



**EFEITO DE TRATAMENTO CRIOGÊNICO NO COMPORTAMENTO
PSEUDOELÁSTICO DA LIGA $\text{Ni}_{57}\text{Ti}_{43}$ SOB CARREGAMENTO CÍCLICO**

DÉBORA BARTASEVICIUS

**DISSERTAÇÃO DE MESTRADO EM SISTEMAS MECATRÔNICOS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA**

FACULDADE DE TECNOLOGIA

UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA

UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA

**Faculdade de Tecnologia
Departamento de Engenharia Mecânica**

**EFEITO DE TRATAMENTO CRIOGÊNICO NO COMPORTAMENTO
PSEUDOELÁSTICO DA LIGA $\text{Ni}_{57}\text{Ti}_{43}$ SOB CARREGAMENTO CÍCLICO**

DÉBORA BARTASEVICIUS

ORIENTADOR: Prof. EDSON PAULO DA SILVA, Dr. Ing.

**DISSERTAÇÃO DE MESTRADO EM SISTEMAS
MECATRÔNICOS**

Brasília-DF, 27 de Setembro de 2019

UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA

Faculdade de Tecnologia

Departamento de Engenharia Mecânica

EFEITO DE TRATAMENTO CRIOGÊNICO NO COMPORTAMENTO PSEUDOELÁSTICO DA LIGA $NI_{57}TI_{43}$ SOB CARREGAMENTO CÍCLICO

DÉBORA BARTASEVICIUS

*Dissertação de Mestrado submetida ao Departamento de
Engenharia Mecânica da Faculdade de Tecnologia da
Universidade de Brasília como parte dos requisitos necessários
para a obtenção do grau de Mestre em Sistemas Mecatrônicos*

Banca Examinadora

Prof. Edson Paulo da Silva, Dr. -Ing. _____

ENM/FT/UnB

Orientador

Prof. Rodrigo Arbey Muñoz Meneses, Dr. -Ing. _____

ENM/FT/UnB

Examinador interno

Prof. Jorge Luiz de Almeida Ferreira, Dr.- Ing _____

ENM/FT/UnB

Examinador externo

Brasília- DF, 27 Setembro de 2019.

FICHA CATALOGRÁFICA

BARTASEVICIUS, Débora.

Efeito de Tratamento Criogênico no Comportamento Pseudoelástico da Liga Ni₅₇Ti₄₃ sob carregamento cíclico. [Distrito Federal] 2019.

xiv, 105p. 210 x 297 mm (ENM/FT/UnB, Mestre, Sistemas Mecatrônicos, 2019).
Dissertação de Mestrado – Universidade de Brasília. Faculdade de Tecnologia.
Departamento de Engenharia Mecânica.

1. Liga NiTi

3. Tratamento Criogênico

I. ENM/FT/UNB

2. Pseudoelasticidade

4. Fadiga

II. Título ENM. DM

REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

BARTASEVICIUS, Débora. (2019). Efeito de tratamento criogênico no comportamento pseudoelástico da liga Ni₅₇Ti₄₃ sob carregamento cíclico. Dissertação de Mestrado em Sistemas Mecatrônicos, Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade de Brasília, Brasília, DF, 105p.

CESSÃO DE DIREITOS

AUTOR: Débora Bartasevicius.

TÍTULO: Efeito de tratamento criogênico no comportamento pseudoelástico da liga Ni₅₇Ti₄₃ sob carregamento cíclico.

GRAU: Mestre

ANO: 2019.

É concedida à Universidade de Brasília permissão para reproduzir cópias desta dissertação de mestrado e para emprestar ou vender tais cópias somente para propósitos acadêmicos e científicos. O autor reserva outros direitos de publicação e nenhuma parte dessa dissertação de mestrado pode ser reproduzida sem autorização por escrito do autor.

RESUMO

EFEITO DE TRATAMENTO CRIOGÊNICO NO COMPORTAMENTO PSEUDOELÁSTICO DA LIGA Ni₅₇Ti₄₃ SOB CARREGAMENTO CÍCLICO.

As ligas com memória de forma (LMFs) possuem a particularidade de recuperar uma forma original após deformações significativas e destacam-se pelo comportamento pseudoelástico e efeito memória de forma, que possibilitam aplicações em diversas áreas. Em aplicações como atuadores, o material é submetido a carregamentos termomecânicos cíclicos, e as LMFs estão sujeitas a sofrer dois tipos de fadiga: estrutural e funcional. A estrutural é caracterizada pela falha mecânica do material, e a funcional pela alteração de propriedades com a ciclagem. No entanto, essas ligas apresentam uma resposta à fadiga e fratura incomum se comparada a outros materiais amplamente utilizados, devido às mudanças microestruturais que ocorrem por indução mecânica e/ou térmica. O tratamento criogênico é vastamente utilizado na indústria para o aprimoramento de propriedade de aços, e vem sendo investigado em ligas com memória de forma. Recentes estudos mostraram que o tratamento criogênico pode alterar de forma expressiva algumas propriedades da liga. O presente trabalho objetiva compreender se e como o tratamento criogênico influencia na resposta à fadiga da liga NiTi no regime pseudoelástico. Amostras de Ni₅₇Ti₄₃ austeníticas foram tratadas criogenicamente por meio de imersão em nitrogênio líquido (-196°C) por 24 horas, e submetidas a ensaios de fadiga variando a tensão máxima aplicada. As variações das propriedades funcionais da liga até a estabilização da curva pseudoelástica foram analisadas (fadiga funcional), e a quantidade de ciclos até a fratura do matéria (fadiga estrutural). Os resultados foram comparados com os obtidos nas amostras não tratadas criogenicamente submetidas às mesmas condições de carregamento. Observou-se que a deformação residual, a deformação máxima, a deformação recuperável e a energia dissipada aumentaram com o tratamento criogênico, enquanto que a tensão de transformação e a vida em fadiga diminuíram.

ABSTRACT

EFFECT OF CRYOGENIC TREATMENT ON THE PSEUDOELASTIC BEHAVIOR OF THE Ni₅₇Ti₄₃ ALLOY UNDER CYCLIC LOADING

The shape memory alloys (SMAs) have the particularity of recovering an original form after significant deformations, and stand out for their pseudoelastic behavior and shape memory effect, that enable applications in several areas. In applications such as actuators, the material is subjected to cyclic thermomechanical loadings, and the SMAs can suffer two types of fatigue: structural and functional. The structural fatigue is characterized by the material's mechanical failure, and the functional by the properties alterations with the cycling. However, these alloys exhibit an uncommon fatigue response and fracture if compared to other widely used materials, due to microstructural changes that occur through mechanical and/or thermal induction. The cryogenic treatment is widely used in the industry for the improvement of property of steels and it has been investigated in NiTi alloys with shape memory. Recent studies have shown that the cryogenic treatment can significantly change some properties of the alloy. The present work aims to understand if and how the cryogenic treatment influences the fatigue response NiTi alloy in the pseudoelastic regime. Austenitic specimens of Ni₅₇Ti₄₃ were cryogenically treated by immersion in liquid nitrogen (-196°C) for 24 hours and subjected to fatigue tests varying the maximum applied stress. The functional properties' variations until pseudoelastic response stabilization were analyzed (functional fatigue), and the number of cycles until the material's fracture (structural fatigue). The results were compared with those obtained in the non-treated specimens subjected to the same loading conditions. It was observed that the residual strain, the maximum strain, the recoverable strain and the dissipated energy were increased by the cryogenic treatment, while the transformation stress and the fatigue life were reduced.

