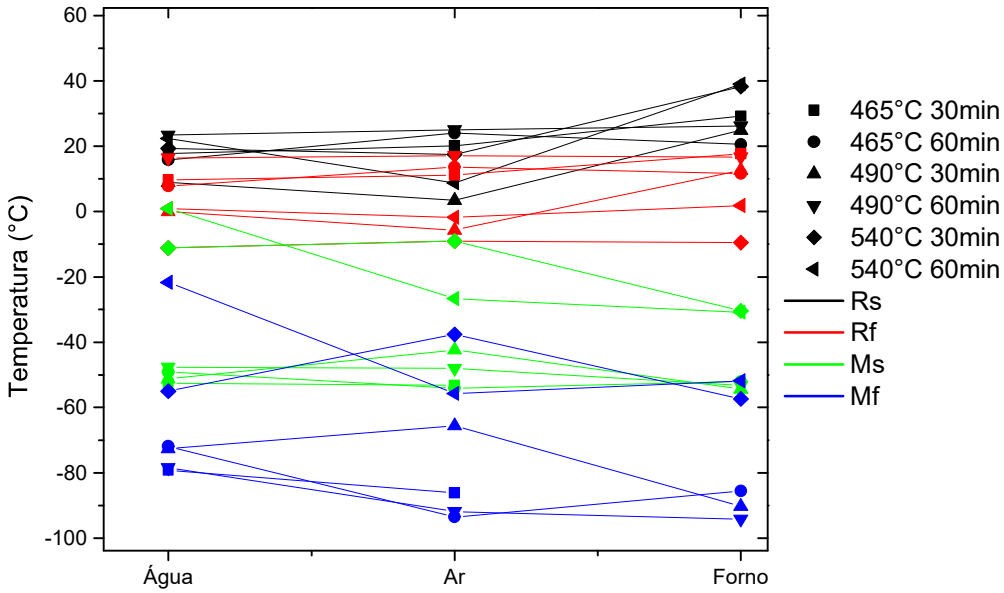


Figura 34 - Efeito da Velocidade de Resfriamento nos Fios: (a) 465°C – 30 min ;(b) 465°C – 60 min ;(c) 490°C – 30 min ;(d) 490°C – 60 min ;(e) 540°C – 30 min ;(f) 540°C – 60 min

Pode-se observar que para as temperaturas mais baixas ocorre apenas uma leve variação entre as temperaturas de transformação para as diferentes velocidades de resfriamento. Também pode ser visto que os resultados de 30 min de tratamento resfriado no forno têm um comportamento semelhante aos tratados por 60 min resfriado no ar, o que indica que provavelmente o resfriamento lento no forno auxiliou o crescimento dos precipitados. Este crescimento tende a dissipar a segunda transformação direta, aumentando a sua largura e diminuindo o pico de transformação (OTSUKA & REN, 2005). Na Figura 35, pode ser observado que no aquecimento resfriamentos mais lentos causou um aumento de A_f e A_s, e tendeu a diminuir os valores de R_s. Já no resfriamento, teve um leve aumento de R_s, queda de M_f e sem muitas alterações nas outras temperaturas de transformação.



(a)

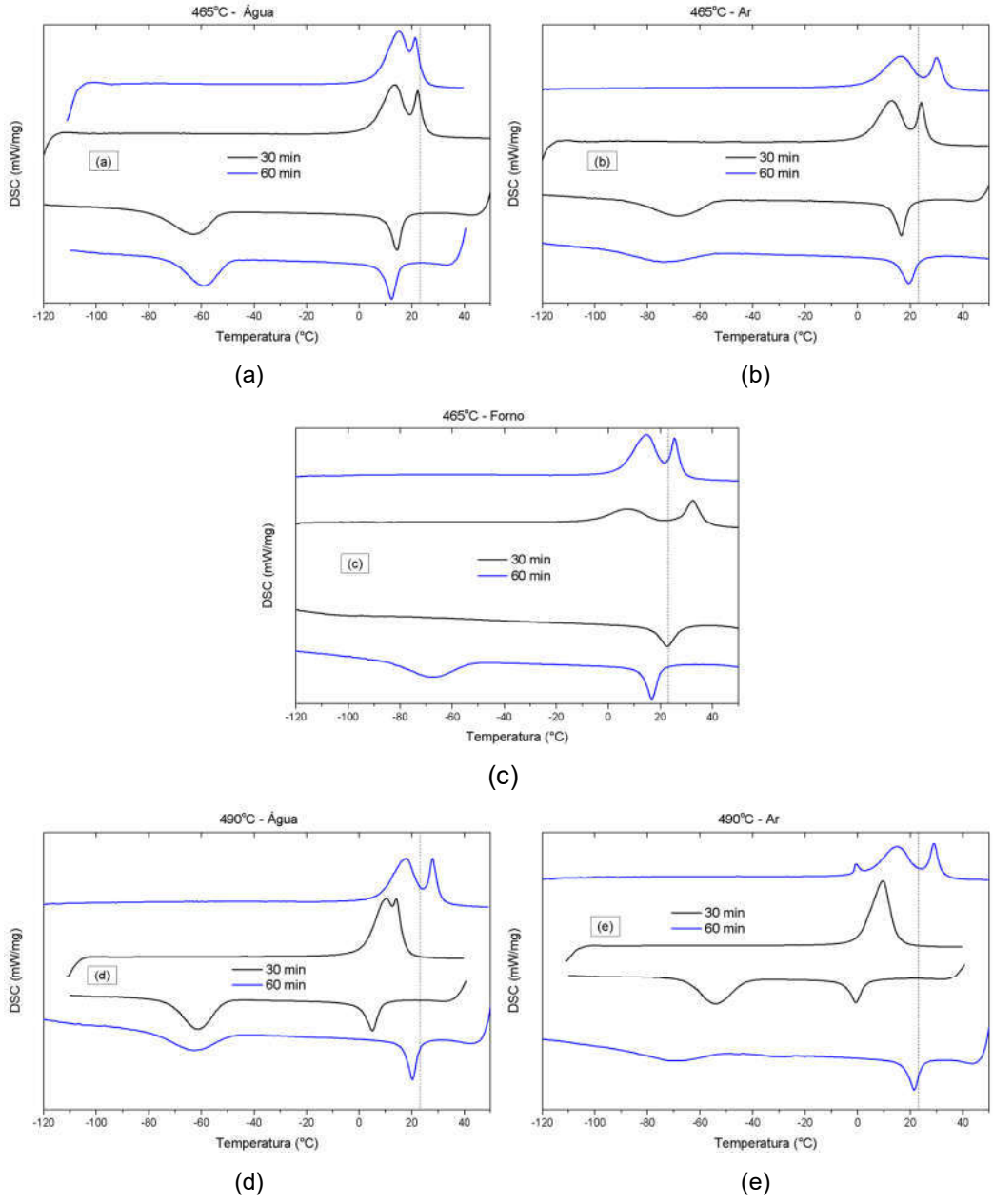


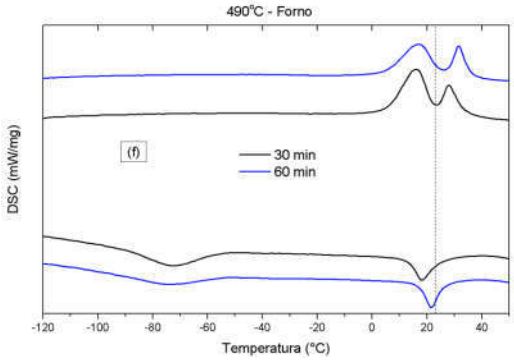
(b)

Figura 35 – Comparação entre as temperaturas de transformação para o efeito da velocidade de resfriamento nos fios, (a) no aquecimento e (b) no resfriamento

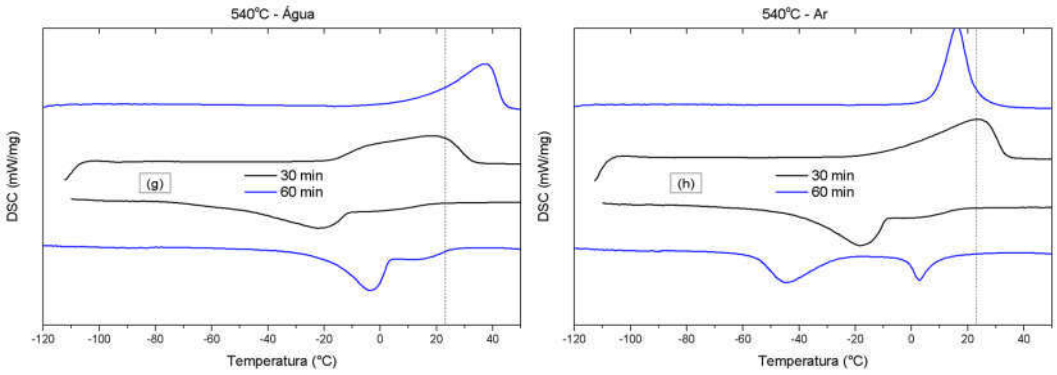
4.1.1.2. Efeito do Tempo de Tratamento Térmico

A Figura 36 mostra os efeitos do tempo de tratamento térmico no comportamento dos fios, foi padronizado que os tempos de 30 minutos estarão em linhas pretas, e os de 60 minutos em linhas azuis.

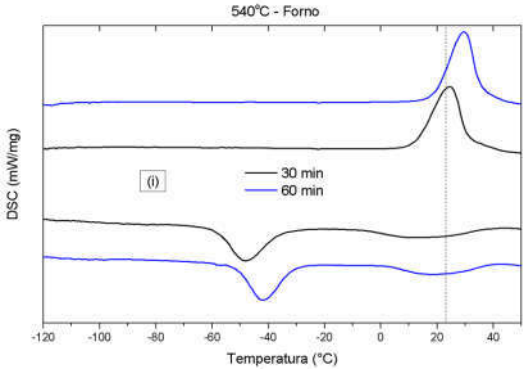




(f)



(g) (h)

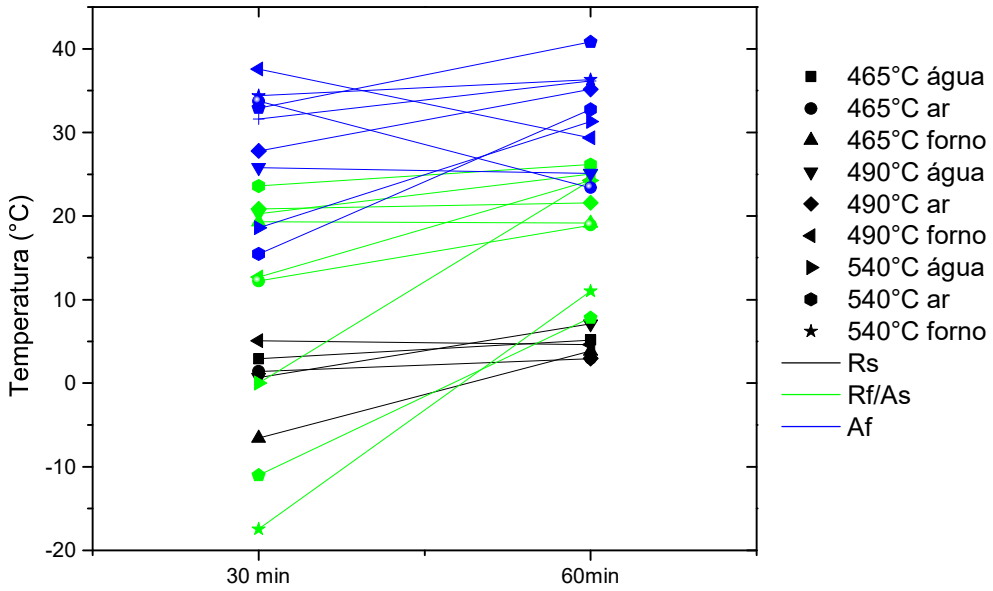


(i)

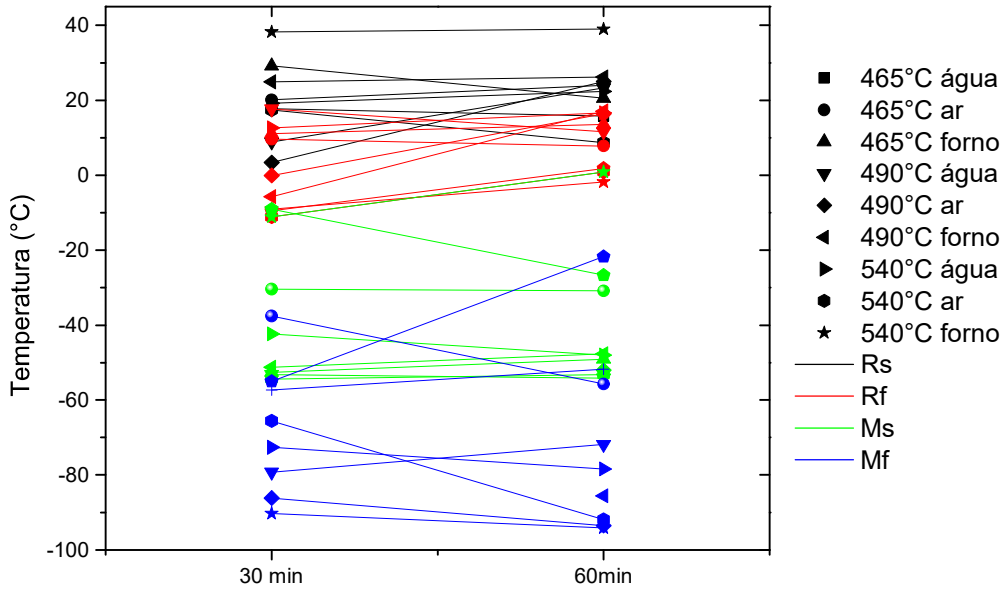
Figura 36 – Efeito do Tempo de Tratamento nos Fios: (a) 465°C – Água ;(b) 465°C – Ar ;(c) 465°C – Forno ;(d) 490°C – Água ;(e) 490°C – Ar ;(f) 490°C – Forno ;(g) 540°C – Água ;(h) 540°C – Ar ;(i) 540°C – Forno

Como pode ser observado na Figura 37a, com um tempo maior de tratamento, as temperaturas de transformação tendem a aumentar, pois com um tempo maior pode ocorrer uma maior precipitação, reduzindo a quantidade de Ni na matriz, conforme mostram as Figs. 10 e 18 (FRENZEL *et al.*, 2010; Nishida *et al.*, 2014; OTSUKA &

REN, 2005). Para a condição de resfriamento no forno existe mais tempo para a recristalização ocorrer. Já na Figura 37b percebe-se que as transformações tendem a se distanciar, R_s e R_f aumentando e M_s e M_f diminuindo.



(a)

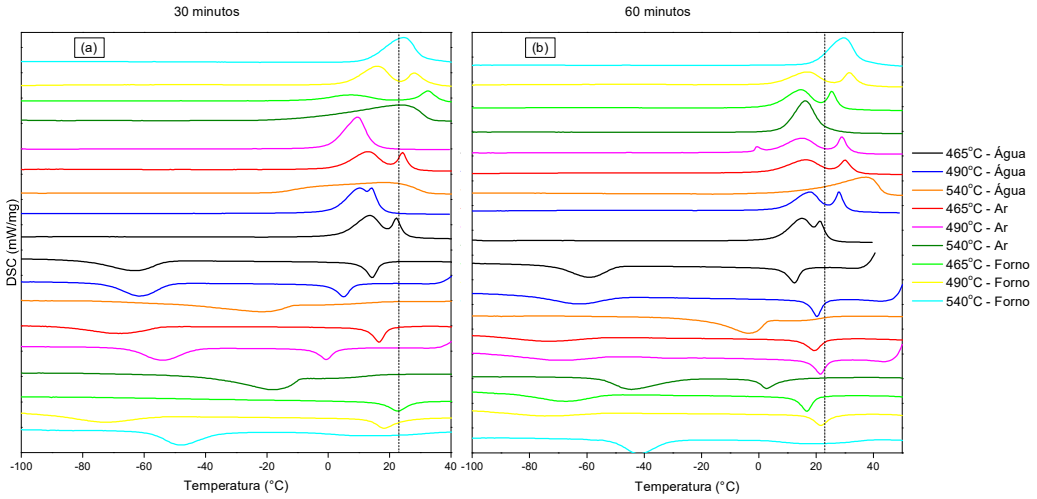


(b)

Figura 37 – Comparação entre as temperaturas de transformação para o efeito do tempo de tratamento nos fios, (a) no aquecimento e (b) no resfriamento

4.1.1.3. Efeito da Temperatura do Tratamento Térmico

A Figura 38 mostra os efeitos da temperatura de tratamento no comportamento dos fios. Dentre as variáveis analisadas, esta é a que teve maior influência no comportamento das transformações de fase. Tanto para os tratamentos térmicos a 30 min quanto a 60 min, a maior temperatura acabou sendo o suficiente para que ocorra a recristalização, e a presença dos precipitados acaba por aumentar as temperaturas de transformação de fase (MAHMUD, 2009; FRENZEL *et al*., 2010; OTSUKA & REN, 2005).

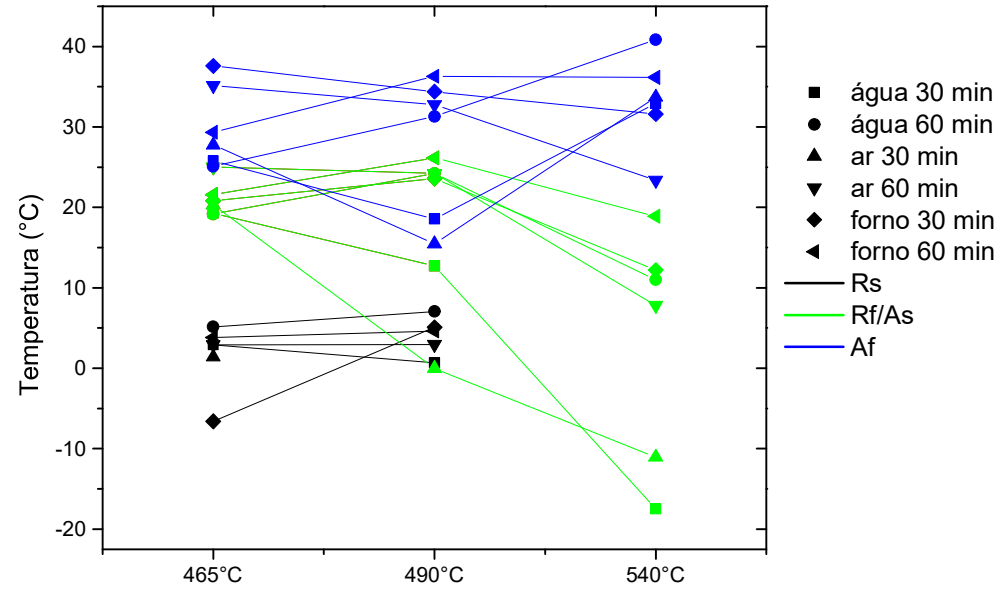


(a) (b)

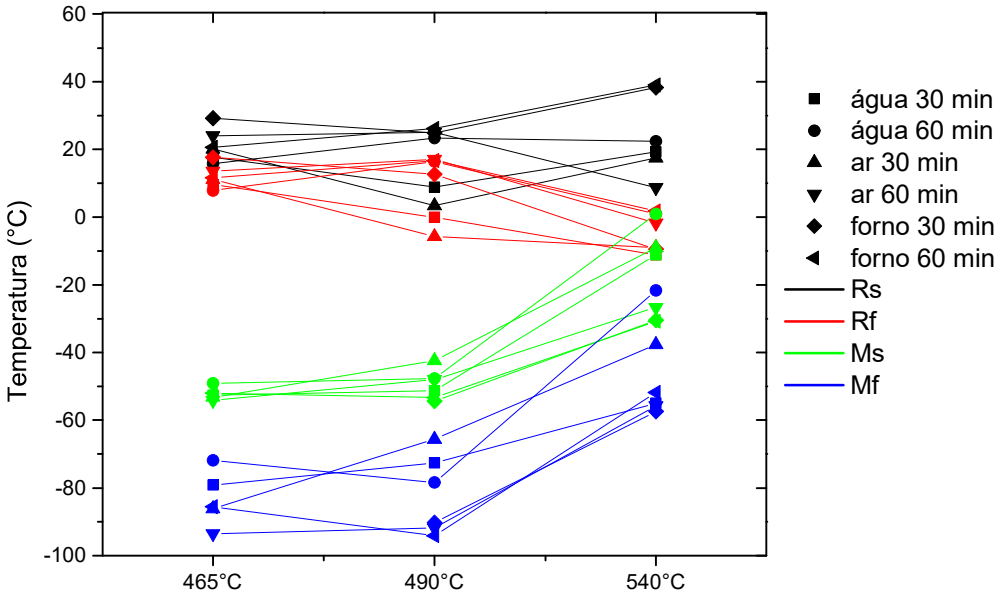
Figura 38 – Efeito da Temperatura de tratamento nos Fios;(a) 30 min;(b) 60 min

As transformações de fase apresentaram os dois picos na transformação direta (aquecimento), referentes às duas transformações martensíticas, primeiro para a fase R e posteriormente para a austenita.

Para os tratamentos de 30 min a temperatura intermediária 490°C acabou por ter temperaturas de transformação inversa a temperaturas menores que os tratamentos a 465°C. Já para o de 60 min, foram obtidos valores maiores. Este comportamento indica que para 30 min o recozimento foi mais influente, estando na região de onde as temperaturas de transformação da fase R caem e da fase B19' aumentam, como foi visto na Fig. 15 (MAHMUD, 2009; OTSUKA & REN, 2005). Para 60 min de tratamento térmico, o crescimento dos precipitados produz um aumento nas temperaturas de transformação de fase (Nishida *et al*., 2014)



(a)



(b)

Figura 39 – Comparação entre as temperaturas de transformação para o efeito da temperatura de tratamento nos fios, (a) no aquecimento e (b) no resfriamento

Mahmud (2009) afirma que a aparição da transformação B19'->R->B2 ocorre a partir do começo do tratamento de envelhecimento e tende a desaparecer, voltando a

transformação B19'->B2 com temperaturas mais elevadas, o que está de acordo com o que foi observado nos resultados.

Na Figura 39a, podemos perceber que com temperaturas mais elevadas tem a tendência de eliminar a transformação na fase R, reduzindo os valores de A_s. Já na Fig. 39b, têm um aumento significativode M_s e M_f.e uma pequena queda nos valores de R_f.

4.1.2. Molas Helicoidais

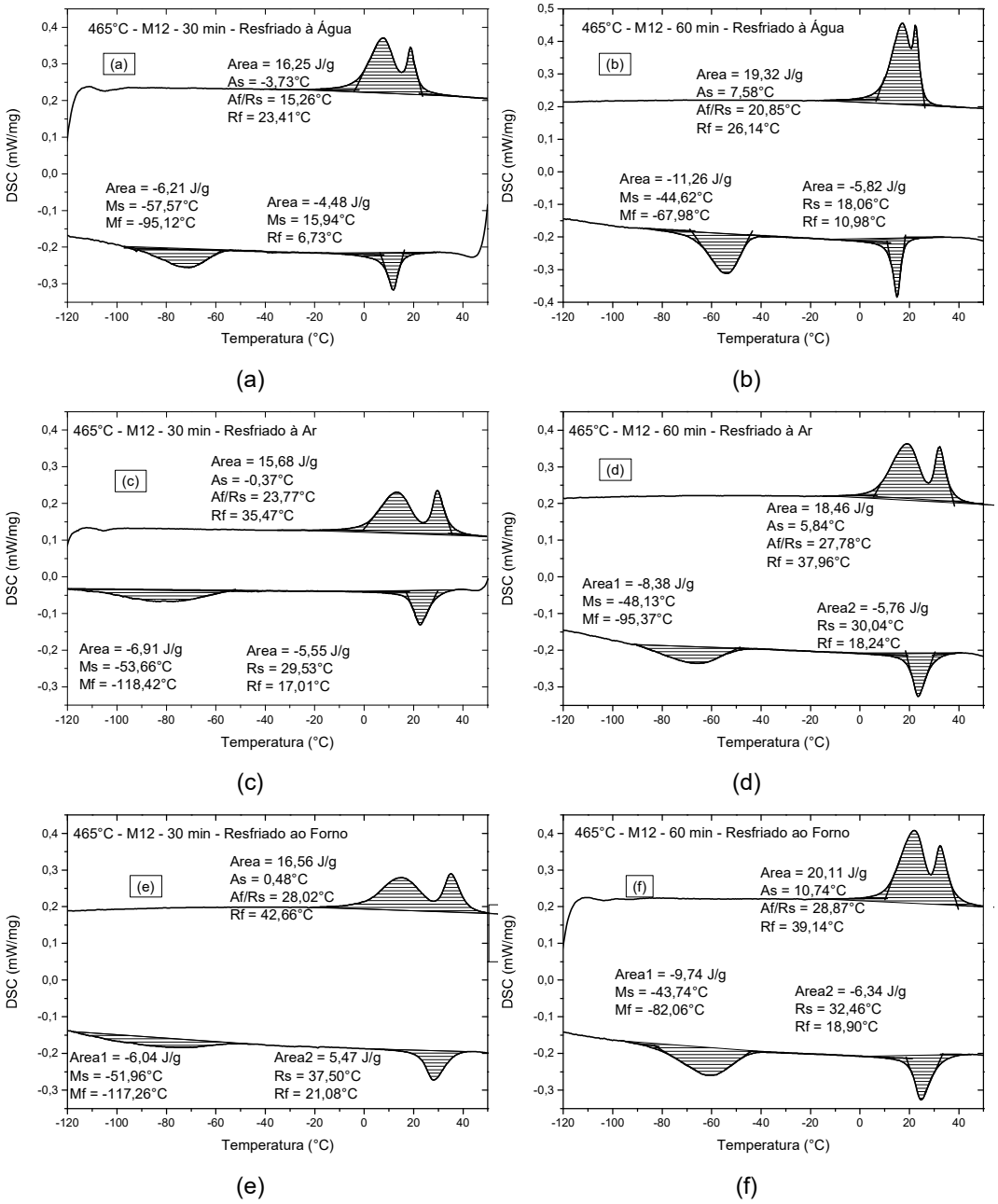
Nesta parte serão analisados os resultados dos ensaios de DSC nas molas helicoidais fabricadas. Inicialmente são apresentados os resultados para as molas M12, as quais a tensão aplicada no processo de enrolamento não foram o suficiente para gerar conformação mecânica, e logo a seguir os resultados das molas M6, onde o processo de fabricação gerou deformações plásticas.

