



UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO  
CENTRO DE TECNOLOGIA E GEOCIÊNCIAS  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA  
CURSO DE GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

MAYANA VASCONCELOS SANTOS

**CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITO DE MATRIZ POLIMÉRICA REFORÇADO  
COM LIGAS COM MEMÓRIA DE FORMA PARA APLICAÇÃO NA INDÚSTRIA DE  
PETRÓLEO E GÁS NATURAL**

Recife

2018

MAYANA VASCONCELOS SANTOS

**CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITO DE MATRIZ POLIMÉRICA REFORÇADO  
COM LIGAS COM MEMÓRIA DE FORMA PARA APLICAÇÃO NA INDÚSTRIA DE  
PETRÓLEO E GÁS NATURAL**

Trabalho de Conclusão de Curso  
apresentado ao Departamento de  
Engenharia Mecânica da Universidade  
Federal de Pernambuco, como requisito  
parcial para a obtenção do título de  
Bacharel em Engenharia Mecânica.

**Orientador:** Prof<sup>o</sup>. Dr. Cezar Henrique Gonzalez.

Recife  
2018

**Catálogo na fonte:**

Bibliotecária Valdicéa Alves, CRB-4 / 1267

S237c Santos, Mayana Vasconcelos.

Caracterização de compósito de matriz polimérica reforçado com ligas com memória de forma para aplicação na indústria de petróleo e gás natural / Mayana Vasconcelos Santos - 2018.

53folhas, Il. e Tab.

Orientador: Profº. Dr. Cezar Henrique Gonzalez.

TCC (Graduação) – Universidade Federal de Pernambuco. CTG. Curso de Engenharia Mecânica, 2018.

Inclui Referências.

1. Engenharia Mecânica. 2. Materiais inteligentes. 3. Materiais compósitos. 4. Ligas de Ti-Ni. 5. Efeito memória de forma. I. Gonzalez, Cezar Henrique (Orientador). II. Título.

UFPE

621 CDD (22. ed.)

BCTG/2018-366

MAYANA VASCONCELOS SANTOS

**CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITO DE MATRIZ POLIMÉRICA REFORÇADO  
COM LIGAS COM MEMÓRIA DE FORMA PARA APLICAÇÃO NA INDÚSTRIA DE  
PETRÓLEO E GÁS NATURAL**

Trabalho de Conclusão de Curso  
apresentado ao Departamento de  
Engenharia Mecânica da Universidade  
Federal de Pernambuco, como requisito  
parcial para a obtenção do título de  
Bacharel em Engenharia Mecânica.

Aprovada em: \_\_\_\_/\_\_\_\_/\_\_\_\_.

**BANCA EXAMINADORA**

---

Prof<sup>o</sup>. Dr. Cezar Henrique Gonzalez (Orientador)  
Universidade Federal de Pernambuco

---

Prof<sup>o</sup>. Dr. Carlos Augusto do Nascimento Oliveira (Examinador Interno)  
Universidade Federal de Pernambuco

---

Prof<sup>o</sup>. Dr. Yogendra Prasad Yadava (Examinador Interno)  
Universidade Federal de Pernambuco

## **AGRADECIMENTOS**

À Petrobras pelo financiamento desse trabalho através do programa de formação de recursos humanos em tecnologia de equipamentos para atuação no setor de petróleo, gás e biocombustíveis – PRH-PB203.

Ao professor Cezar Gonzalez pela orientação, ensinamentos e paciência durante a pesquisa.

À minha mãe Eliana, e a minha irmã Mayara que durante todo o curso me deram apoio e incentivo.

Aos técnicos Janaína e Ivaldo pela colaboração e boa vontade na realização dos experimentos no Laboratório de Metalografia do Departamento de Engenharia Mecânica da UFPE.

À aluna de mestrado Jessica pela disponibilidade e auxílio sempre que solicitada.

Aos professores do curso de graduação em Engenharia Mecânica da UFPE por contribuírem com a minha formação.

## RESUMO

Os materiais inteligentes são uma classe de materiais nas quais suas propriedades podem ser modificadas através de estímulos externos de origem elétrica, mecânica, térmica dentre outras. As ligas metálicas com memória de forma constituem uma classe desses materiais inteligentes que são capazes de retornar a uma forma original previamente estabelecida através de variações na temperatura ou aplicação de tensão mecânica. Existe uma grande variedade de aplicações dessas ligas que depende da integração com outros materiais, formando um compósito. Um compósito é um material formado por dois ou mais materiais distintos visando à obtenção de novas propriedades ou uma combinação das propriedades dos elementos que constituem esse compósito. Este trabalho tem como objetivo geral a produção de um compósito com características memória de forma, tendo como reforço fios ou lâminas Ti-Ni em uma matriz de resina poliéster e de silicone. A pesquisa foi desenvolvida utilizando técnicas de: caracterização da liga por microscopia ótica, mapeamento dos tratamentos térmicos aplicados por calorimetria diferencial de varredura (DSC) e avaliação dos deslocamentos reversíveis por linear variable differential transformer (LVDT). As ligas e a confecção dos corpos de prova dos compósitos apresentam o efeito memória de forma. O resultado da caracterização da liga permitiu a visualização de estruturas morfológicas da fase martensítica e os compósitos submetidos aos testes de medição do deslocamento reversível mostraram uma melhor mobilidade dos compósitos de silicone em relação aos de resina poliéster.

Palavras-chave: Materiais inteligentes. Materiais compósitos. Ligas de Ti-Ni. Efeito memória de forma.

## **ABSTRACT**

The intelligent materials are a class of materials in which their properties can be modified through external stimuli of electrical, mechanical and thermal, among others. Shape memory metal alloys are a class of such intelligent materials that are capable of returning to a previously established original shape through variations in temperature or mechanical stress application. There is a wide variety of applications of these alloys depending on the integration with other materials, forming a composite. A composite is a material formed by two or more distinct materials aiming at obtaining new properties or a combination of the properties of the elements that make up this composite. The general objective of this work is the production of a composite with shape memory characteristics, having as reinforcement wires or Ti-Ni blades in a matrix of polyester resin and silicone. The research was developed using: alloy characterization by optical microscopy, mapping of the thermal treatments applied by differential scanning calorimetry (DSC) and evaluation of the reversible displacements by linear variable differential Transformer (LVDT). The alloys and the preparation of the composite specimens present the shape memory effect. The results of the alloy characterization allowed the visualization of morphological structures of the martensitic phase and the composites submitted to the test of measurement of the reversible displacement showed a better mobility of the silicone composites in relation to those of polyester resin.

**Keywords:** Smart materials. Composite materials. Ti-Ni alloys. Shape memory effect.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 –	Transformação de fase das ligas com memória de forma .	16
Figura 2 –	Deformação da rede da fase austenítica .....	17
Figura 3 –	Acomodação por maclação e deslizamento .....	17
Figura 4 –	Curva de transformação de uma LMF .....	18
Figura 5 –	Esquema do efeito memória de forma simples .....	19
Figura 6 –	Esquema do efeito memória de forma reversível .....	20
Figura 7 –	Esquema da superelasticidade .....	20
Figura 8 –	Diagrama de fase de Ti-Ni em percentual atômico .....	21
Quadro 1 –	Propriedades desejáveis para os materiais da matriz .....	23
Figura 9 –	Ligas laminadas .....	26
Figura 10 –	Disposição das amostras para o tratamento térmico .....	28
Figura 11 –	Esquema simplificado do treinamento .....	29
Figura 12 –	Vista isométrica dos moldes com dimensões em milímetros .....	30
Figura 13 –	Obtenção do compósito .....	31
Figura 14 –	Montagem do dispositivo para medição .....	33
Figura 15 –	Curva DSC do fio tratado a 400°C por 2h .....	35
Figura 16 –	Curva DSC do fio tratado a 500°C por 2h .....	35
Figura 17 –	Curva DSC da lâmina de 0,2mm tratada a 400°C por 2h ..	36
Figura 18 –	Curva DSC da lâmina de 0,2mm tratada a 500°C por 2h ..	37
Figura 19 –	Curvas DSC do fio tratado a 500°C. a) 1 hora, b) 2 horas, c) 4 horas, d) 8 horas, e) 12 horas e f) 24 horas .....	38
Figura 20 –	Curvas DSC da lamina 0,2mm de espessura tratada a 500°C. a) 1 hora, b) 2 horas, c) 4 horas, d) 8 horas, e) 12 horas e f) 24 horas .....	40
Figura 21 –	Fotografia em microscopia ótica das lâminas de Ti-Ni tratadas termicamente. a) Tratamento 500°C por 2h e b) Tratamento 500°C por 24h .....	44
Figura 22 –	Gráficos do deslocamento em função da temperatura dos compósitos de silicone de 1 bloco. a) Fio 2h, b) Fio 24h, c) Lâmina 0,2mm de espessura 2h e d) Lâmina 0,2mm	

	de espessura 24h .....	45
Figura 23 –	Gráficos do deslocamento em função da temperatura dos compósitos de silicone de 2 blocos. a) Fio 2h, b) Fio 24h, c) Lâmina 0,2mm de espessura 2h e d) Lâmina 0,2mm de espessura 24h .....	46

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 –	Características da liga .....	25
Tabela 2 –	Tratamentos térmicos realizados .....	34
Tabela 3 –	Temperaturas críticas resultante dos tratamentos térmicos a 400 °C para a liga de Ti-Ni em diferentes espessuras .....	41
Tabela 4 –	Temperaturas críticas resultante dos tratamentos térmicos a 500 °C para a liga de Ti-Ni em diferentes espessuras .....	42
Tabela 5 –	Resultados obtidos da medição com LVDT. a) Compósito de 1 bloco e b) Compósito de 2 blocos .....	47

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b> .....	<b>12</b>
1.1	JUSTIFICATIVA .....	13
<b>2</b>	<b>OBJETIVOS</b> .....	<b>14</b>
2.1	OBJETIVO GERAL .....	14
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....	14
<b>3</b>	<b>FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA</b> .....	<b>15</b>
3.1	HISTÓRICO DO EFEITO DE MEMÓRIA DE FORMA .....	15
3.2	EFEITO MEMÓRIA DE FORMA .....	15
3.3	TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA .....	16
3.4	PONTOS CRÍTICOS DA TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA .....	17
3.5	PROPRIEDADES TERMOELÁSTICAS DAS TRANSFORMAÇÕES MARTENSÍTICAS .....	18
<b>3.5.1</b>	<b>Efeito memória de forma simples</b> .....	<b>18</b>
<b>3.5.2</b>	<b>Efeito memória de forma reversível</b> .....	<b>19</b>
<b>3.5.3</b>	<b>Superelasticidade</b> .....	<b>20</b>
3.6	LIGAS DE TITÂNIO-NÍQUEL .....	20
3.7	FASE ROMBOÉDRICA (FASE R) .....	21
3.8	MATERIAIS COMPÓSITOS .....	22
<b>3.8.1</b>	<b>Matriz</b> .....	<b>23</b>
<b>3.8.2</b>	<b>Reforço</b> .....	<b>24</b>
<b>4</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	<b>25</b>
4.1	OBTENÇÃO DAS LIGAS COM MEMÓRIA DE FORMA .....	25
4.2	TRATAMENTOS TÉRMICOS .....	26
4.3	CARACTERIZAÇÃO TÉRMICA .....	26
4.4	CARACTERIZAÇÃO MORFOLÓGICA .....	27
4.5	TREINAMENTO DA LIGAS .....	27
4.6	MOLDAGEM DOS CORPOS DE PROVA .....	29
4.7	COMPORTAMENTO TERMOELÁSTICO .....	31
<b>4.7.1</b>	<b>Montagem de dispositivo</b> .....	<b>32</b>
<b>5</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	<b>34</b>
5.1	ESTUDO E SELEÇÃO DO TRATAMENTO TÉRMICO .....	34

<b>5.1.1</b>	<b>Resultados da calorimetria para o fio de 0,49mm de diâmetro .....</b>	<b>37</b>
<b>5.1.2</b>	<b>Resultados da calorimetria para a lâmina de 0,2mm de espessura .....</b>	<b>39</b>
<b>5.1.3</b>	<b>Comportamento das temperaturas de transformação .....</b>	<b>40</b>
<b>5.2</b>	<b>CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL E MICROESTRUTURAL .....</b>	<b>43</b>
<b>5.3</b>	<b>AVALIAÇÃO DA MOBILIDADE DOS COMPÓSITOS .....</b>	<b>44</b>
<b>5.3.1</b>	<b>Resultados da medição dos deslocamentos .....</b>	<b>45</b>
<b>6</b>	<b>CONCLUSÕES .....</b>	<b>49</b>
	<b>REFERÊNCIAS .....</b>	<b>50</b>

## 1 INTRODUÇÃO

A demanda na indústria mecânica para a obtenção de componentes cada vez mais específicos e bem adaptados as suas funções, impulsiona o desenvolvimento de novas tecnologias. Neste sentido é observada uma evolução, principalmente na área de materiais e fabricação, com o desenvolvimento de novos materiais que atendam as necessidades estruturais, conhecidos como materiais inteligentes.

Os materiais avançados são aqueles usados em alta tecnologia e incluem os semicondutores, os biomateriais e os materiais do futuro que se subdividem em inteligentes e nanoengenheirados. Os materiais inteligentes têm uma ou mais propriedades que podem ser controladas por estímulos externos de origem elétrica, mecânica, magnética, térmica, dentre outros (CALLISTER, 2002).

Um exemplo desses materiais inteligentes são os metais com memória de forma. O efeito memória de forma é uma propriedade única de certas ligas metálicas de exibirem transformações, deformações elásticas, com a mudança de temperatura. Apesar da liga ser deformada em baixa temperatura, ela recupera sua forma original após aquecimento até uma temperatura crítica, chamada de temperatura da transformação inversa (OTSUKA e WAYMAN, 1998).

A descoberta do efeito memória de forma ocorreu em ligas de Au-Cd e Cu-Zn, sem despertar muito interesse dos pesquisadores. Quando o efeito de memória de forma foi descoberto numa liga de Ti-Ni, em 1962, houve um grande interesse comercial, pois sua aplicação na indústria foi imediata (DUERIG, 1999).

O sucesso da aplicação das ligas com memória de forma depende da integração com vários outros tipos de materiais formando os chamados compósitos, materiais que tem a vantagem de possuírem propriedades de dois ou mais materiais formando assim um novo material com características diferentes dos materiais utilizados na formação desse compósito (GONZALEZ, 2014). Na procura de maneiras práticas de usar as ligas com efeito memória de forma, o desenvolvimento de um compósito se mostra muito interessante. Uma forma de se obter o efeito memória de forma num compósito é a aplicação de ligas com memória de forma em uma matriz polimérica. Procurando aplicações práticas do efeito memória de forma e diante dessa linha de pesquisa será avaliado como as ligas com memória de forma se comportam, em relação à mobilidade, quando imersas numa matriz polimérica a fim de formar um compósito.