SUMÁRIO

CAPÍTULO 1 - INTRODUÇÃO	1
1.1 Contexto de Motivação	2
1.2 Descrição do Estado da Arte	4
1.3 Objetivos	5
1.4 Metodologia	5
1.5 Estrutura do Trabalho	5
CAPÍTULO 2 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	6
2.1 Ligas com Memória de Forma	6
2.1.1 Histórico	6
2.1.2 Microestrutura	7
2.1.2.1 Austenita	8
2.1.2.2 Martensita	8
2.1.2.2.1 Martensita Maclada	8
2.1.2.2.2 Martensita Demaclada	9
2.1.3 Transformação Martensítica	12
2.1.4 Comportamento Termomecânico	14
2.1.4.1 Quasiplasticidade	14
2.1.4.2 Efeito Pseudoelástico	15
2.1.4.3 Efeito Memória de Forma	16
2.1.5 Liga NiTi	17
2.1.6 Aplicações	20
2.1.6.1 Aparelhos Ortodônticos	20
2.1.6.2 Dispositivos Cardiovasculares	21
2.1.6.3 Atuadores	22
2.1.6.4 Conectores Eletrônicos	24
2.1.6.5 Fones de Ouvido	25
2.1.6.6 Próteses	26
2.1.6.7 Transportes	26
2.1.6.8 Construção Civil	27
2.2 Tratamento Criogênico	28
2.2.1 Parâmetros	29
2.2.2 Efeitos de Tratamento Criogênico em Ligas Ferrosas e Alumínio	30
2.2.3 Efeitos de Tratamento Criogênico em Ligas NiTi	33
2.3 Fadiga em LMF	35
2.4 Estudos em LMF de NiTi	37
CAPÍTULO 3 – MATERIAIS E MÉTODOS	44
3.1 Materiais	44
3.2 Preparação dos Corpos de Prova	46
3.3 Ensaio de Tração	50
3.4 Ensaio de Fadiga	52
CAPÍTULO 4 – Resultados e Discussões	54
4.1 Fadiga Funcional	54
4.1.1 Curvas Tensão x Deformação	54
4.1.2 Deformação	59
4.1.2.1 Deformação Residual	59
4.1.2.2 Deformação Máxima	62
4.1.2.3 Deformação Recuperável	65
4.1.3 Densidade de Energia	68
4.1.4 Módulo Elástico	71
4.1.5 Tensão de Transformação Martensítica	74
4.2 Fadiga Estrutural	77
CAPÍTULO 5 – Conclusões	79
RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	80

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	81
APÊNDICE A	88
APÊNDICE B	97

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1: Temperaturas características das ligas com memória de forma - esquemático	7
Figura 2.2a: Austenita	8
Figura 2.2b: Estrutura cristalina $B2$	8
Figura 2.3a: Martensita maclada	9
Figura 2.3b: Estrutura cristalina $B19'$	9
Figura 2.4: Martensita demaclada	9
Figura 2.5: Primeira etapa do processo de transformação da austenita para martensita por indução térmica	10
Figura 2.6: Interface martensita/austenita	11
Figura 2.7a: Acomodação por escorregamento	11
Figura 2.7b: Acomodação por maclação	11
Figura 2.8: Transformação de fases das ligas com memória de forma - Esquemático	12
Figura 2.9: Representação das curvas de energia livre para as fases austenita e martensita, e sua relação com as temperaturas M_s e A_s - Esquemático	13
Figura 2.10: Comportamento quasiplástico - Esquemático.....	15
Figura 2.11: Curva tensão – deformação pseudoelástica esquemática.....	16
Figura 2.12: Efeito memória de forma - Esquemático	17
Figura 2.13: Diagrama de fases do sistema NiTi	18
Figura 2.14: Curva tempo-temperatura da transformação da liga $Ni_{52}Ti_{48}$	19
Figura 2.15: Variação da deformação efetiva correspondente ao fio de NiTi e de aço inoxidável	21
Figura 2.16a: Forma recuperada do filtro Simon	21
Figura 2.16b: Processo de recuperação de forma do filtro Simon	21
Figura 2.17: Dispositivo <i>stent</i> de NiTi expandido e contraído.....	22
Figura 2.18: Protótipo do espelho EAGLE	23
Figura 2.19: Diagrama esquemático de uma bomba de rim artificial, utilizando NiTi	23
Figura 2.20: Desenho esquemático representando Smart Wing.....	24
Figura 2.21: Cryocon electrical connectors com pino e anel de NiTi	25
Figura 2.22: Fone de ouvido da Sony para MiniDisc Walkman. Dois pedaços de fio superelástico são usados para fazer o arco	25
Figura 2.23: Relação tensão-deformação do aço inoxidável, liga NiTi, osso e tendão.....	26
Figura 2.24: Dispositivo automático de ajuste do nível de óleo do trem bala Shinkansen	27
Figura 2.25: Desenho esquemático do teste em bloco de concreto reforçado com LMF.....	28
Figura 2.26: Gráfico esquemático de tratamento criogênico.....	30
Figura 2.27: Evolução da curva tensão-deformação sob carregamento controlado por deformação máxima	38

Figura 2.28: Definição das propriedades funcionais	38
Figura 3.1: Fluxograma do experimento	44
Figura 3.2: DSC 8500 da Perkin Elmer ®	45
Figura 3.3: MTS 810 Material Test System	47
Figura 3.4: Desenho técnico dos corpos de prova.....	47
Figura 3.5: Corpos de prova após o polimento	48
Figura 3.6: Perfil de temperatura do tratamento térmico no forno.....	48
Figura 3.7: Forno <i>Nabertherm</i> LHT407GN6	49
Figura 3.8: Perfil de temperatura do tratamento criogênico	50
Figura 3.9: Tanque de nitrogênio Dewar.....	50
Figura 3.10: Curva tensão – deformação do material não tratado.....	51
Figura 3.11: Curva tensão – deformação do material tratado	51
Figura 3.12: Curva tensão – deformação esquemático.....	52
Figura 3.13: Montagem do CP na MTS 647 Hydraulic Wedge Grip para o ensaio de fadiga. 53	
Figura 4.1: Curva tensão – deformação não tratado até o 10 ^o ciclo ($\sigma_{m\acute{a}x} = 400$ Mpa)	55
Figura 4.2: Curva tensão – deformação tratado até o 10 ^o ciclo ($\sigma_{m\acute{a}x} = 400$ Mpa)	55
Figura 4.3: Curva tensão – deformação não tratado até o 10 ^o ciclo ($\sigma_{m\acute{a}x} = 450$ Mpa)	56
Figura 4.4: Curva tensão – deformação tratado até o 10 ^o ciclo ($\sigma_{m\acute{a}x} = 450$ Mpa)	56
Figura 4.5: Curva tensão – deformação não tratado até o 10 ^o ciclo ($\sigma_{m\acute{a}x} = 500$ Mpa)	57
Figura 4.6: Curva tensão – deformação tratado até o 10 ^o ciclo ($\sigma_{m\acute{a}x} = 500$ Mpa)	57
Figura 4.7: Curva tensão – deformação não tratado até o 10 ^o ciclo ($\sigma_{m\acute{a}x} = 550$ Mpa)	58
Figura 4.8: Curva tensão – deformação tratado até o 10 ^o ciclo ($\sigma_{m\acute{a}x} = 550$ Mpa)	58
Figura 4.9: Comparação da evolução da ϵ_{res} para tensão máxima de 400 MPa	59
Figura 4.10: Comparação da evolução da ϵ_{res} para tensão máxima de 450 MPa	60
Figura 4.11: Comparação da evolução da ϵ_{res} para tensão máxima de 500 MPa	60
Figura 4.12: Comparação da evolução da ϵ_{res} para tensão máxima de 550 MPa	61
Figura 4.13: ϵ_{res} acumulada no início, na estabilização e na ruptura	61
Figura 4.14: Comparação da evolução da $\epsilon_{m\acute{a}x}$ para tensão máxima de 400 MPa	62
Figura 4.15: Comparação da evolução da $\epsilon_{m\acute{a}x}$ para tensão máxima de 450 MPa	63
Figura 4.16: Comparação da evolução da $\epsilon_{m\acute{a}x}$ para tensão máxima de 500 MPa	63
Figura 4.17: Comparação da evolução da $\epsilon_{m\acute{a}x}$ para tensão máxima de 550 MPa.....	64
Figura 4.18: $\epsilon_{m\acute{a}x}$ no início, na estabilização e na ruptura	64
Figura 4.19: Comparação da evolução da ϵ_{rec} para tensão máxima de 400 MPa	65
Figura 4.20: Comparação da evolução da ϵ_{rec} para tensão máxima de 450 MPa	66
Figura 4.21: Comparação da evolução da ϵ_{rec} para tensão máxima de 500 MPa	66
Figura 4.22: Comparação da evolução da ϵ_{rec} para tensão máxima de 550 MPa	67
Figura 4.23: ϵ_{rec} no início, na estabilização e na ruptura	67
Figura 4.24: Comparação da evolução da E_{diss} para tensão máxima de 400 MPa.....	68