4.1.2.1. Molas Helicoidais M12

As Figuras 40-42 mostra os resultados dos ensaios de DSC para as molas helicoidais M12. Vale ressaltar que, em função do processo de fabricação, as molas apresentam uma condição inicial diferente dos fios, associada à tensão aplicada no material necessária para estabelecer a sua configuração geométrica, apesar de não ser o suficiente para desenvolver deformações inelásticas, as molas se mantiveram fixas nos parafusos durante o tratamento térmico. Quando comparados com os fios tratados (Figs. 31-33), pode-se perceber que se manteve o mesmo padrão de aumento do calor latente, das quantidades de transformações e das mudanças nas temperaturas de transformação.

Como pode ser visto nas Figs. 41d, 41f e 42, para todos os tratamentos a 540°C e os a 490°C um maior tempo de tratamento permitiu que os precipitados tenham crescido o suficiente a ponto de inibir a formação da fase R. O fato das molas estarem fixadas em parafusos metálicos (com massa grande se comparada com a massa de fio utilizado), fez com que para o mesmo tratamento, o resfriamento nas molas seja mais lento, o que explica as diferenças entre os resultados dos ensaios de DSC para os fios

e as molas M12 em mesmas condições.



(a) (b)

(c) (d)

(e) (f)

Figura 40 – Resultados de ensaios de DSC para as molas helicoidais M12 tratadas a 465°C para as seguintes condições: (a) 30 min e resfriado na água; (b) 60 min e resfriado na água; (c) 30 min e resfriado no ar, (d) 60 min e resfriado no ar; (e) 30 min e resfriado no forno, (f) 60 min e resfriado no forno

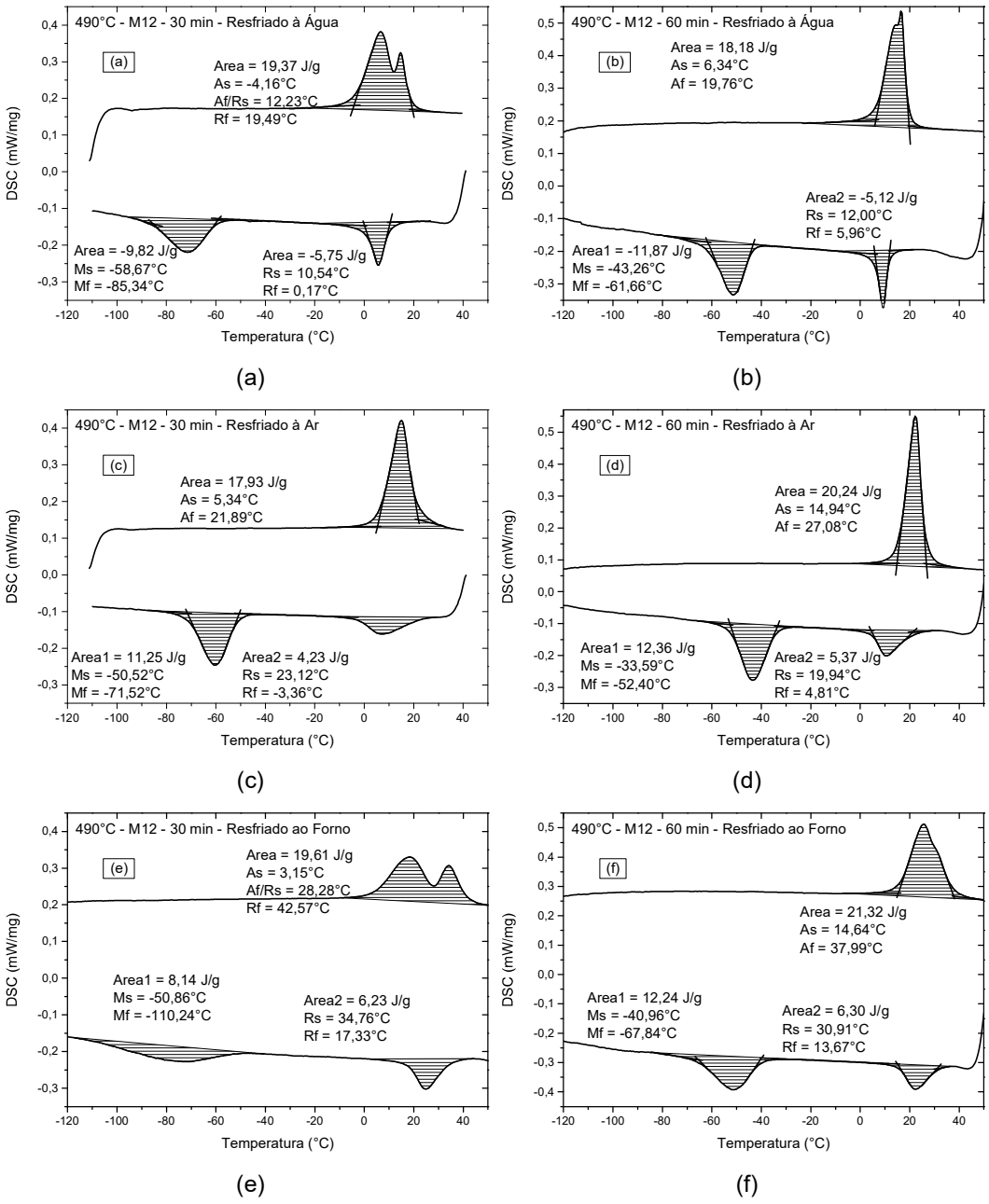


Figura 41 – Resultados de ensaios de DSC para as molas helicoidais M12 tratadas a 490°C para as seguintes condições: (a) 30 min e resfriado na água; (b) 60 min e resfriado na água; (c) 30 min e resfriado no ar, (d) 60 min e resfriado no ar; (e) 30 min e resfriado no forno, (f) 60 min e resfriado no forno

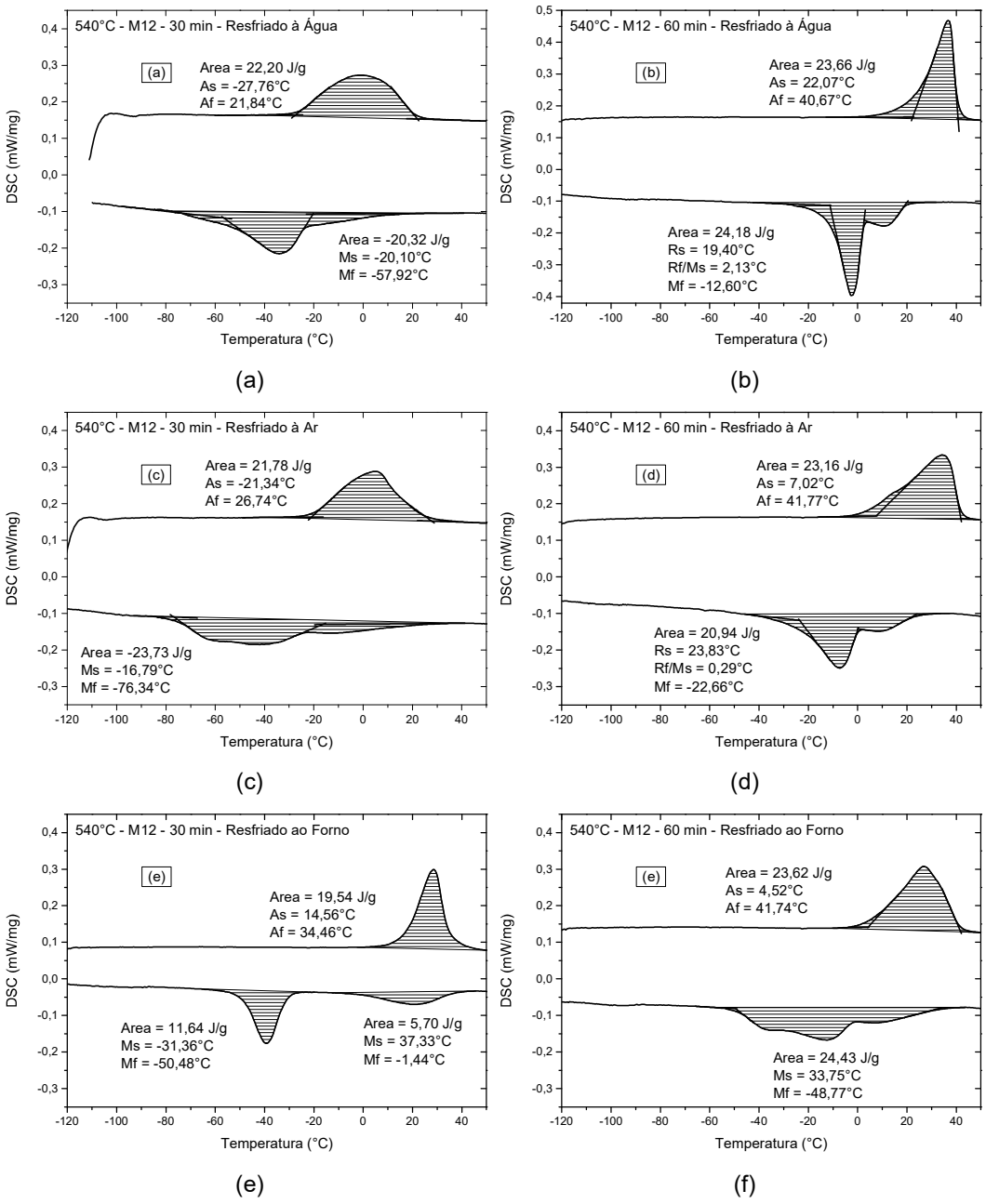
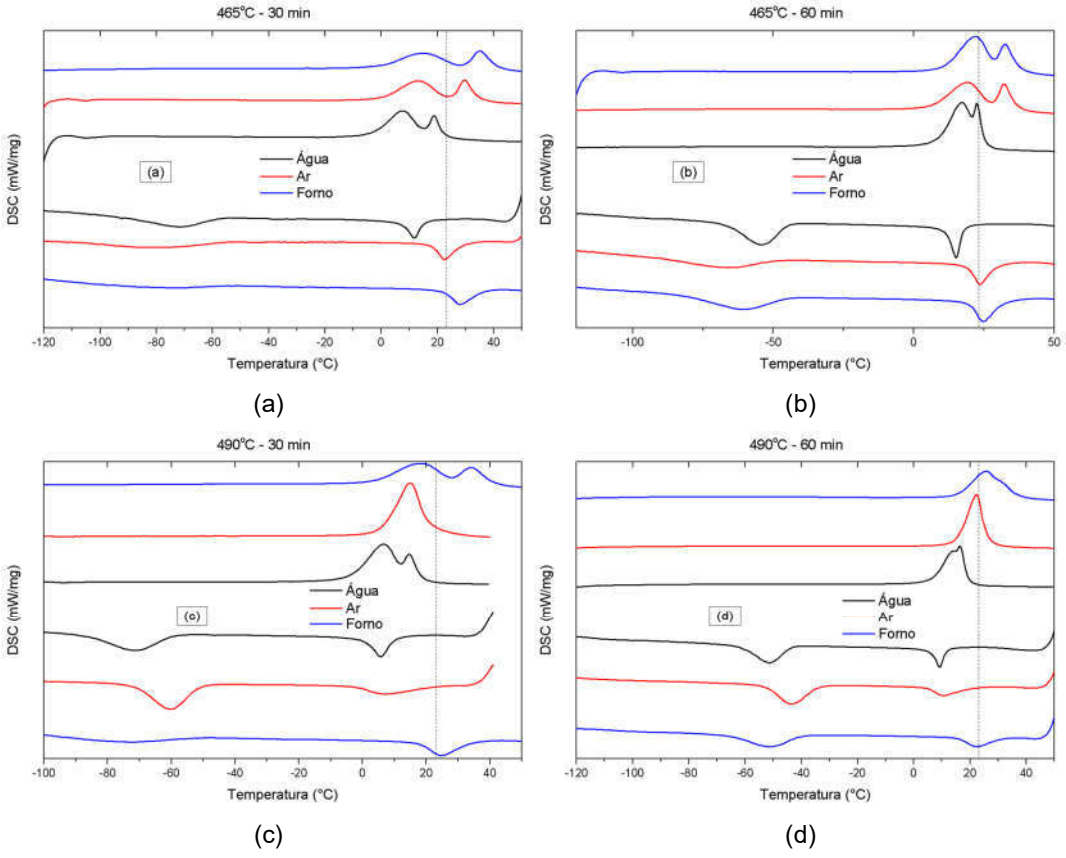


Figura 42 – Resultados de ensaios de DSC para as molas helicoidais M12 tratadas a 540°C para as seguintes condições: (a) 30 min e resfriado na água; (b) 60 min e resfriado na água; (c) 30 min e resfriado no ar, (d) 60 min e resfriado no ar; (e) 30 min e resfriado no forno, (f) 60 min e resfriado no forno

4.1.2.1.1. Efeito da Velocidade de Resfriamento

A Figura 43 mostra os efeitos da velocidade de resfriamento dos tratamentos térmicos das molas M12. Nos gráficos mostrados, os resultados de resfriamento à água estão representados através de linhas pretas, os ao ar em linhas vermelhas e ao forno em linhas azuis. A linha vertical tracejada indica a temperatura em que os ensaios de tração foram realizados.



(a) (b)

(c) (d)

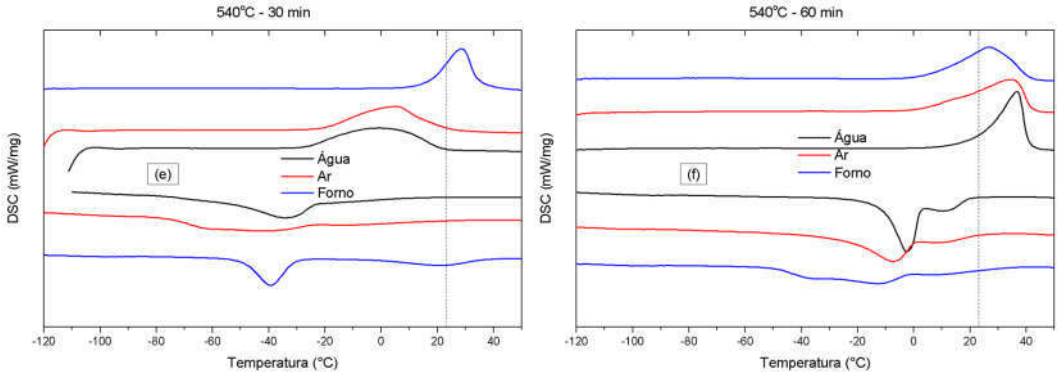
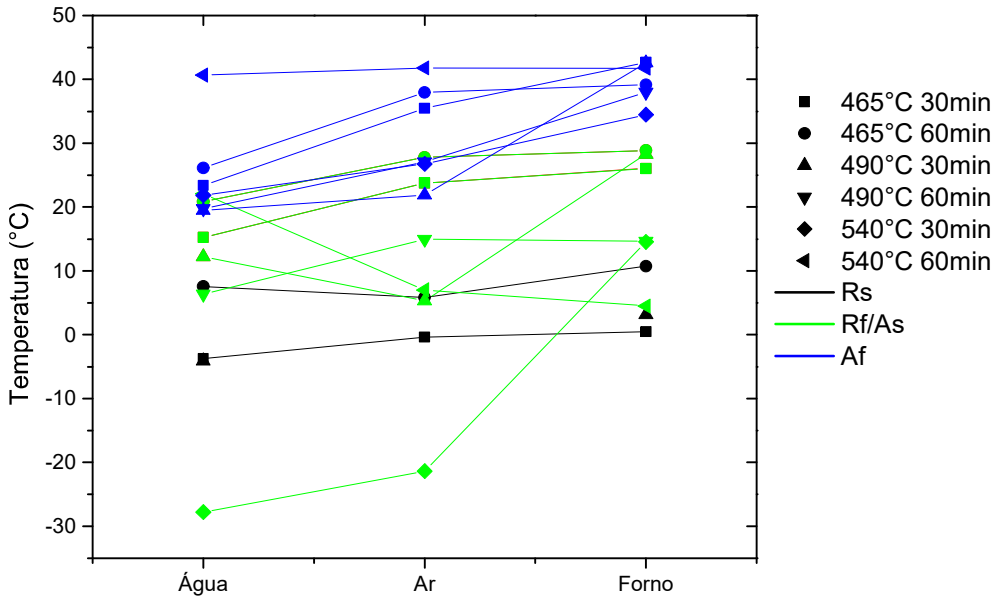
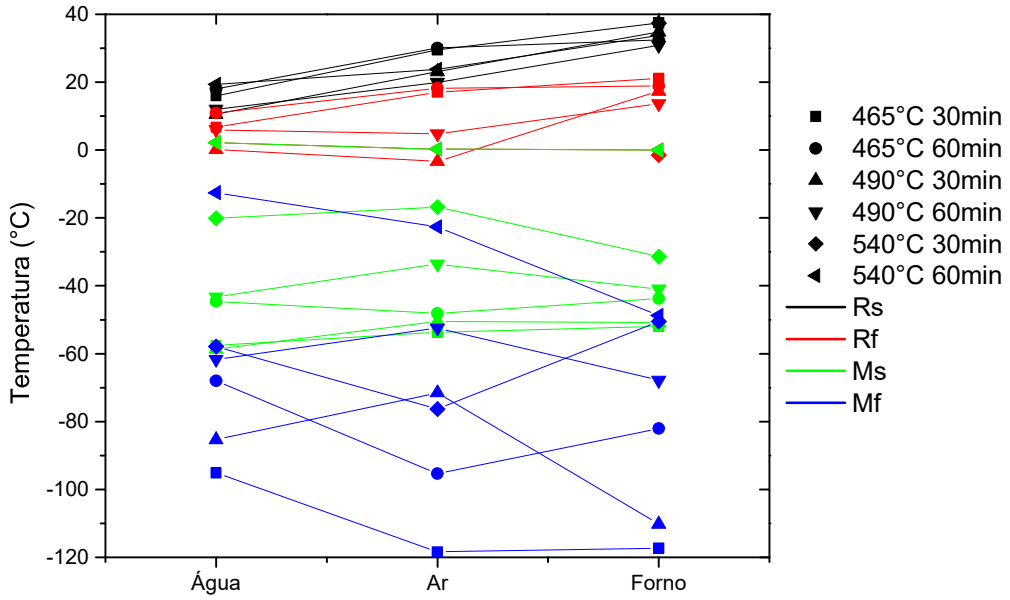


Figura 43 - Efeito da Velocidade de Resfriamento nas Molas M12: (a) 465°C – 30 min ;(b) 465°C – 60 min ;(c) 490°C – 30 min ;(d) 490°C – 60 min ;(e) 540°C – 30 min ;(f) 540°C – 60 min

Pode-se observar claramente que ocorreu um aumento das temperaturas de transformação de fase para as condições com resfriamentos mais lentos (Fig. 44). Este efeito gerado pelo processo de precipitação, reduziu a concentração de Ni na matriz e possibilitou uma maior recristalização na liga (FRENZEL *et al.*, 2010; Nishida *et al.*, 2014; OTSUKA & REN, 2005).



(a)

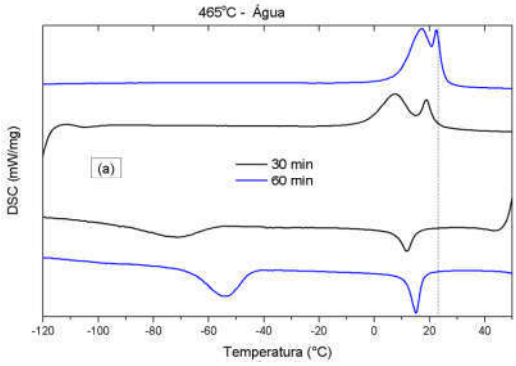


(b)

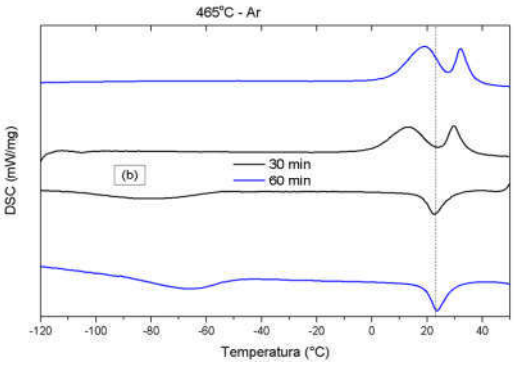
Figura 44 – Comparação entre as temperaturas de transformação para o efeito da velocidade de resfriamento nas molas M12, (a) no aquecimento e (b) no resfriamento

4.1.2.1.2. Efeito do Tempo de Tratamento Térmico

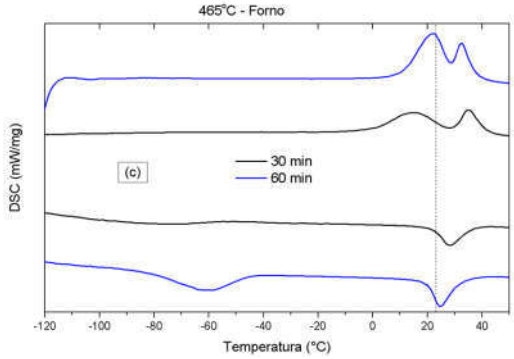
A Figura 45 mostra os efeitos do tempo de tratamento no comportamento das molas M12. Nos gráficos mostrados, os resultados dos tratamentos por 30 minutos estão representados através de linhas pretas e os por 60 minutos em linhas azuis. A linha vertical tracejada indica a temperatura em que os ensaios de tração foram realizados.