## 1.1 JUSTIFICATIVA

O crescimento econômico de um país envolve setores críticos que têm influência direta no seu crescimento. O setor de energia é essencial neste processo. Neste setor destaca-se a produção e refino de petróleo e do gás natural que tem de enfrentar vários desafios: atender à crescente demanda de consumo, diversificar a matriz de fornecimento dos produtos derivados do petróleo (mistura da gasolina com álcool e biodiesel – mistura do diesel com óleos vegetais) e do gás natural, garantir a qualidade dos serviços e produtos e a preservação do meio ambiente. Pontos estratégicos devem ser focalizados para eliminar ou minimizar estes problemas, alguns desses pontos são: redução de perdas, confiabilidade e segurança dos serviços e do meio ambiente, competitividade industrial, gerenciamento de recursos petrolíferos, formação e capacitação científico-tecnológica e geração de tecnologia nacional (SILVA, 2013).

As ligas com memória de forma são bastante úteis na área de Petróleo e Gás Natural na fixação de peças, em conectores de tubulação, em atuadores capazes de exercer um determinado trabalho por meio da variação de temperatura e/ou da aplicação de cargas, como são os casos das mãos robóticas, as válvulas de abertura e fechamento do fluxo de fluídos, entre outros (SONG *ET AL.*, 2010; FERNANDES, 2006; JANI *ET AL.*, 2013).

A importância dos compósitos na engenharia deve-se ao fato de se poder alcançar um material com características diferentes, numa estratégia de produção de materiais avançados por introdução das propriedades específicas dos componentes que formaram o compósito (NASCIMENTO, 2009). Dessa maneira, o estudo das características de um compósito reforçado com ligas de memória de forma se mostra útil para diversas aplicações industriais, além da contribuição experimental para futuros estudos mais aprofundada.

## 2 OBJETIVOS

### 2.1 OBJETIVO GERAL

Este trabalho tem como objetivo geral pesquisar o comportamento de ligas com memória de forma, em relação à mobilidade, quando imersas numa matriz polimérica a fim de formar um compósito.

### 2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Para atingir o objetivo geral precisaremos realizar as seguintes atividades:

- Caracterizar as ligas com efeito memória de forma;
- Determinar os tratamentos térmicos que podem ser aplicados à liga;
- Analisar as transformações de fase através de tratamentos termomecânicos;
- Obter o compósito de Ti-Ni com polímero;
- Estudar o comportamento do compósito formado avaliando as deformações reversíveis.

### 3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

#### 3.1 HISTÓRICO DO EFEITO MEMÓRIA DE FORMA

A primeira descoberta do efeito memória de forma (EMF) ocorreu em 1930 em uma liga de Au-Cd por Chang e Read (OTSUKA e WAYMAN, 1998). Dois anos após, os cientistas Scheil e Ölander, utilizando medições de resistividade e metalografia, descobriu o comportamento termoelástico na mesma liga de Au-Cd, além do comportamento pseudoelástico tipo borracha (QUADROS e GONZALEZ, 1992). Posteriormente, comportamentos semelhantes foram detalhados por G. V. Kurdyumov, agora numa liga de Cu-Zn, o que despertou interesse devido ao processo de fabricação e ao baixo custo dessas ligas. Em 1960 foi descoberto o efeito memória de forma em uma liga equiatômica de Níquel Titânio, que foi patenteado com o nome de Nitinol (Nickel Titanium Naval Ordnance Laboratory), devido à sua descoberta ter ocorrido no laboratório da marinha dos Estados Unidos (BUEHLER, 1963).

As ligas a base de Ferro com EMF foram descobertas apenas na década de 70 (ANDRADE, 1978). Na mesma década, no Brasil, houve um esforço para realização de dissertações de mestrado, relatórios de pesquisas e publicações de vários artigos, para a Fundação Centro Tecnológico de Minas Gerais, liderado pelo Prof. Dr. Evandro Mirra de Paula e Silva e posteriormente pela Profa. Margareth Spangler Andrade e colaboradores (QUADROS e GONZALEZ, 1992).

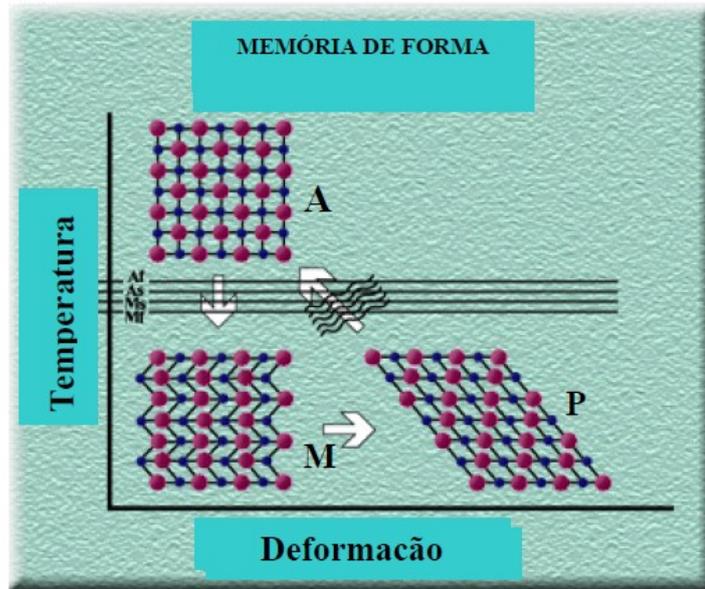
#### 3.2 EFEITO MEMÓRIA DE FORMA

Ligas com efeito de memória de forma apresentam a capacidade de recuperar a sua forma original após serem deformadas plasticamente abaixo da temperatura  $M_f$  (temperatura final da transformação martensítica). Através de um aquecimento acima da temperatura  $A_f$  (temperatura final da transformação austenítica) (PINA, 2006). Neste tipo de transformação existem duas fases envolvidas a martensita (fase de baixa temperatura) e a austenita (fase de alta temperatura).

No efeito memória de forma a recuperação de forma consiste na reversão da martensita induzida termicamente por resfriamento ou mecanicamente (PINA, 2006).

A Figura 1 apresenta as transformações na estrutura cristalina que ocorrem na liga durante o processo de memória de forma.

Figura 1: Transformação de fase das ligas com memória de forma



Fonte: PINA, 2006

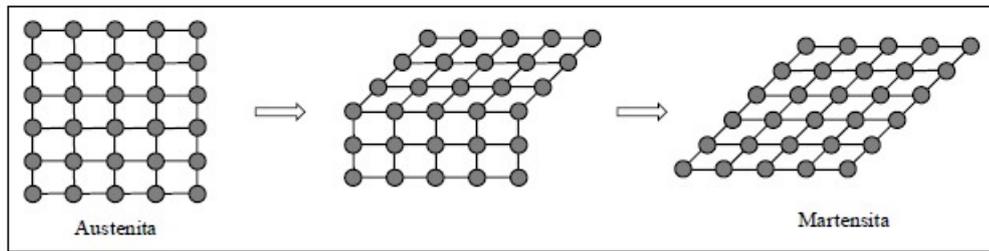
Inicialmente a liga é resfriada na fase austenítica (A) para a fase martensítica (M), depois a estrutura é deformada (P). Em seguida, através do aquecimento a estrutura original é restituída, recuperando sua forma.

### 3.3 TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA

O efeito memória de forma é uma das propriedades das transformações martensíticas termoelásticas. O principal efeito desta propriedade é a recuperação de forma por meio de aquecimento acima das temperaturas críticas de transformação (DUEBIG, 1999). A transformação martensítica que induz o efeito memória de forma ocorre através do cisalhamento de planos e sem a presença de difusão atômica (OTSUKA e REN, 1998).

Durante a deformação da rede cristalográfica a linha de interface entre as duas fases avança em uma linha de átomos onde cada átomo só se move em um comprimento reduzido. Ver Figura 2. A martensita produzida tem uma microestrutura diferente. Isto é, conseqüentemente, com um volume diferente que a fase mãe austenítica (STRANDBERG, 2006).

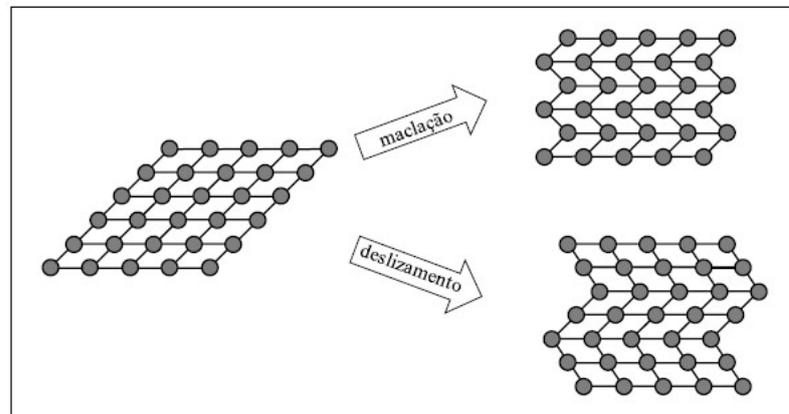
Figura 2: Deformação da rede da fase austenítica



Fonte: STRANDBERG, 2006

Para acomodar à mudança de forma, a rede é submetida a uma segunda sequência de transformações. Durante a acomodação, as células da rede conservam sua forma de paralelogramo. Enquanto isso, o material volta à sua forma macroscópica inicial. Esta acomodação é induzida por mecanismo de deslizamento ou maclação, a Figura 3 mostra esse esquema. As deformações por deslizamento são permanentes, enquanto que a deformação por maclação é reversível (STRANDBERG, 2006).

Figura 3: Acomodação por maclação e deslizamento

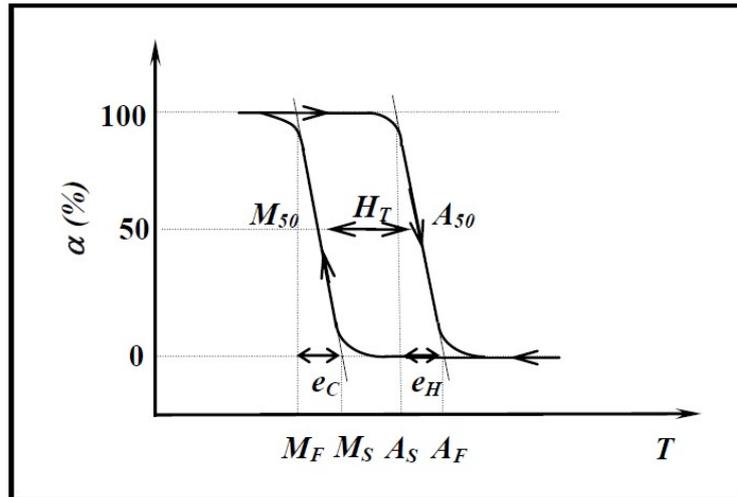


Fonte: STRANDBERG, 2006

### 3.4 PONTOS CRÍTICOS DA TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA

A caracterização térmica das ligas com memória de forma pode ser inicialmente realizada por meio da determinação das temperaturas críticas de transformação. Estas temperaturas podem ser verificadas na Figura 4, que representa uma curva típica da transformação num LMF.

Figura 4: Curva de transformação de uma LMF



Fonte: PINA, 2006

Na Figura 4 são apresentados os principais pontos das transformações que são definidos como se segue:

- $M_s$ : Temperatura de início da transformação martensítica;
- $M_f$ : Temperatura de término da transformação martensítica;
- $A_s$ : Temperatura de início da transformação austenítica;
- $A_f$ : Temperatura de término da transformação austenítica;
- $H_T$ : Histerese térmica.

### 3.5 PROPRIEDADES TERMOELÁSTICAS DAS TRANSFORMAÇÕES MARTENSÍTICAS

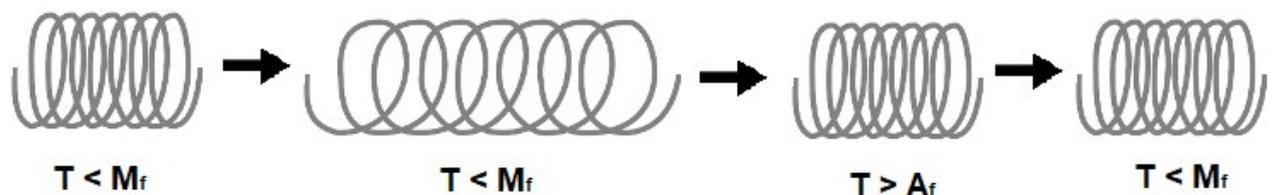
As ligas com memória de forma apresentam dois fenômenos fundamentais: efeito memória de forma e a pseudoelasticidade. O efeito memória de forma pode ser dividido em duas modalidades: efeito memória de forma simples (EMFS) e efeito memória de forma reversível (EMFR).

#### 3.5.1 Efeito memória de forma simples

O efeito memória de forma simples (EMFS) acontece quando um material com a estrutura martensita, ou seja, numa temperatura inferior ao ponto  $M_f$ , sofre um carregamento capaz de gerar uma deformação. A deformação, que persiste após a

retirada de carregamento é chamada de pseudoplástica. Essa deformação desaparece através do aquecimento do material acima da temperatura  $A_f$ . Dessa maneira, o material retorna à fase austenita recuperando a forma geométrica original da fase martensita. Após o resfriamento, até uma temperatura inferior ao  $M_f$ , o material volta a ter forma original recuperada. A Figura 5 esquematiza esse processo, num primeiro momento a mola com estrutura martensita sofre a deformação alongando-se ( $T < M_f$ ), após o aquecimento acima da temperatura  $A_f$  a mola recupera a forma original contraída e mantém essa forma até chegar novamente na temperatura abaixo da  $M_f$ .