Figura 4.25: Comparação da evolução da E_{diss} para tensão máxima de 450 MPa.....	69
Figura 4.26: Comparação da evolução da E_{diss} para tensão máxima de 500 MPa.....	69
Figura 4.27: Comparação da evolução da E_{diss} para tensão máxima de 550 MPa.....	70
Figura 4.28: E_{diss} no início, na estabilização e na ruptura.....	70
Figura 4.29: Comparação da evolução do E para tensão máxima de 400 MPa	71
Figura 4.30: Comparação da evolução do E para tensão máxima de 450 MPa	72
Figura 4.31: Comparação da evolução do E para tensão máxima de 500 MPa	72
Figura 4.32: Comparação da evolução do E para tensão máxima de 550 MPa	73
Figura 4.33: E no início, na estabilização e na ruptura	73
Figura 4.34: Comparação da evolução da σ_{AM} para tensão máxima de 400 MPa	74
Figura 4.35: Comparação da evolução da σ_{AM} para tensão máxima de 450 MPa	75
Figura 4.36: Comparação da evolução da σ_{AM} para tensão máxima de 500 MPa	75
Figura 4.37: Comparação da evolução da σ_{AM} para tensão máxima de 550 MPa	76
Figura 4.38: σ_{AM} acumulada no início, na estabilização e na ruptura	76
Figura 4.39: Curva S-N	77
Figura 4.40: Vida em fadiga (N_f) em função da tensão máxima aplicada.....	78

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1: Pontos especiais no diagrama de fases do sistema NiTi	18
Tabela 3.1: Composição química da amostra	45
Tabela 3.2: Temperaturas características da amostra	46
Tabela 3.3: Resultados do teste de tração Ni ₅₇ Ti ₄₃ das amostras não tratada e tratada	52

LISTA DE SÍMBOLOS

Símbolos Latinos

A_s	Temperatura inicial de formação da austenita	[°C]
A_p	Temperatura de pico endotérmico	[°C]
A_f	Temperatura final de formação da austenita	[°C]
M_s	Temperatura inicial de formação da martensita	[°C]
M_p	Temperatura de pico exotérmico	[°C]
M_f	Temperatura final de formação da martensita	[°C]
M_d	Temperatura acima a qual não há transformação martensítica	[°C]
T_0	Temperatura de equilíbrio termodinâmico entre as fases martensita e austenita	[°C]
$ \Delta G^{a-m} _{M_s}$	Força motriz para nucleação da martensita	[J]
G^m	Energia livre de Gibbs da martensita	[J]
G^a	Energia livre de Gibbs da austenita	[J]
$ \Delta G^{m-a} _{A_s}$	Força motriz para nucleação da austenita	[J]
ΔT_s	Super-resfriamento necessário para a transformação	[°C]
G_q	Energia química da mudança de forma da <i>austenita</i> para a <i>martensita</i>	[J]
G_s	Energia de superfície entre as fases	[J]
G_e	Energia elástica ao redor da martensita	[J]
G_{nq}	Energia não química da transformação	[J]
N	Número de ciclos	
N_f	Ciclos até a falha, vida em fadiga	
E_{diss}	Densidade de Energia dissipada em um ciclo pseudoelástico	[MPa/m ³]
E	Módulo de elasticidade	[GPa]

Símbolos Gregos

σ	Tensão uniaxial	[Pa]
ε	Deformação	
ΔS	Entropia de transformação por unidade de volume	[J/(m ³ . K)]
ΔH^*	Entalpia de transformação por unidade de volume	[J/m ³]
Δ	Variação	
ε_{res}	Deformação residual	

ε_{max}	Deformação máxima	
ε_{rec}	Deformação recuperável	
$\sigma_{A \rightarrow M}$	Tensão de transformação da austenita para a martensita	[MPa]

Siglas

LMF	Liga com memória de forma
EMF	Efeito memória de forma
PE	Pseudoelasticidade
NT	Não tratado
TC	Tratado criogenicamente

CAPÍTULO 1 - INTRODUÇÃO

Durante anos cientistas e engenheiros buscaram materiais que permitissem a concepção de estruturas adaptativas, que são mais leves e flexíveis, e mudam de acordo com a necessidade do ambiente (Gandhi & Thompson, 1992). O surgimento dos materiais inteligentes permitiu o avanço nessas estruturas adaptativas. Justamente por terem a capacidade de atuarem como sensores e atuadores, esses novos materiais viabilizam grandes reduções no peso global das estruturas, além de reduzir a sua complexidade em relação ao uso de materiais convencionais. (Mavroidis, 2002). Por exemplo, um atuador feito de LMF de NiTi possui uma das maiores densidade de trabalho, capacidade de performar trabalho sob seu peso global, correspondente a um valor 25 vezes maior que a de um motor elétrico, e é capaz de levantar uma carga 100 vezes maior que o seu peso próprio (Jani et al., 2014). Essas ligas, assim como outros materiais inteligentes, são utilizados em estruturas adaptativas, que detém a habilidade de sentir e atuar de forma a performar a função a qual foram projetados (Janocha, 2007).

Os materiais inteligentes começaram a ser descobertos pelos irmãos Curie. Eles notaram que uma energia elétrica era gerada ao impor uma tensão no quartzo, o efeito piezoelétrico. Durante a Primeira e Segunda Guerra Mundial foram feitos diversos avanços nessa categoria de materiais. A integração entre o domínio mecânico com os diferentes domínios físicos, como o térmico, magnético e elétrico, está entre as vantagens de se utilizar materiais inteligentes. Eles possuem a capacidade de alterar a sua forma, rigidez e frequência natural através da aplicação de campos elétricos, eletromagnéticos, de força, de temperatura, etc (Leo, 2007).

Um estudo feito pela *BCC Research* em 2015 mostrou que o mercado global para os materiais inteligentes correspondia a 23,6 bilhões de dólares em 2013 e quase 26 bilhões em 2014. A previsão feita por analistas é de que o mercado global de materiais inteligentes atinja mais que 42,2 bilhões de dólares em 2019, com uma taxa de crescimento anual de 10,2%. O maior segmento desse mercado é composto pelos motores e atuadores, que corresponderam a 16,8 bilhões de dólares em 2013 e possuem uma estimativa de 30,2 bilhões para 2019 (McWilliams, 2015). Entre os materiais inteligentes mais comumente utilizados estão os: piezoelétricos, fluidos eletroreológicos, fluidos magnetoreológicos e ligas com memória de forma (Leo, 2007).

As LMFs estão ganhando cada vez mais espaço em aplicações do cotidiano, como por exemplo na ortodontia, cardiologia, ortopedia, indústria aeronáutica, indústria espacial, indústria cirúrgica, indústria de construção civil e em sistemas de absorção de vibrações

(Lagoudas, 2008; Barbero, 2004). Elas são capazes de recuperar seu formato original após grandes deformações, e possuem como características fundamentais o efeito de memória de forma (EMF) e a pseudoelasticidade (PE). Esses efeitos são decorrentes de transformações microestruturais conhecidas como transformações martensíticas. O EMF é observado quando o material é deformado em temperaturas abaixo de uma temperatura característica e, após o aquecimento acima de outra temperatura característica, recupera a sua forma e dimensões originais. A PE, também conhecida como superelasticidade, ocorre quando a liga é deformada acima de uma temperatura característica e, após o descarregamento, o material volta a sua forma e dimensões originais. As transformações martensíticas ocorrem tanto por indução térmica no EMF quanto por indução mecânica na PE (Otsuka & Ren, 1999; Thompson, 2000). Exemplos dessas ligas são: NiTi, FeNi, NiAl, CuZn e AuCuZn (Dalaey & Krishnan, 1974; Otsuka & Wayman, 1995).

Descoberta na década de 1960 pelo Laboratório de Artilharia Naval dos Estados Unidos (NOL) e chamada de Nitinol, a liga NiTi liderou o crescimento no interesse pelo efeito memória de forma e tornou-se uma das mais utilizadas. Devido a sua boa propriedade funcional, memória de forma, pseudelasticidade, deformação recuperável, resistência a corrosão e biocompatibilidade, essa liga apresenta a melhor combinação de propriedades, e seu uso ganhou espaço nas áreas da medicina, engenharia, aeroespacial e endodôntica (Duerig et al., 1990; Cismasiu, 2010). A primeira aplicação prática do efeito memória de forma que se tem conhecimento foi a do acoplamento do tubo hidráulico da aeronave Grumman F-14 em 1971. Já a primeira aplicação comercial explorando o efeito pseudoelástico foi sua utilização nos arcos ortodônticos para a correção dos dentes na década de 1970 (Otsuka & Wayman, 1998; Lagoudas, 2008). O sucesso das aplicações baseada na PE deve-se ao fato de não haver necessidade de um ciclo térmico, principalmente na área médica que possui um diferencial térmico limitado, fazendo com que seu projeto fique mais simples (Otsuka & Wayman, 1998).