465°C - Água
DSC (mW/mg)
(a)
30 min
60 min
-120 -100 -80 -60 -40 -20 0 20 40
Temperatura (°C)

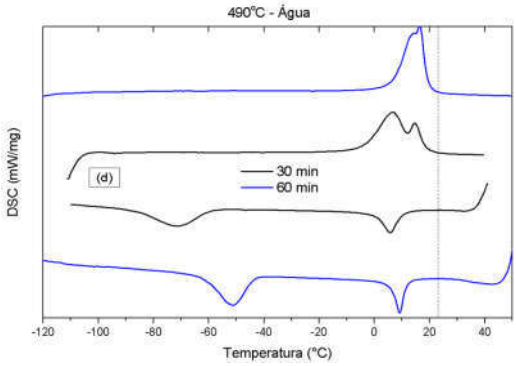
(a)


465°C - Ar
DSC (mW/mg)
(b)
30 min
60 min
-120 -100 -80 -60 -40 -20 0 20 40
Temperatura (°C)

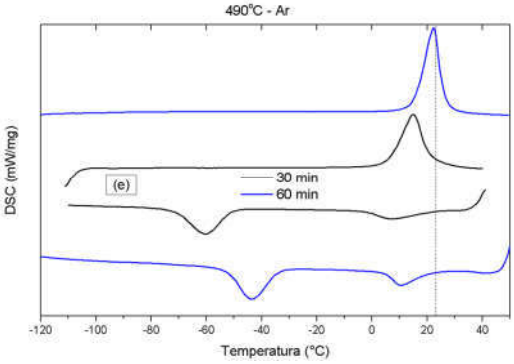
(b)


465°C - Forno
DSC (mW/mg)
(c)
30 min
60 min
-120 -100 -80 -60 -40 -20 0 20 40
Temperatura (°C)

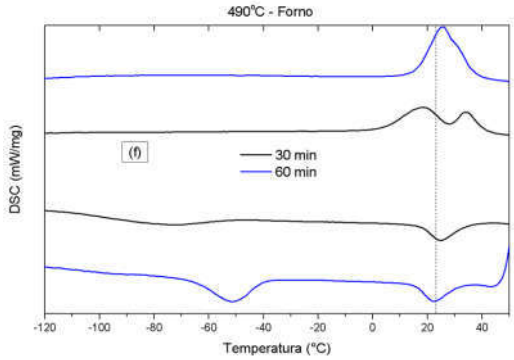
(c)


490°C - Água
DSC (mW/mg)
(d)
30 min
60 min
-120 -100 -80 -60 -40 -20 0 20 40
Temperatura (°C)

(d)


490°C - Ar
DSC (mW/mg)
(e)
30 min
60 min
-120 -100 -80 -60 -40 -20 0 20 40
Temperatura (°C)

(e)


490°C - Forno
DSC (mW/mg)
(f)
30 min
60 min
-120 -100 -80 -60 -40 -20 0 20 40
Temperatura (°C)

(f)

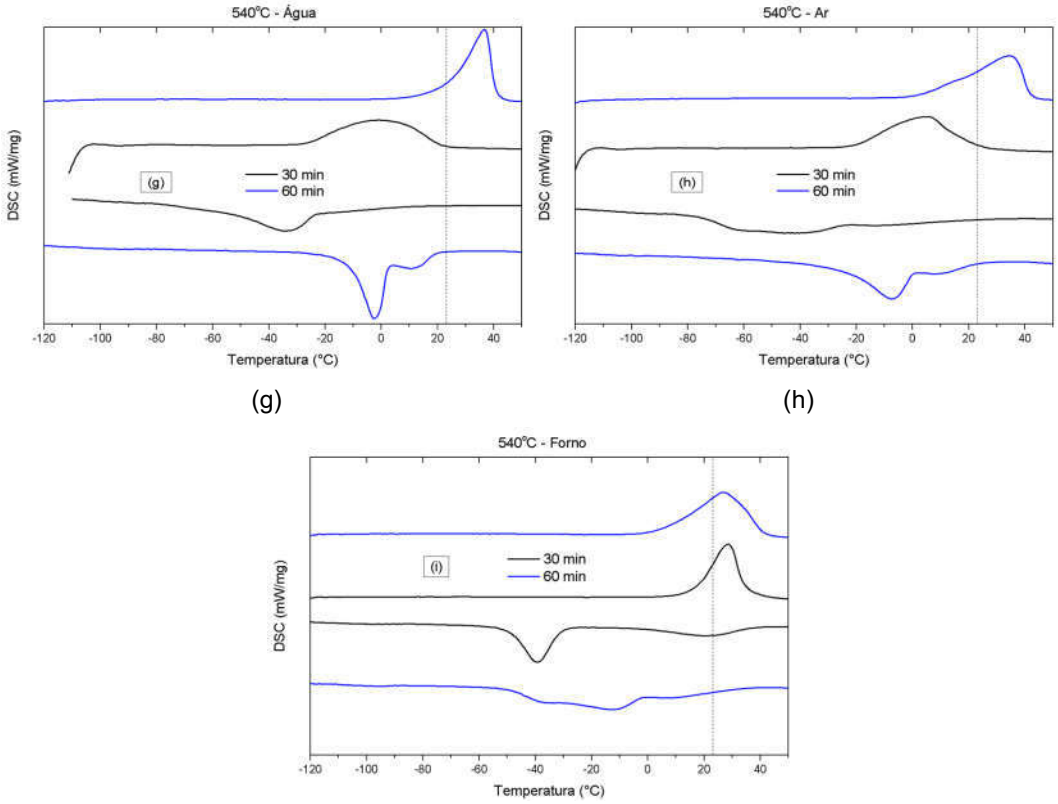
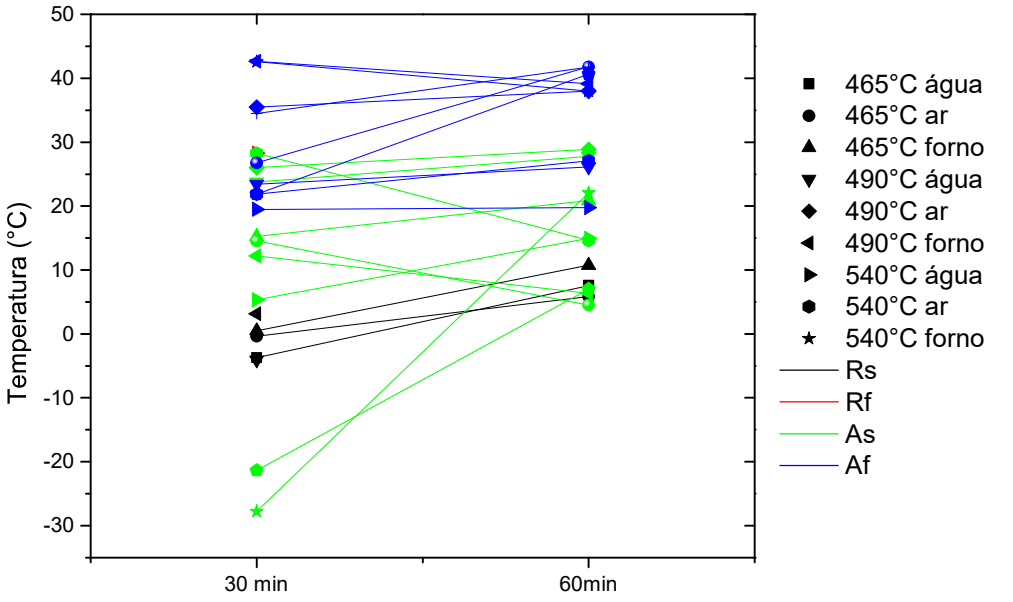
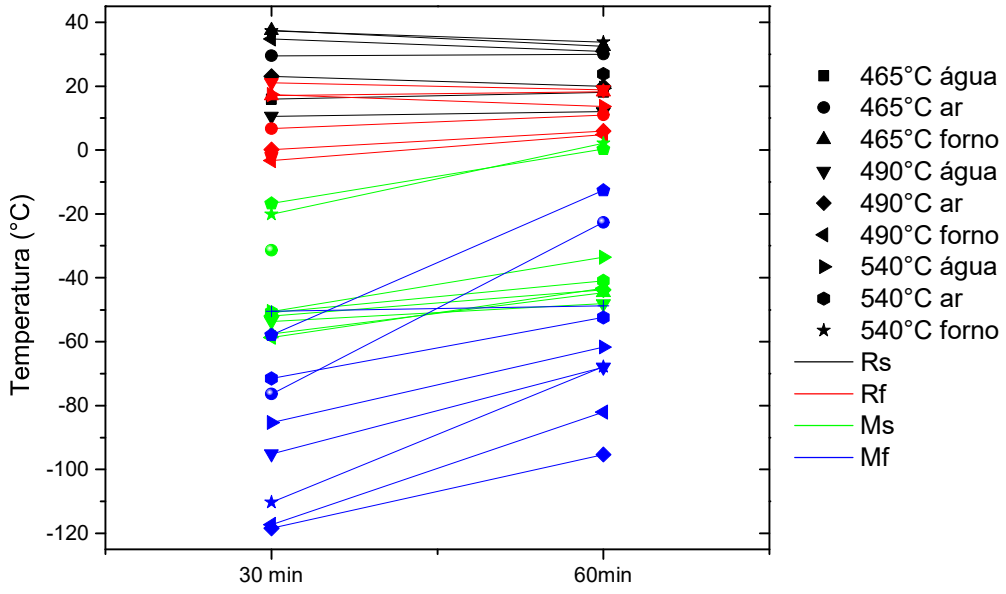


Figura 45 – Efeito do Tempo de Tratamento nas molas M12;(a) 465°C – Água ;(b) 465°C – Ar ;(c) 465°C – Forno ;(d) 490°C – Água ;(e) 490°C – Ar ;(f) 490°C – Forno ;(g) 540°C – Água ;(h) 540°C – Ar ;(i) 540°C – Forno

Como pode ser observado nas Fig.45 e 46, na maioria dos casos um tempo maior de tratamento acaba por gerar um leve aumento das temperaturas de transformação de fase. Porém, para os tratamentos a 540°C (Fig. 45g-i) ocorreu um grande aumento das temperaturas. Nestes casos o tratamento permitiu que houvesse tempo suficiente para ocorrer a recristalização total, com exceção do caso para resfriamento no forno, onde mesmo o tratamento a 30 min pode ter sido o suficiente para recristalizar. Por isso não houve diferença entre os dois resultados.



(a)

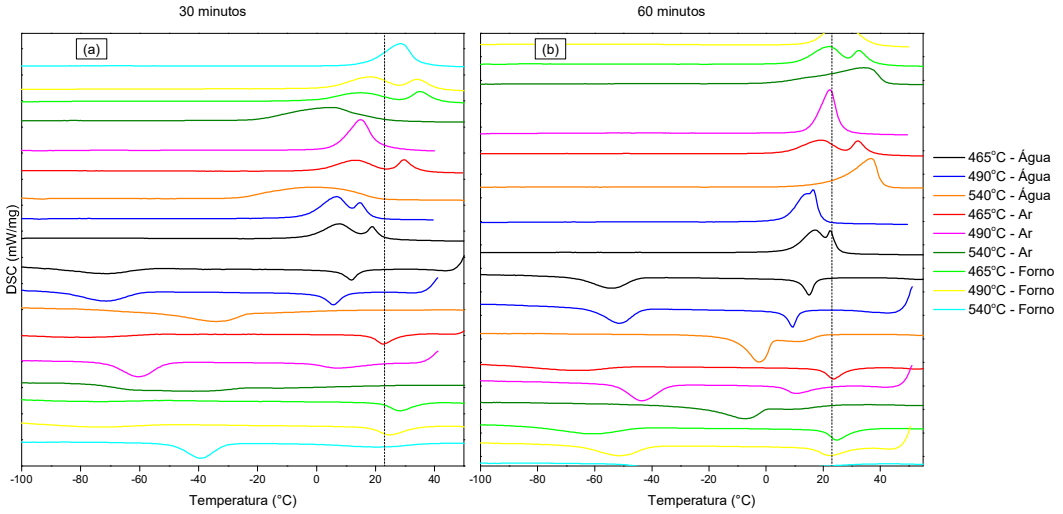


(b)

Figura 46 – Comparação entre as temperaturas de transformação para o efeito do tempo de tratamento nas molas M12, (a) no aquecimento e (b) no resfriamento

4.1.2.1.3. Efeito da Temperatura do Tratamento Térmico

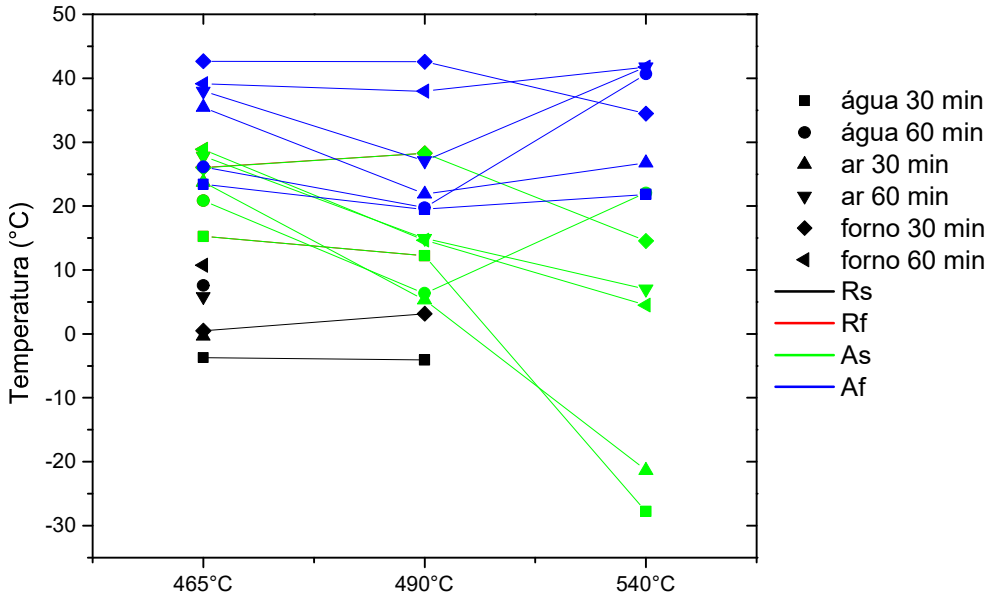
A Figura 47 mostra os efeitos da temperatura do tratamento térmico da mola na mudança das temperaturas de transformação de fase do material da mola M12. Dentre as variáveis estudadas, esta é a que teve maior influência no comportamento das transformações de fase. O resfriamento no forno não causou mudanças significativas nas temperaturas de transformação de fase e apenas para as temperaturas mais elevadas ocorreram transformações de fase em uma única etapa.



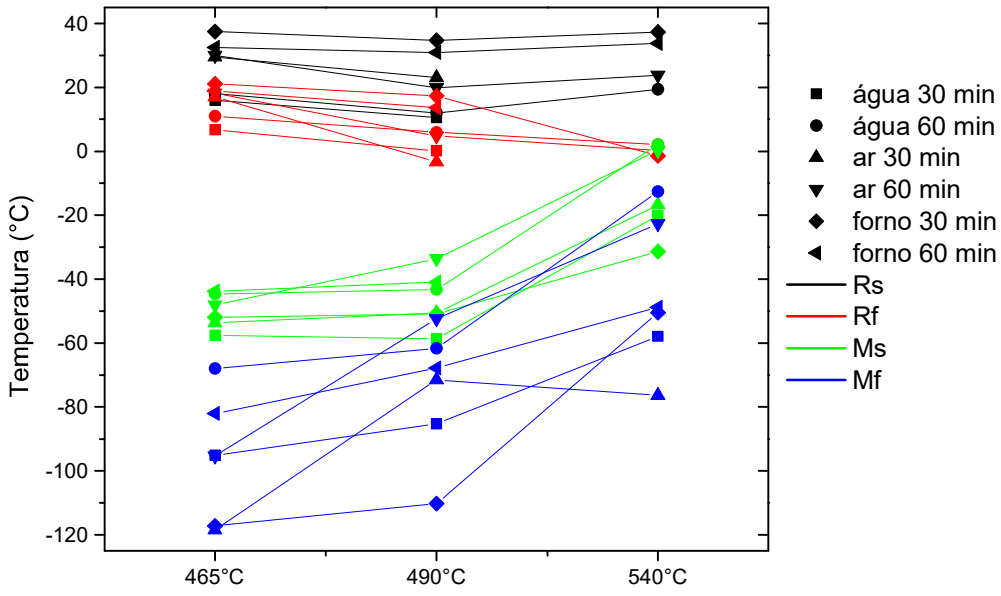
(a) (b)

Figura 47 – Efeito da Temperatura de tratamento nas molas M12;(a) 30 min;(b) 60 min

No geral, temperaturas mais elevadas reduziram os valores de A_s e suprimiram a transformação na fase R. O tempo de 60 minutos causou um aumento dessas temperaturas.Em todos os casos teve levou a um aumento de M_s e M_f (Fig. 48). Essa redução ocorre devido ao tipo de precipitado gerado. Como são temperaturas elevadas e pouco tempo de tratamento, isso acaba por gerar uma alta densidade de precipitados de tamanho reduzidos, como observado por Nishida (2014), gerando um efeito similar ao do trabalho a frio. Com mais tempo de tratamento, esses precipitados tendem a crescer, inibindo esse efeito e reduzindo a concentração de Ni na matriz, o que explica o aumento das temperaturas de transformação.



(a)

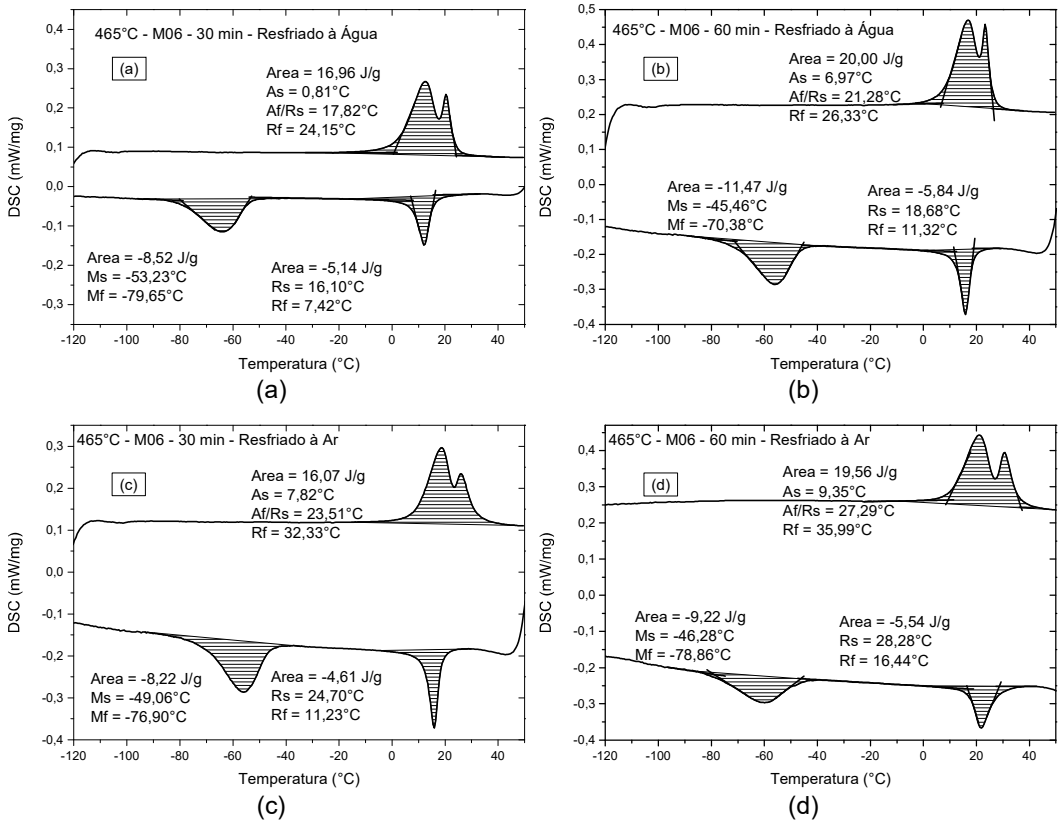


(b)

Figura 48 – Comparação entre as temperaturas de transformação para o efeito da temperatura de tratamento nos fios, (a) no aquecimento e (b) no resfriamento

4.1.2.2. Molas M6

As Fig.49-51 apresenta os resultados dos ensaios de DSC nas molas M6. Vale ressaltar que para esse caso observa-se uma conformação mecânica elevada no material durante o processo de fabricação na etapa na qual a mola é enrolada no parafuso. Esta conformação foi suficiente para gerar deformações plásticas no material, uma vez que a mola manteve-se na configuração deformada junto ao parafuso após a retirada do carregamento mecânico. Quando comparados com os fios tratados (Figs. 31-33) e as molas M12 (Figs. 40-42), o encruamento fornecido pelo processo de enrolamento do fio proporcionou algumas mudanças. Ainda assim, manteve-se o padrão de aumento do calor latente e mudanças nas temperaturas de transformação, porém com um calor latente um pouco menor que o caso da M12.



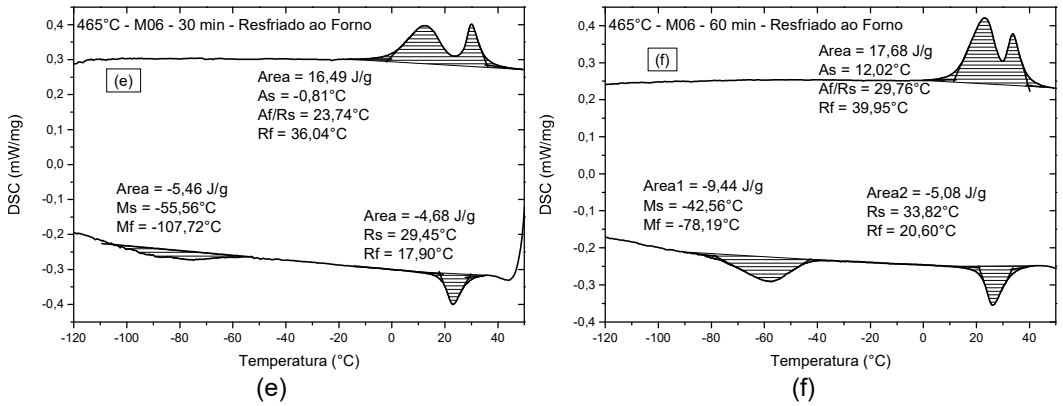
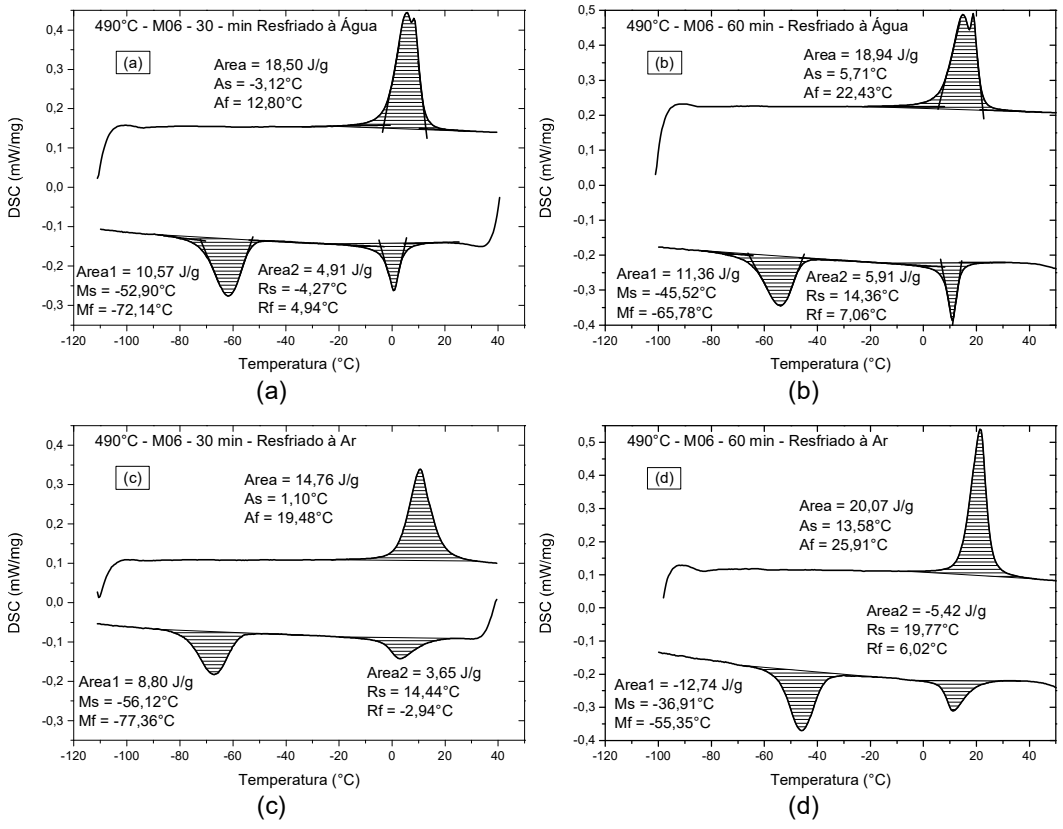
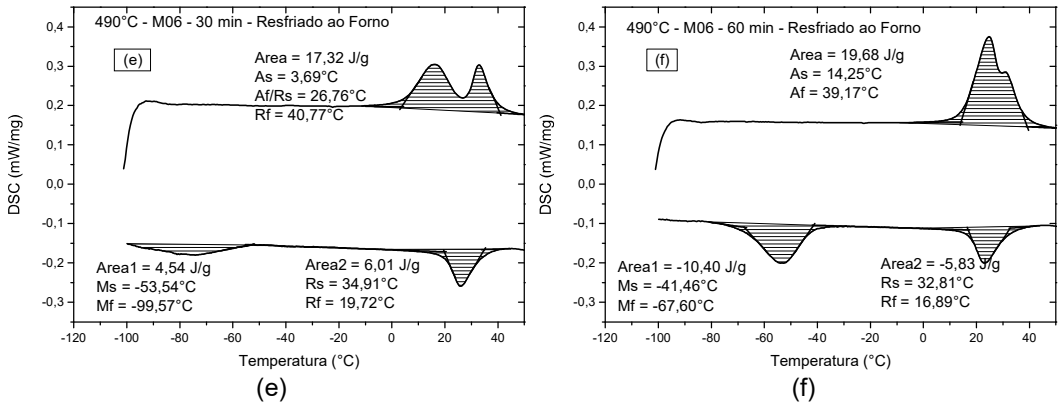