Figura 5: Esquema do efeito de memória simples



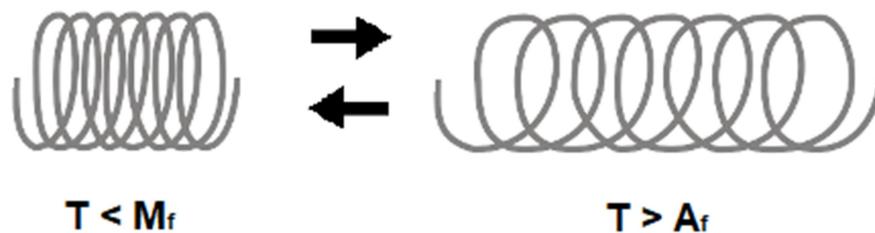
Fonte: Autoria própria

### 3.5.2 Efeito memória de forma reversível

No EMFS é possível apenas a recuperação de forma da fase martensita, já no efeito memória de forma reversível (EMFR) há recuperação das formas das fases austenita e martensita através da variação de temperatura. Esse fenômeno foi observado depois de determinados procedimentos termomecânicos aplicados ao material, esses procedimentos foram denominados de educação ou treinamentos (STALMANS, 1991). Um material, que está na fase martensita, sofre uma deformação causada por um carregamento mantendo-se a temperatura abaixo do  $M_f$ . O carregamento é retirado e o material apresenta uma deformação residual. O material é aquecido até uma temperatura acima do  $A_f$ , recuperando sua forma (SILVA, 2013). Neste processo, as discordâncias são reorganizadas criando um campo de tensões internas que induzem a formação de martensitas orientadas, que guiam o sentido da deformação e recuperação (PINA, 2006). Desta forma, a transformação martensita ocorre sempre no mesmo sentido durante o resfriamento. Na Figura 6 é esquematizado o comportamento de uma mola com o efeito memória

de forma reversível, no exemplo, a mola alonga quando aquecida numa temperatura acima da  $A_f$ , e espontaneamente se contrai quando resfriada abaixo da temperatura  $M_f$ .

Figura 6: Esquema do efeito memória de forma reversível

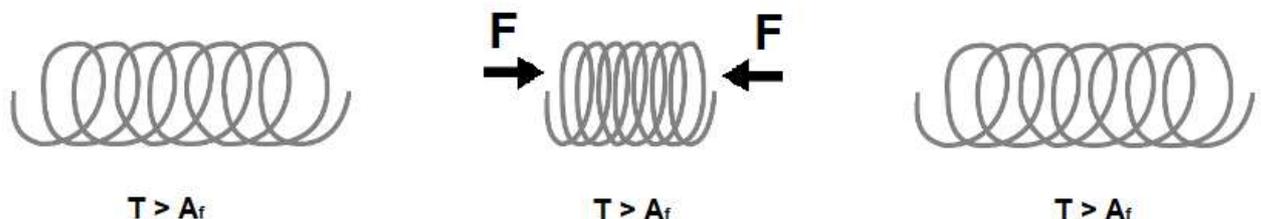


Fonte: Autoria própria

### 3.5.3 Superelasticidade

A superelasticidade é o fenômeno onde a martensita é induzida, ainda na fase austenita, através da aplicação de um carregamento (OLIVEIRA, 2007). Na Figura 7 é esquematizado o fenômeno da superelasticidade. A aplicação de uma tensão suficientemente elevada na fase austenita induz a transformação desta na martensita, onde apenas crescerão as variantes da martensita de orientação favorável à direção do carregamento. A fase austenita reaparece assim que o carregamento é retirado, recuperando também a sua forma inicial.

Figura 7: Esquema da superelasticidade



Fonte: Autoria própria

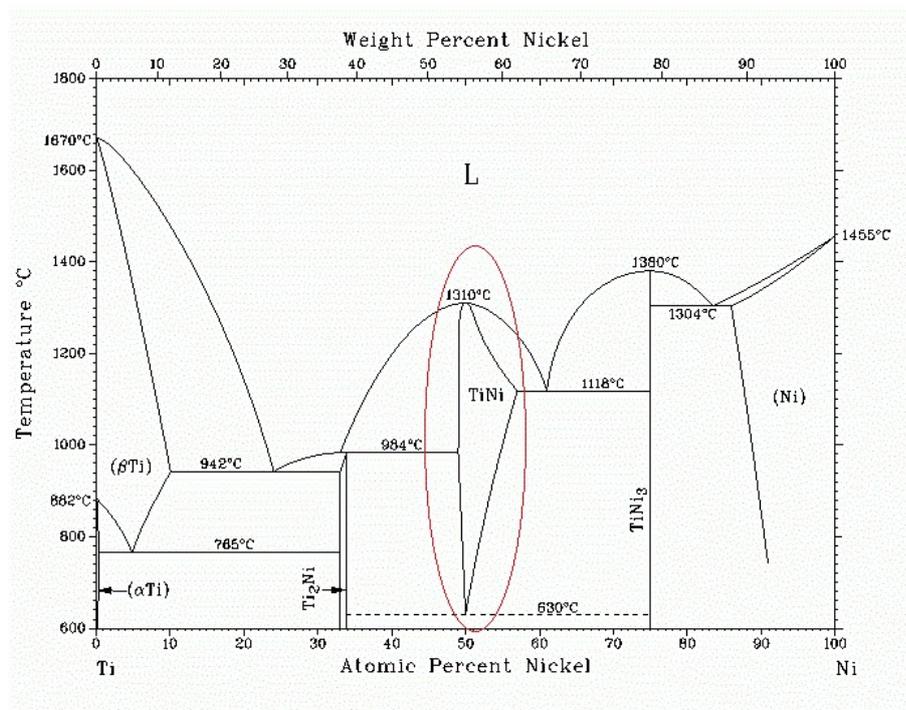
## 3.6 LIGAS DE TITÂNIO-NÍQUEL

A base do sistema de ligas de Ti-Ni é um composto binário, intermetálico formado pelos elementos níquel (Ni) e titânio (Ti) (OLIVEIRA, 2011). As ligas de Ti-

Ni são extremamente sensíveis à variação da proporção de Ti ou Ni, podendo apresentar a superelasticidade com composição entre 49,0 e 49,4at% de Ti e o efeito memória de forma quando a composição encontra-se entre 49,7 e 50,7at% de Ti (DUERIG ET AL., 1994).

A Figura 8 exibe o diagrama de fase da liga Ti-Ni em percentual atômico. Este diagrama permite a visualização de uma região de domínio da fase B2, caracterizada pela composição aproximadamente equiatômica dos elementos, além da variação do limite de solubilidade do Ni em relação à temperatura; quando a referência para a solubilidade é o Ti (OLIVEIRA, 2011).

Figura 8: Diagrama de fase de Ti-Ni em percentual atômico



Fonte: OTSUKA e REN, 2005

### 3.7 FASE ROMBOÉDRICA (FASE R)

As ligas de Ti-Ni podem formar precipitados, como Ti<sub>3</sub>Ni<sub>4</sub> e Ti<sub>2</sub>Ni<sub>3</sub>, na fase matriz. Sistemas de ligas que apresentam precipitados podem apresentar transformação em duas etapas (B2-R-B19') (OLIVEIRA, 2011). Esse tipo de transformação é conhecido como transformação da fase R, dita transformação romboédrica. Essa transformação de fase é termicamente reversível, estável a

baixas temperaturas e baixa deformação, se comportando como a fase martensita (COURA, 2016).

Transformação de fase ocorre em uma única etapa (B2-B19') quando as ligas estão em condições de equilíbrio equiatômico. Para materiais em condições de encruamento, ou submetidos a ciclos sucessivos de aquecimento e resfriamento esta transformação pode ser observada em duas etapas (B2-R-B19') (OLIVEIRA, 2011). Entre os principais fatores que influenciam este tipo de transformação em duas etapas tem-se:

- O rearranjo de discordâncias devido a ciclos térmicos ou trabalho à frio (WU *ET AL.*, 2000);
- Surgimento de precipitados por meio de tratamentos térmicos em intervalos de temperatura entre 300°C e 800°C (WU *ET AL.*, 2000);
- Adição de elementos de liga que reduzem as temperaturas de transformação martensítica (HWANG *ET AL.*, 1983);
- Ligas de Ti-Ni ricas em níquel (MICHUTTA *ET AL.*, 2004).

### 3.8 MATERIAIS COMPÓSITOS

O avanço da ciência e a evolução de novas tecnologias exigem a descoberta e utilização de materiais com uma combinação não usual de propriedades, impossível de encontrar com os materiais convencionais (CALLISTER, 2002). Esta necessidade promoveu um grande esforço no sentido do desenvolvimento de pesquisas com a combinação de materiais já conhecidos, como metais, cerâmicas e polímeros, os quais atenderiam às demandas de novos sistemas tecnológicos que não podiam ser atendidos pelos materiais existentes até aquele momento, como por exemplo, na indústria aeronáutica ou aeroespacial (CALLISTER, 2002). Para se conseguir um material que tenha características de diferentes materiais, foram criados os materiais compósitos.

Um material compósito é uma combinação de dois, ou mais materiais, que sejam distintos em termos de forma e de composição química. De igual modo deverão ser imiscíveis, compatíveis quimicamente e que possuam propriedades mecânicas complementares de modo a proporcionar, ao material resultante, características ímpares (SMITH, 1998). Os materiais compósitos são constituídos por duas fases: matriz e reforço. A matriz é o que confere estrutura ao material

compósito e tem a função de preencher os espaços vazios que ficam entre os materiais de reforço e de mantê-los em suas posições relativas (CALLISTER, 2002).

Neste trabalho os compósitos desenvolvidos serão de matriz polimérica e os reforços serão metálicos, de fibras alinhadas longitudinalmente ao longo da matriz.

### 3.8.1 Matriz

A matriz de um compósito é de grande importância na determinação das suas características. A função principal da matriz é manter a integridade estrutural do compósito, manter a coesão das fibras e garantir as seguintes funções: proteger as fibras do meio envolvente; proteger a fibras do dano durante o manuseio; distribuir o carregamento pelas fibras; e redistribuir o carregamento pelas fibras remanescentes em caso de ruptura (CERÓN, 2010). As principais características desejáveis da matriz estão apresentadas no Quadro 1.

Quadro 1: Propriedades desejáveis para os materiais da matriz

Propriedades Mecânicas	Resistência à tração elevada
	Ductilidade
	Resistência ao corte
	Tenacidade
	Resistência ao impacto
Propriedades Térmicas	Resistência a temperaturas extremas
	Coefficiente de dilatação térmica, próximo da fibra
	Baixa condutividade
Propriedades Químicas	Boa adesão às fibras
	Resistência à degradação em ambientes quimicamente agressivos
	Baixa absorção de umidade
Outras propriedades	Baixo custo
	Solidificação ou cura rápida

Fonte: MOREIRA, 2009

Quanto à escolha da melhor matriz para o compósito, o critério geral da ductilidade da matriz fornece algumas pistas, mas é através da temperatura de serviço do compósito que será escolhido o material para a matriz (NASCIMENTO,

2009). Para a construção desse compósito serão usadas duas matrizes poliméricas: resina poliéster e silicone.

A resina poliéster é um polímero termorrígido usado para aplicações de engenharia de compósitos poliméricos devido ao baixo custo e aparência translúcida depois da cura. Algumas de suas desvantagens estão na alta retração durante a cura, de até 8%, e temperatura de serviço abaixo de 77°C (KAW, 2006).

### **3.8.2 Reforço**

Em compósitos estruturais, as fibras são os materiais mais empregados como reforço. Em geral, o reforço é constituído de cabos e fibras com milhares de filamentos (CALLISTER, 2002). As fibras ou filamentos são o elemento de reforço descontínuo do material compósito, e é, via de regra, mais resistente do que a matriz, porém, estes elementos dos compósitos estruturais são os que suportam carregamento mecânico (LEVY e PARDINI, 2006). Para o compósito que se pretende produzir o reforço foi realizado com lâminas e fios de Ti-Ni que possuem o efeito memória de forma.

Os compósitos produzidos foram diferenciados pela escolha dos reforços. Através das ligas de memória de forma foi possível conseguir compósitos inteligentes, capazes de alterar a sua geometria em função da troca de calor. (NASCIMENTO, 2009).

## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

A produção do compósito foi dividida em duas etapas. Primeiramente, os fios de Ti-Ni adquiridos comercialmente e laminados em diferentes espessuras, foram submetidos aos tratamentos térmicos em diferentes temperaturas. Em seguida, foi realizada a caracterização calorimétrica dessas amostras, quando se identificou o melhor tratamento térmico para a confecção dos corpos de prova. Num segundo momento, os corpos de prova do compósito formado foram avaliados segundo o comportamento termoelástico realizando medições das deformações reversíveis.

### 4.1 OBTENÇÃO DAS LIGAS COM MEMÓRIA DE FORMA

Desde a sua criação, a Área de Materiais e Fabricação do DEMEC-UFPE tem realizado trabalhos de elaboração e caracterização de ligas com memória de forma. O laboratório conta com fornos de mufla para tratamentos térmicos e de um laminador que possibilita a obtenção de perfis em forma de chapas.

As ligas de Ti-Ni utilizadas foram adquiridas comercialmente da empresa Memory-Metalle GmbH ([www.memory-metalle.de](http://www.memory-metalle.de)). Segundo informações cedidas pelo fornecedor as ligas são fundidas num forno de indução sob vácuo e atmosfera de argônio, usando cadinhos de grafite compactada. Um resumo das principais características da liga em estudo é apresentado na Tabela 1.

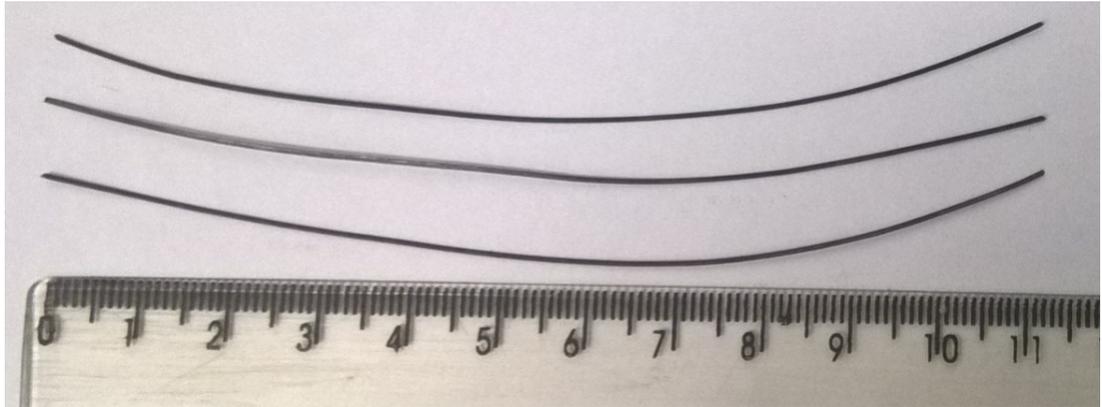
Tabela 1: Características da liga

Geometria	Composição	Características Gerais
Arame (0,49 mm)	50,0 a 49,8%at.Ni (Equiatômica)	Arame recozido sob tensão e superfície oxidada. Esta liga é usada em aplicações, onde é requerida fase-R ou martensita à Tamb em função da condição estrutural e da temperatura final de arrefecimento

Fonte: Autoria própria

As ligas foram cortadas e laminadas em espessuras de 0,1, 0,2, 0,3 e 0,4 mm, além do fio de 0,490 mm de diâmetro. Na Figura 9 é possível ver algumas lâminas resultantes desse processo.