1.1 Contexto de Motivação

As ligas com memória de forma apresentam um grande potencial de aplicação nas mais diversas áreas. Dentre as LMF, as ligas NiTi são as que destacam, de maneira especial em aplicações médicas e odontológicas, pelo fato de serem biocompatíveis. Esse fato deve-se à formação de uma camada passiva de TiO₂, que também ocasiona em uma boa resistência à corrosão. (Lagoudas, 2008; Rao et al., 2015). Em muitas das aplicações das LMFs o material está submetido a carregamentos termomecânicos cíclicos, e a liga pode sofrer dois tipos de

fadiga: a fadiga estrutural, caracterizada pela fratura do material, e/ou a fadiga funcional, caracterizada por alterações das propriedades funcionais ao longo da ciclagem. Como por exemplo os *stents* sofrendo expansões e contrações constantes das veias, ou as brocas utilizadas para canais dentários sofrendo constantes torções, estão sujeitos à fadiga de baixo ciclo (Elahinia, 2016). Essas ligas possuem uma fratura e resposta à fadiga incomum se comparada a outros materiais amplamente utilizados na área da engenharia. Essa particularidade é ocasionada pelas transformações microestruturais induzidas mecânica e/ou termicamente (Maletta et al., 2012). Os carregamentos cíclicos levam a uma grande modificação na resposta global da liga e necessitam de estudo. Porém, modelos mundialmente conhecidos e testes padrões não podem ser aplicados para análise e previsão de propagação de trincas sob carregamentos cíclicos em LMFs. Os ensaios de fadiga controlados por tensão precisam ser investigados mais profundamente, pois a maioria dos estudos concentram-se em ensaios de fadiga por deformação prescrita (Maletta et al., 2014; Barbarino et al., 2014; Kang & Song, 2015).

A fadiga funcional, também chamada de termomecânica, ocorre devido a mudanças graduais na microestrutura, podendo levar à diminuição da deformação recuperável no efeito memória de forma, diminuição da energia dissipada no efeito pseudoelástico, mudança das temperaturas de transformação de fase e das tensões de transformações martensíticas (Eggeler et al., 2004; Maletta et al., 2014). A fadiga estrutural pode ser definida como o acúmulo de dano microestrutural que ocorre durante os carregamentos cíclicos e que eventualmente leva à falha por fadiga (Eggeler et al, 2004).

Critérios clássicos como o Soderberg e Goodman (Bannantine et al., 1990) não podem ser aplicados para previsão de vida em fadiga nas LMFs (Tabanlı et al., 1999). Amostras e testes não padronizados devem ser desenvolvidos, e assim uma grande quantidade de resultados é necessária para completa caracterização das LMFs. Esse fator dificulta o surgimento de modelos propostos para a previsão de vida em fadiga em LMF e muitos dos efeitos das condições de operações ainda não são conhecidos (Maletta et al., 2012). A fadiga restringe o uso das LMFs, o que motiva o seu estudo em busca de uma melhor compreensão dos fenômenos que decorrem da ciclagem, promovendo uma maior e melhor utilização dos materiais. A confiabilidade de um material está relacionada com o seu tempo de vida útil (Otsuka & Wayman, 1998). Entre os fatores que influenciam no comportamento de um material à fadiga pode-se citar: o processo de fabricação, tratamento térmico, tensão aplicada, deformação aplicada, variação de temperatura, tensão de transformação, quantidade de defeitos, etc (Lagoudas, 2008). Uma liga NiTi pode ser utilizada como atuador em órgãos

artificiais, como rim ou coração, e nestes casos uma alta resistência é necessário (Otsuka & Wayman, 1998)

As indústrias utilizam o tratamento criogênico para melhorar as propriedades dos aços, principalmente a resistência ao desgaste. O aumento da utilização do tratamento criogênico levou a estudos sobre quais as mudanças esse tratamento traria nas LMFs (Bailey, 1971; Zhmud, 1980; Farina, 2011; Castilho, 2017; Cruz e Filho, 2016). Alguns deles observaram aumento da eficiência de corte (George et al., 2011), da dureza (Kozlick, 2013; Lopes, 2014), e aumento no fator de amortecimento (Albano, 2013; Kozlick, 2013; Lopes, 2014; Cruz e Filho, 2016; Castilho, 2017).

Os resultados de recentes estudos sobre o tratamento criogênico aliados com a necessidade de melhoria e estudo sobre a resistência à fadiga das LMFs, motivou o presente trabalho a contribuir com os efeitos de tratamento criogênico na vida em fadiga de uma liga NiTi.

1.2 Descrição do Estado da Arte

Nos últimos anos, diversos estudos foram publicados abordando os efeitos dos carregamentos cíclicos em materiais pseudoelásticos. Maletta et al. (2012) propuseram uma adaptação do modelo de cálculo de vida em fadiga desenvolvido por Coffin-Manson para ligas NiTi sob diferentes deformações máximas, subdividindo a deformação em elástica e inelástica. Maletta et al. (2014) complementaram seu trabalho apresentando um estudo da relação entre a deformação máxima de ciclagem com a vida em fadiga da liga Ni₅₁Ti₄₉, e como a deformação, energia, tensão de transformação, módulo elástico e temperaturas de transformação de fases do material são afetados gradualmente. Zhang et al. (2017) observaram que quanto maior a frequência do carregamento mecânico, menor é a vida em fadiga na liga Ni₅₁Ti₄₉.

Entretanto, estudos que avaliam o efeito do tratamento criogênico em LMFs são encontrados em menor quantidade e detalhamento. Dentre os estudos, destacam-se a avaliação feita por Vinothkumar et al. (2016) em limas endodônticas feitas com liga NiTi, no qual foram observados aumento da vida em fadiga sem o comprometimento da eficiência de corte. Cruz e Filho (2016) observou que ao aumentar o tempo de imersão durante o tratamento criogênico da liga Ni₄₈Ti₅₂ martensítica o fator de amortecimento também aumenta. A mesma observação foi feita por Castilho (2017) nas Ni₅₅Ti₄₅ martensítica e Ni₅₇Ti₄₃ austenítica.

1.3 Objetivos

O objetivo geral desse trabalho é avaliar se e como o tratamento criogênico profundo por imersão em nitrogênio líquido afeta o comportamento cíclico da liga Ni₅₇Ti₄₃ no regime pseudoelástico.

Os objetivos específicos são:

-Investigar como o tratamento criogênico afeta a quantidade de ciclos até a estabilização da resposta pseudoelástica do material e a quantidade de ciclos até a falha;

-Investigar como as deformações, o módulo de elasticidade, a energia dissipada, e a tensão de transformação martensítica são afetados pelo tratamento criogênico e pela ciclagem;

1.4 Metodologia

A metodologia utilizada neste trabalho baseia-se em uma análise comparativa experimental entre o comportamento cíclico de corpos de provas tratados criogenicamente por 24 horas (TC) e não tratados (NT). Foi utilizada para o ensaio de fadiga a máquina MTS 810 para obtenção das curvas tensão – deformação cíclicas, das quais se extraem propriedades como: deformação, módulo de elasticidade, tensões de transformação de fase e energia dissipada. Como não existe norma de ensaio de fadiga para LMF, as medidas do corpos de prova confeccionados não seguem uma norma, mas tentou-se respeitar as relações dimensionais estabelecidas pela norma E466-15. Para os ensaios de tração, foi utilizada a norma ASTM F2516 para materiais pseudoelásticos. Foram obtidas através de ensaios em um DSC 8500 as temperaturas de transformação de fase para identificar a fase presente na temperatura ambiente.

1.5 Estrutura do Trabalho

O trabalho é estruturado em 5 capítulos. O capítulo 2 apresenta uma revisão bibliográfica sobre o comportamento termomecânico das LMFs e sua microestrutura e os conceitos fundamentais sobre tratamento criogênico. No capítulo 3 são apresentados os materiais e métodos utilizados no desenvolvimento do trabalho. O capítulo 4 apresenta os resultados e as discussões obtidos, e o capítulo 5 as conclusões e as sugestões de trabalhos futuros.

CAPÍTULO 2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

No presente capítulo são apresentadas as LMFs, seu histórico, sua microestrutura, seu comportamento termomecânico, suas aplicações e os conceitos fundamentais sobre tratamento criogênico. Também serão apresentados os estudos e resultados mais relevantes publicados atualmente sobre fadiga em ligas NiTi para o desenvolvimento do trabalho.