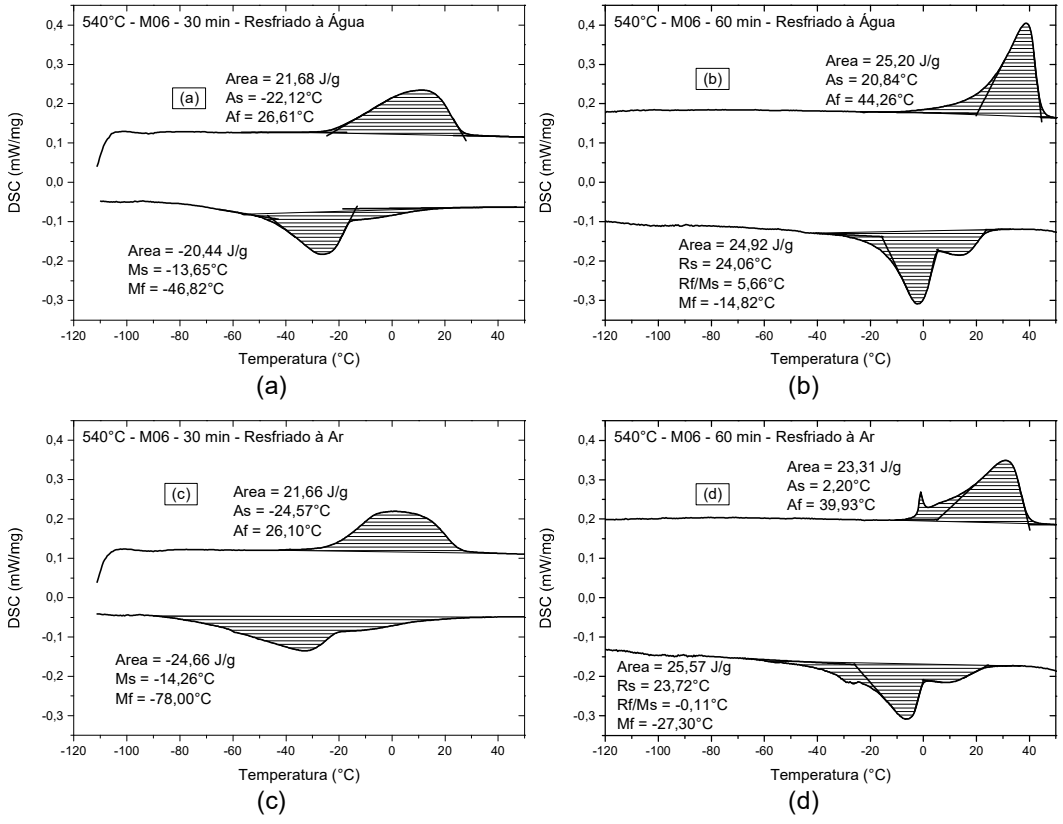
Figura 49 – Resultados de ensaios de DSC para as molas helicoidais M6 tratadas a 465°C para as seguintes condições: (a) 30 min e resfriado na água; (b) 60 min e resfriado na água; (c) 30 min e resfriado no ar, (d) 60 min e resfriado no ar; (e) 30 min e resfriado no forno, (f) 60 min e resfriado no forno





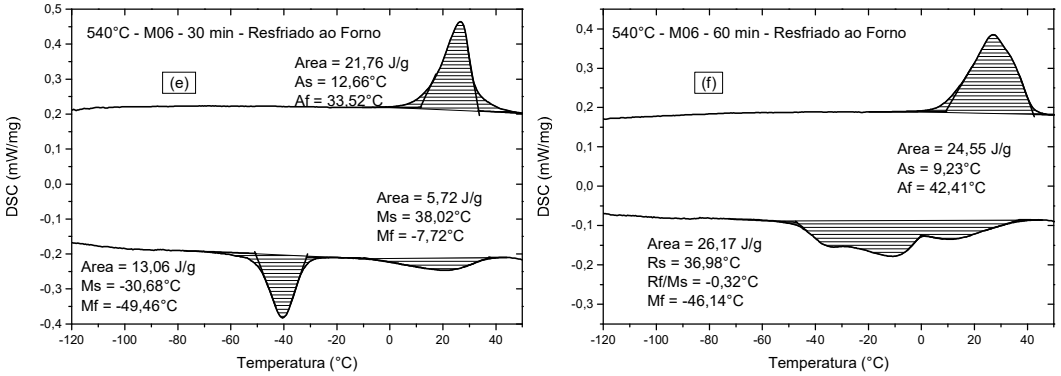
(e) (f)

Figura 50 – Resultados de ensaios de DSC para as molas helicoidais M6 tratadas a 490°C para as seguintes condições: (a) 30 min e resfriado na água; (b) 60 min e resfriado na água; (c) 30 min e resfriado no ar, (d) 60 min e resfriado no ar; (e) 30 min e resfriado no forno, (f) 60 min e resfriado no forno



(a) (b)

(c) (d)

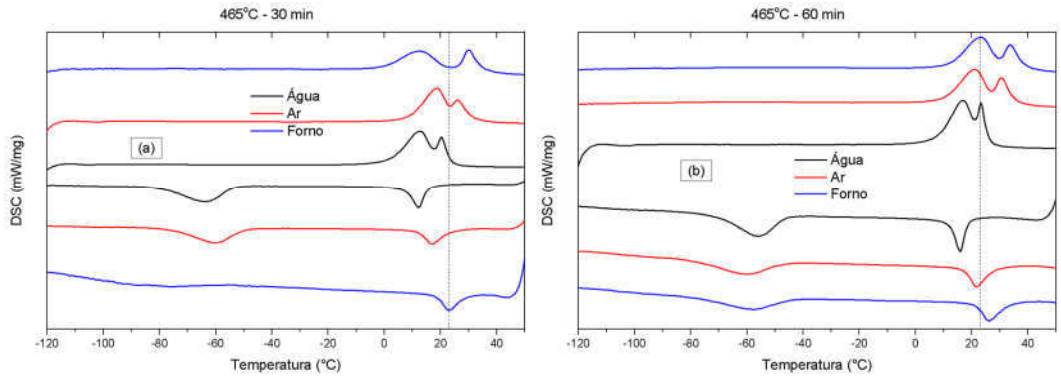


(e) (f)

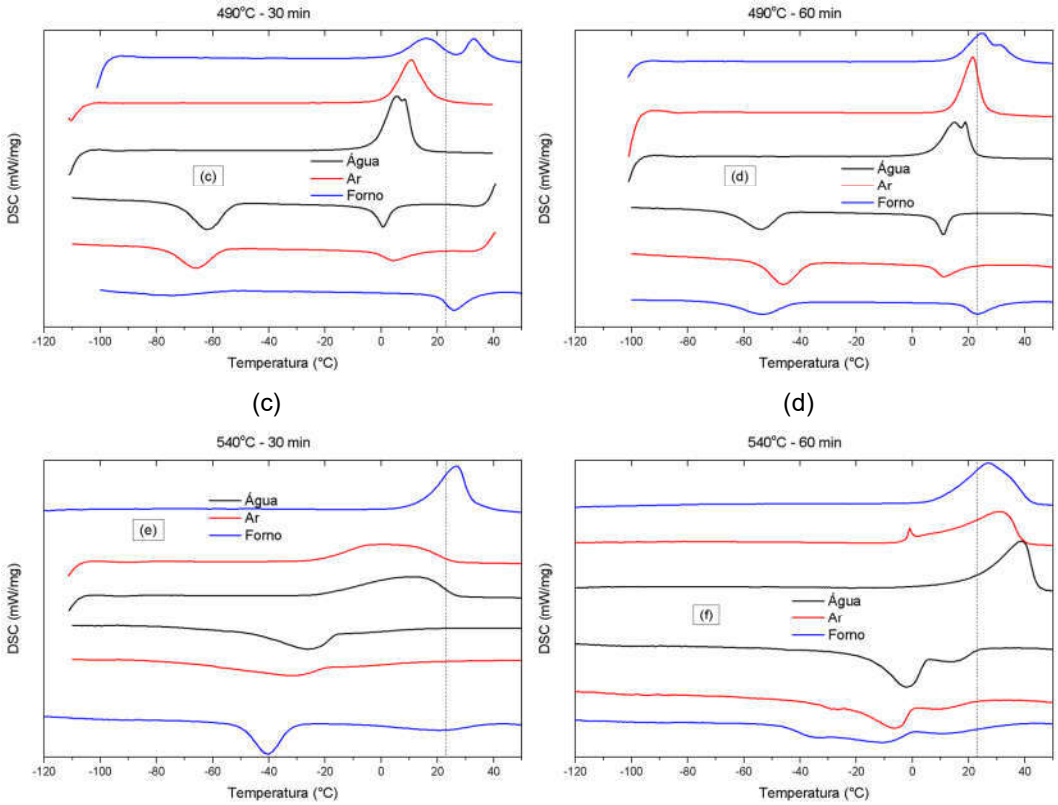
Figura 51 – Resultados de ensaios de DSC para as molas helicoidais M6 tratadas a 540°C para as seguintes condições: (a) 30 min e resfriado na água; (b) 60 min e resfriado na água; (c) 30 min e resfriado no ar, (d) 60 min e resfriado no ar; (e) 30 min e resfriado no forno, (f) 60 min e resfriado no forno

4.1.2.2.1. Efeito da Velocidade de Resfriamento

A Figura 52 mostra os efeitos da velocidade de resfriamento dos tratamentos térmicos das molas M6. Nos gráficos mostrados, os resultados de resfriamento à água estão representados através de linhas pretas, os ao ar em linhas vermelhas e ao forno em linhas azuis. A linha vertical tracejada indica a temperatura em que os ensaios de tração foram realizados.



(a) (b)

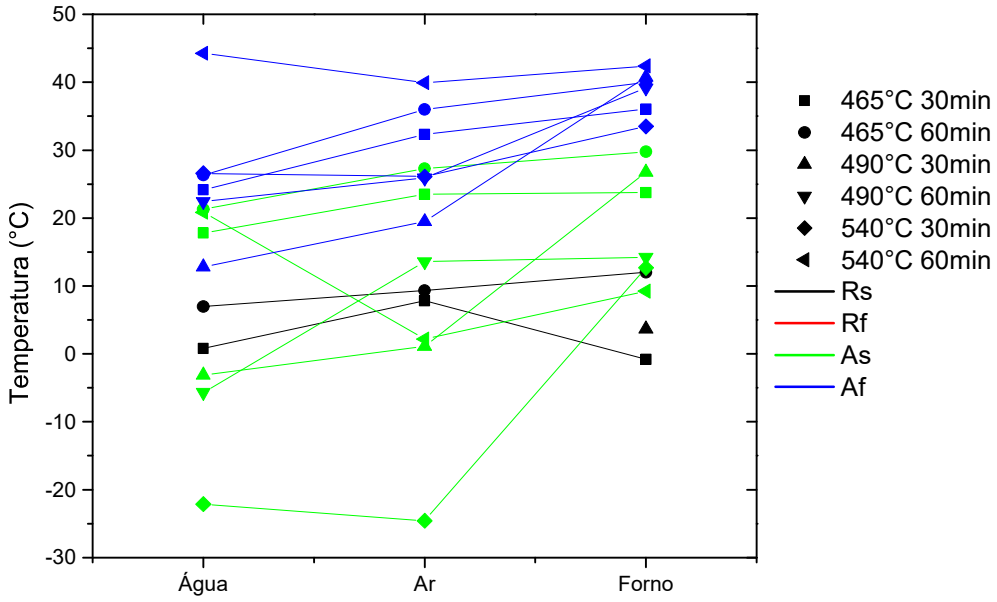


(c) (d)

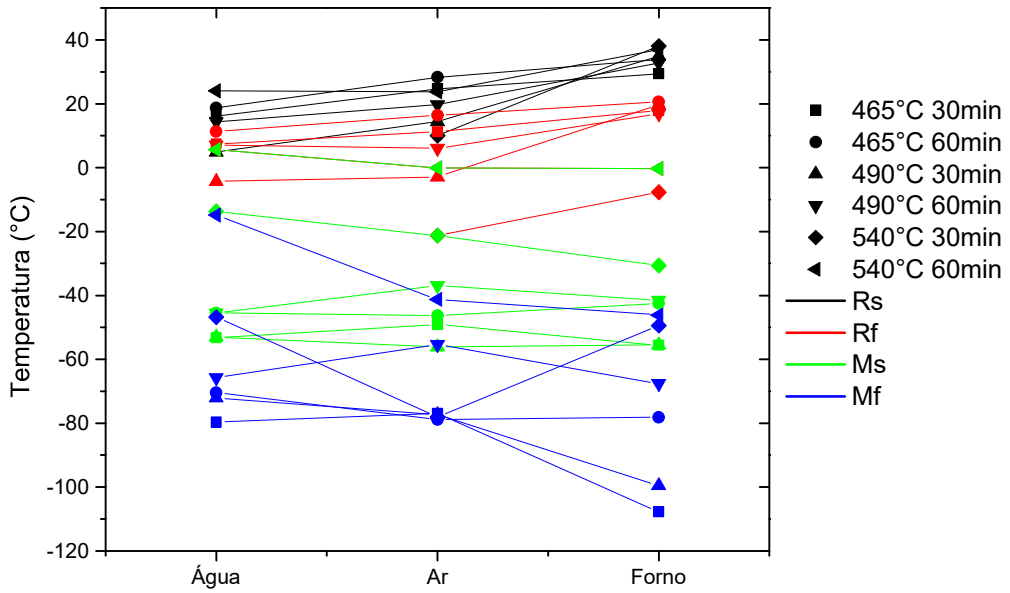
(e) (f)

Figura 52 - Efeito da Velocidade de Resfriamento nas Molas M6;(a) 465°C – 30 min ;(b) 465°C – 60 min ;(c) 490°C – 30 min ;(d) 490°C – 60 min ;(e) 540°C – 30 min ;(f) 540°C – 60 min

Analisando as Figura 52 e 53, pode-se observar os mesmos padrões encontrados para as molas M12. Ocorreu um aumento das temperaturas de transformação de fase com resfriamentos mais lentos, efeito gerado pelo processo de precipitação, que reduziu a concentração de Ni na matriz e possibilitou uma maior recristalização (MAHMUD, 2009; OTSUKA & REN, 2005). Pode-se observar também uma redução da temperatura de transformação somente nas molas tratadas a 540°C por 60 min, devido ao tipo de precipitado gerado (Nishida *et al.*, 2014).



(a)

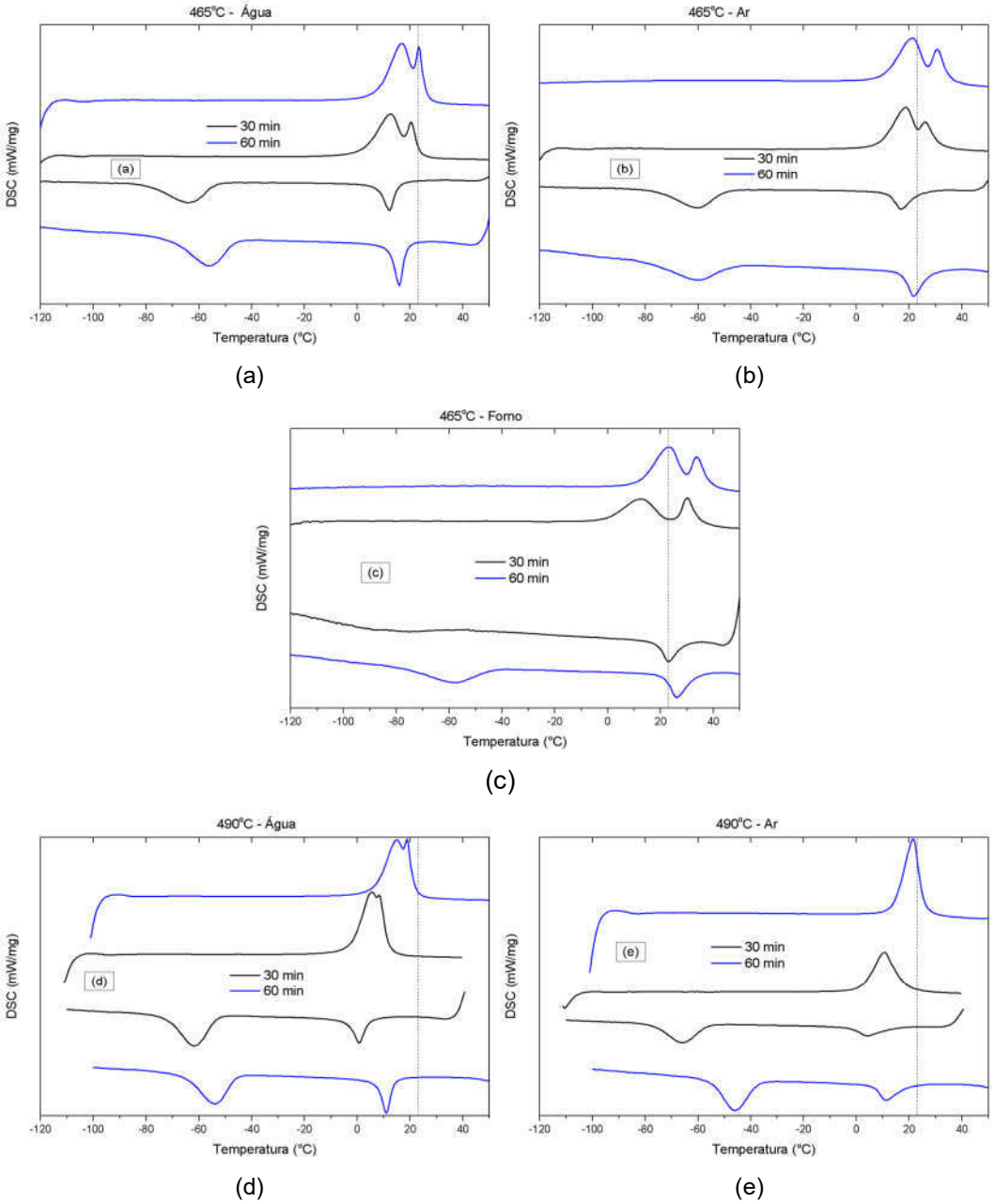


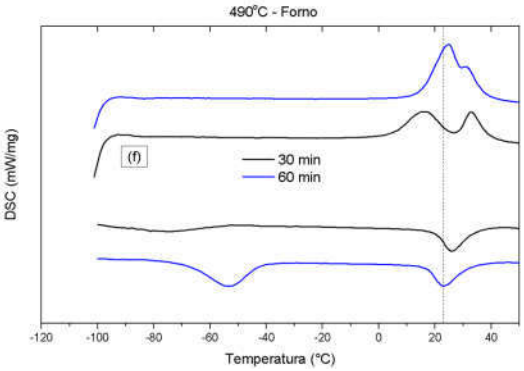
(b)

Figura 53 – Comparação entre as temperaturas de transformação para o efeito da velocidade de resfriamento nas molas M6, (a) no aquecimento e (b) no resfriamento

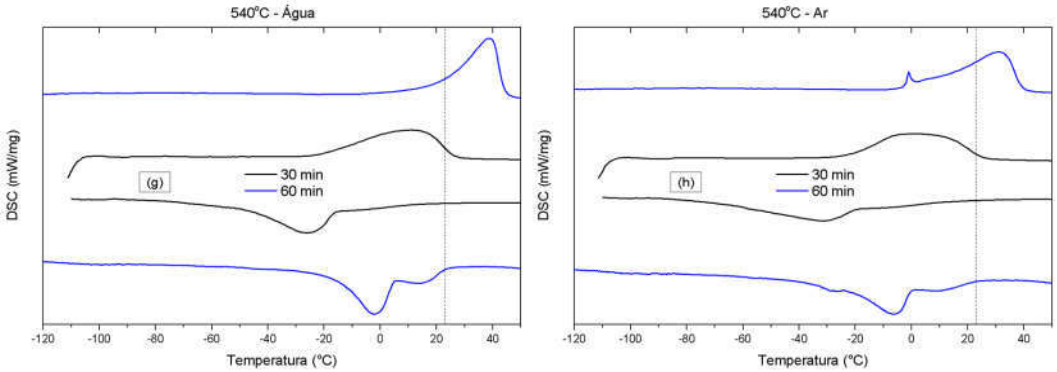
4.1.2.2.2. Efeito do Tempo de Tratamento

A Figura 47 mostra os efeitos do tempo de tratamento no comportamento das molas M6. Nos gráficos mostrados, os resultados dos tratamentos por 30 minutos estão representados através de linhas pretas e os por 60 minutos em linhas azuis. A linha vertical tracejada indica a temperatura em que os ensaios de tração foram realizados.

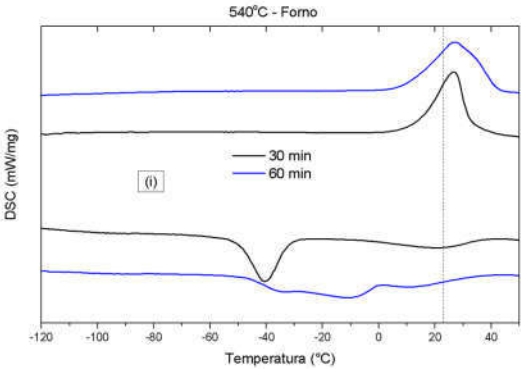




(f)



(g) (h)

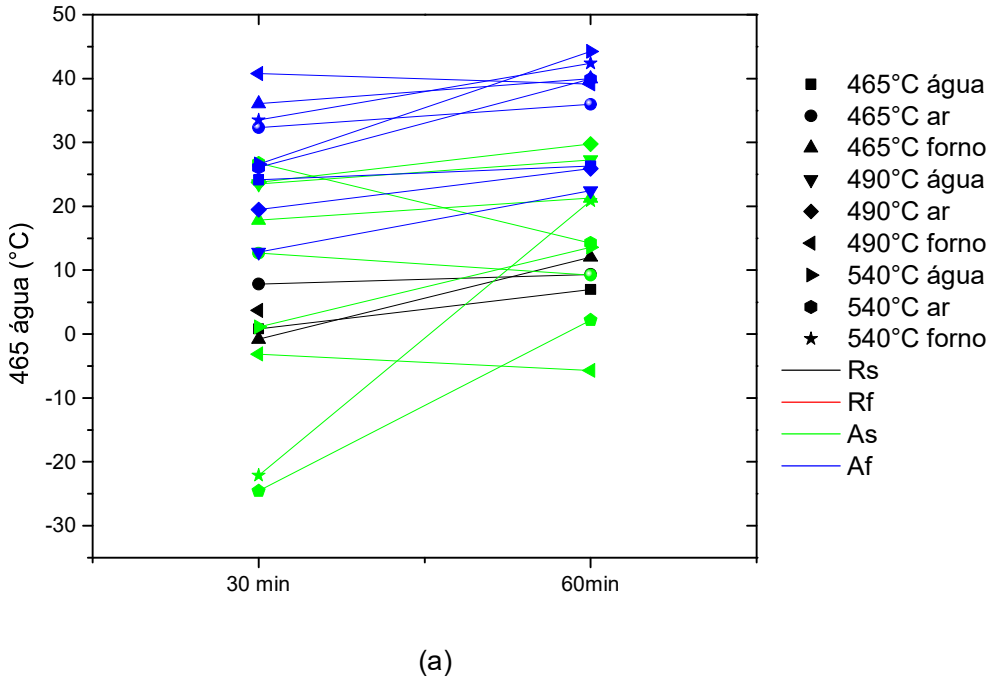


(i)

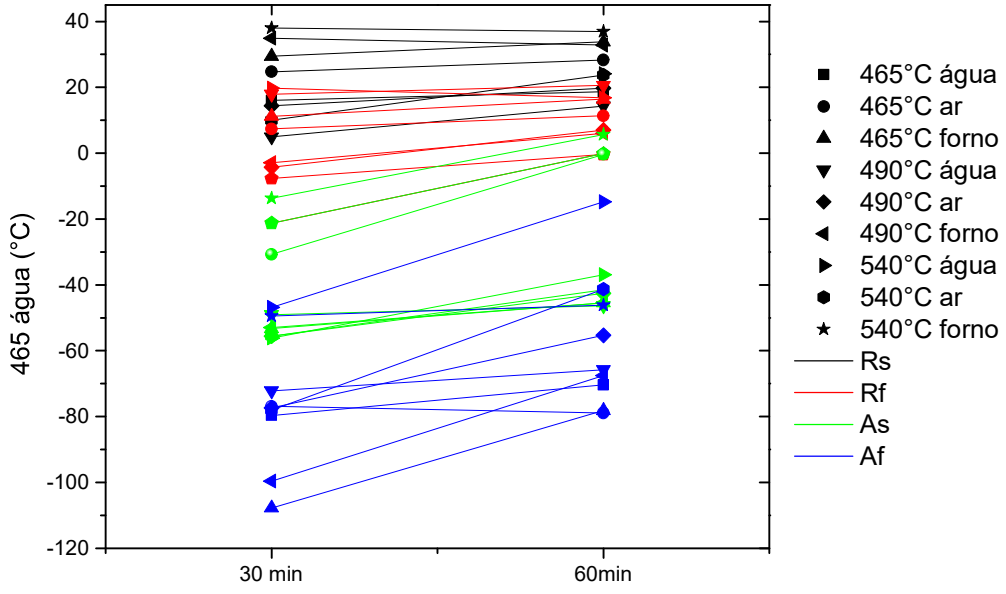
Figura 54 – Efeito do Tempo de Tratamento nas molas M6;(a) 465°C – Água ;(b) 465°C – Ar ;(c) 465°C – Forno ;(d) 490°C – Água ;(e) 490°C – Ar ;(f) 490°C – Forno ;(g) 540°C – Água ;(h) 540°C – Ar ;(i) 540°C – Forno

Como pode ser observado nas Fig. 54 e 55, ocorreram os mesmos padrões encontrados nas molas M12. Na maioria dos casos um tempo maior de tratamento acaba por gerar um leve aumento das temperaturas de transformação. Porém, diferente das molas M12, os tratamentos a 490°C promoveram o mesmo comportamento que o

de 540°C.