Figura 9: Ligas laminadas



Fonte: Autoria própria

## 4.2 TRATAMENTOS TÉRMICOS

As ligas foram submetidas a tratamentos térmicos de homogeneização. Para a realização desses tratamentos térmicos foram utilizados fornos tipo mufla com controlador de temperatura, faixa de trabalho de até 1200°C e sistema de aquecimento através de um conjunto de resistências embutidas em refratários. A temperatura de controle variou em  $\pm 10^\circ\text{C}$  e os tratamentos térmicos foram realizados nas temperaturas de 400 e 500°C. O tratamento térmico consistiu numa homogeneização das ligas e têmpera em água. Os tempos de permanência dentro do forno foram de 1, 2, 4, 8, 12 e 24 horas.

## 4.3 CARACTERIZAÇÃO TÉRMICA

A Calorimetria Diferencial de Varredura, conhecida como DSC (Differential Scanning Calorimetry), é uma técnica de análise térmica que registra o fluxo de energia calorífica associado a transições nos materiais em função da temperatura. O princípio de funcionamento dessa técnica está na diferença no fornecimento de energia calorífica entre a amostra e um material de referência. Ambos submetidos a um mesmo ciclo de aquecimento e resfriamento. A transferência de calor para as amostras e para a referência é feita por discos termoelétricos, enquanto termopares medem a variação de entropia, calor específico e temperatura. Essa análise térmica permite obter dados referentes à variação de propriedades físicas e/ou químicas como: temperaturas características (fusão, transição vítrea, transformação de fase e

cristalização), entalpia de transformação de fase, histerese térmica, grau de cristalinidade de polímeros, cinética da reação, estabilidade térmica e grau de pureza.

As amostras foram submetidas à análise por calorimetria diferencial de varredura num equipamento da marca Mettler Toledo, modelo 823<sup>e</sup>. As amostras foram ensaiadas entre as temperaturas de -50 e 130°C a uma taxa constante de aquecimento e resfriamento de 10°C·min<sup>-1</sup>. Esta análise permite obter as temperaturas e entalpias de transformação, que são obtidas pelo software “Start<sup>e</sup>” que acompanha o equipamento.

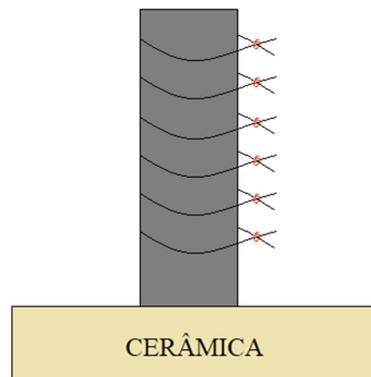
#### 4.4 CARACTERIZAÇÃO MORFOLÓGICA

As ligas foram caracterizadas por microscopia ótica para determinar as estruturas das fases austenita e martensita, textura e microconstituintes. A preparação metalográfica da ligas de Ti-Ni foi realizada no Laboratório de Metalografia do Departamento de Engenharia Mecânica da UFPE e seguiu as etapas de corte, embutimento metalográfico, lixamento, polimento e ataque químico. As ligas foram cortadas, embutidas numa resina acrílica e em seguida lixadas em uma máquina politriz semi-automática e com uso de lixas d’água com granulometria variando de 800 a 1200 granas. O polimento foi executado com pano metalográfico e pasta de diamante de 0,5 µm. O ataque químico foi realizado com Nital (álcool etílico com 5% de ácido nítrico) como reagente. A micoscopias ótica foi realizada em um equipamento do DEMEC / UFPE.

#### 4.5 TREINAMENTO DAS LIGAS

Uma vez escolhido o tratamento térmico mais adequado para as ligas, o treinamento das amostras foi iniciado. As amostras foram conformadas ao redor de um tubo duas a duas, Figura 10. Para garantir a permanência da forma, as extremidades foram presas através de fios de cobre. O conjunto formado foi tratado termicamente em um forno tipo mufla e seguido de têmpera.

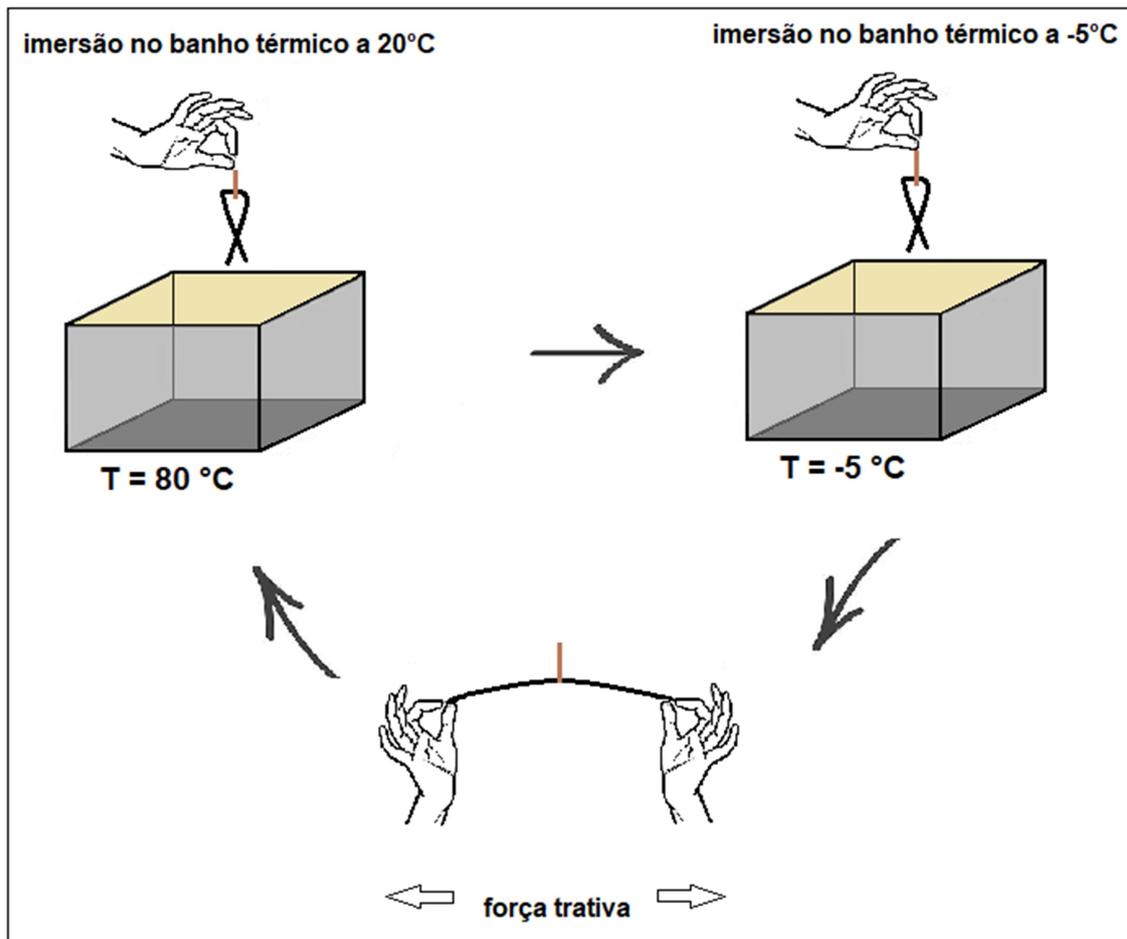
Figura 10: Disposição das amostras para o tratamento térmico



Fonte: Autoria própria

No treinamento foram usados dois banhos térmicos, da marca Coler Parmer, que atingem até 240°C. As ligas de Ti-Ni foram imersas em óleo de silicone seguindo essa ordem: Primeiramente as amostras foram imersas no banho térmico no qual o silicone está a uma temperatura de 80°C por cerca de 20 segundos, posteriormente foram levadas a outro banho térmico no qual o óleo de silicone é mantido numa temperatura de -5°C. Em seguida as amostras foram deformadas aplicando forças trativas de modo a tomar as amostras retas, tomando cuidado para que fossem deformadas de forma igual. A Figura 11 apresenta um esquema de como é feito esse treinamento. A partir de certo número de ciclos o resultado do efeito memória de forma reversível pode ser observado.

Figura 11: Esquema simplificado do treinamento

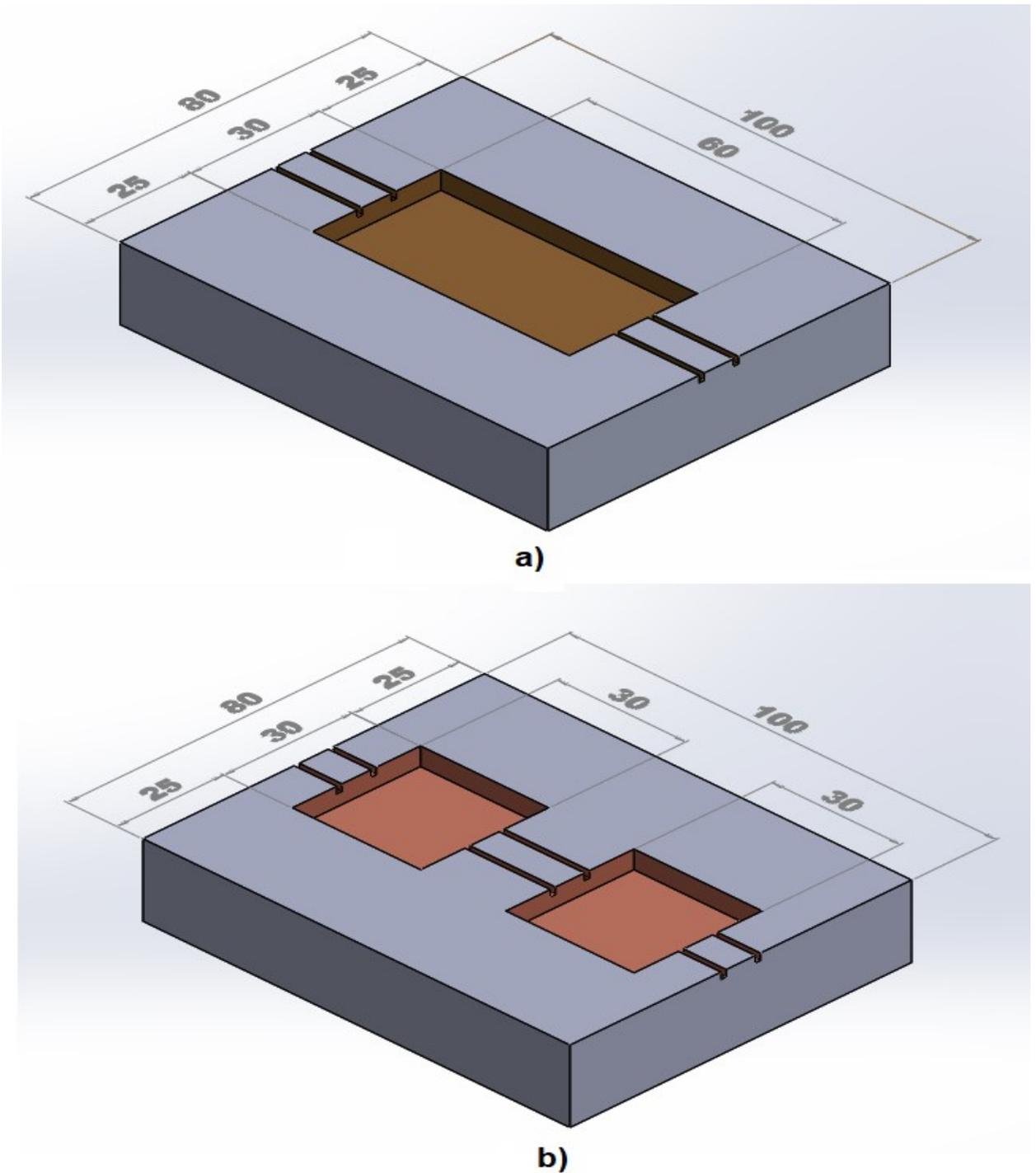


Fonte: Autoria própria

#### 4.6 MOLDAGEM DOS CORPOS DE PROVA

Os moldes para os corpos de prova foram dimensionados segundo dados coletados em bibliografia de referência devido a falta de normatização para construção de moldes de compósitos híbridos com efeito de memória de forma. A Figura 12 apresenta a vista isométrica dos modelos utilizados.

Figura 12: Vista isométrica dos moldes com dimensões em milímetros  
a) Molde com 1 bloco e b) Molde com dois blocos



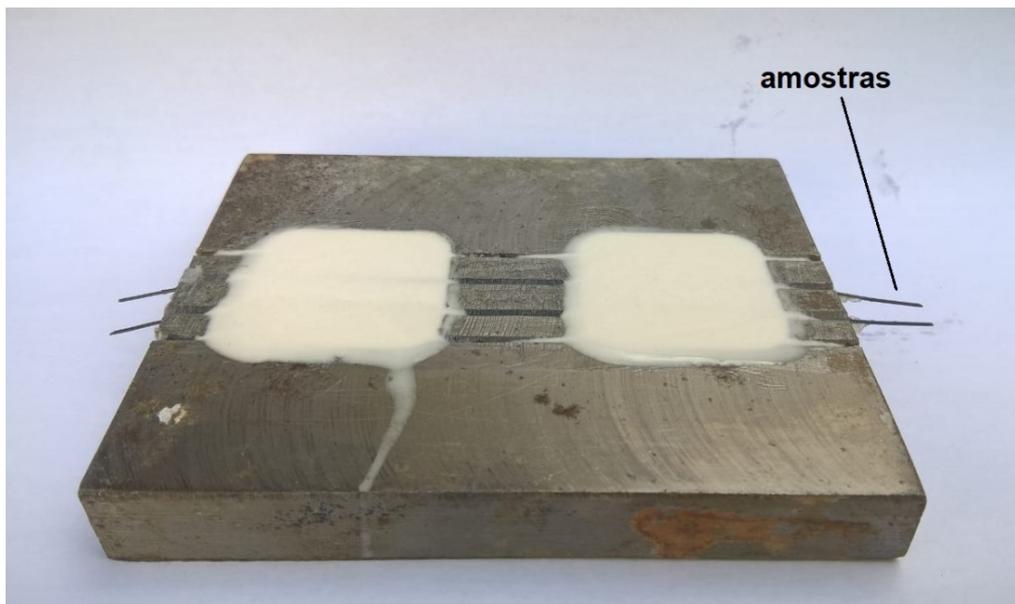
Fonte: Autoria própria

Os moldes são formados por cavidades, onde a matriz polimérica é depositada, e ranhuras para colocação das amostras. Note que na Figura 12. a) o molde é formado por apenas uma cavidade, neste caso toda parte das amostras

ficam embebidas pela matriz. Na Figura 12. b) o molde é formado por duas cavidades, dessa forma, a parte central do compósito tem as amostras livres da matriz polimérica. Para ambos os modelos, cada um, possui duas ranhuras para a colocação das amostras da liga com memória de forma por compósito formado.