2.1 Ligas com Memória de Forma

As LMFs são ligas metálicas como NiTi, CuZnAl, CuAlNi. entre outras, que possuem a característica única de conseguir recuperar uma forma previamente definida a partir de um processo de carregamento termomecânico, mesmo após grandes deformações (Lagoudas, 2008). Dois comportamentos ímpares caracterizam essas ligas: EMF e PE. Ambos comportamentos estão associados a transformações martensíticas induzidas térmica e mecanicamente (Duerig et al., 1990).

2.1.1 Histórico

No início do século XX houve diversos estudos sobre transformação martensítica após a descoberta da martensita em aços por Adolf Martens nos anos 1890s (Lagoudas, 2008). O primeiro registro que se tem sobre o efeito memória de forma foi feito em 1932 por Arne Olander. Ele observou que uma liga de AuCd conseguia voltar para a sua forma original quando aquecida (Olander, 1932). Em 1949, Kurdjumov e Khandros estudaram ligas de CuZn e CuAl para explicar o conceito de transformação martensítica termoelástica, que é reversível ao contrário da transformação que ocorre nos sistemas ferro-carbono (Lagoudas, 2008). A liga de NiTi foi descoberta em 1959 por William Buehler enquanto investigava materiais para blindagem térmica. Porém, somente em 1965, que o Laboratório de Artilharia Naval dos Estados Unidos concedeu destaque a esse material. Um grupo de pesquisadores, entre eles William Buehler, desenvolveram uma liga de NiTi, apelidada de Nitinol, que possuía uma significativa propriedade de memória de forma com capacidade de sofrer grandes deformações (Otsuka & Wayman, 1998). Além disso, possuía algumas propriedades mecânicas superiores à outras LMFs, seu custo de produção era relativamente barato e o seu manejo era fácil e seguro (Mohd Jani, 2014). No mesmo ano, estudos demonstraram que as temperaturas de transformação de fase eram diminuídas após a adição de um terceiro elemento em ligas NiTi, como Co e Fe (Lagoudas, 2008).

Na década de 70 surgiram diversas aplicações das ligas NiTi na área médica. Porém, só avançaram comercialmente após os *stents* de NiTi na década de 90 . Em 1978, enquanto estudavam as propriedades a fadiga das ligas NiTi, Melton e Mercier mostraram que a adição de cobre na liga estreitava as tensões da histerese e não mudava as temperaturas de transformação consideravelmente (Lagoudas, 2008).

Atualmente, mais de 90% de todas as aplicações comerciais das LMFs são feitas de ligas NiTi, NiTiCu ou NiTiNb (Humbeeck, 2001). Apesar de possuírem um custo de fabricação elevado, as ligas de NiTi possuem excelentes propriedades estruturais e funcionais, entre elas: até 8% de deformação reversível, biocompatibilidade e boa resistência ao desgaste e à abrasão (Elahinia,2016).

2.1.2 Microestrutura

As LMFs possuem duas fases: a martensita e a austenita. A Figura 2.1 ilustra esquematicamente a fração volumétrica de martensita em função da temperatura (Delaey et al., 1974; Duerig et al., 1990; Lagoudas, 2008).

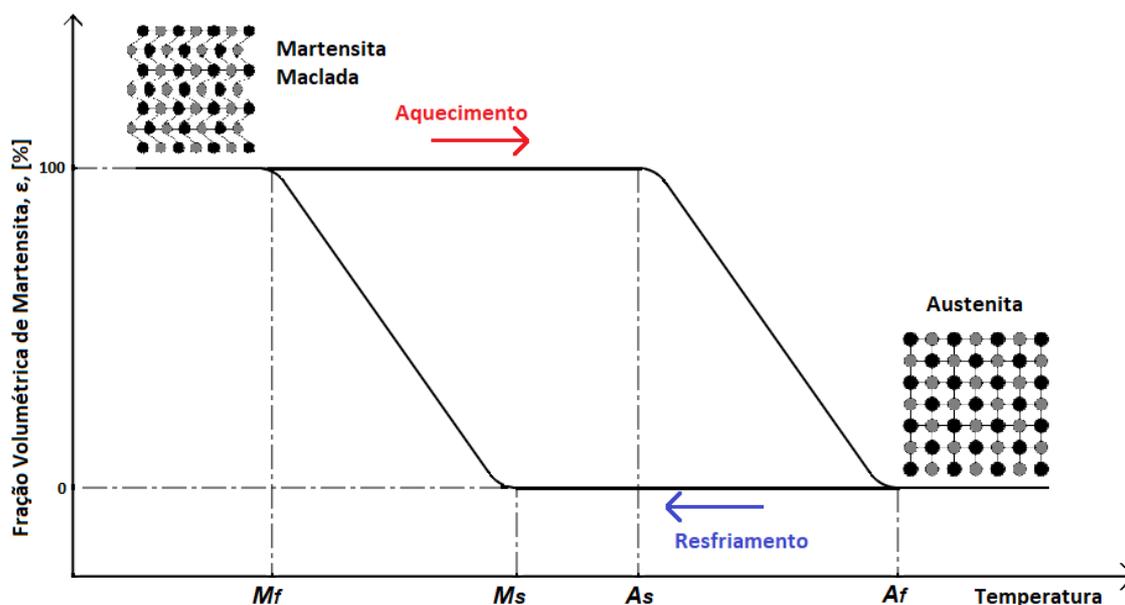


Figura 2.1 – Temperaturas características das ligas com memória de forma – Esquemático.

A formação da martensita inicia-se no resfriamento, na temperatura M_s (*Martensite start*) e finaliza em M_f (*Martensite finish*). E a formação da austenita inicia-se no aquecimento na temperatura A_s (*Austenite start*) e finaliza em A_f (*Austenite finish*).

A Figura 2.1 mostra a existência de uma histerese térmica associada com a transformação, onde as fases martensita e austenita coexistem. A histerese térmica está relacionada com a energia dissipada durante a transformação de fase, e pode ser calculada através da equação 2.1 (Elahinia, 2016; Otsuka & Wayman, 1998):

$$\Delta HT = A_f - M_s . \quad (2.1)$$

2.1.2.1 Austenita

A Figura 2.2a ilustra esquematicamente a fase austenita, fase estável acima de A_f . A sua estrutura cristalina é a de cúbica de corpo centrado, chamada de $B2$ para as ligas NiTi, como representado na Fig. 2.2b (Cismasiu, 2010). Essa fase tende a ser mais dura e rígida (Barbero, 2004).

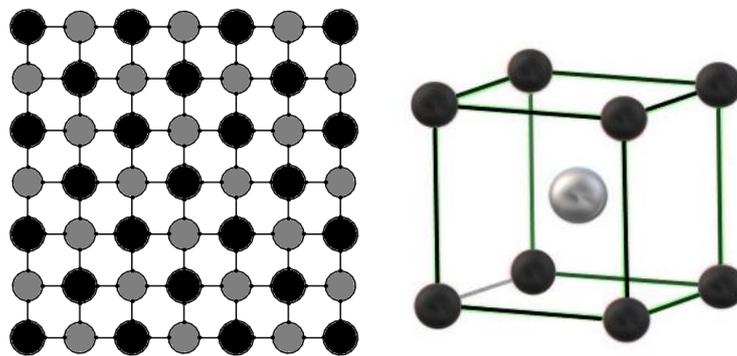


Figura 2.2 – (a) Austenita (Lagoudas, 2008 - adaptado). (b) Estrutura cristalina $B2$ (Liu et al., 2018 - adaptado).

2.1.2.2 Martensita

A martensita é estável e ocorre em temperaturas abaixo da temperatura final de formação da martensita (M_f). Esta fase pode possuir uma estrutura tetragonal, ortorrômbica ou monoclinico. Existe uma fase intermediária chamada de *fase-R* com estrutura cristalina romboédrica, porém ela normalmente desaparece com tratamentos térmicos a elevadas temperaturas . Essa fase tende a ser mais macia e dúctil (Barbero, 2004).

2.1.2.2.1 Martensita Maclada

Cada cristal de martensita formado pode ter uma orientação diferente, chamada de variante. Para as ligas NiTi, pode haver até 24 variantes diferentes. A martensita maclada é uma estrutura formada por auto-acomodação, conforme Fig. 2.3a (Lagoudas,2008; Delaey et al., 1974). Para as ligas NiTi, sua estrutura cristalina é a de tetragonal de corpo centrado, chamada de $B19'$, representada esquematicamente na Fig. 2.3b (Lagoudas, 2008; Maletta et al., 2014).