(a)



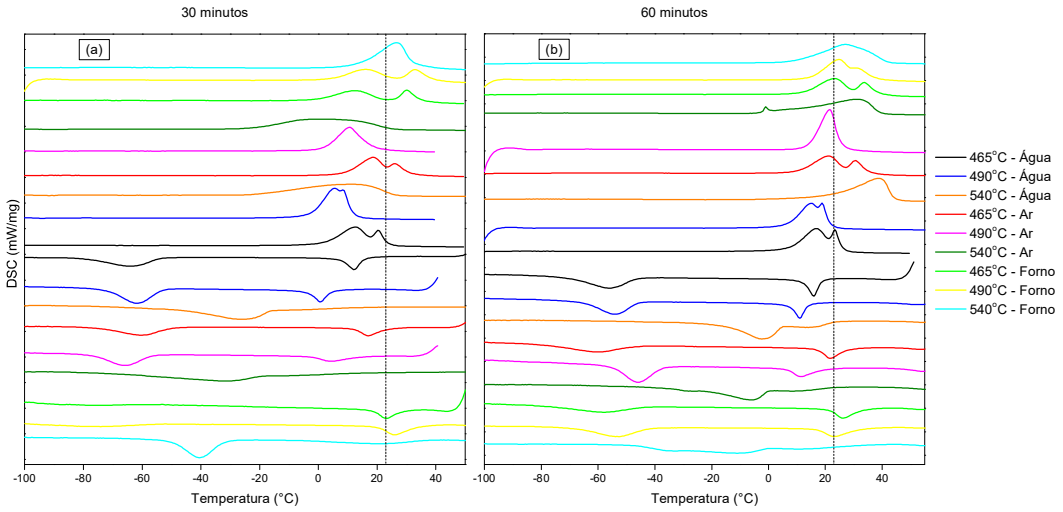
(b)

Figura 55 – Comparação entre as temperaturas de transformação para o efeito do tempo de tratamento nas molas M6, (a) no aquecimento e (b) no resfriamento

Este aumento significativo das temperaturas de transformação, pode ser explicado pelo fato de no tratamento por 60 min, o tempo foi suficiente para permitir a recristalização total. Estes resultados também ocorreram para os tratamentos térmicos a 490 e 540°C por 30 min e resfriados no forno. O método de resfriamento mais lento possibilitou também a recristalização total, para corroborar essas afirmações é necessário fazer uma análise de microscopia.

4.1.2.2.3. Efeito da Temperatura

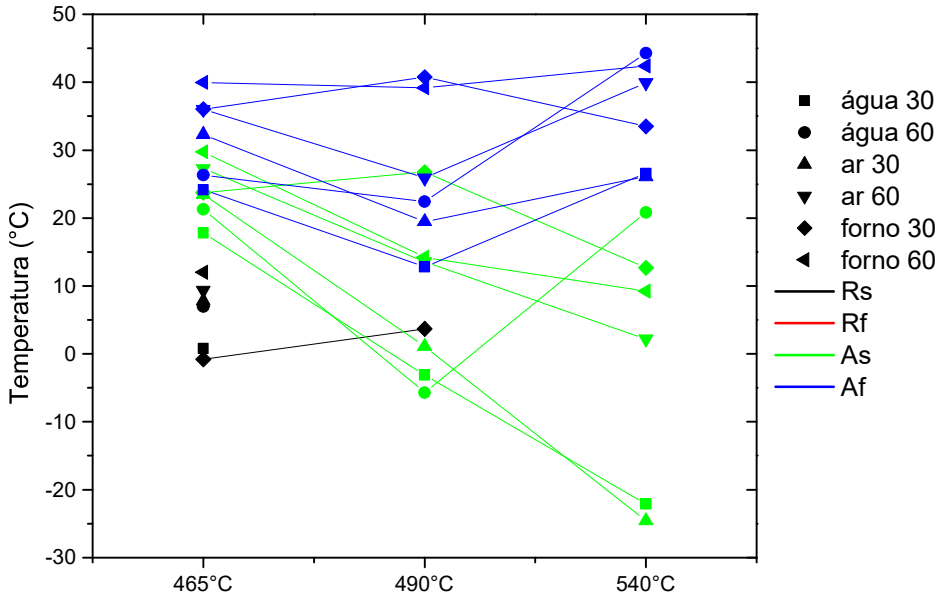
A Figura 56 mostra os efeitos da temperatura do tratamento térmico nas temperaturas de mudança de fase do material das molas M6. Dentre as variáveis, esta é a que teve maior influência no comportamento das transformações. Foram encontrados resultados semelhantes aos das molas M12.



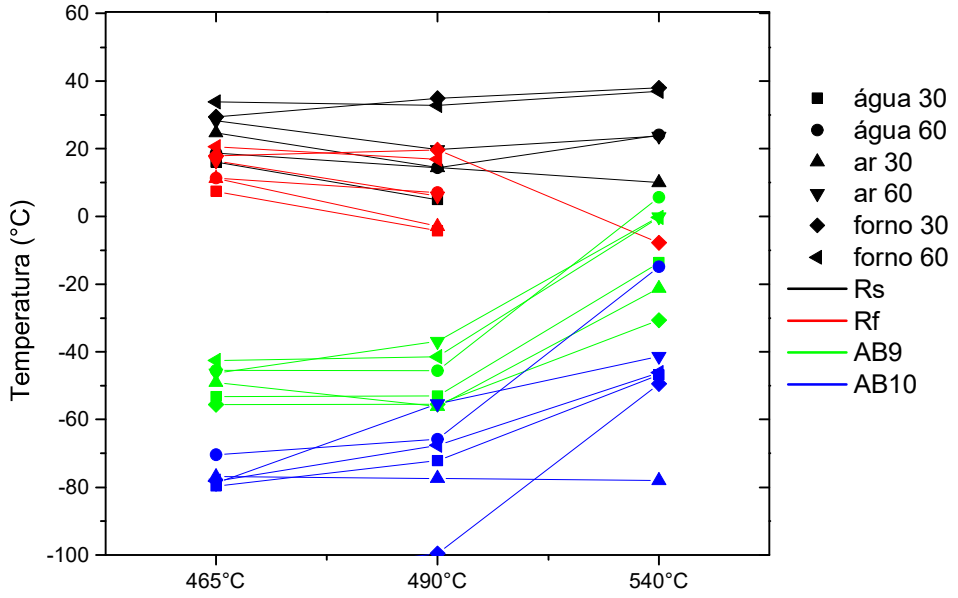
(a) (b)

Figura 56 – Efeito da Temperatura de tratamento nas molas M6;(a) 30 min;(b) 60 min

Para temperaturas de tratamento mais elevadas, o tratamento por 30 minutos causou uma redução das temperaturas de transformação e o de 60 minutos causou um aumento dessas temperaturas, como também ocorreu com as molas M12.(Figs. 56 e 57)



(a)



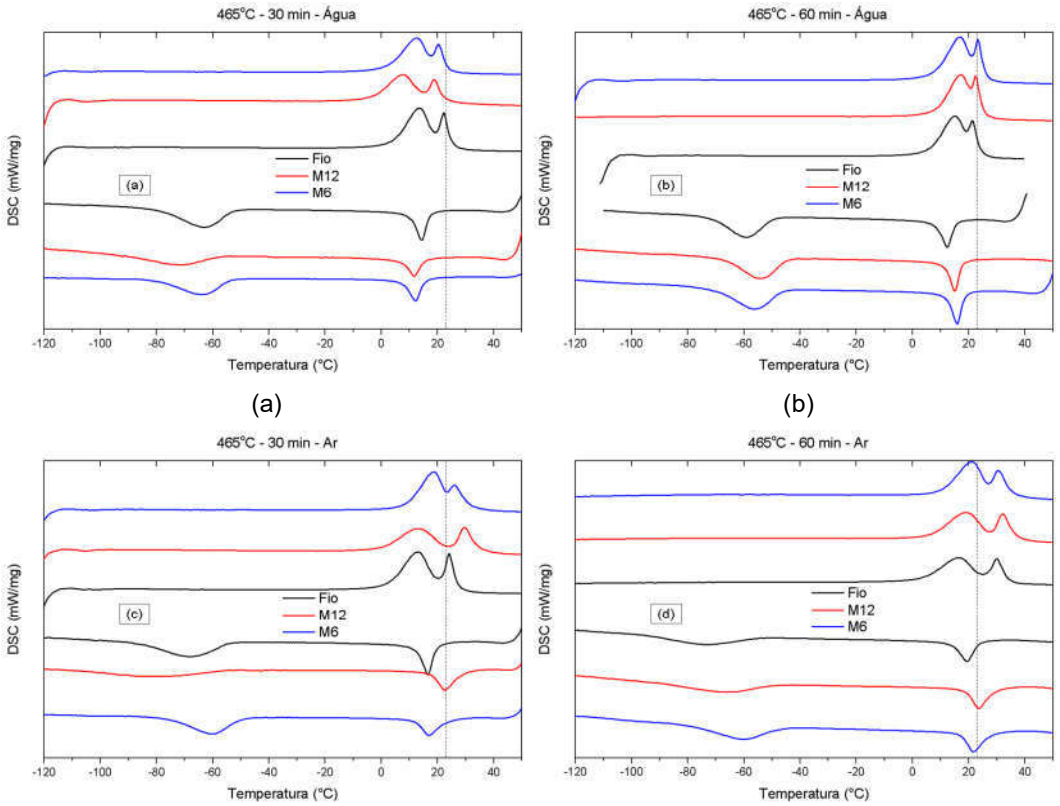
(b)

Figura 57 – Comparação entre as temperaturas de transformação para o efeito da temperatura de tratamento nas molas M6, (a) no aquecimento e (b) no resfriamento

Essa redução ocorre devido ao tipo de precipitado gerado, como são temperaturas elevadas e pouco tempo de tratamento, isso acaba por gerar uma alta densidade de precipitados de tamanho reduzidos, gerando um efeito similar ao do trabalho a frio. Com mais tempo de tratamento esses precipitados tendem a crescer, inibindo esse efeito e reduzindo a concentração de Ni na matriz, o que explica o aumento das temperaturas de transformação (Nishida *et al.*, 2014; OTSUKA & REN, 2005).

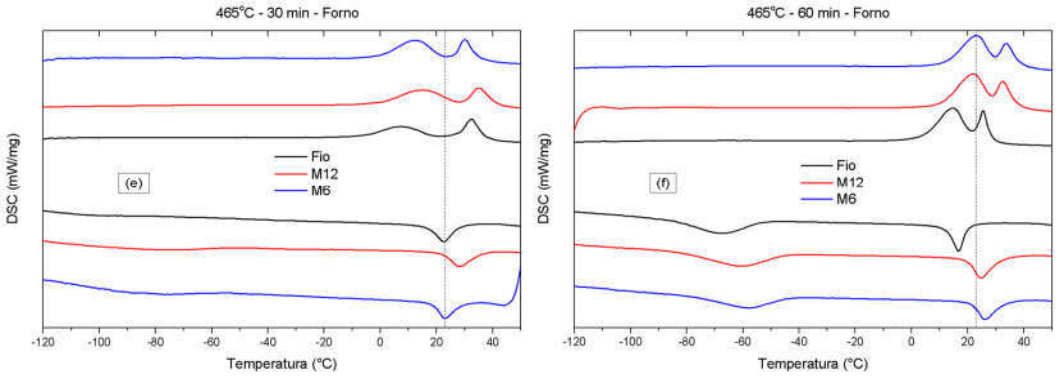
4.1.3. Efeito da Tensão Aplicada

Agora será analisado o efeito nas transformações de fase, que foi produzido no material, em função do processo de enrolamento dos fios para a fabricação das molas de SMA (M12 e M6). As Figuras 58-60 mostram os resultados obtidos, onde os resultados dos fios estão representados através de linhas pretas, as molas M12 em linhas vermelhas e as molas M6 em linhas azuis. A linha vertical tracejada indica a temperatura em que os ensaios de tração foram realizados.



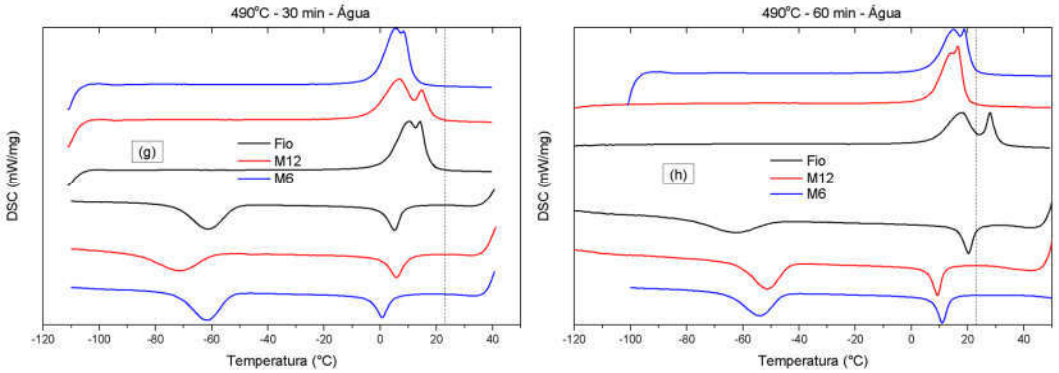
(a) (b)

(c) (d)

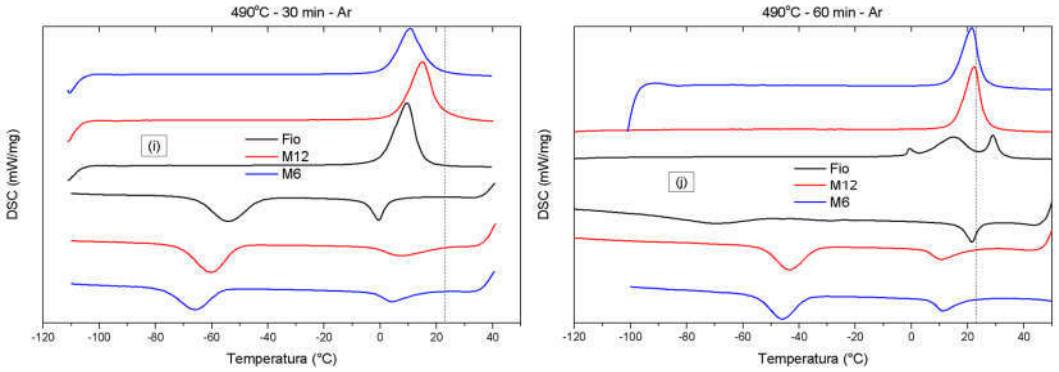


(e) (f)

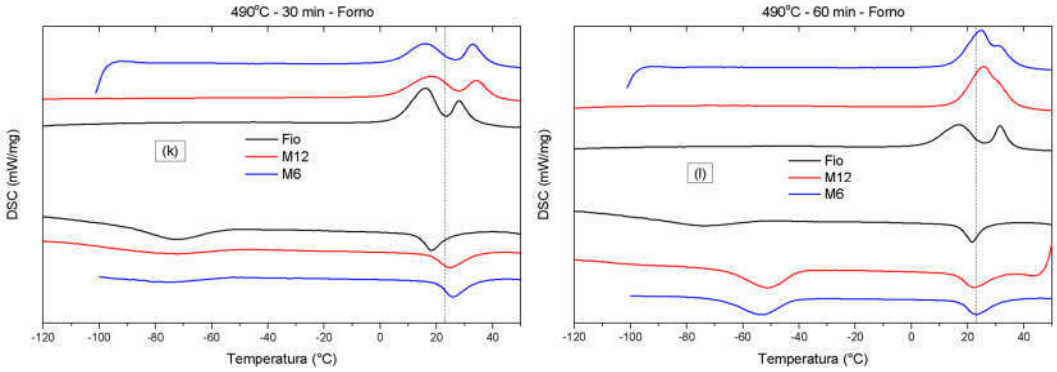
Figura 58 –Efeito da Tensão aplicada para os tratamentos a 465°C: (a) 30 min e resfriado na água; (b) 60 min e resfriado na água; (c) 30 min e resfriado no ar, (d) 60 min e resfriado no ar; (e) 30 min e resfriado no forno, (f) 60 min e resfriado no forno



(a) (b)

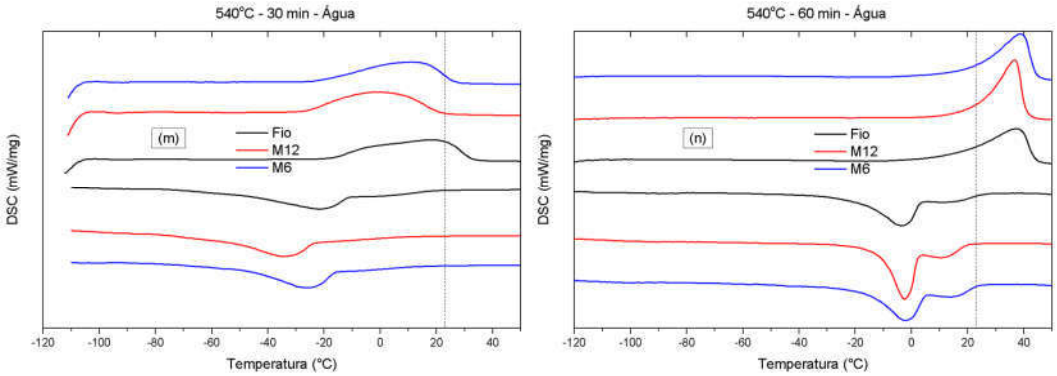


(c) (d)

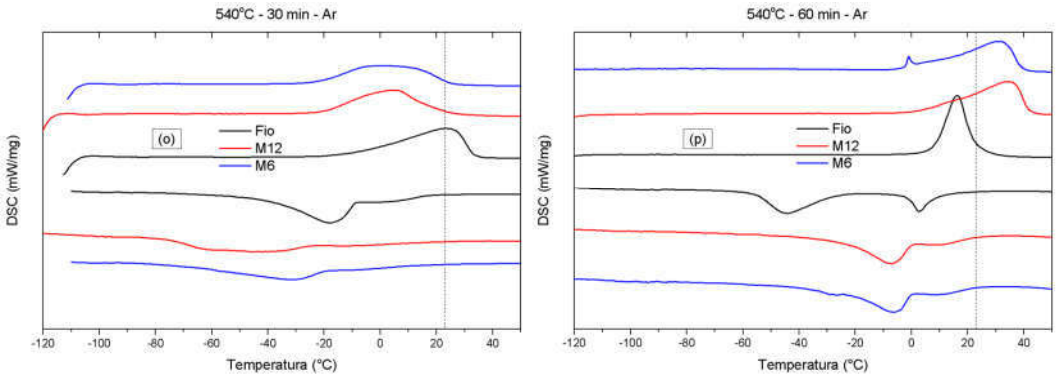


(e) (f)

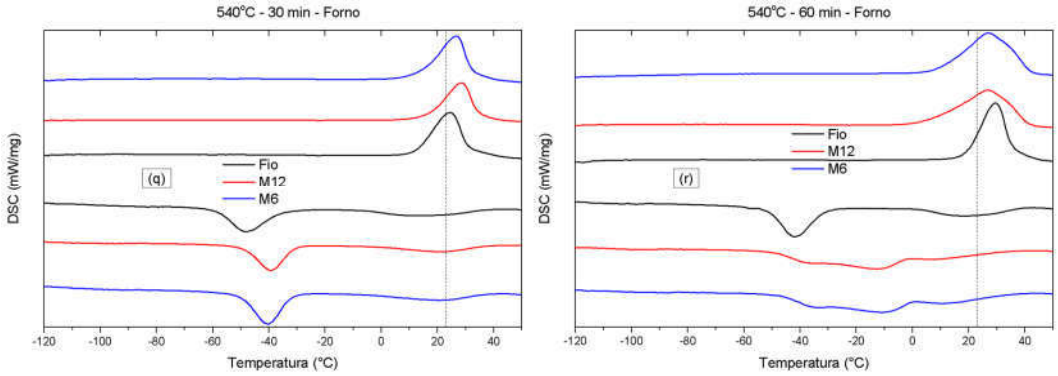
Figura 59 –Efeito da Tensão aplicada para os tratamentos a 490°C: (a) 30 min e resfriado na água; (b) 60 min e resfriado na água; (c) 30 min e resfriado no ar, (d) 60 min e resfriado no ar; (e) 30 min e resfriado no forno, (f) 60 min e resfriado no forno



(a) (b)



(c) (d)



(e) (f)

Figura 60 –Efeito da Tensão aplicada para os tratamentos a 540°C: (a) 30 min e resfriado na água; (b) 60 min e resfriado na água; (c) 30 min e resfriado no ar, (d) 60 min e resfriado no ar; (e) 30 min e resfriado no forno, (f) 60 min e resfriado no forno

Analisando os efeitos da tensão aplicada (Figs. 58-60), pode-se observar que na maioria dos casos ela não exerceu muita influência. Era esperado uma variação maior nas molas M6 pelo fato de ela ter plastificado durante o processo de enrolar o fio, mas que não ocorreu. Sendo observado apenas uma variação nos tratamentos realizados a 490°C e 540°C resfriados ao ar, onde pode-se inferir que a mudança nas curvas em relação ao resultado do fio, se dá devido ao fato das molas estarem fixas em parafusos, o que vai retardar o processo de esfriamento.

4.2. Caracterização do Comportamento Mecânico

Através dos ensaios de tração desenvolvidos, foi possível determinar os seguintes parâmetros: as tensões de início e fim de transformação de fase, as deformações desenvolvidas e, para o caso dos fios, os módulos de elasticidade. Já para as molas, determinou-se o valor da rigidez das molas, os níveis de carga alcançados e a energia dissipada para um deslocamento específico, calculado através da área do laço de histerese do último ciclo.