Para montar o corpo de prova foi usada uma resina poliéster pré acelerada da marca Fortel com catalisador e acelerador. A preparação da resina foi feita para cada 30 ml da resina adicionar 3 gotas de catalisador e 1 gota de acelerador. Para os corpos de prova de silicone foram usados borracha líquida de silicone da marca Du Látex e catalisador na proporção de 100 ml de silicone pra 120 gotas do catalisador. Na Figura 13 é apresentado o molde com dois blocos com o corpo de prova de silicone durante o processo de cura.

Figura 13: Obtenção do compósito



Fonte: Autoria própria

#### 4.7 COMPORTAMENTO TERMOELÁSTICO

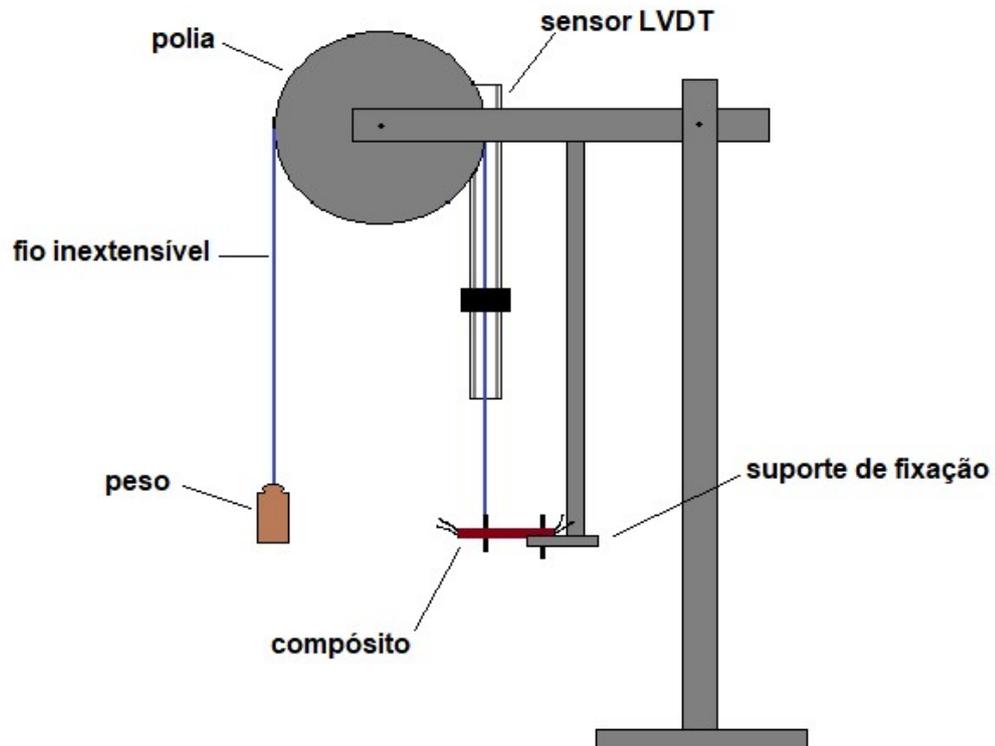
Para que fosse possível verificar o desempenho do compósito formado com relação à mobilidade das amostras e verificar o efeito de memória de forma depois de terem sido imersas na matriz foram realizadas medições do deslocamento reversível. O efeito memória de forma é obtido pelo aquecimento das amostras provocado pela passagem de corrente elétrica, efeito Joule. A medição foi realizada com o auxílio de um sensor de deslocamento LVDT (Linear Variable Differential

Transformer) com faixa de medição de  $\pm 10$  mm. Este tipo de sensor internamente é constituído por um enrolamento primário, dois enrolamentos secundários e um núcleo móvel que fica em contato com a peça a qual se deseja medir o deslocamento. Externamente possui uma carcaça de aço inox e seu núcleo é ferromagnético. Uma corrente contínua é aplicada ao enrolamento primário que induz tensões nos enrolamentos secundários dependendo da posição do núcleo. A diferença entre essas tensões induzidas e a tensão de saída, que é proporcional ao deslocamento do núcleo, é como a medição é realizada (SILVA, 2013).

#### **4.7.1 Montagem do dispositivo**

Primeiramente, foi necessária a montagem de um dispositivo capaz de medir o deslocamento reversível produzido pelo compósito com memória de forma com o mínimo de interferência possível. A Figura 14 apresenta o dispositivo utilizado para a realização dos testes. De maneira geral o dispositivo é formado por um suporte de fixação para o compósito, um sistema de polia, um fio inextensível e o sensor de deslocamento LVDT. O sistema de polia permite a aplicação de força suficiente, apenas, para equilibrar o compósito no suporte. O dispositivo também conta com termopares como fonte de obtenção das temperaturas para o sistema de aquisição de dados. O compósito, em seguida, foi imerso em um banho térmico cujas temperaturas variaram de acordo com o tratamento térmico usado na liga que forma o compósito. Os intervalos de temperatura utilizados para o ensaio foram de 10°C a 70°C, para o tratamento térmico de 2 horas, e 20°C a 80°C, para o tratamento térmico de 24 horas. Esses intervalos abrangem as temperaturas de transformação da liga de Ti-Ni estudadas.

Figura 14: Montagem do dispositivo para medição



Fonte: Autoria própria

O sistema de aquisição de dados utilizado é da marca National Instruments, modelo NI 4351, juntamente com o acessório TBX-68T. Esse equipamento é gerenciado por um algoritmo, desenvolvido no Labview que permite a aquisição dos dados de variação de temperatura e deslocamento. O deslocamento é obtido através do uso de um sensor LVDT conectado ao sistema TBX-68T. Todos os compósitos passaram por um ciclo de aquecimento e resfriamento, e os dados sobre a temperatura e deslocamento foram coletados para serem apresentados graficamente.

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1 ESTUDO E SELEÇÃO DO TRATAMENTO TÉRMICO

O estudo dos tratamentos térmicos teve como objetivo obter o efeito memória de forma em temperaturas mais próximas da temperatura ambiente. A Tabela 2 apresenta as temperaturas e os tempos de permanência no forno dos tratamentos térmicos realizados.

Tabela 2: Tratamentos térmicos realizados

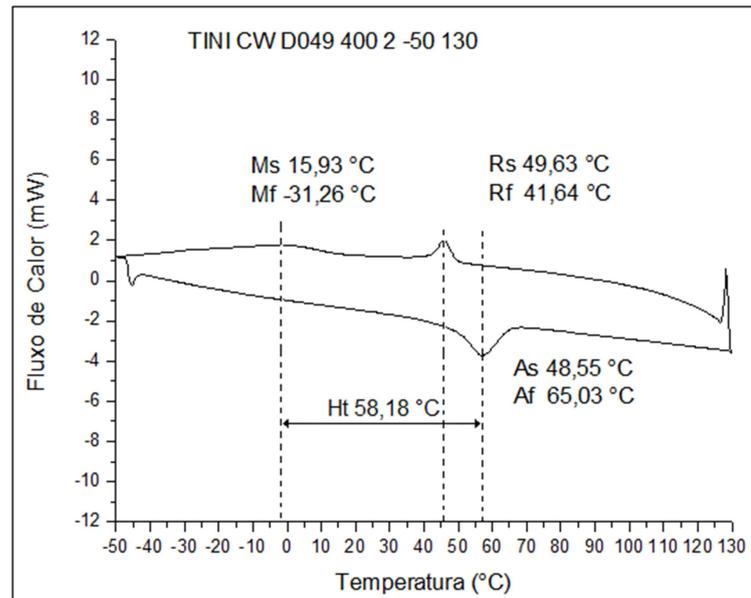
Temperatura	Tempo de permanência					
	1h	2h	4h	8h	12h	24h
400 °C	1h	2h	4h	8h	12h	24h
500 °C	1h	2h	4h	8h	12h	24h

Fonte: Autoria própria

Todas as amostras passaram pelos vários tratamentos térmicos apresentados na Tabela 2 e em seguida foram submetidas a calorimetria diferencial de varredura. Nesse ensaio podemos obter as temperaturas finais e iniciais das transformações fases, o comportamento da transformação de fase em uma ou duas etapas e a variação das temperaturas críticas de transformação em função do tempo de permanência.

A Figura 15 exibe as curvas de fluxo de calor em função da temperatura para o fio de 0,49 mm de diâmetro submetido ao tratamento térmico à temperatura de 400°C por um período de 2h. Para esse tratamento térmico a transformação direta ocorreu em duas etapas (B2→R→B19'). Apesar do pico da transformação martensítica não está muito bem definido ainda foi possível determinar a temperatura inicial dessa transformação igual a 15,9°C, assim como as temperaturas iniciais da transformação romboédrica e da inversa de 49,6°C e 48,5°C, respectivamente. O valor da histerese térmica é igual a 58,18°C.

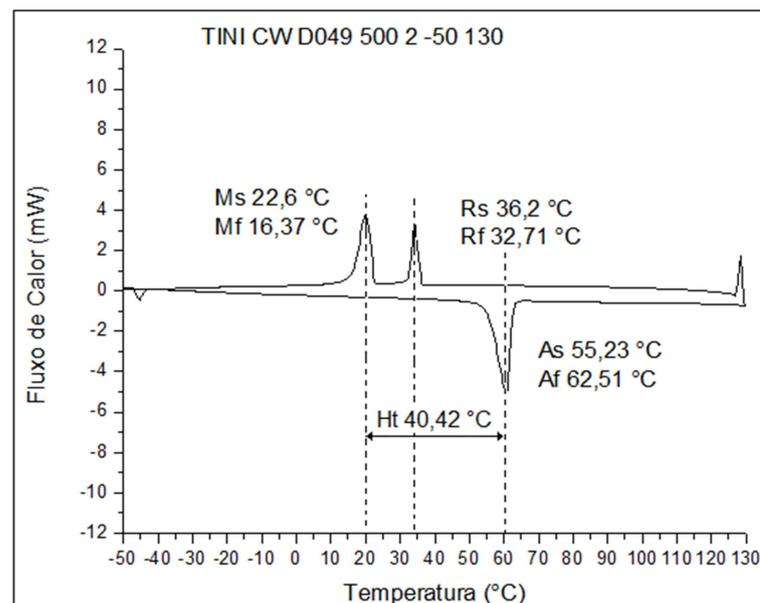
Figura 15: Curva DSC do fio tratado a 400°C por 2h



Fonte: Autoria própria

A Figura 16 exibe as curvas de fluxo de calor em função da temperatura para o fio de 0,49 mm de diâmetro submetido ao tratamento térmico à temperatura de 500°C por um período de 2h. Para esse tratamento dois picos são identificados na transformação direta, além disso, é possível obter a temperatura de início da transformação direta igual a 22,6°C, a temperatura de início da transformação inversa de 55,2°C e a histerese térmica igual a 40,42°C.

Figura 16: Curva DSC do fio tratado a 500°C por 2h

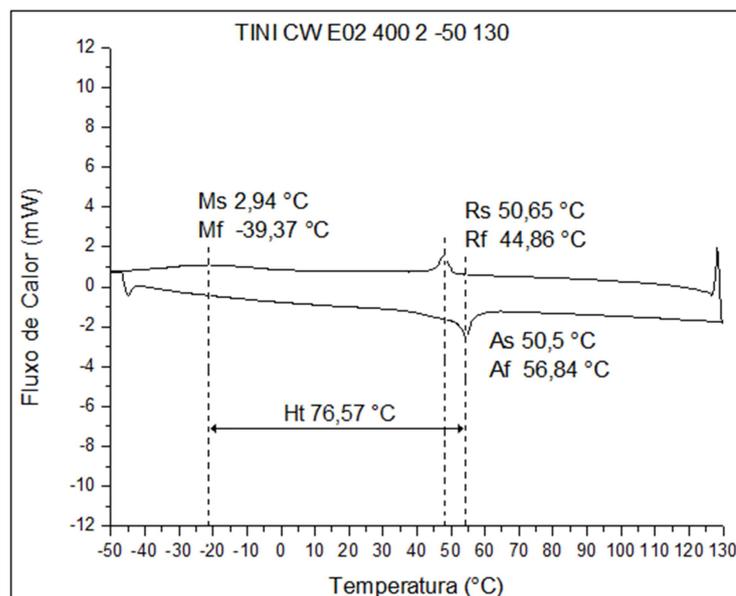


Fonte: Autoria própria

As curvas de fluxo de calor em função da temperatura para fio de 0,49 mm mostram que houve um aumento das temperaturas  $M_s$  e  $M_f$  com o aumento da temperatura do tratamento térmico de 400°C para 500°C. A grande quantidade de defeitos internos presentes no material restringe a transformação martensítica (MILLER e LAGOUDAS, 2001). O aumento da temperatura do tratamento térmico promove a redução da densidade defeitos que por sua vez diminui as tensões internas do material. (OLIVEIRA, 2011). A histerese térmica diminuiu em função do aumento da temperatura do tratamento térmico de 400°C para 500°C.

A Figura 17 exibe as curvas de fluxo de calor em função da temperatura para a lâmina de 0,2 mm de espessura submetida ao tratamento térmico à temperatura de 400°C por um período de 2h. Assim como no tratamento do fio, a transformação direta ocorreu em duas etapas com temperatura inicial da transformação romboédrica de 50,6°C e da transformação martensítica de 2,9 °C. O início da transformação inversa ocorreu na temperatura de 50,5°C, já a histerese térmica é igual a 76,57°C.