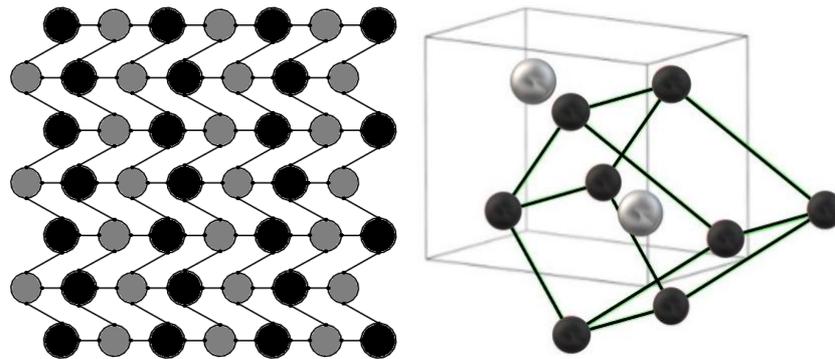


Figura 2.3 – (a) Martensita maclada (Lagoudas, 2008 – adaptado). (b) Estrutura cristalina $B19'$ (Liu et al., 2018 -adaptado).

2.1.2.2.2 Martensita Demaclada

Quando submetidos a um nível de tensão, os cristais de martensita sofrem uma reorientação, denomina-se martensita demaclada. Essa demaclação ocorre para melhor acomodar a tensão aplicada e pode causar uma mudança de forma macroscópica. A variante preferencial será aquela que mais favorece à tensão aplicada (Lagoudas, 2008; Duerig et al., 1990). A Figura 2.4 representa esquematicamente essa estrutura.

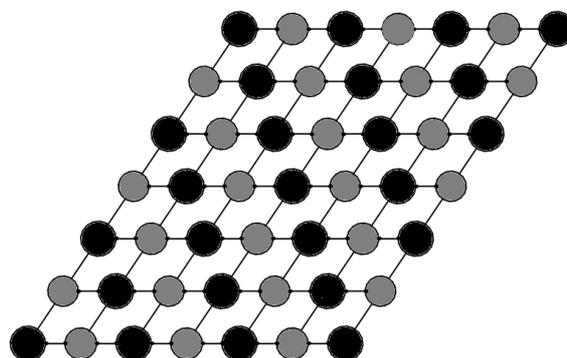


Figura 2.4 – Martensita demaclada (Lagoudas, 2008 - adaptado).

O processo de transformação da austenita para a martensita ocorre através de duas etapas cristalográficas. Na primeira etapa, representada pela Fig. 2.5 ocorre um pequeno movimento coordenado de átomos para produzir a nova estrutura martensítica. Na Figura 2.5a tem-se a estrutura 100% austenita e na Fig. 2.5d, 100% martensita. Em cada cristal ocorre uma distorção de cisalhamento ao longo de um plano específico, chamado de plano de hábito, que se forma entre as interfaces martensita/austenita, como mostrado na Fig. 2.6. Como esse plano não rotaciona ou deforma durante a transformação, ele também é chamado de *plano invariante*. Na Figura 2.5c é possível notar que a medida que a interface avança, cada camada de átomo é deslocada por uma pequena quantidade (Duerig et al., 1990; Otsuka & Wayman, 1998; Lagoudas, 2008).

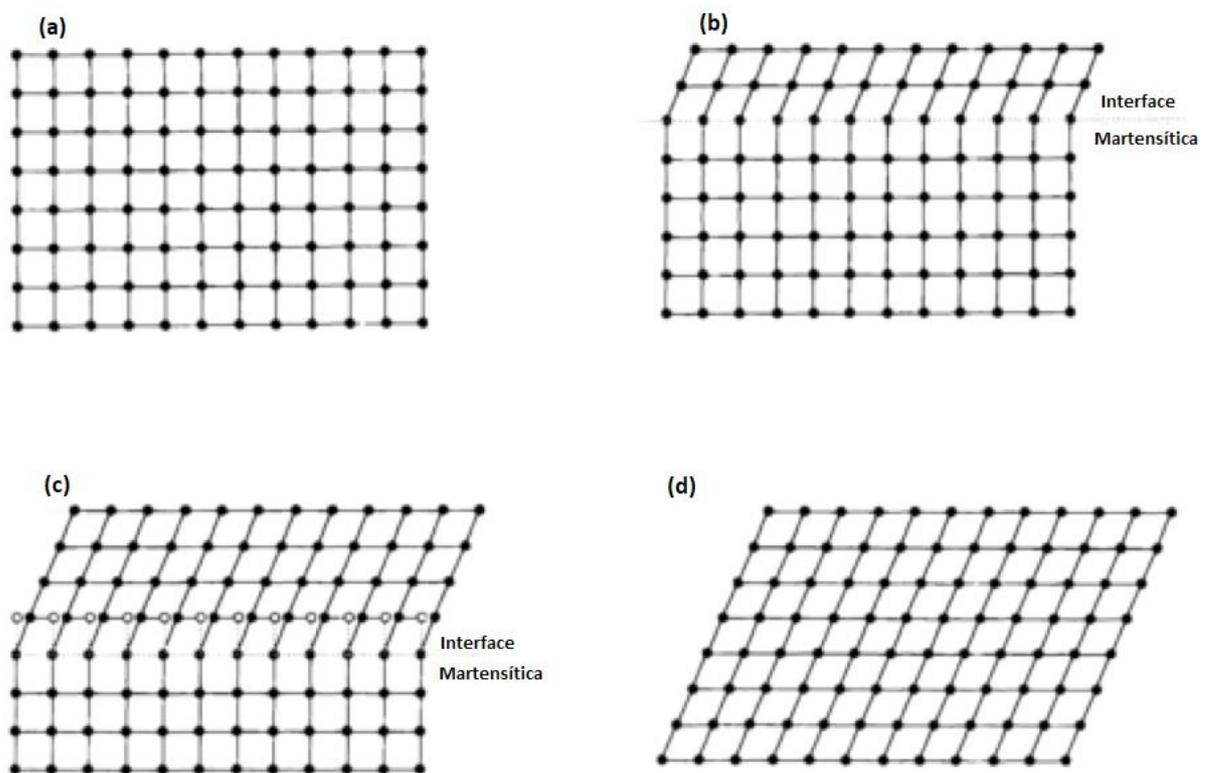


Figura 2.5 – Primeira etapa do processo de transformação da austenita para martensita por indução térmica (Duerig et al., 1990 - adaptada).

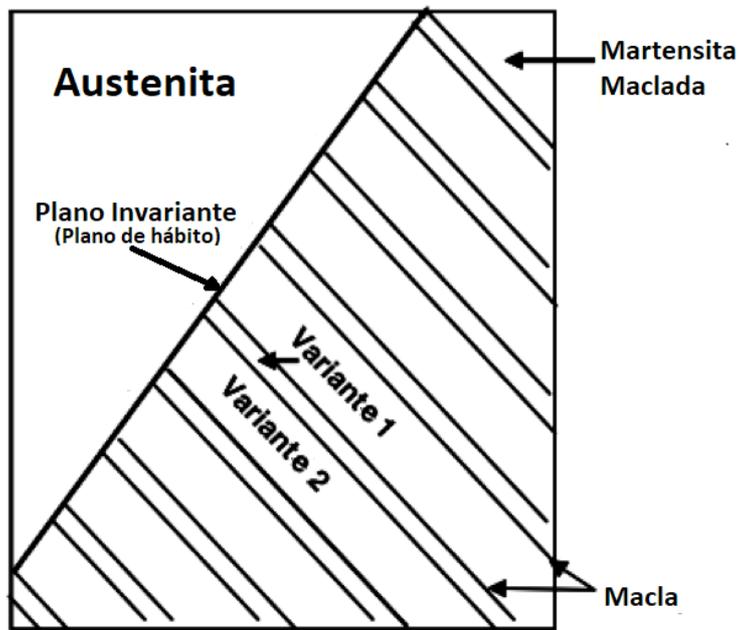


Figura 2.6 – Interface martensita/austenita (Lagoudas, 2008 - adaptada).

Na segunda etapa do processo de transformação martensítica induzida termicamente, ocorre uma acomodação devido à mudança de forma oriunda da formação da martensita. A etapa anterior produz uma estrutura martensítica que possui um formato diferente do resto da estrutura austenítica. Ou o formato da nova fase sofre acomodação, ou o resto da austenita é alterado para acomodar a nova estrutura. Pode ocorrer através de dois mecanismos: escorregamento, Figura 2.7a, ou maclagem, Figura 2.7b (Duerig et al, 1990; Otsuka &Wayman, 1998).