4.2.1. Fios

As Figuras 61-63 mostram os resultados dos ensaios de tração nos fios tratados, junto com o resultado do fio (Fig. 26b) como recebido para auxiliar nas análises. Os gráficos mostram o primeiro e o último ciclo de carregamento. Analisando os módulos de elasticidade, pode-se perceber que o módulo de elasticidade no primeiro carregamento sofre uma variação elevada em relação ao do último ciclo. Isso é devido ao fato, de que como as amostras foram previamente aquecidas a 90°C e posteriormente levadas a temperatura de ensaio de 23°C, algumas amostras a 23°C já começaram a transformação para a fase R, o que causou a redução do módulo, pois a fase austenítica tem o maior modulo de elasticidade, então qualquer transformação de fase induzida pela redução da temperatura irá causar uma queda do módulo de elasticidade da amostra

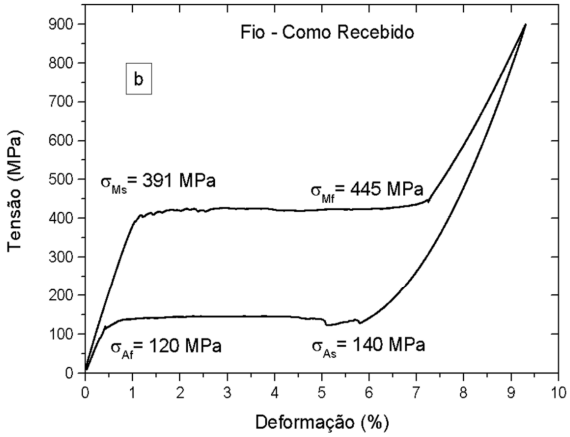
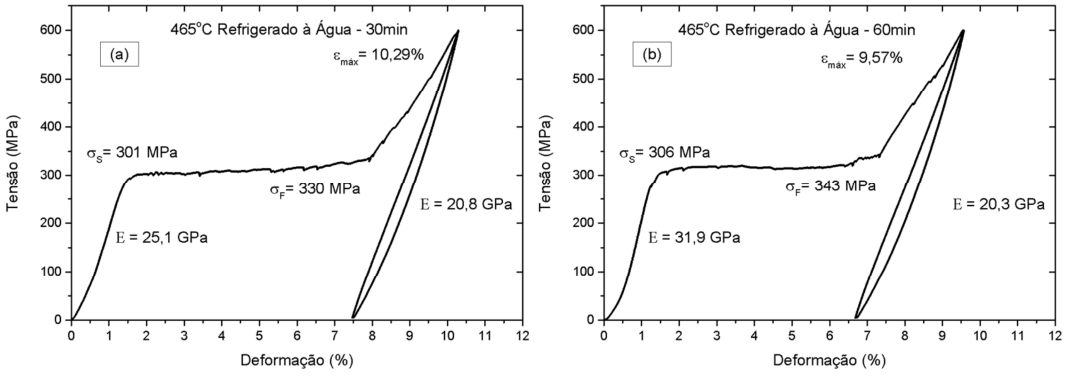


Figura 26b – Resultado do ultimo ciclo do ensaio de tração do fio como recebido



(a) (b)

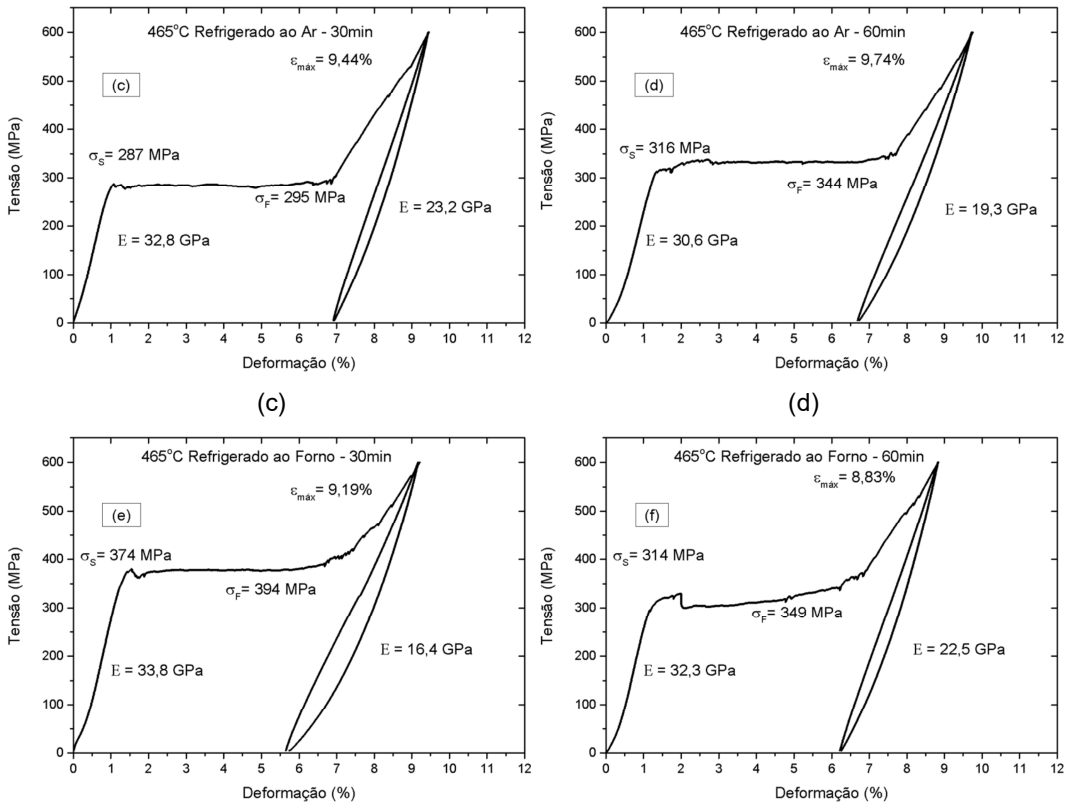
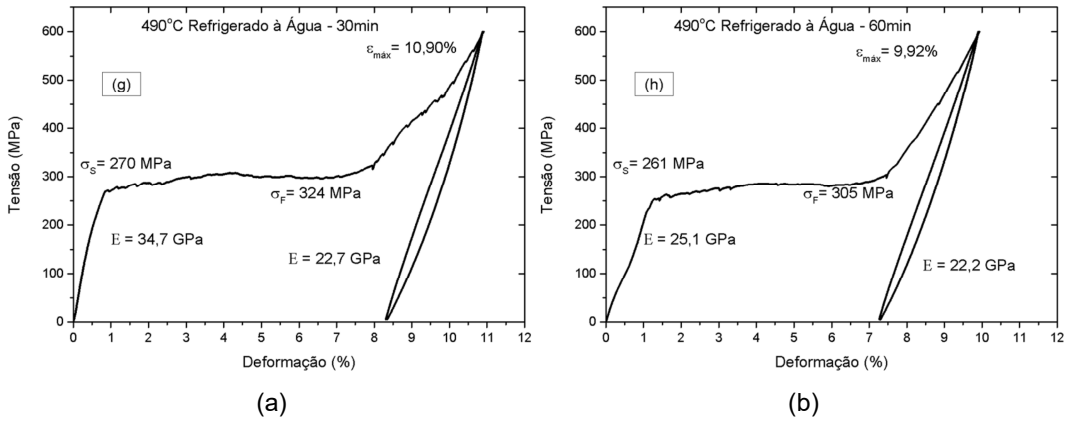


Figura 61 – Resultados de os ensaios de Tração dos fios tratados a 465°C para as seguintes condições: (a) 30 min e resfriado na água; (b) 60 min e resfriado na água; (c) 30 min e resfriado no ar, (d) 60 min e resfriado no ar; (e) 30 min e resfriado no forno, (f) 60 min e resfriado no forno



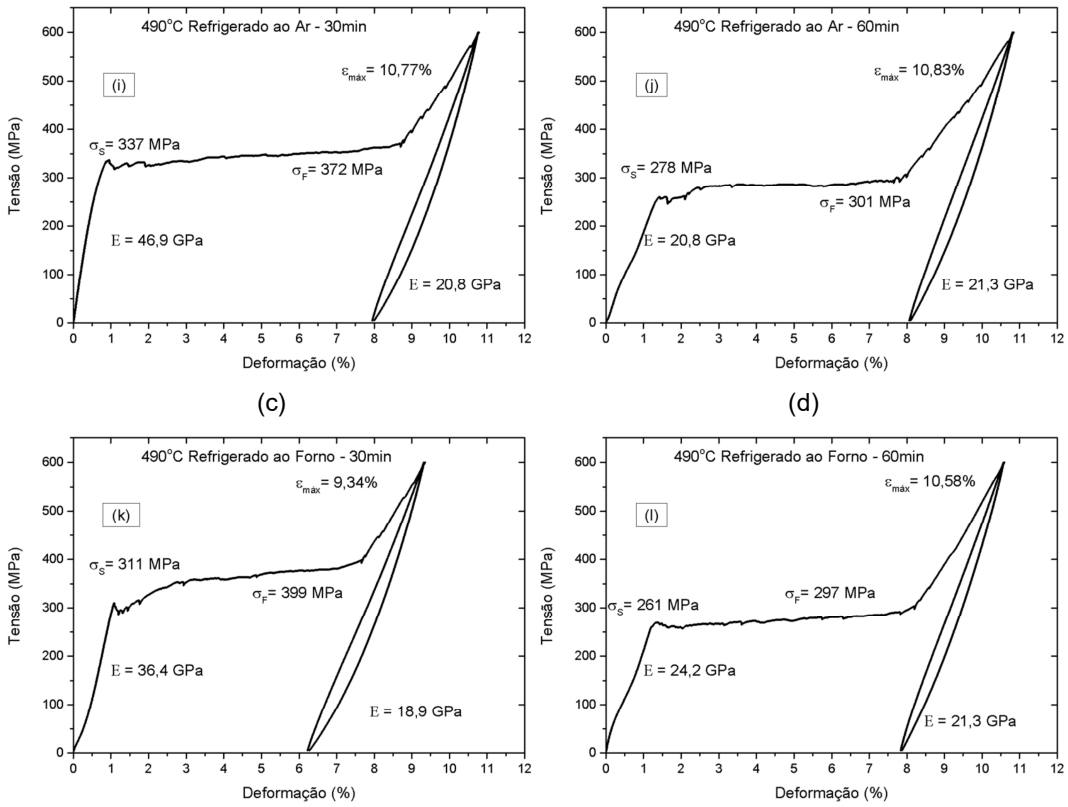
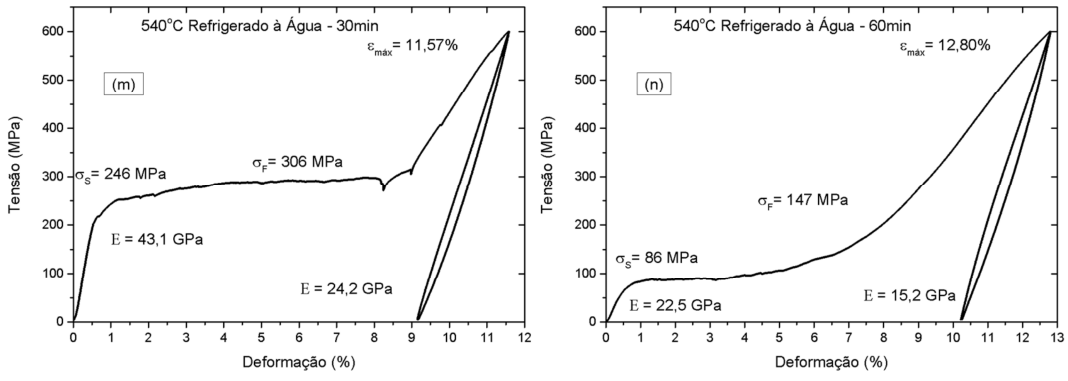


Figura 62 – Resultados de os ensaios de Tração dos fios tratados a 465°C para as seguintes condições: (a) 30 min e resfriado na água; (b) 60 min e resfriado na água; (c) 30 min e resfriado no ar, (d) 60 min e resfriado no ar; (e) 30 min e resfriado no forno, (f) 60 min e resfriado no forno



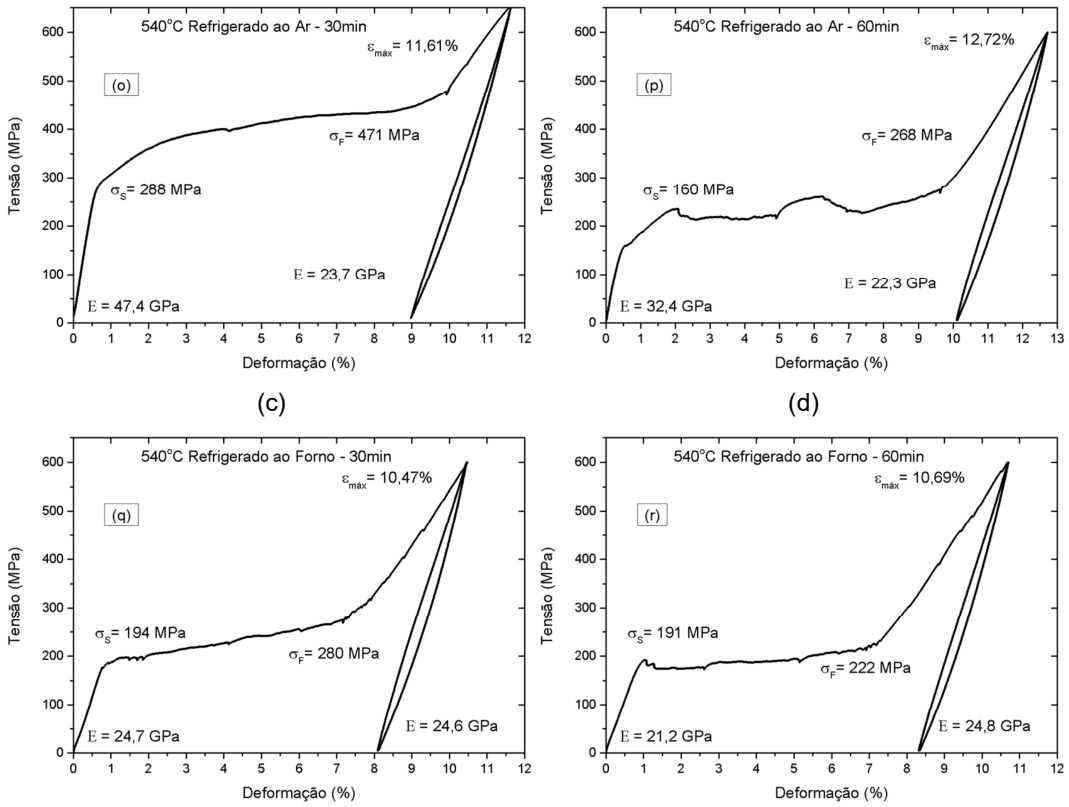


Figura 63 – Resultados de os ensaios de Tração dos fios tratados a 465°C para as seguintes condições: (a) 30 min e resfriado na água; (b) 60 min e resfriado na água; (c) 30 min e resfriado no ar, (d) 60 min e resfriado no ar; (e) 30 min e resfriado no forno, (f) 60 min e resfriado no forno

A Figura 64 e as Tabelas 3-7 apresentam a comparação entre o comportamento mecânico dos fios tratados. As setas na Fig. 64 indicam as direções do aumento da temperatura de tratamento térmico (máxima - 540°C) e da velocidades de resfriamento (mais elevada - água), separando os tratamentos de 30 minutos em linhas pretas e 60 minutos em linhas azuis. Nas tabelas estão indicados com um fundo escuro os valores mais elevados. Os tratamentos mais longos tendem a gerar maiores deformações e patamares de transformações menores. Pode-se observar que com tratamentos com temperaturas mais elevadas a tensão de começo e de fim de transformação (σ_S e σ_F, respectivamente) tendem a cair. Também pode-se perceber que para as temperaturas mais elevadas causaram um aumento das deformações máximas que os fios desenvolvem.

Tabela 3 – Valores de σ_s dos Fios

σ_S (MPa) – Fios – 30 min			
	Água	Ar	Forno
465°C	301	287	374
490°C	270	337	311
540°C	246	288	194

σ_S (MPa) – Fios – 60 min			
	Água	Ar	Forno
465°C	306	316	314
490°C	261	278	261
540°C	86	160	191

Tabela 4 – Valores de σ_F dos Fios

σ_F (MPa) – Fios – 30 min			
	Água	Ar	Forno
465°C	330	295	394
490°C	324	372	399
540°C	306	471	280

σ_F (MPa) – Fios – 60 min			
	Água	Ar	Forno
465°C	343	344	349
490°C	350	301	297
540°C	147	268	222

Tabela 5 – Valores de E_s dos Fios

E_S (GPa) – Fios – 30 min			
	Água	Ar	Forno
465°C	25,1	32,8	33,8
490°C	34,7	46,9	36,4
540°C	43,1	47,4	24,7

E_S (GPa) – Fios – 60 min			
	Água	Ar	Forno
465°C	31,9	30,6	32,3
490°C	25,1	20,8	24,2
540°C	22,5	32,4	21,2

Tabela 6 – Valores de E_F dos Fios

E_F (GPa) – Fios – 30 min			
	Água	Ar	Forno
465°C	20,8	23,2	16,4
490°C	22,7	20,8	18,9
540°C	24,2	23,7	24,6

E_F (GPa) – Fios – 60 min			
	Água	Ar	Forno
465°C	20,3	19,3	22,5
490°C	22,2	21,3	21,3
540°C	15,2	2,3	24,8

Tabela 7 – Valores de $\varepsilon_{máx}$ dos Fios

$\varepsilon_{máx}$ (%) – Fios – 30 min			
	Água	Ar	Forno
465°C	10,29	9,44	9,19
490°C	10,90	10,77	9,34
540°C	11,57	11,61	10,47

$\varepsilon_{máx}$ (%) – Fios – 60 min			
	Água	Ar	Forno
465°C	9,57	9,74	8,83
490°C	9,92	10,83	10,58
540°C	12,80	12,72	10,69

Analisando as Tabelas 3-7, pode-se perceber que as principais variáveis mecânicas sofrem uma grande influência do tratamento térmico, obtendo variações de 334,9% para as tensões de início de transformação, 220,4% para as tensões de final de transformação e 44,9% para as deformações máximas. Observa-se nos módulos de elasticidade uma variação maior nos módulos iniciais do que nos módulos finais, 127,9% e 63,2% respectivamente. Isso ocorre porque o estado inicial das amostras tem uma

mistura das fases B2, B19' e R em diferentes proporções e a fase B2 é a que mais varia, pois os ensaios de tração foram realizados abaixo da temperatura A_f, como pode ser observado nas Figs. 33-35. A fase B2 é a de maior modulo de elasticidade, e suas pequenas variações influenciam bastante no resultado final. Já nos módulos de elasticidade no final, a transformação de fase B2->B19' induzida pela tensão, não é recuperada, mantendo somente as fases B19' e R, por isso existe uma menor variação entre os resultados.

As deformações máximas crescem com tratamentos térmicos em temperaturas mais elevadas e, na maioria dos casos, também crescem com tratamentos mais longos. Já os valores das tensões de início e final de transformação dependem muito da microestrutura, como a quantidade e formato dos precipitados. Não foi possível identificar como os tratamentos estão afetando esses parâmetros, para isso será necessário a realização de uma análise de microscopia, para investigar a distribuição dos precipitados nos grãos e a realização de mais tratamentos com outras temperaturas de envelhecimento.

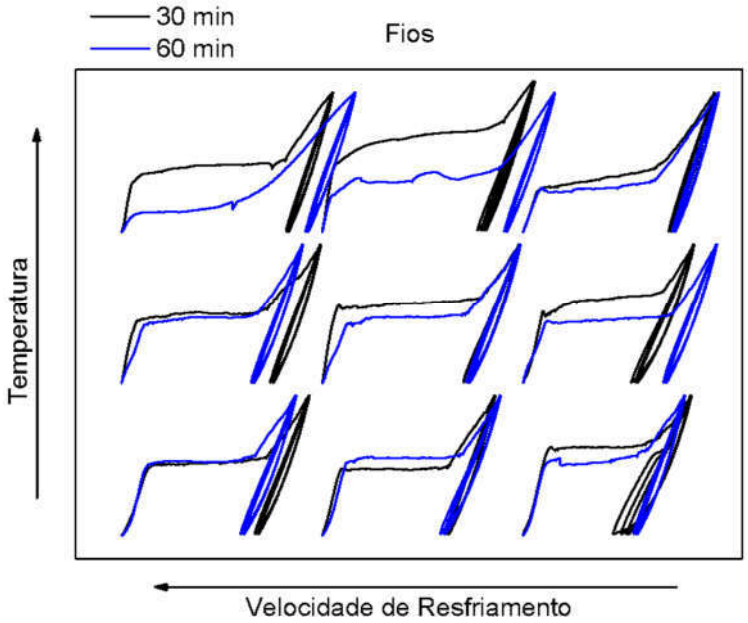
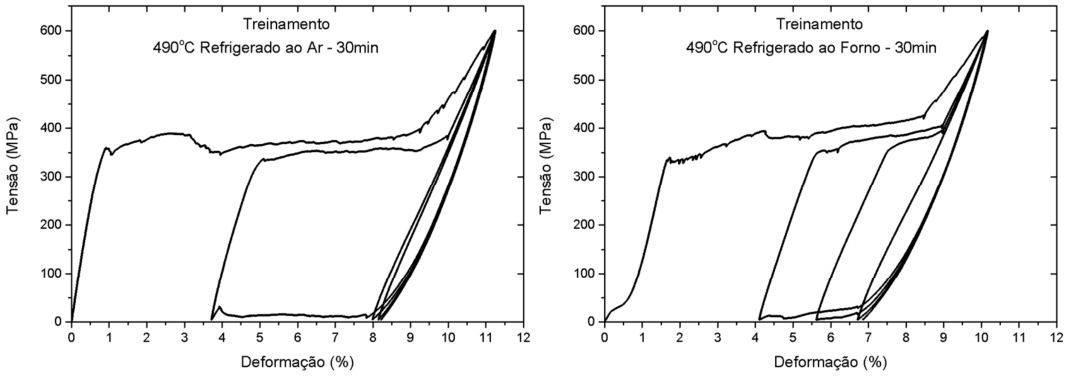


Figura 64 - Compilado dos resultados de tração dos fios

Vale ressaltar que, observando os resultados encontrados nos ensaios de DSC dos fios tratados (Fig. 31-33), alguns fios tem a temperatura de ensaio acima de A_f, sendo esperado um comportamento pseudoelástico ,como no fio tratado a 490°C por 30 min e resfriado no ar (Fig. 32c) que obteve $A_f = 15{,}46°C$. Porém observando nas

Figs. 61-63 verifica-se o comportamento de memória de forma. Essa discrepância ocorre porque as amostras para os ensaios de DSC foram obtidas antes da estabilização do fio.

O processo de estabilização dos fios acabou por modificar sensivelmente as curvas de transformação, geradas pelo efeito *trip*, fazendo com que os fios que tenham essa modificação no comportamento, como pode ser observado na Fig. 65.

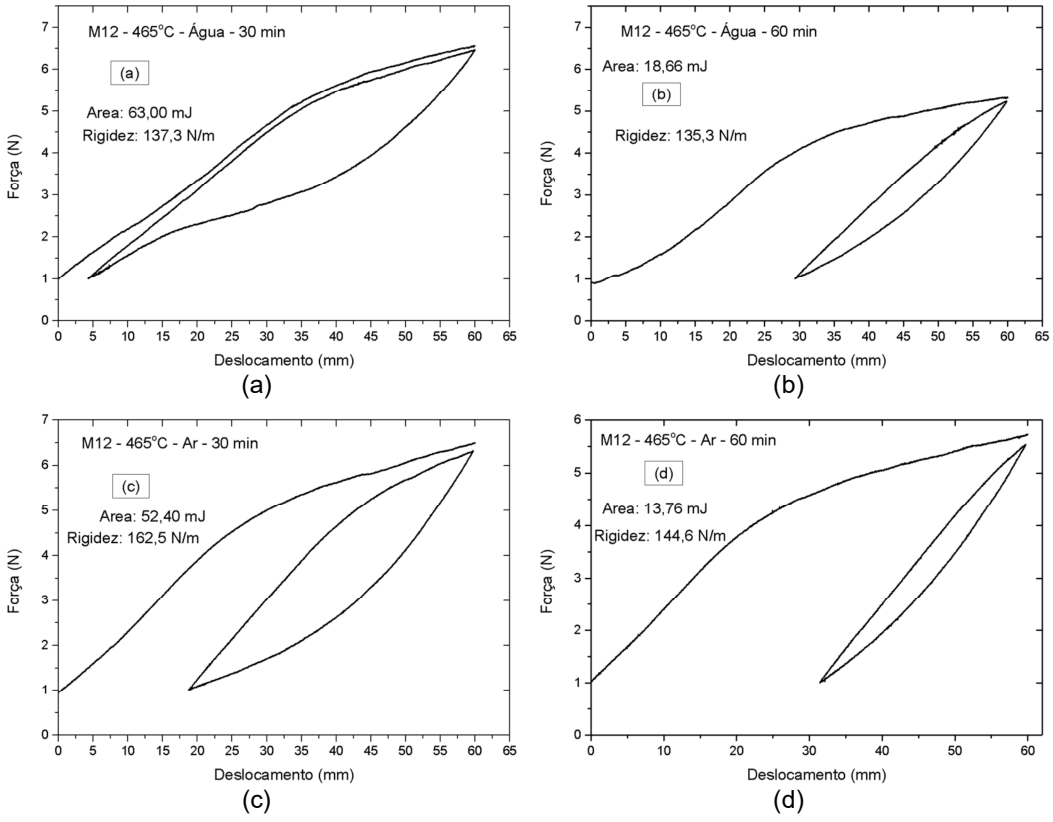


(a) (b)

Figura 65 – Ciclos para estabilizaçao de Fios com suposto efeito pseudoelástico.

4.2.2. Molas Helicoidais M12

As Figuras 66-68 mostram os resultados dos ensaios de tração para as molas M12. Vale ressaltar que esses gráficos mostram o carregamento inicial, partindo de 0 mm e com 1 N de pré carga e o último ciclo de carregamento. Percebe-se que mesmo as molas que possuem um comportamento pseudoelástico retém uma deformação permanente. Isso ocorre porque, como pode ser visto nas Figs. 40-42, apesar de ter várias molas com A_f abaixo da temperatura dos ensaios (23°C), elas estão bem próximas e possuem uma parte da curva acima da temperatura dos ensaios (linha vertical tracejada). A única mola 100% acima da temperatura de transformação para fase austenítica (A_f),é do tratamento a 540°C, tempo de 30 min e resfriada na água, que como pode ser visto na Fig. 68a, não apresentam nenhuma deformação residual.