Figura 17: Curva DSC da lâmina de 0,2mm tratada a 400°C por 2h



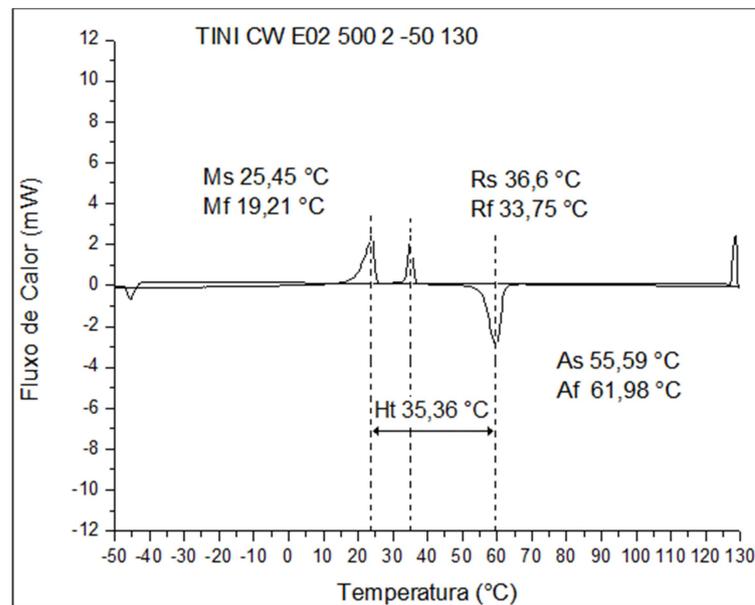
Fonte: Autoria própria

As lâminas passaram por um processo de laminação e, por isso, possuem defeitos internos gerados como consequência deste processo (WANG *ET AL.*, 2004). Os resultados da lâmina e do fio para o tratamento térmico a 400°C, Figura

17 e Figura 15, respectivamente, mostram que, para o fio, as temperaturas  $M_s$  e  $M_f$  são maiores em relação as temperaturas da lâmina.

A Figura 18 exhibe as curvas de fluxo de calor em função da temperatura para a lâmina de 0,2 mm de espessura submetida ao tratamento térmico à temperatura de 500°C por um período de 2h. Observam-se dois picos na transformação direta e as temperaturas de início da transformação martensítica e austenítica foram 25,4°C e 55,5°C, respectivamente. O valor da histerese térmica é igual a 35,36°C.

Figura 18: Curva DSC da lâmina de 0,2mm tratada a 500°C por 2h



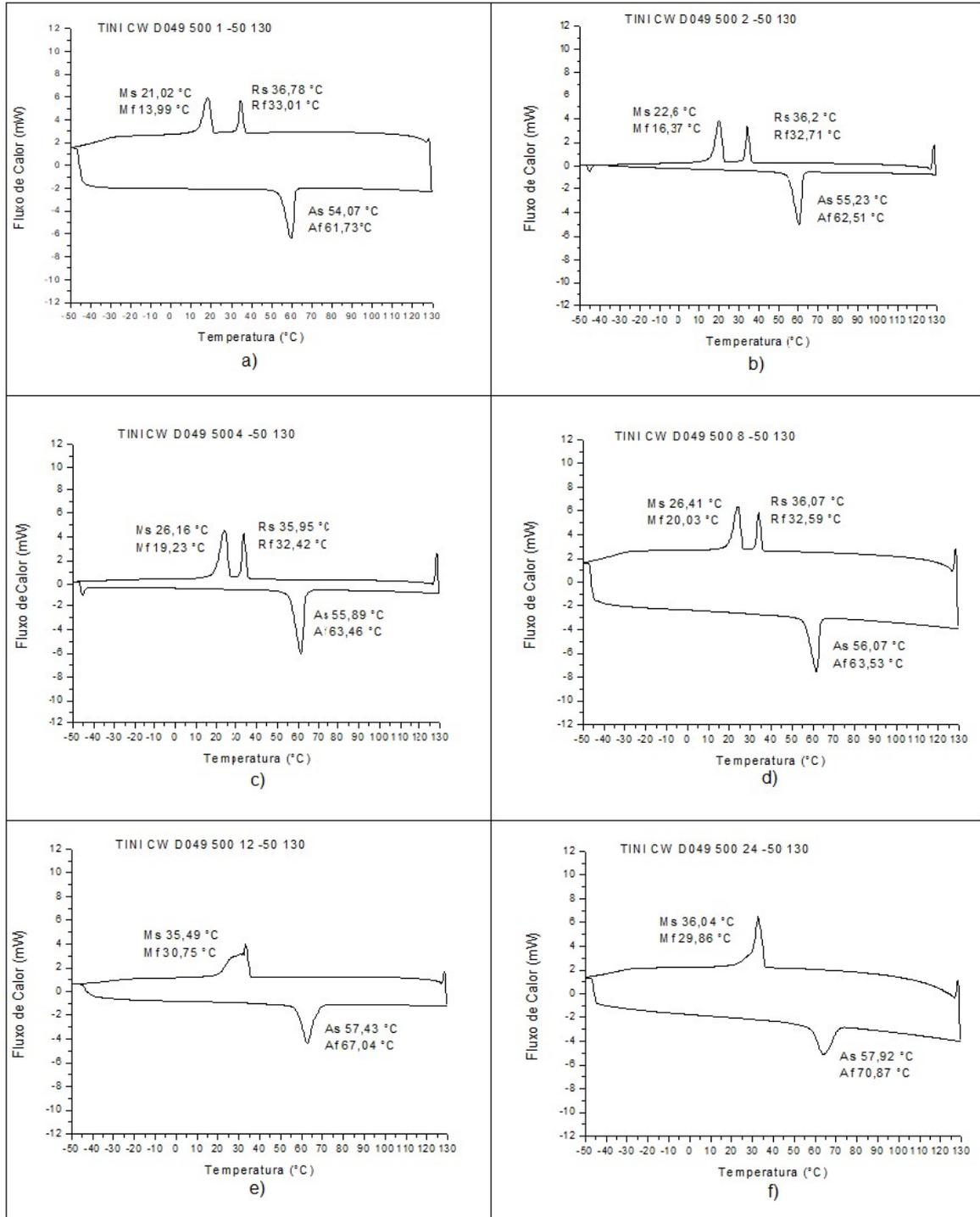
Fonte: Autoria própria

As curvas de fluxo de calor em função da temperatura para lâmina de 0,2 mm mostram que houve um aumento das temperaturas  $M_s$  e  $M_f$  com o aumento da temperatura do tratamento térmico de 400°C para 500°C. Assim como o resultado para o fio, a histerese térmica também diminuiu em função do aumento da temperatura do tratamento térmico de 400°C para 500°C.

### 5.1.1 Resultados da calorimetria para o fio de 0,49mm de diâmetro

A Figura 19 apresenta as curvas de fluxo de calor em função da temperatura do fio quando submetido ao tratamento térmico de 500°C por 1, 2, 4, 8, 12 e 24 horas.

Figura 19: Curvas DSC do fio tratado a 500°C  
a) 1 hora, b) 2 horas, c) 4 horas, d) 8 horas, e) 12 horas e f) 24 horas



Fonte: Autoria própria

As curvas de calorimetria da Figura 19 mostram um deslocamento dos picos exotérmicos em função do tempo de permanência no forno, exibindo a transformação em uma ou duas etapas. Observa-se uma evolução nas curvas no sentido de aumentar a temperaturas de transformação. Verifica-se uma variação

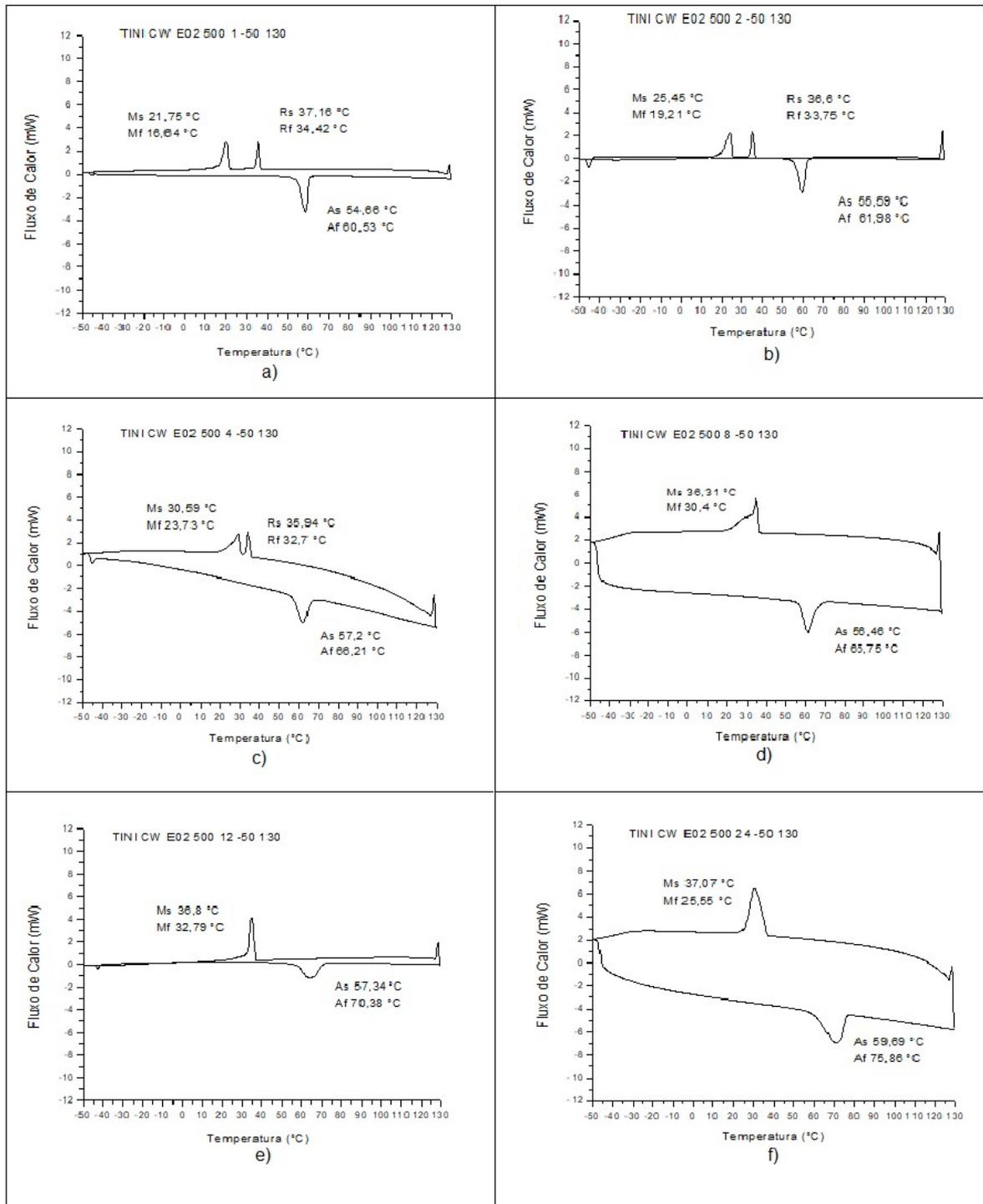
positiva de aproximadamente 4°C para o  $A_s$ , 9°C para o  $A_f$ , 15°C para o  $M_s$  e 16°C para o  $M_f$ . Para os tempos de permanência de 12 e 24 horas, a transformação já ocorre em uma etapa.

### **5.1.2 Resultados da calorimetria para a lâmina de 0,2mm de espessura**

A Figura 20 apresenta as curvas de fluxo de calor em função da temperatura da lâmina de 0,2mm de espessura quando submetida ao tratamento térmico de 500°C por 1, 2, 4, 8, 12 e 24 horas.

As curvas DSC da Figura 20 também mostram um deslocamento dos picos exotérmicos em função do tempo de permanência no forno, exibindo a transformação em uma ou duas etapas. Verifica-se uma variação positiva de aproximadamente 5°C para o  $A_s$ , 16°C para o  $A_f$ , 15°C para o  $M_s$  e 9°C para o  $M_f$ . A transformação em uma etapa já ocorre a partir do tempo de permanência de 8 horas.

Figura 20: Curvas DSC da lamina 0,2mm de espessura tratada a 500°C  
 a) 1 hora, b) 2 horas, c) 4 horas, d) 8 horas, e) 12 horas e f) 24 horas



Fonte: Autoria própria

### 5.1.3 Comportamento das temperaturas de transformação

Nessa parte da pesquisa é feito o estudo do comportamento das temperaturas de transformação em função da taxa de laminação e das temperaturas

e tempo de tratamento térmico. Nesta etapa do trabalho os resultados foram obtidos pela técnica de calorimetria. As Tabelas 3 e 4 exibem as temperaturas e entalpias de transformação obtidas durante o ciclo térmico em DSC dos fios e lâminas de Ti-Ni.

Tabela 3: Temperaturas críticas resultante dos tratamentos térmicos a 400 °C para a liga de Ti-Ni em diferentes espessuras

TEMPO	AMOSTRAS	TEMPERATURAS CRÍTICAS (°C)						
		As	Af	Rs	Rf	Ms	Mf	Ht
1 hora	FIO D0,49	48,70	64,34	50,23	41,37	15,75	-33,61	58,19
	LÂMINA E0,4	49,09	61,10	50,46	42,24	10,75	-40,87	69,57
	LÂMINA E0,3	49,84	59,03	50,95	43,30	-16,48	-43,70	73,54
	LÂMINA E0,2	50,61	56,86	50,51	44,66	-0,47	-43,76	79,86
	LÂMINA E0,1	51,43	56,62	50,93	45,39	-3,71	-42,27	81,71
2 horas	FIO D0,49	48,55	65,03	49,63	41,64	15,93	31,26	58,18
	LÂMINA E0,4	48,66	60,73	49,38	42,15	10,76	-34,68	63,73
	LÂMINA E0,3	49,61	58,82	50,71	43,48	4,14	-32,39	71,13
	LÂMINA E0,2	50,50	56,84	50,65	44,86	2,94	-39,37	76,57
	LÂMINA E0,1	51,71	57,76	50,29	44,48	X	X	55,31
4 horas	FIO D0,49	48,73	66,09	47,96	40,74	17,29	-36,75	59,76
	LÂMINA E0,4	48,52	64,06	46,99	38,19	11,32	33,32	64,36
	LÂMINA E0,3	48,79	58,53	48,22	42,13	9,77	-35,18	64,57
	LÂMINA E0,2	50,18	57,18	48,75	43,64	2,51	-32,44	67,96
	LÂMINA E0,1	50,29	55,60	48,87	44,53	0,12	-30,76	69,97
8 horas	FIO D0,49	47,25	64,34	46,80	40,77	17,03	-29,00	59,78
	LÂMINA E0,4	47,87	60,93	47,48	41,38	12,25	-29,00	57,55
	LÂMINA E0,3	48,86	59,65	48,03	42,01	10,47	-39,36	64,18
	LÂMINA E0,2	48,76	57,15	47,92	42,93	5,42	35,63	65,92
	LÂMINA E0,1	49,23	55,34	48,12	43,62	7,09	-42,92	75,50
12 horas	FIO D0,49	47,84	65,42	46,71	40,60	17,42	-38,05	59,57
	LÂMINA E0,4	48,32	62,20	47,48	41,15	13,85	-37,08	61,28
	LÂMINA E0,3	48,37	60,48	47,92	41,71	12,34	-36,46	63,13
	LÂMINA E0,2	48,28	57,11	47,45	42,92	9,71	-40,75	68,70
	LÂMINA E0,1	49,38	56,39	48,29	43,98	8,89	-39,50	71,20
24 horas	FIO D0,49	47,12	64,95	45,15	39,67	17,59	-29,18	63,45
	LÂMINA E0,4	48,50	62,38	46,12	40,37	15,38	-8,24	58,51
	LÂMINA E0,3	47,32	60,83	45,76	39,99	13,62	-36,61	57,82
	LÂMINA E0,2	48,04	61,06	45,00	39,89	7,71	26,66	60,27
	LÂMINA E0,1	47,49	58,14	45,77	42,14	8,66	-37,48	61,43