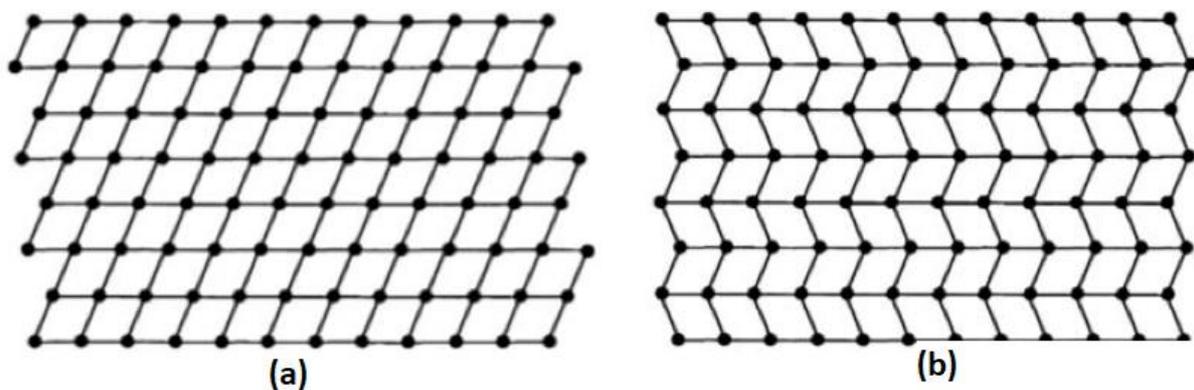


Figura 2.7a – Acomodação por escorregamento. Figura 2.7b – Acomodação por maclação (Duerig et al., 1990).

O mecanismo de escorregamento é permanente e requer quebra de ligação entre os átomos. A maclagem é capaz de acomodar mudanças de forma de maneira reversível, e não rompe as ligações dos átomos. Para as LMFs, o mecanismo de maclagem deve ser dominante, sendo de extrema importância no EMF. A demaclação ocorre através da movimentação das fronteiras das maclas (Duerig et al., 1990). A figura 2.8 ilustra o princípio de funcionamento do efeito memória de forma.

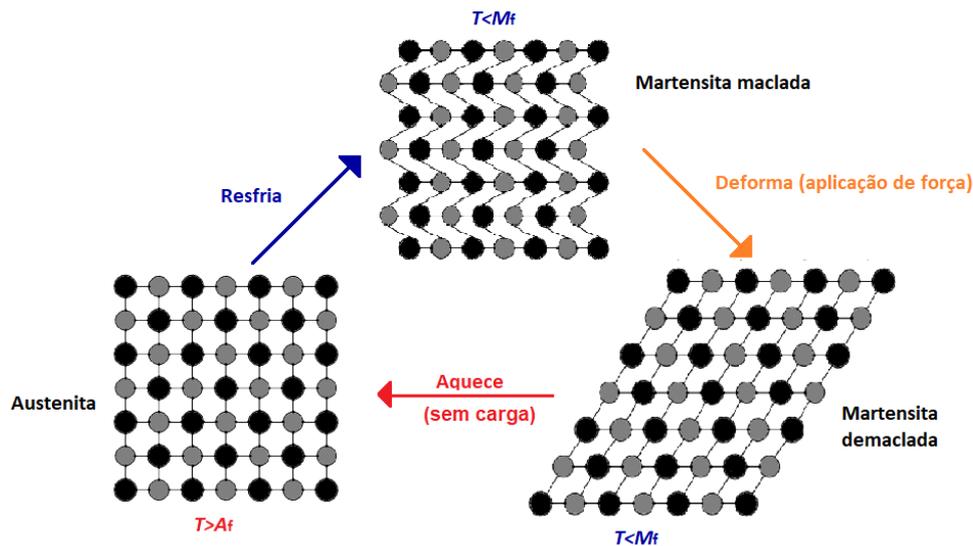


Figura 2.8: Transformação de fases das ligas com memória de forma – Esquemático.

2.1.3 Transformação Martensítica

Na transformação martensítica, a fase produto é formada pelo movimento cooperativo e coordenado de átomos, ocorrendo uma distorção da rede de cisalhamento sem difusão. Os átomos são rearranjados em uma estrutura cristalina mais estável. Portanto, a composição da fase mãe e da fase produto são as mesmas. Outra característica da transformação martensítica, é que independe do tempo (Delaey et al., 1974; Duerig et al., 1990; Lagoudas, 2008).

A transformação martensítica também pode ser descrita em termos termodinâmicos. Como não há mudança na composição química do material, pode-se representar a transformação através de curvas de energia livre das duas fases em função da temperatura, conforme a fig. 2.9 (Funakubo, 1987). Onde T_0 corresponde a temperatura de equilíbrio termodinâmico entre as duas fases, equivalente à temperatura média entre M_s e A_s . A energia livre de Gibbs da martensita e da austenita correspondem respectivamente a G^m e G^a . O diferencial de energia $|\Delta G^{a-m}|_{M_s} (G^m - G^a)$ equivale a força motriz para nucleação da

martensita, e o diferencial $|\Delta G^{m-a}|_{A_s} (G^a - G^m)$ da austenita. A diferença de temperatura ΔT_s corresponde ao super-resfriamento necessário para a transformação (Funakubo, 1987).

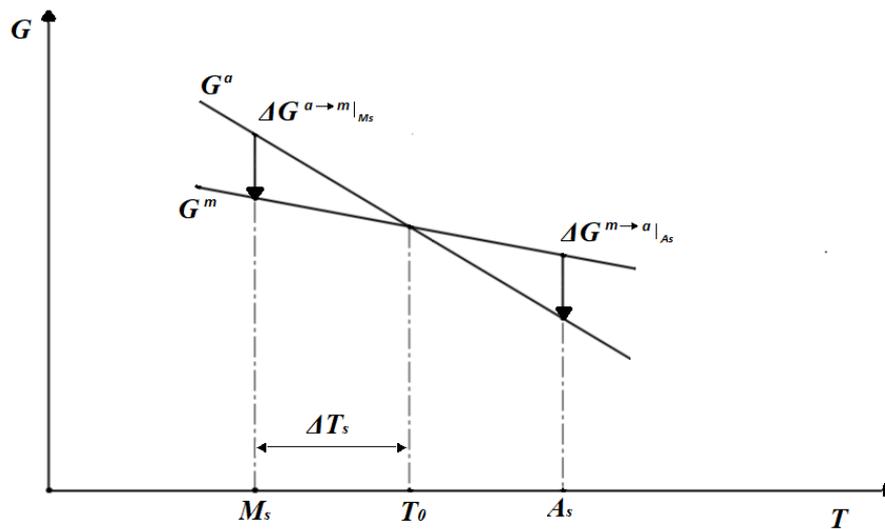


Figura 2.9 – Representação das curvas de energia livre para as fases austenita e martensita, e sua relação com as temperaturas M_s e A_s – Esquemático (Funakubo, 1987).

A transformação pode ser escrita através da equação 2.2:

$$\Delta G = \Delta G_q + \Delta G_s + \Delta G_e = \Delta G_q + \Delta G_{nq}, \quad (2.2)$$

onde G_q equivale a energia química da mudança de forma da austenita para a martensita, G_s a energia de superfície entre as fases, G_e a energia elástica ao redor da martensita (para a transformação não-termoelástica soma-se a energia plástica), e G_{nq} a energia não química da transformação (Funakubo, 1987).

Na maioria das transformações, a energia não-química possui grandeza semelhante à energia química. Sendo assim, é necessário um super-resfriamento de ΔT_s para a nucleação da martensita, e um superaquecimento para a nucleação da austenita. Após M_s , a energia elástica ao redor da martensita dificulta o seu crescimento sendo necessária uma força motriz até M_f (Otsuka & Wayman, 1998).

Na transformação martensítica termoelástica acontece a transformação de fase da austenita para a martensita, e pode ser induzida tanto mecanicamente quanto termicamente. A transformação é elástica se durante o processo a energia química motriz está sempre em equilíbrio com a energia resistiva. Nessa transformação os cristais de martensita se formam e

crecem continuamente de acordo com a diminuição de temperatura, e diminui e desaparece com o aumento de temperatura. Ou se a estrutura austenítica for submetida a uma certa tensão mecânica característica, a transformação ocorrerá continuamente, e é revertida com a retirada da tensão. Tanto o aumento da tensão aplicada quanto a diminuição da temperatura agem como estabilizadores da martensita (Duerig et al., 1990). Porém, em temperatura acima da M_d , não ocorre mais a transformação martensítica e portanto a liga é permanentemente deformada como qualquer outra liga metálica (Mohd Jani, 2014). A transformação martensítica termoelástica é reversível e é a que está associada ao comportamento das LMFs (Delaey et al., 1974). Porém, observa-se que a transformação reversa não segue o mesmo caminho, há uma histerese na temperatura de transformação de fase, que pode ser definida como a diferença entre a temperatura a qual o material se encontra com 50% de austenita no aquecimento e a com 50% de martensita no resfriamento (Mohd Jani, 2014).