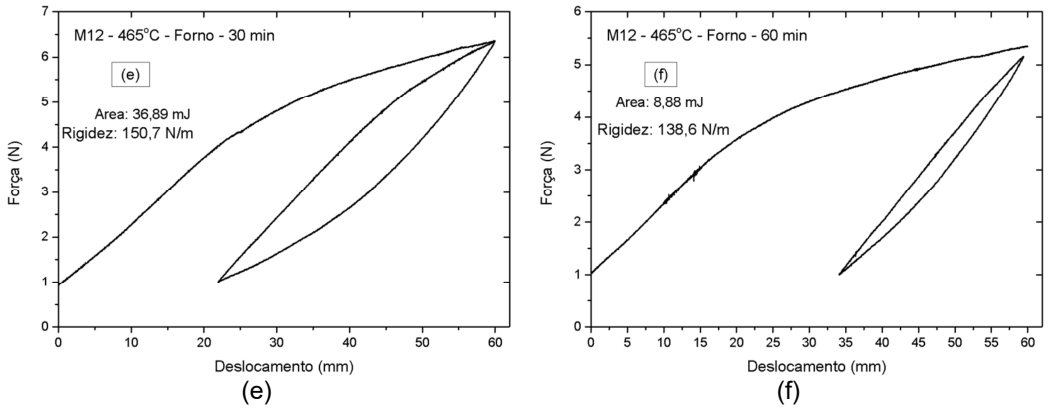
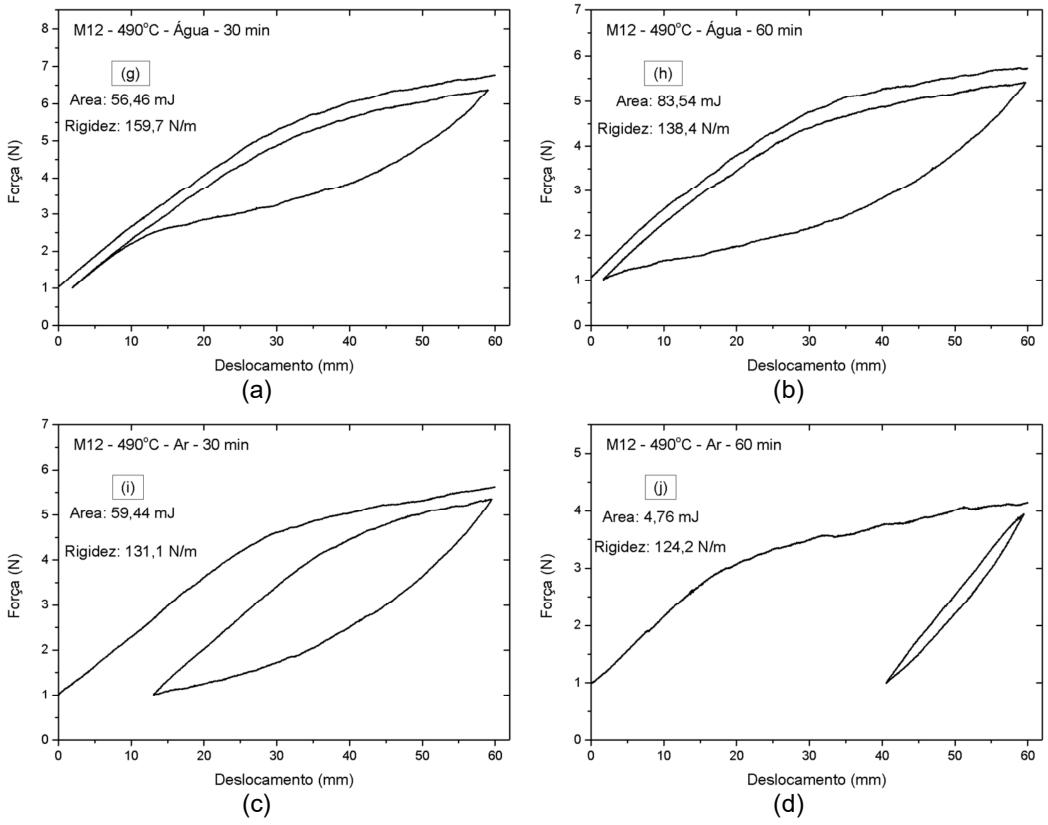


Figura 66 – Resultados de os ensaios de Tração das molas helicoidais M12 tratadas a 465°C para as seguintes condições: (a) 30 min e resfriado na água; (b) 60 min e resfriado na água; (c) 30 min e resfriado no ar, (d) 60 min e resfriado no ar; (e) 30 min e resfriado no forno, (f) 60 min e resfriado no forno



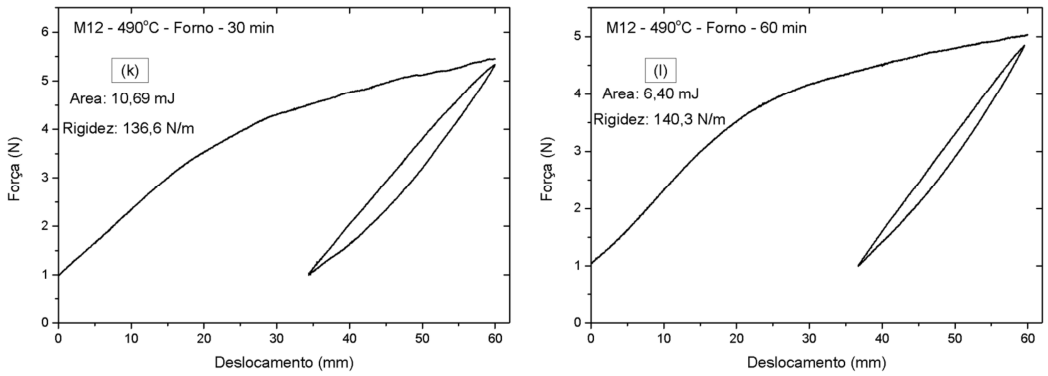
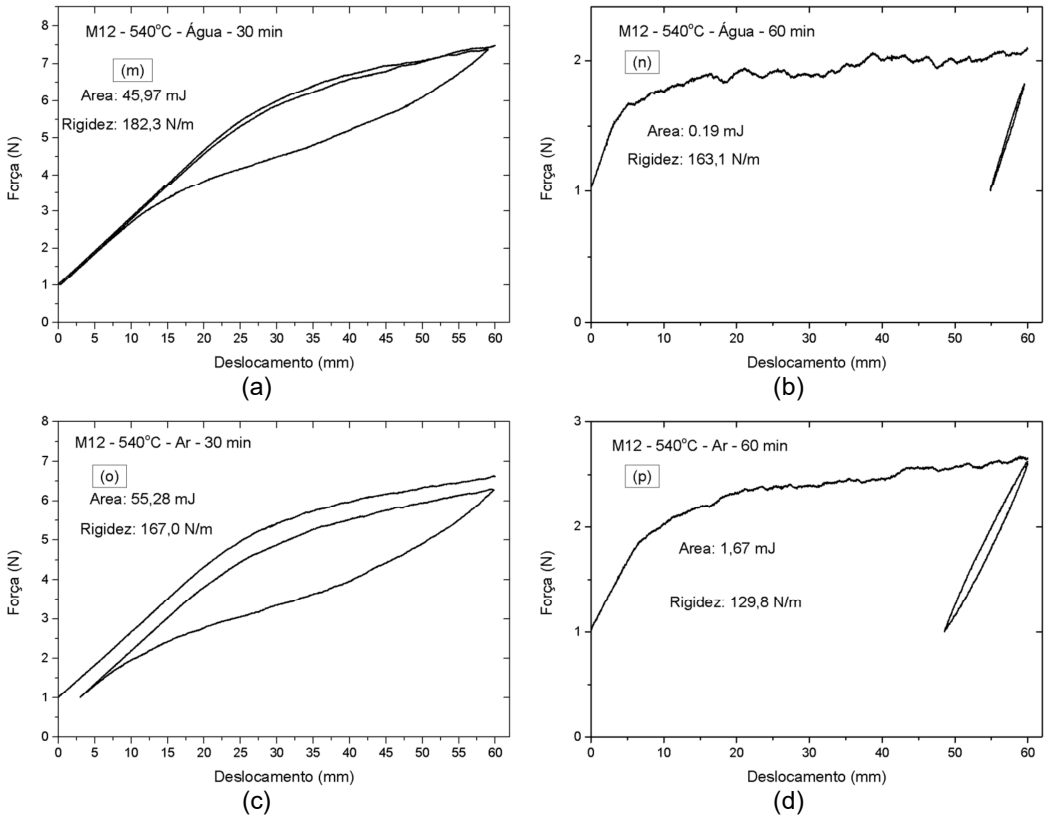


Figura 67 – Resultados de os ensaios de Tração das molas helicoidais M12 tratadas a 490°C para as seguintes condições: (a) 30 min e resfriado na água; (b) 60 min e resfriado na água; (c) 30 min e resfriado no ar, (d) 60 min e resfriado no ar; (e) 30 min e resfriado no forno, (f) 60 min e resfriado no forno



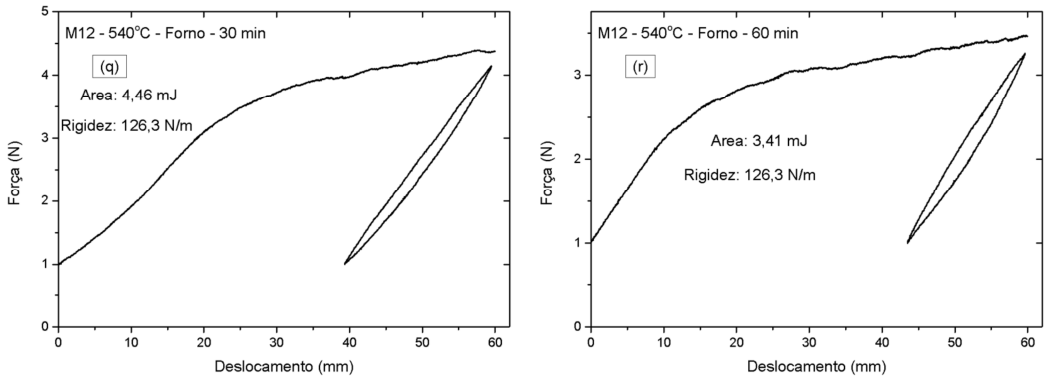


Figura 68 – Resultados de os ensaios de Tração das molas helicoidais M12 tratadas a 540°C para as seguintes condições: (a) 30 min e resfriado na água; (b) 60 min e resfriado na água; (c) 30 min e resfriado no ar, (d) 60 min e resfriado no ar; (e) 30 min e resfriado no forno, (f) 60 min e resfriado no forno

A Figura 69 apresenta para a comparação entre as molas M12, separando os tratamentos com 30 minutos em linhas pretas e com 60 minutos em linhas azuis, como anteriormente. Os tratamentos mais longos reduzem as tensões de transformação, como nos fios. Vale ressaltar que para os casos com temperatura mais elevada essas quedas foram mais proeminentes. Também é possível concluir que para se obter um comportamento pseudoelástico, o ideal é realizar resfriamentos mais bruscos e tratamentos mais curtos. Com o resfriamento no forno é possível obter o efeito de memória de forma com patamares de carga mais elevados. Ao comparar os tempos de tratamentos, percebe-se que os tratamentos mais longos geram patamares mais planos de transformação.

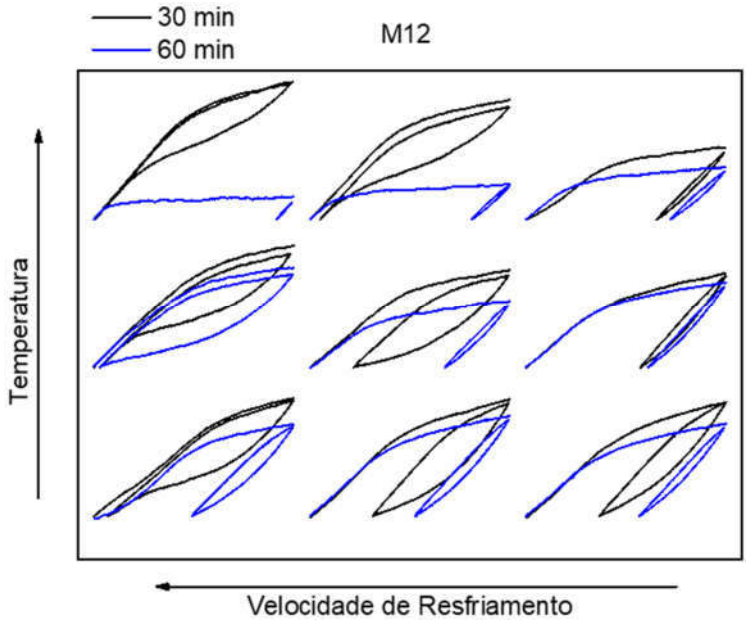


Figura 69 Compilado dos resultados de tração das molas M12

As Tabelas 8 e 9 mostram os resultados obtidos de rigidez e a área relacionada à energia dissipada (laço de histerese) das molas M12, respectivamente. Nas tabelas estão indicados com um fundo escuro os valores mais elevados. Vale ressaltar que nas tabelas com os valores de área existe uma indicação um pouco menos escura para os resultados do efeito de memória de forma. Pode-se perceber que é possível ter um controle sobre a rigidez nas molas em função do tratamento térmico utilizado. Para as molas M12 foi encontrado uma variação de 46,78% da rigidez ao comparar as molas de maior rigidez (540°C, 30 min e refrigerada a água) com as de menor rigidez (490°C, 60 min e refrigerada ao ar). Observa-se uma tendência de que os maiores valores de rigidez ocorram para tratamentos com resfriamentos mais bruscos e realizados em temperaturas mais altas. Na maioria dos casos, o tratamento feito por 30 min resultou também em uma maior rigidez.

A variação dos resultados encontrados para dissipação de energia é mais severa, uma vez que os dois efeitos principais das SMAs presentes (memória de forma e pseudoelástico) acabam por oferecer áreas bastante diferentes, então serão analisados separadamente.

O efeito pseudoelástico é encontrado principalmente nos tratamentos térmicos de 30 min e refrigerados a água, enquanto que o efeito de memória de forma é encontrado para as situações com resfriamento no forno. Os outros tratamentos térmicos, em sua maioria, obtiveram um comportamento misto, retendo parte da

transformação B2->B19', mantendo assim uma deformação que só é recuperada com um aquecimento.

No efeito pseudoelástico o maior laço de histerese foi encontrado na mola tratada a 490°C por 60 min e refrigerada na água. Porém analisando a Fig. 67b, percebe-se que esse valor elevado está associado ao fato da transformação de fase ocorrer durante todo o ciclo, ou seja, caso tenha uma queda na temperatura, essa mola terá um comportamento misto, a mola com a segunda maior área é a tratada a 465°C por 30 min e refrigerada na água. Apesar de ter uma dissipação 24,59% menor, ela tem o laço de histerese bem definido e não é tão influenciada pela queda de temperatura (Fig. 66a). As molas de comportamento misto têm uma dissipação também elevada, podendo chegar ao mesmo patamar das molas pseudoelásticas.

Entre as molas de memória de forma, percebe-se que os tratamentos térmicos realizados a temperaturas mais elevadas fazem cair significativamente o patamar de transformação de fase, como pode ser visto nas Figs 68b e 68d-f. As molas com os valores de dissipação mais elevados estão associadas a patamares de transformação de fase mais elevados. Para a mola tratada a 465°C por 60 min e refrigerada ao ar (Fig. 66d), se observou uma energia de dissipação de 13,76 mJ, o maior valor entra as molas de memória de forma. Dessa forma, recomendam-se tratamentos térmicos a baixa temperatura com durações maiores e modos de refrigeração mais brandos para se obter uma mola com efeito de memoria de forma com patamar elevado de transformação e uma boa dissipação de energia.

Tabela 8 – Valores de Rigidez das Molas M12

Rigidez (N/m) – M12 – 30 min			
	Água	Ar	Forno
465°C	137,3	162,5	150,7
490°C	159,7	131,1	136,6
540°C	182,3	167,0	126,3

Rigidez (N/m) – M12 – 60 min			
	Água	Ar	Forno
465°C	135,3	144,6	138,6
490°C	138,4	124,2	140,3
540°C	163,1	129,8	126,3

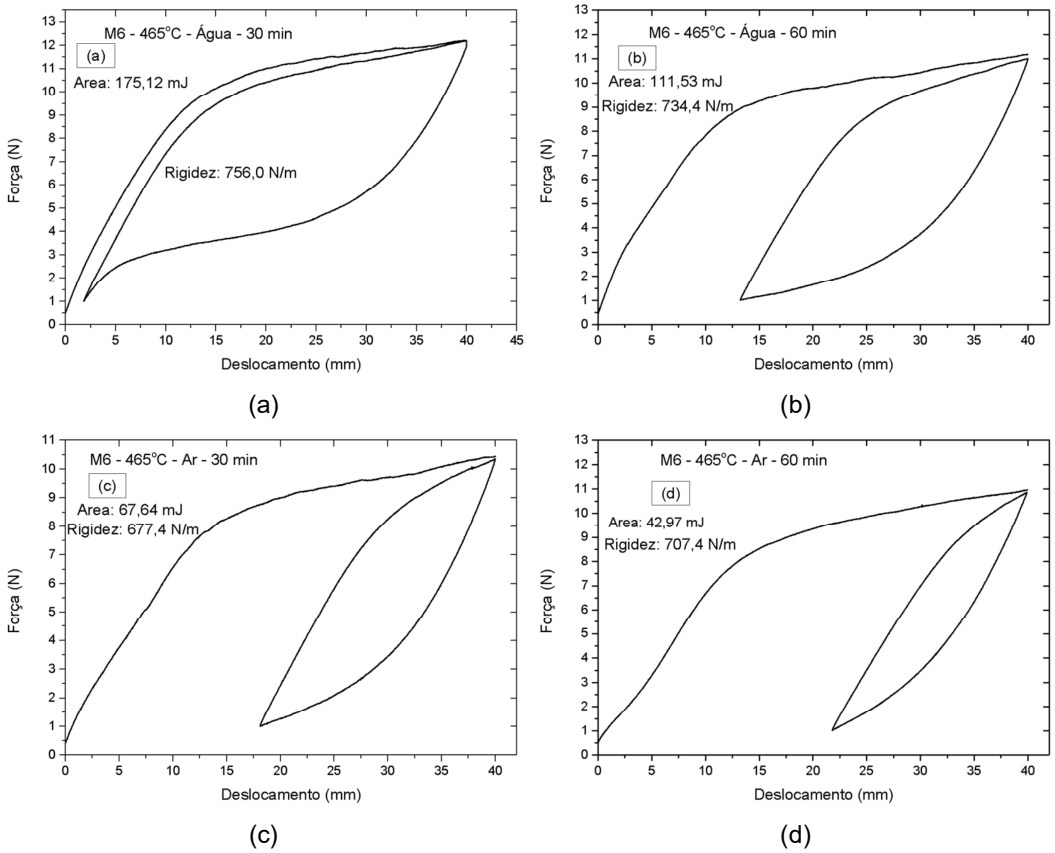
Tabela 9 – Trabalho equivalente a área das molas M12

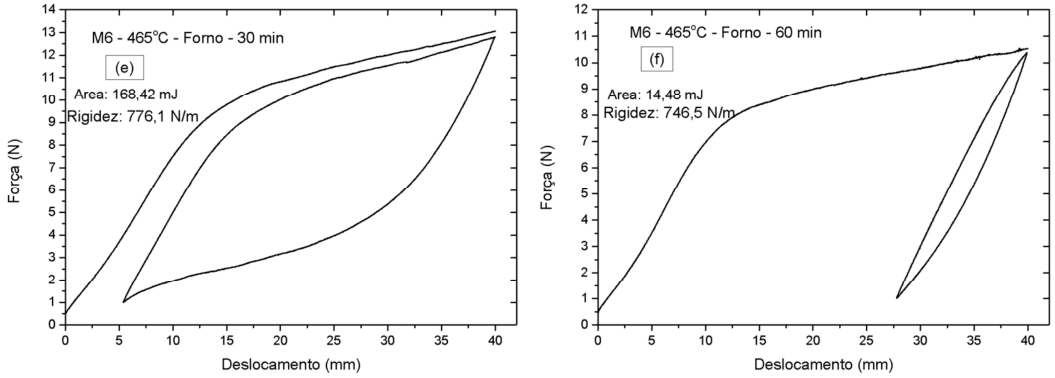
Área (mJ) – M12 – 30 min			
	Água	Ar	Forno
465°C	63,00	52,40	36,89
490°C	56,46	59,44	10,69
540°C	45,97	55,28	4,46

Área (mJ) – M12 – 60 min			
	Água	Ar	Forno
465°C	18,66	13,76	8,88
490°C	83,54	4,76	6,40
540°C	0,19	1,67	3,41

4.2.3. Molas M6

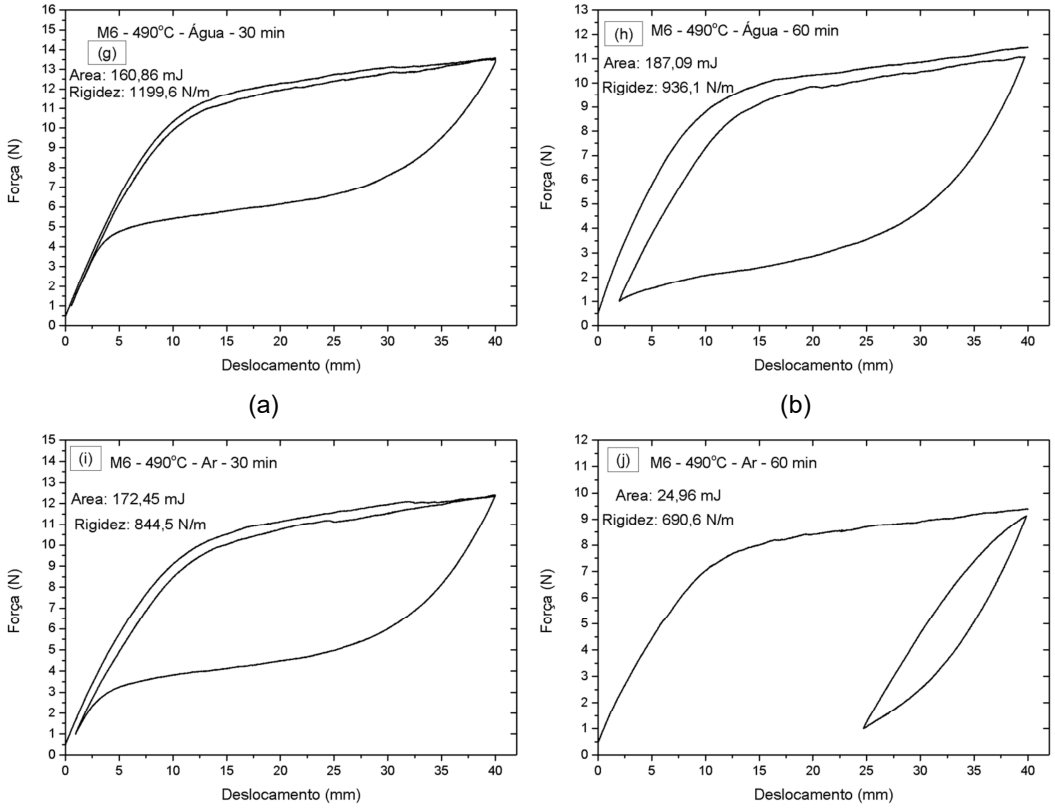
As Figuras 70-72 mostram os resultados dos ensaios de tração nas molas M6. Esses gráficos mostram o carregamento inicial, partindo de 0 mm e com 1 N de pré carga e o último ciclo de carregamento. Como nos resultados das molas M12, as molas M6 que possuem um comportamento pseudoelástico retém uma deformação residual, devido ao fato de que a temperatura dos ensaios de tração (23°C) está ligeiramente abaixo de A_f. Assim, durante os ciclos de carregamento, parte do material experimenta uma transformação de volta para B2 e outra parte mantém a microestrutura de B19' demaclada.