Fonte: Autoria própria

Tabela 4: Temperaturas críticas resultante dos tratamentos térmicos a 500 °C para a liga de Ti-Ni em diferentes espessuras

TEMPO	AMOSTRAS	TEMPERATURAS CRÍTICAS (°C)						
		As	Af	Rs	Rf	Ms	Mf	Ht
1 hora	FIO D0,49	54,07	61,73	36,78	33,01	21,02	13,99	41,49
	LÂMINA E0,4	53,50	60,71	37,39	33,63	18,91	12,35	42,08
	LÂMINA E0,3	54,64	61,60	36,85	33,29	21,78	15,14	41,10
	LÂMINA E0,2	54,66	60,53	37,16	34,42	21,75	16,64	33,49
	LÂMINA E0,1	55,31	60,87	36,97	34,60	23,26	19,55	36,62
2 horas	FIO D0,49	55,23	62,51	36,20	32,71	22,60	16,37	40,42
	LÂMINA E0,4	55,88	63,18	36,24	32,70	24,46	16,96	39,92
	LÂMINA E0,3	55,78	62,92	36,38	33,02	24,48	16,88	40,13
	LÂMINA E0,2	55,59	61,98	36,60	33,75	25,45	19,21	35,36
	LÂMINA E0,1	55,62	61,69	36,80	34,42	26,42	22,36	34,00
4 horas	FIO D0,49	55,89	63,46	35,95	32,42	26,16	19,23	37,36
	LÂMINA E0,4	55,78	63,42	36,15	32,89	27,92	19,63	36,29
	LÂMINA E0,3	55,88	64,08	36,13	32,88	29,32	19,65	36,58
	LÂMINA E0,2	57,20	66,21	35,94	32,70	30,59	23,73	32,77
	LÂMINA E0,1	56,47	65,08	36,23	33,49	31,55	26,88	30,81
8 horas	FIO D0,49	56,07	63,53	36,07	32,59	26,41	20,03	37,27
	LÂMINA E0,4	56,18	64,03	36,29	32,84	28,50	20,05	36,55
	LÂMINA E0,3	56,21	64,40	36,24	32,82	29,15	20,69	35,72
	LÂMINA E0,2	56,46	65,75	X	X	36,31	30,40	26,16
	LÂMINA E0,1	57,01	64,70	36,45	34,06	31,10	26,41	30,76
12 horas	FIO D0,49	57,43	67,04	X	X	35,49	30,75	29,42
	LÂMINA E0,4	57,24	70,45	X	X	36,19	29,10	30,71
	LÂMINA E0,3	56,73	70,56	X	X	36,80	30,61	31,32
	LÂMINA E0,2	57,34	70,38	X	X	36,80	32,79	29,51
	LÂMINA E0,1	57,50	69,63	X	X	37,01	32,13	30,06
24 horas	FIO D0,49	57,92	70,87	X	X	36,04	29,86	30,83
	LÂMINA E0,4	57,25	71,74	X	X	37,08	30,07	31,41
	LÂMINA E0,3	58,34	73,41	X	X	37,25	30,75	33,54
	LÂMINA E0,2	59,69	75,86	X	X	37,07	25,55	39,94
	LÂMINA E0,1	58,52	71,29	X	X	37,12	32,09	30,74

Fonte: Autoria própria

Analisando a Tabela 3 as temperaturas iniciais da transformação austenítica se mantiveram praticamente constantes em função do tempo de permanência no forno para cada amostra. Observando a evolução das temperaturas críticas de

transformação, entre as diferentes amostras, dentro de um mesmo tempo do tratamento térmico, é possível verificar um aumento das temperaturas  $A_s$  e diminuição das temperaturas  $M_s$ .

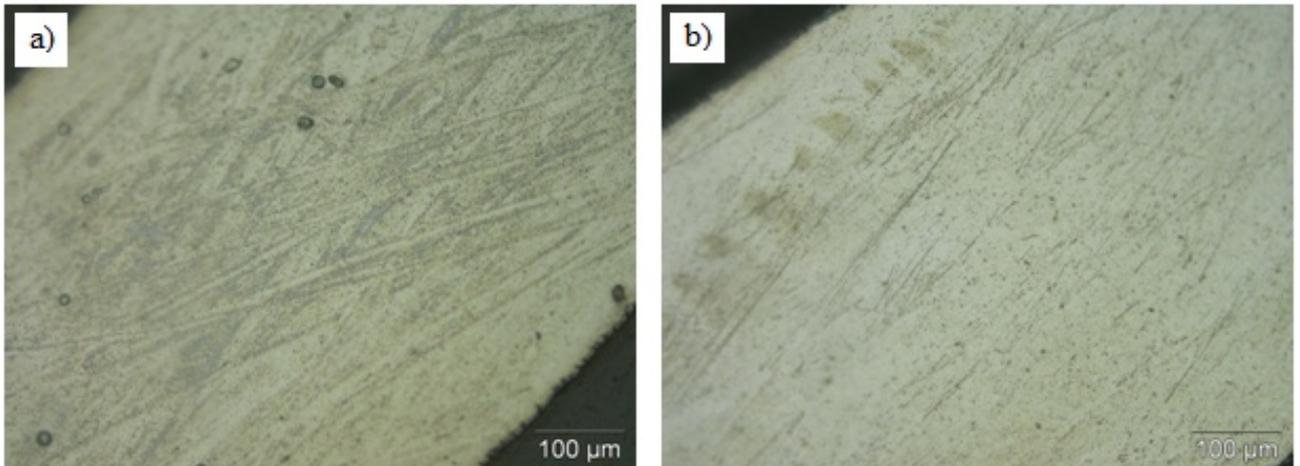
Na Tabela 4 é possível verificar o aumento das temperaturas críticas de transformação em função do tempo de permanência no forno para todos os tipos de amostras. A evolução das temperaturas críticas de transformação, entre as diferentes amostras, dentro de um mesmo tempo do tratamento térmico, apresenta praticamente constante para as temperaturas  $A_s$  e aumento das temperaturas  $M_s$ . Para os tratamentos térmicos com tempo de permanência no forno de 12 e 24 horas a transformação direta não ocorre em duas etapas, por isso as temperaturas da transformação romboédrica não são identificadas.

Os resultados apresentados na Tabela 3 e Tabela 4 permitiram a escolha do tratamento térmico para a confecção do compósito. O tratamento a  $500^\circ\text{C}$  foi escolhido para fazer o compósito por apresentar as temperaturas de transformações de fases mais próximas da temperatura ambiente de forma a tornar o experimento de fácil realização. Os tempos de permanência escolhido foram 2 horas, pois apresenta transformação em duas etapas e o de 24 horas, que não apresenta fase romboédrica, assim poderemos avaliar a resposta do compósito formado em função da presença da fase romboédrica. Para fazer os compósitos, as amostras escolhidas foram o fio de 0.49mm de diâmetro e a lâmina de 0,2mm.

## 5.2 CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL E MICROESTRUTURAL

A microscopia ótica permitiu a caracterização microestrutural das amostras de Ti-Ni. A Figura 21 mostra as micrografias óticas de uma lâmina de espessura 0,2mm que foi submetida aos tratamentos térmicos de  $500^\circ\text{C}$  por 2 e 24 horas com aumento de 100X. O ataque químico se mostrou satisfatório por permitir a visualização da morfologia estrutural da martensita.

Figura 21: Fotografia em microscopia ótica das lâminas de Ti-Ni tratadas termicamente  
a) Tratamento 500°C por 2h e b) Tratamento 500°C por 24h



Fonte: Autoria própria

Na Figura 21. a) observam-se as agulhas de martensita orientadas de maneira aleatória, mas ainda é possível perceber uma orientação de forma local. Também foram observados círculos escuros proveniente da fase precipitada  $Ti_3Ni_4$  (OTSUKA e WAYMAN, 1998). Na Figura 21. b) as agulhas de martensita também se mostram orientadas de maneira aleatória, de forma que não é possível identificar uma orientação preferencial de deslocamento.

### 5.3 AVALIAÇÃO DA MOBILIDADE DOS COMPÓSITOS

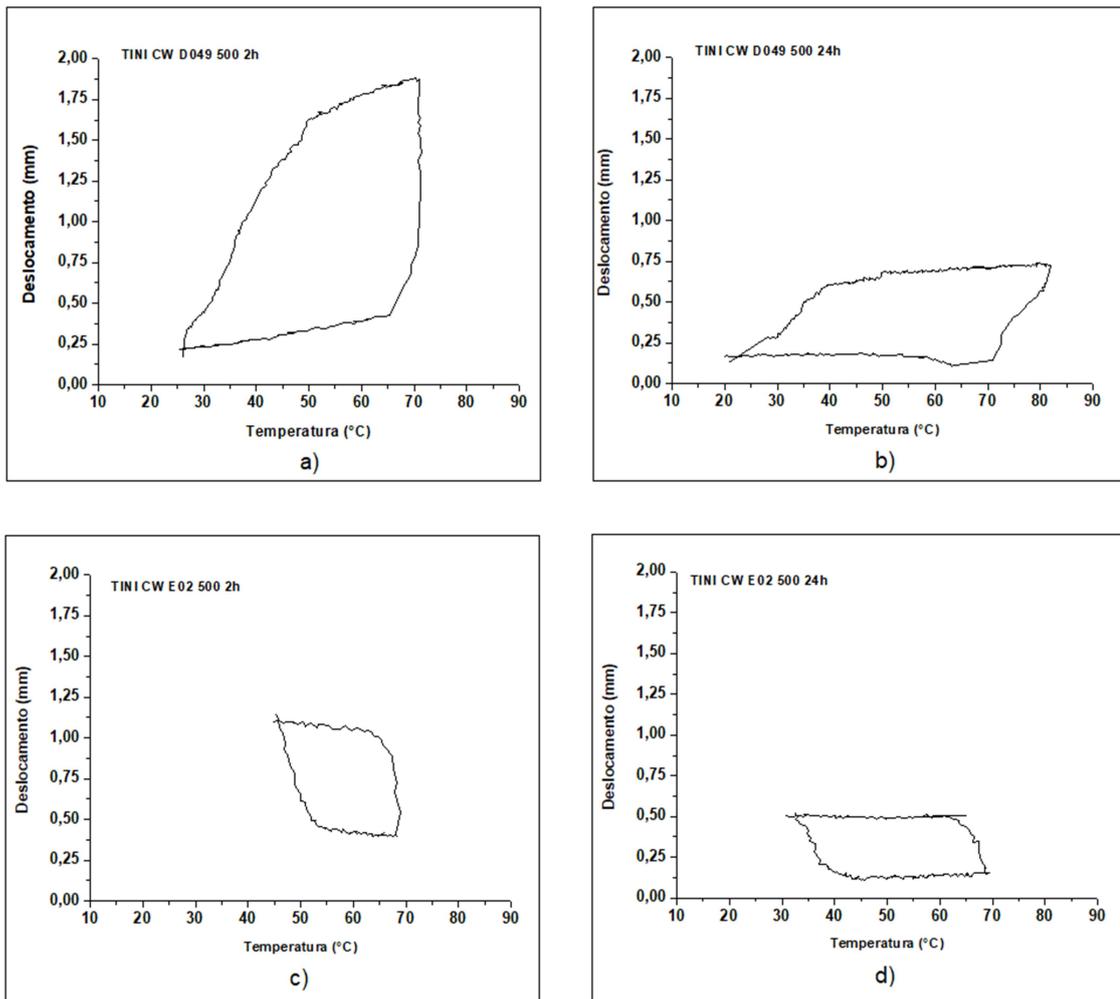
Os compósitos foram confeccionados de maneira satisfatória. Para ter uma primeira impressão de como o compósito reagiria em relação à memória de forma um experimento foi realizado passando uma corrente de forma a aquecer as amostras para se observar o efeito memória de forma. Os compósitos de um bloco formados com a resina apresentaram pouca deformação, pois por ser rígida a resina impediu a mobilidade das amostras. Os compósitos de dois blocos formados com a resina causam uma falsa impressão de maior mobilidade, pois o deslocamento apresentado ocorreu em função da parte central das amostras não estarem embebidas na matriz. Para todos os compósitos, de um bloco e dois blocos, formados com o silicone obtiveram boa mobilidade atribuída à flexibilidade do silicone. Para quantificar o valor desses deslocamentos reversíveis, foi realizada a medição por LVDT.

### 5.3.1 Resultados da medição dos deslocamentos

Considerando a primeira avaliação realizada com dos compósitos em relação à mobilidade, os compósitos confeccionados com resina não tiveram o resultado esperado. Dessa maneira, apenas os compósitos confeccionados com silicone passaram pelo ensaio de medição dos deslocamentos. A Figura 22 apresenta as curvas da deformação termoelástica em função da temperatura dos compósitos formados por 1 bloco. A Figura 22. a) e b) apresenta o resultado para o compósito com o fio para o tratamento térmico de 2 e 24 horas, respectivamente e a Figura 22. c) e d) apresenta o resultado para o compósito com a lâmina de 0,2mm de espessura para o tratamento térmico de 2 e 24 horas, respectivamente.