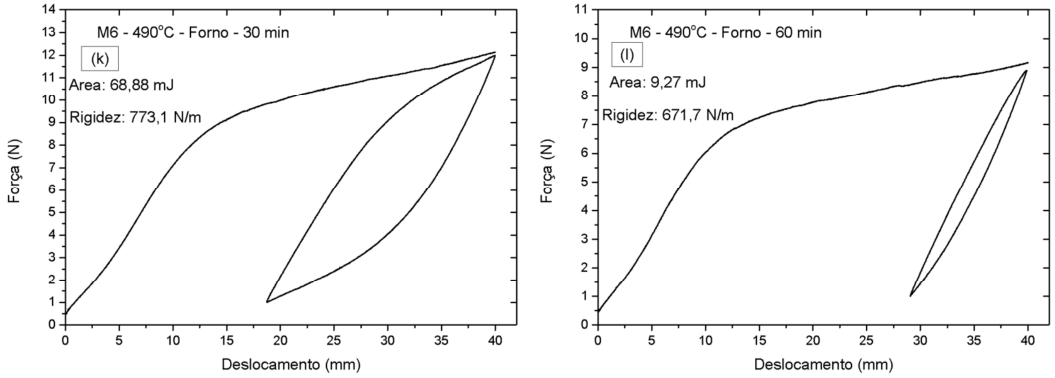
(e) (f)

Figura 70 – Resultados de os ensaios de Tração das molas helicoidais M6 tratadas a 465°C para as seguintes condições: (a) 30 min e resfriado na água; (b) 60 min e resfriado na água; (c) 30 min e resfriado no ar, (d) 60 min e resfriado no ar; (e) 30 min e resfriado no forno, (f) 60 min e resfriado no forno



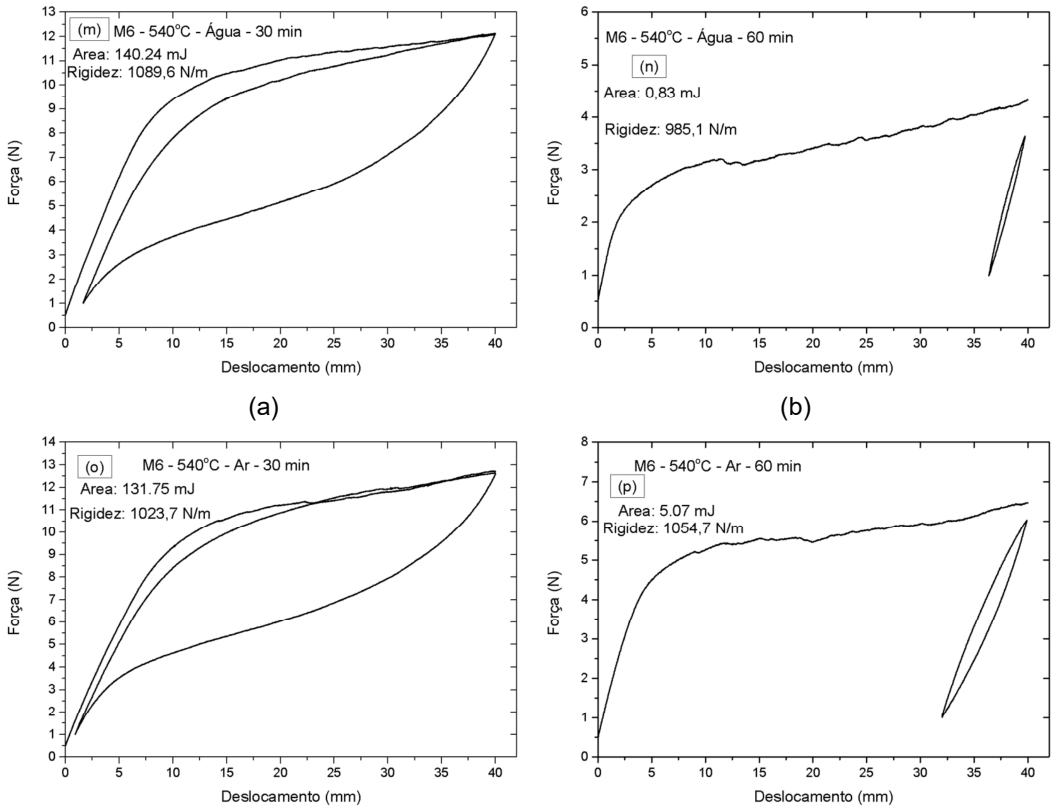
(a) (b)

(c) (d)



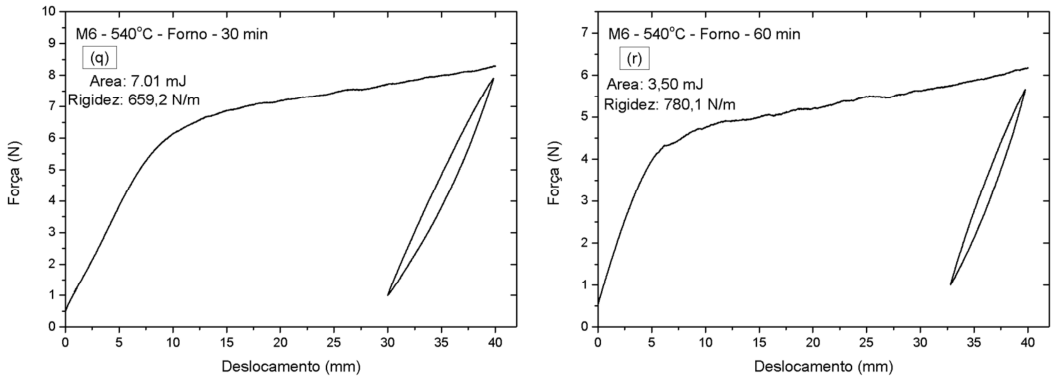
(e) (f)

Figura 71 – Resultados de os ensaios de Tração das molas helicoidais M6 tratadas a 490°C para as seguintes condições: (a) 30 min e resfriado na água; (b) 60 min e resfriado na água; (c) 30 min e resfriado no ar, (d) 60 min e resfriado no ar; (e) 30 min e resfriado no forno, (f) 60 min e resfriado no forno



(a) (b)

(c) (d)



(e) (f)

Figura 72 – Resultados de os ensaios de Tração das molas helicoidais M6 tratadas a 540°C para as seguintes condições: (a) 30 min e resfriado na água; (b) 60 min e resfriado na água; (c) 30 min e resfriado no ar, (d) 60 min e resfriado no ar; (e) 30 min e resfriado no forno, (f) 60 min e resfriado no forno

Na Figura 73 pode-se observar melhor o comportamento das molas M6. Os tratamentos térmicos a 30 minutos são representados através das linhas pretas enquanto que os de 60 minutos em linhas azuis. Manteve-se a tendência de redução das tensões de início de transformação de fase com tratamentos mais demorados, sendo mais crítico com temperaturas mais elevadas. O efeito pseudoelástico também foi observado para os resfriamentos mais rápidos. Porém, para as molas M6, também se observou o efeito pseudoelástico no tratamento feito a 465°C, por 30 min e resfriado no forno. Analisando a Fig 52a e a Fig. 58e, pode-se supor que houve uma competição entre os processos de recristalização e de nucleação dos precipitados. O tratamento térmico a 465°C, por 30 min e resfriado no forno pode ter gerado uma recristalização parcial, porém com maior tempo de resfriamento. Isto possibilitaria uma maior precipitação de Ti_3Ni_4 o que aumenta, assim, a separação entre a transformação B19'→R e R→B2, mantendo a temperatura do ensaio acima da primeira transformação, o que possibilitaria a aparição do efeito pseudoelástico. É necessário a realização de ensaios de microscopia para confirmar essas suposições.

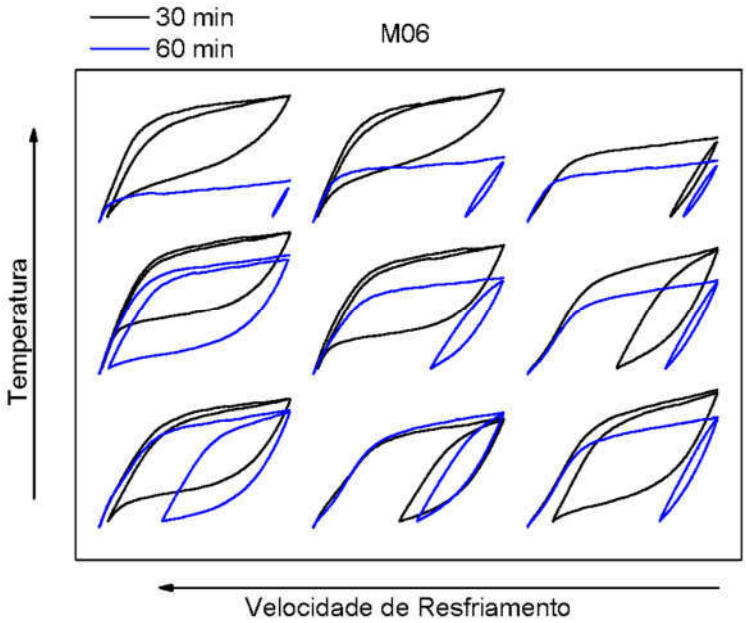


Figura 73 Compilado dos resultados de tração das molas M6

Constata-se na Fig. 73 que para temperaturas mais elevadas o laço de histerese tende a ficar mais estreito, diminuindo assim a quantidade de energia que pode ser removida do sistema. Com exceção da mola tratada a 465°C, por 30 min e resfriada no forno, onde as velocidades de resfriamento mais lentas tendem por diminuir as tensões de transformação.

Tabela 10 – Valores de Rigidez das Molas M6

Rigidez (N/m) – M6 – 30 min			
	Água	Ar	Forno
465°C	756,0	677,4	776,1
490°C	1199,6	844,5	773,1
540°C	1089,6	1023,7	659,2

Rigidez (N/m) – M6 – 60 min			
	Água	Ar	Forno
465°C	734,4	707,4	746,5
490°C	936,1	690,6	671,7
540°C	985,1	1054,7	780,1

Tabela 11 – Trabalho equivalente a área das molas M12

Área (mJ) – M6 – 30 min			
	Água	Ar	Forno
465°C	175,12	67,64	168,42
490°C	160,86	172,45	68,88
540°C	140,24	131,75	7,01

Área (mJ) – M6 – 60 min			
	Água	Ar	Forno
465°C	111,53	42,97	14,48
490°C	187,09	24,96	9,27
540°C	0,83	5,07	3,50

As Tabelas 10 e 11 mostram os resultados obtidos de rigidez e a área relacionada à energia dissipada (laço de histerese) pelas molas M6, respectivamente.

Pode-se perceber que é possível para mola M6, estabelecer um controle maior sobre o valor de rigidez obtido em função do tratamento térmico utilizado, em comparação com as molas M12. Para as molas M6 foi encontrado uma variação de 81,98% da rigidez ao comparar as molas de maior rigidez (490°C, 30 min e refrigerada a água) com as de menor rigidez (540°C, 30 min e refrigerada no forno). Observa-se uma tendência de encontrar os maiores valores de rigidez para tratamentos térmicos com resfriamentos mais bruscos e realizados em temperaturas mais altas. Na maioria dos casos, para o tratamento feito por 30 min obteve-se também o maior valor rigidez, seguindo o mesmo padrão obtido para as molas M12.

Similar ao encontrado nas molas M12, o efeito pseudoelástico é encontrado principalmente nos tratamentos por 30 min e resfriados na água e no ar. O efeito de memória de forma é encontrado para os tratamentos por 60 min e resfriados no forno ou tratados as 540°C. Os outros tratamentos, em sua maioria, resultaram em um comportamento misto, retendo parte da transformação B2->B19', mantendo assim uma deformação que só é recuperada com um aquecimento.

No efeito pseudoelástico o maior laço de histerese foi encontrado na mola tratada a 490°C por 60 min e resfriada na água. Porém, analisando a Fig. 71b percebe-se que esse valor elevado está associado ao fato da transformação de fase ocorrer durante todo o ciclo, ou seja, caso tenha uma queda na temperatura essa mola terá um comportamento misto. A mola com a segunda maior área é a tratada a 465°C por 30 min e resfriada na água, apesar de ter uma dissipação 14,02% menor, ela tem o laço de histerese bem definido e não será tão influenciada pela queda de temperatura (Fig. 70a).

Do mesmo modo que para as molas M12, para as molas M6 percebe-se que os tratamentos a temperaturas mais elevadas fazem cair significativamente o patamar de transformação de fase, como pode ser visto nas Figs 72b e 72d-f. Para se obter molas com maior dissipação é interessante a presença de patamares de transformação de fase mais elevados, como na mola tratada a 490°C por 60 min e refrigerada no ar (Fig. 66d). Para esta condição obteve-se um valor de energia de dissipação igual a 24,96 mJ, sendo o maior valor entra as molas de memória de forma. Pelo que se observou nos testes realizados, para obter uma mola com efeito de memória de forma, um patamar elevado de transformação e uma boa dissipação de energia, são recomendados processos envolvendo tratamentos térmicos com resfriamento lento, maior duração do tratamento e com temperaturas não muito altas.

5. Conclusão e Sugestões para Trabalhos Futuros

5.1. Conclusão

As Ligas de memória de forma são materiais que despertaram o interesse de diversas áreas do conhecimento, com diversas aplicações utilizando elementos de SMA, sendo que muitas delas envolvem a sua aplicação no formato de molas. Suas características termomecânicas dependem significativamente do processamento a qual o material é submetido. Desta forma, o estudo do comportamento termomecânico de molas de SMA em função do tratamento térmico utilizado na fabricação das mesmas apresenta relevância científica e tecnológica.

Neste trabalho realizou-se uma série de tratamentos térmicos diferentes, em molas helicoidais com duas geometrias, com o objetivo de avaliar a influência que as variáveis selecionadas para os tratamentos térmicos têm no comportamento final das molas. Foram utilizadas quatro variáveis, temperatura, velocidade de resfriamento, tempo do tratamento e a tensão aplicada no material durante tratamento térmico. A partir de dados obtidos de ensaios de tração e de DSC foi possível avaliar o comportamento termomecânico das molas.

Os resultados dos ensaios de DSC mostram que a temperatura do tratamento térmico foi o parâmetro que teve maior influência no comportamento dos fios e molas, causando variações tanto nas temperaturas de transformação quanto no número de transformações, indo de acordo com o observado em várias referências. O método de resfriamento e tempo de tratamento térmico também geraram alguns efeitos significativos no comportamento termomecânico. Pelos resultados foi encontrado uma variação máxima de 31,46 °C para A_F.Esses resultados serviram de base para as análises dos ensaios de tração, porém é necessário ensaios de microscopia para comprovar algumas conclusões observadas.

Os resultados experimentais dos ensaios de tração mostram que os tratamentos térmicos dos fios influenciam de forma considerável o módulo de elasticidade, obtendo uma variação de até 127%. Também influenciou nas tensões de inicio de transformação, com variação máxima de 334.9% e variação de 44,9% para as deformações máximas obtidas. Isso permite que o processo de fabricação possa ser utilizado para ajustar as deformações máximas e o módulo de elasticidade dos fios de SMA.

Para as molas helicoidais, foi observado que os parâmetros do tratamento

térmico afetam de forma significativa o comportamento das molas, possibilitando que através da escolha dos parâmetros utilizados no procedimento de fabricação das molas seja possível estabelecer o comportamento pretendido. Para o efeito memória de forma é recomendado tratamentos mais longos e com resfriamentos mais lentos, já o efeito pseudoelástico é encontrado principalmente em tratamentos com temperaturas mais elevadas por 30 minutos e resfriamentos bruscos. Também, através do ajuste dos parâmetros do tratamento termomecânico, é possível estabelecer valores para a rigidez, podendo quase dobrar seus valores, capacidade de dissipação de energia e o nível de carga necessário para realizar as transformações de fase em molas helicoidais de SMA, que tendem a cair bastante para tratamentos mais longos com temperaturas elevadas.

5.2. Trabalhos Futuros

Recomenda-se para dar continuidade a essa pesquisa a realização do tratamento térmico de solubilização no material utilizado na fabricação das molas, a fim de remover qualquer indicio dos tratamentos termomecânicos aplicados pelo fabricante do arame. Garantido total controle do tratamento a que o material será submetido.

Como constatado, a temperatura e o tempo do tratamento são as variáveis que mais produzem mudanças no comportamento da liga. A fim de aprofundar o conhecimento, recomenda-se a fabricação de mais fios e molas em temperaturas mais baixas e também realizar os tratamentos com maior duração. Também é interessante analisar novas amostras no DSC após a estabilização dos ciclos dos fios e molas, para conhecer o comportamento final das ligas NiTi.

Um outro trabalho seria realizar a análise da microestrutura, observando os precipitados (Ni_3Ti_4) e variações na composição química da matriz e as deformações dos grãos, através de microscopia eletrônica de varredura, para um estudo mais detalhado de suas influências nas propriedades das ligas NiTi.

Por fim, realizar estudo do efeito do tratamento térmico no comportamento a fadiga do material, tanto a fadiga estrutural como a fadiga funcional. Também analisar os efeitos no treinamento para o efeito *two-way*. E analisar comportamento dinâmico das molas, observando como a variação da frequência de carregamento irá afetar o comportamento das molas.

Referências

Aguiar, Ricardo Alexandre Amar de. “Análise da Redução de Vibrações em sistemas mecânicos Utilizando Ligas com Memória de Forma.” *"Tese de Doutorado" Coppe UFRJ*, 2011.

Aguiar, Ricardo Alexandre Amar de, Marcelo Amorim Savi, e Pedro Manuel Calas Lopes Pacheco. “Experimental investigation of vibration reduction using shape memory alloys.” *Journal of Intelligent Material Systems ans Structures*, 2013.

BARBARINO, S, E I SAAVEDRA FLORES, R M AJAJ, I DAYYANI, e M I FRISWELL. *A Review on Shape Memory Alloys with Applications to Morphing Aircraft.* Smart Materials and Structures, 2014.

CORRÊA FILHO, L N. “Efeito do Tratamento Térmico nas Propriedades Mecânicas e Térmicas de uma Liga NiTi Pseudoelástica.” *"Dissertação de Mestrado" Universidade de Brasília*, 2013.

DA HORA, Rodolpho B. “Análise Numérica e Experimental da Dissipação de Energia em elementos Pseudoelásticos.” *"Dissetação de Mestrado" CEFET/RJ*, 2015.

da Hora, Rodolpho Barbosa, Vinicius Gonçalves Rodrigues, Marcelo Amorim Savi, Ricardo Alexandre Amar de Aguiar, e Pedro Manuel Calas Lopes Pacheco. “ANALYSIS OF THE PSEUDOELASTIC BEHAVIOR OF HELICAL SPRING ATTENUATORS USING THE FINITE ELEMENT METHOD.” *CONEM*, 2014.

DE AZEVEDO, Armando J M. “Análise de Fadiga em Fios com Memória de Forma Submetidos a Ciclos Termomecânicos.” *"Dissertação de Mestrado" CEFET/RJ*, 2016.

Duarte, Brenno Tavares, Ricardo Alexandre Amar de Aguiar, e Pedro Manuel Calas Lopes Pacheco. “ANALYSIS OF THE EFFECT OF HEAT TREATMENTS IN THE MANUFACTURING PROCESS OF SHAPE MEMORY ALLOY SPRING.” *COBEM - International Congress of Mechanical Engineering*, 2017.

Fan, Genlian, Wei Chen, Sen Yang, Jinhua Zhu, Ren Xiaobing, e Otsuka Kazuhiro. “Origin of abnormal multi-stage martensitic transformation behavior in aged Ni-rich Ti–Ni shape memory alloys.” *Acta Materialia*, 2004.

Fan, Q.C., et al. “Influences of transformation behavior and precipitates on the deformation behavior of Ni-rich NiTi alloys.” *Materials Science & Engineering A*, 2017.

FOLLADOR, M., M. CIANCHETTI, A. ARIENTI, e C. LASCHI. “A General Method for the Design and Fabrication of Shape Memory Alloy Active Spring Actuators.” *Smart Materials and Structures*, 2012.

FRENZEL, J., E.P. GEORGE, A. DLOUHY, Ch. SOMSN, M.F.-X. WAGNER, e G. EGGELER. “Influence of Ni on Martensitic Phase Transformations in NiTi Shape Memory Alloys.” *Acta Materialia*, 2010.

FROST, Miroslav, Petr SEDLÁK, Lukás KADERÁVEK, Ludek HELLER, e Petr SITTNER. “Modeling of Mechanical Response of NiTi Shape Memory Alloy Subjected to Combined Thermal and Non-Proportional Mechanical Loading: A Case Study on Helical Spring Actuator.” *Journal of Intelligent Materials Systems and Structures*, 2016.

HEIDARI, B, M KADKHODAEI, M BARATI, e F KARIMZADEH. “Fabrication and Modeling of Shape Memory Alloy Springs.” *Smart Materials and Structures*, 2016.

Hibbeler, Russell Charles. *Resistência dos Materiais.* 7a. Editora Pearson, 2010.

Karimzadeh, M, M.R. Aboutalebi, M.T. Salehi, S.M. Abbasi, e M. Morakabati. “Effects of Thermomechanical Treatments on the Martensitic Transformation and Critical Stress of Ti-50.2 at.% Ni Alloy.” *Journal of Alloys ans Compounds*, 2015.

Khaleghi, Fatemeh, Jafar Khalil-Allafi, Vahid Abbasi-Chianeh, e Soheil Noori. “Effect of short-time annealing treatment on the superelastic behavior of cold drawn Ni-Rich NiTi shape memory wires.” *Journal of Alloys and Compounds*, 2013.

LAGOUDAS, DIMITRI C, e DAVID A MILLER. “Influence of Cold Work and Heat Treatment on The Shape Memory Effect and Plastic Strain Development of NiTi.” *Materials Science and Engineering*, 2001.

LAGOUDAS, Dimitris C. *Shape Memory Alloys - Modeling and Engineering Applications.* 2008.

Leal, Pedro B.C., e Marcelo A. Savi. “Shape memory alloy-based mechanism for aeronautical application - Theory,optimization and experiment.” *Aerospace Science and Technology*, 2017.

LESTER, Brian, Theocharis BAXEVANIS, Yves CHEMISKY, e Dimitris LAGOUDAS. “Review and Perspectives: Shape Memory Alloy Composite Systems.” *Acta Mechanica*, 2015.

MAHMUD, ABDUS SAMAD. “Thermomechanical Treatment of Ni-Ti Shape Memory Alloy.” *"Dissertação de Doutorado" The University of Western Australia*, 2009.

Nishida, M, B Karbakhsh Ravari, e S Farjami. “Effects of Ni concentration and aging conditions on multistage martensitic transformation in aged Ni-rich Ti–Ni alloys.” *Acta Materialia*, 2014.

Otsuka, k, e C. M. Wayman. *Shape Memory Materials.* 1998.

OTSUKA, K, e X REN. “Physical Metallurgy of Ti-Ni-Based Shape Memory Alloys.” *Progress in Material Science*, 2005.

Razali, Muhammad Fauzinizam, e Abdus Samad Mahmud. “Gradient deformation behavior of NiTi alloy by ageing treatment.” *Journal of Alloys and Compounds*, 2015.

Sandinox. *Nitinol F2063.* 2016. http://www.sandinox.com.br/produtos_descricao_v7.php (acesso em 18 de Janeiro de 2019).

SAVI, Marcelo, Pedro Manuel PACHECO, Maurício GARCIA, RIcardo AGUIAR, Luís Felipe de SOUZA, e Rodolpho DA HORA. “Nonlinear Geometric Influence on the Mechanical Behavior of Shape Memory Alloy Helical Springs.” *Smart Materials and Structures*, 2015.

Sitnikova, Elena, Ekaterina Pavlovskaia, Marian Wiercigroch, e Marcelo A. Savi. “Vibration reduction of the impact system by an SMA restraint: numerical studies.” *International Journal of Non-Linear Mechanics*, 2008.

ANEXO A – Certificado de Qualidade

SANDINOX Biomateriais

Certificado de Qualidade Nº.: 27869/16

Cliente : PEDRO MANUEL CALAS LOPES PACHECO
Pedido Cliente : Flavio Viola
Referências Internas: SANDINOX **Nota Fiscal Nº.:** 9.848
Certificado de Origem Nº.: 1002211 -

Liga / Material:	Especificações:	Tratamento Térmico:	
Níquel-Titânio	ASTM F2063	Recozido	
Acabamento:	**Produto** (Estado Físico):	**Dimensões** (mm):	**Tolerância:**
Polido trefilaçao	Arame	0,90mm.	+/- 0,02032
Comprimento (mm):	**Peso:**	**Quantidade:**	
	0,09 KG	20,00 metros	

Composição Química (%) **Corrida :** C91018063

Ti	Cr	Cu	H	Fe	Nb	N+O	C	Co
Saldo	0,0030	0,0007	< 0,0050	0,0190	0,0001	0,0273	0,0261	0,0001
Ni	**N**	**O**						
55,9700	0,0015	0,0258						

Propriedades Mecânicas

Alongamento: 16,40 %
Escoamento: 578 MPa
Resistência a Tração: 1.484 MPa
Tamanho de Grão - Conforme norma ASTM E112
Obtido: 8,0

Obs :
Alguns dados foram extraídos do certificado de origem do fabricante da matéria prima.

Data 09/08/2016 10:54:55

Depto. de Qualidade

SANDINOX Comércio, Importação e Exportação Ltda * Rua Pedro de Almeida Lima, nº 700 - Éden - CEP 18103-040
SOROCABA (SP) * Fone/Fax: +55.15.3335-3565 * e.mail: sandinox@sandinox.com * www.sandinox.com.br