Figura 22: Gráficos do deslocamento em função da temperatura dos compósitos de silicone de 1 bloco

a) Fio 2h, b) Fio 24h, c) Lâmina 0,2mm de espessura 2h e d) Lâmina 0,2mm de espessura 24h

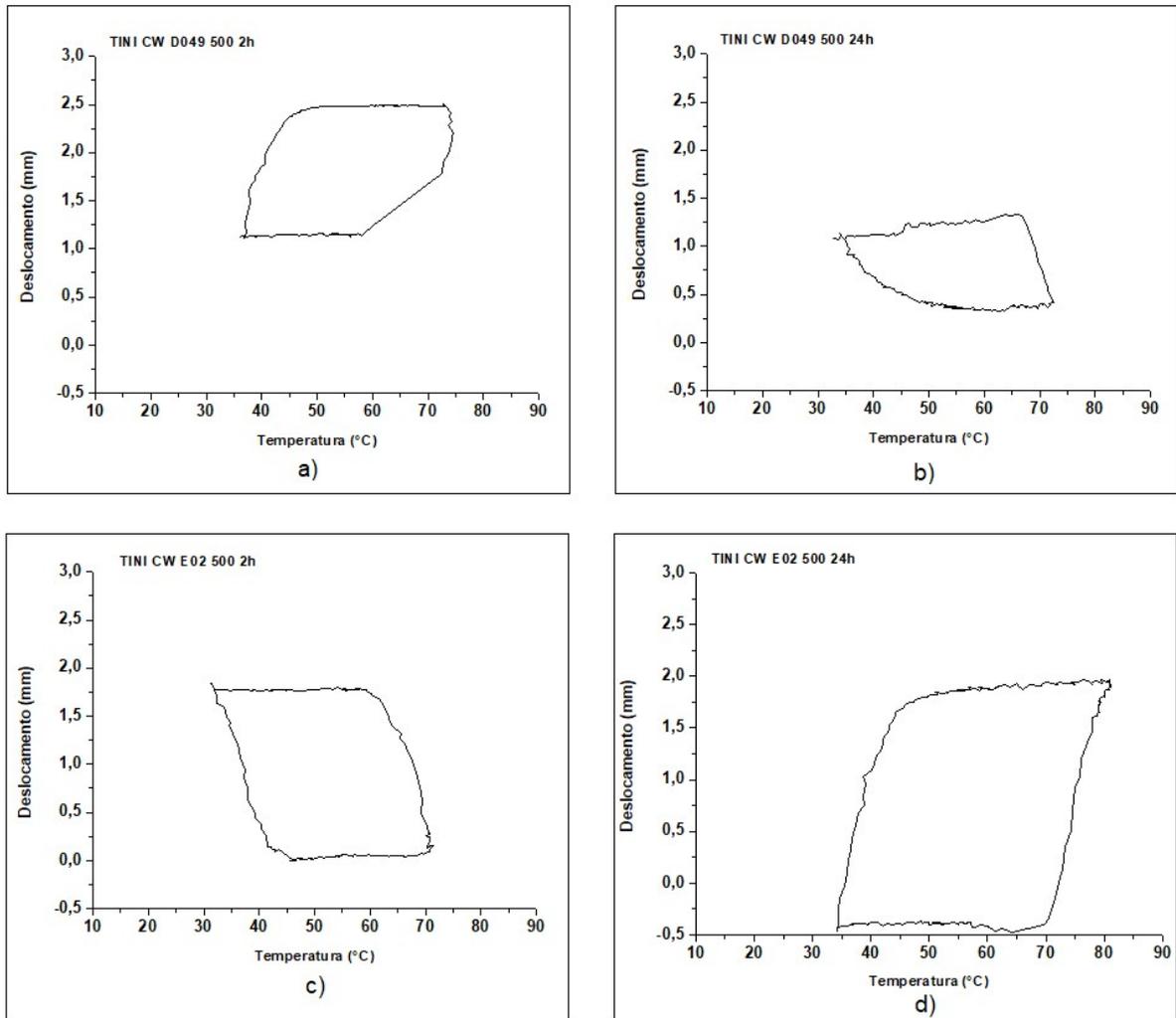


Fonte: Autoria própria

A Figura 23 apresenta as curvas da deformação termoelástica em função da temperatura dos compósitos formados por 2 blocos. A Figura 23. a) e b) apresenta o resultado para o compósito com o fio para o tratamento térmico de 2 e 24 horas, respectivamente e a Figura 23. c) e d) apresenta o resultado para o compósito com a lâmina para o tratamento térmico de 2 e 24 horas, respectivamente.

Figura 23: Gráficos do deslocamento em função da temperatura dos compósitos de silicone de 2 blocos

a) Fio 2h, b) Fio 24h, c) Lâmina 0,2mm de espessura 2h e d) Lâmina 0,2mm de espessura 24h



Fonte: Autoria própria

A Tabela 5 apresenta o resumo dos deslocamentos apresentados por cada compósito. Esses dados foram obtidos dos gráficos apresentados anteriormente.

Tabela 5: Resultados obtidos da medição com LVDT  
a) Compósito de 1 bloco e b) Compósito com 2 blocos

Deslocamento do compósito de 1 bloco		Deslocamento do compósito de 2 blocos	
amostra	deslocamento (mm)	amostra	deslocamento (mm)
Fio 2h	1,47	Fio 2h	1,33
Fio 24h	0,17	Fio 24h	0,94
Lamina 2h	0,88	Lamina 2h	1,78
Lamina 24h	0,16	Lamina 24h	2,51

**a)**

**b)**

Fonte: Autoria própria

Observando a Figura 22, para o tratamento térmico de 2 horas, tanto o compósito formado com fio e o compósito formado com a lâmina de 0,2mm de espessura, as amplitudes dos deslocamentos foram maiores em relação ao tratamento de 24 horas. Na Figura 22 b) e d) as bases dos gráficos são mais largas em comparação as bases da Figura 22 a) e c). Uma explicação para esse fato seria que o tratamento térmico de 24 horas apresenta transformação em duas etapas, que tem como característica elevada histerese térmica entre a fase austenítica e martensítica.

A Figura 23 a) e b), as amplitudes dos deslocamentos foram praticamente os mesmo entre os dois tratamentos térmicos para o fio. Diferente do resultado para um bloco, a lâmina com o tratamento térmico por 24 horas apresentou uma maior amplitude em relação ao tratamento de 2 horas, Figura 23 c) e d), respectivamente. Assim como os compósitos de um bloco, as bases dos gráficos dos compósitos de dois blocos com tratamento térmico de 24 horas também são mais largas.

Analisando a Tabela 5, os resultados de deslocamento obtidos para o tratamento térmico de 2 horas de tempo de permanência no forno se mostraram maiores em comparação aos de 24 horas. O tratamento térmico pode ter facilitado a recristalização e crescimento dos grãos e esse crescimento dos grãos diminuem as tensões internas dificultando a orientação da martensita durante o treinamento o que

leva a uma redução da termoelasticidade (OLIVEIRA, 2011). Para o compósito de 2 blocos formado pela lâmina com tratamento térmico de 24 horas, Tabela 5 b), o deslocamento apresentado foi de 2,51mm, superior a média dos demais. Os compósitos de 2 blocos, Tabela 5 b), apresentaram um desempenho melhor que os de um bloco, Tabela 5 a). Isso pode ser explicado por que parte da amostra, fio ou lâmina, fica fora da matriz, o que melhora a mobilidade geral do compósito.

## 6 CONCLUSÕES

- Na liga de Ti-Ni estudada foram observadas modificações nas temperaturas de transformação de fases em relação ao tempo de permanência dos tratamentos térmicos. As temperaturas aumentaram para valores próximos da temperatura ambiente com o aumento do tempo de permanência. Em uma faixa de tempo de tratamento térmico não foi observada a transformação romboédrica (B2-R-B19'), fase R.
- A análise microestrutural realizada por meio de microscopia ótica permitiu a visualização de estruturas morfológicas em forma de agulhas semelhantes a da fase martensítica.
- A partir de uma análise do deslocamento, os compósitos confeccionados com resina apresentaram reduzidos deslocamentos reversíveis, fato explicado pela rigidez da resina bloquear a movimentação das amostras. Também se observou a interferência da presença da fase R no tempo de resposta das ligas, a presença dessa fase propicia a visualização do efeito memória de forma antes de se alcançar a temperatura da transformação completa da fase austenítica, dessa forma sendo mais rápida a resposta à excitação térmica.
- A medição do deslocamento linear dos compósitos com a matriz de silicone foi possível enxergar deslocamentos consideráveis, comprovando o resultado dos treinamentos realizados nas amostras de Ti-Ni. Também foi possível verificar um melhor desempenho dos compósitos com tratamento térmico de 2 horas de tempo de permanência do forno em relação aos de 24 horas.

## REFERÊNCIAS

- ANDRADE, M. S. **Características Estruturais e Termoelástica de uma Liga TiNi Aproximadamente Equiatômica na Faixa de Temperatura 20-100°C**. 1978. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica)-Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 1978, p. 8-43.
- BUEHLER, W. J.; GILFRICH, J. V.; WILEY, R. C. Effect of Low Temperature Phase Changes the Mechanical Properties of Alloys Near Composition of NiTi. **Journal of Applied Physics**, U.S.A., v. 34, p. 1475-1484, 1963.
- CALLISTER, W. D. **Ciência e Engenharia dos Materiais: Uma Introdução**. 5. ed. New York, U.S.A: Livros Téc. Cient. Editora, 2002. 308-326 p.; 423 p.
- CERÓN, D. M. S. **Desenvolvimento de uma Metodologia para Fabricação de Compósitos Híbridos com Memória de Forma**. 2010. Dissertação (Mestrado em Sistemas Mecatrônicos)-Universidade de Brasília, Brasília, 2010.
- COURA, E. A. N. **Estudo da Aplicação da Liga NiTi com Efeito Memória de Forma em Atuadores de Aeronaves**. 2016. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Estruturas)-Universidade Federal de Minas Gerais, Minas Gerais, 2016.
- DUERIG, T. M.; PELTON, A.; STOCKEL, D. An Overview of Nitinol Medical Applications. **Materials Science and Engineering: A**, California, v. 273-275, p. 149-160, 1999.
- DUERIG, T. W.; PELTON, A. R. **Ti-Ni Shape Memory Alloys-Materials Properties Handbook: Titanium alloys**. USA: ASM international, 1994. 1048 p.
- FERNANDES, F. M. B. **Ligas Com Memória de Forma**. Lisboa: Universidade de Lisboa, Departamento de ciência dos Materiais / CENIMAT, 2006. 32 p.
- GONZALEZ, O. L.; CUELLAR, E. L.; WALLE, B. L.; ARAUJO, C. J.; MELO, E. R.; GONZALEZ, C. H. Thermomechanical Behavior of a Composite Based on a NiTi Ribbon with a Magnetic Hybrid Polymer. **Materials Today: Proceedings**, Spain, v. 2, p. 785-788, 2015. Trabalho apresentado na International Conference on Martensitic Transformations ICOMAT-2014, 2014.
- HWANG, C. M.; MEICHLER, M.; SALAMON, M. B.; WAYMAN, C. M. **PHILOS. Mag**, 47(9-62), 1983, p.177-191.

JANI, J. M.; LEARY, M.; SUBIC, A.; GIBSON, M. A. A Review of Shape Memory Alloy Research, Applications and Opportunities. **Materials and Design**, Australia, v. 56, p. 1078-1113, 2014.

KAW, A. K. **Mechanic of Composite Materials**. 2nd ed. Florida: CRC PRESS: Taylor & Francis Group LLC, 2006.

LEVY, F.; PARDINI, L. C. **Compósito Estruturais – Ciência e Tecnologia**. 1. ed. São Paulo: Editora Edgard Blucher, 2006. 313 p.

MICHUTTA, J.; CARROLL, M. C.; YAWNY, A.; SOMSEN, C.; NEUKING, K.; EGgeler, G. Martensitic Phase Transformation in Ni-rich NiTi Single Crystals With one Family of Ni<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub> Precipitates. **Materials Science and Engineering: A**, California, v. 378, p. 152-156, 2004.

MILLER, D. A.; LAGOUDAS, D. C. Influence of Cold Work and Heat Treatment on the Shape Memory Effect and Plastic Strain Development of NiTi. **Materials Science and Engineering: A**, California, v. 308, p. 161-175, 2001.

MOREIRA, A. M. **Materiais Compósitos**, 2009. Disponível em: <[http://www.estt.ipt.pt/download/disciplina/2932\\_PropriedadesMateriais.pdf](http://www.estt.ipt.pt/download/disciplina/2932_PropriedadesMateriais.pdf)>. Acesso em: 11 out. 2016.

NASCIMENTO, R. L. E. **Produção e Caracterização de Compósitos Inteligentes**. 2009. Dissertação (Mestrado em Engenharia dos Materiais)-Universidade de Nova Lisboa, Lisboa, 2009.

OLIVEIRA, C. A. N. **Estudo Metalúrgico de Fios de Ti-Ni para Aplicação em Atuadores de Válvulas de Fluxo**. 2011. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica)-Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2011.

OLIVEIRA, C. A. N. **Caracterização Termoelástica de Atuadores Helicoidais da Liga Cu-Zn-Al com Memória de Forma**. 2007. Tese (Mestrado em Engenharia Mecânica)-Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2007.

OTSUKA, K.; REN, X. Physical Metallurgy of Ti–Ni-Based Shape Memory Alloys. **Progress in Materials Science**, Japan, v. 50, p. 511-678, 2005.

OTSUKA, K.; REN, X. The Role of Softening in Elastic Constant sub 44 in Martensitic Transformation. **Scripta Materialia**, Japan, v. 38, p. 1359-6462, 1998.

OTSUKA, K.; WAYMAN, C. M. **Shape Memory Materials**. UK: Cambridge University Press, 1998. 131 p.

PINA, E. A. C. **Estudo da Estabilização na Liga Cu-Al-Mn com Memória de Forma**. 2006. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica)-Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2006.

QUADROS, N. F.; GONZALEZ, C. H. **Ligas com Memória de Forma. As Ligas Cu-Sn e Cu-Zn-Sn**. 1992. Trabalho apresentado ao 10º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciências dos Materiais, 1992.

SMITH, W. F. **Princípios de Ciência e Engenharia dos Materiais**. U.S.A.: Mc Grawhill, 1998.

SILVA, K. C. A. **Caracterização de Compósitos de Matriz Polimérica Reforçados com Ligas com Memória de Forma para Aplicação em Microatuadores**. 2013. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica)-Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2013.

SONG, G.; PATIL, D.; KOCUREK, C.; BARTOS, J. Applications of Shape Memory Alloys in Offshore Oil and Gas Industry: A Review. **Earth and Space 2010: Engineering, Science, Construction, and Operations in Challenging Environments**, Honolulu, p. 1-17, 2010.

STALMANS, R.; VAN HUMBEECK, J.; DELAEY, L. Training and the Two Way Memory Effect in Copper Based Shape Memory Alloys. **Journal de Physique IV**, France, v. 1, p. 403-408, 1991.

STRANDBERG, E. **Caracterización de Aleaciones de Titanio con Bajo Módulo Elástico y Memoria de Forma para Aplicaciones Biomédicas**. 2006. Dissertação (Mestrado)-Universitat Politècnica de Catalunya, Barcelona, 2006.

WANG, Z. G.; ZU, X. T.; FENG, X. D.; MO, H. Q.; ZHOU, J. M. Calorimetric Study of Multiple-Step Transformation in TiNi Shape Memory Alloy with Partial Transformation Cycle. **Materials Letters**, U.S.A., v. 58, p. 3141- 3144, 2004.

WU, S. K.; LINB, H. C.; YENA, Y. C.; CHENA, J. C. Wire Drawing Conducted in the R-Phase of TiNi Shape Memory Alloys. **Materials Letters**, U.S.A., v. 46, p. 175-180, 2000.