Uma relação utilizada para analisar a transformação martensítica induzida por tensão é a de Clausis-Clapeyron, que funciona bem para casos não-isotérmicos (Duerig et al., 1990; Otsuka & Wayman, 1998):

$$\frac{d\sigma}{dT} = - \frac{\Delta S}{\varepsilon} = - \frac{\Delta H^*}{\varepsilon T}, \quad (2.3)$$

onde σ é a tensão uniaxial, ε a deformação de transformação, ΔS a entropia de transformação por unidade de volume, ΔH^* a entalpia de transformação por unidade de volume.

2.1.4 Comportamento Termomecânico

As LMFs possuem a característica única de retornar à sua forma original. Essa habilidade deve-se à transformação martensítica termoelástica. As LMFs podem apresentar os seguintes comportamentos: quasiplasticidade, pseudoelasticidade, efeito memória de forma. Para as ligas de NiTi estima-se que a deformação máxima recuperável está em torno de 8,5% (Mohd Jani, 2014).

2.1.4.1 Quasiplasticidade

A quasiplasticidade é observada quando a liga está abaixo de M_f e sofre uma grande deformação plástica. Aplica-se tensão progressivamente na martensita maclada até atingir um nível de tensão suficiente para reorientar a martensita. Obtem-se então a martensita demaçada. Esse comportamento está ilustrado na Fig. 2.10 (Melton & Mercier, 1978).

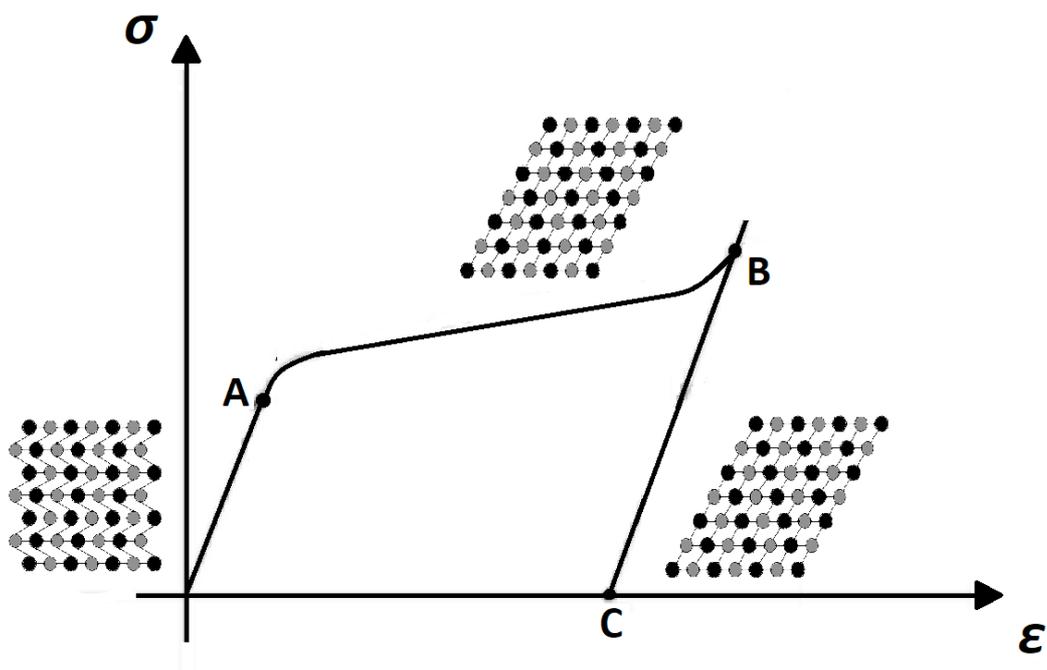


Figura 2.10 - Comportamento quasiplástico – Esquemático (fonte própria)

2.1.4.2 Efeito Pseudoelástico

A Figura 2.11 ilustra o efeito pseudoelástico, observado nas LMFs em temperatura acima de A_f . Do início do carregamento no ponto 1, observa-se a deformação elástica da austenita, e do ponto 2 ao ponto 3 a microestrutura passa da fase austenita para martensita demaçada através da transformação martensítica induzida por tensão, fazendo com que a estrutura sofra grande deformação pseudoelástica. No ponto 3 a transformação é completada, e o material terá a estrutura 100% martensita demaçada. Do ponto 3 ao 4 o material sofre deformação elástica da martensita demaçada. A tensão no ponto 4 não pode ultrapassar o valor de escoamento do material, caso contrário, este irá deformar plasticamente. Ao retirar-se a tensão, a deformação elástica da martensita é recuperada, e inicia-se a transformação reversa no ponto 5. Do ponto 5 ao 6 ocorre a transformação reversa, onde a microestrutura passa da fase martensita demaçada para austenita e recupera a deformação referente a transformação de fase. Observa-se a presença da histerese durante o ciclo de carregamento e descarregamento (Delaey et al., 1974 (2); Melton & Mercier, 1978). Microscopicamente, essa histerese representa o atrito gerado pelo movimento das fronteiras das variantes martensíticas (Duerig et al., 1990). Macroscopicamente, representa a capacidade de amortecimento, ou seja, a energia dissipada em um ciclo de transformação (Elahinia, 2016). Observe no gráfico tensão-deformação da Fig. 2.11 que o módulo de elasticidade E da liga muda. O módulo de

elasticidade da austenita é aproximadamente três vezes maior que o da martensita nas ligas NiTi (Otsuka & Ren, 1999; Lagoudas, 2008).

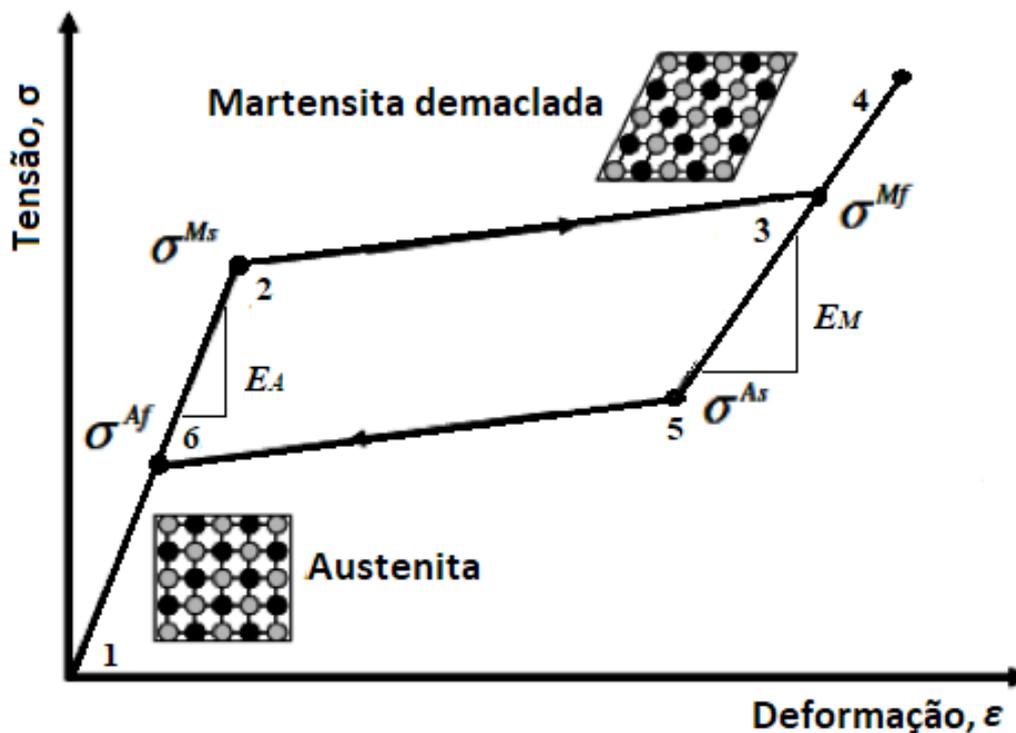


Figura 2.11 – Curva tensão – deformação pseudoelástica esquemática (Lagoudas, 2008 – adaptada).

2.1.4.3 Efeito Memória de Forma

O efeito memória de forma pode ser observado através de algumas etapas. Abaixo de M_f , se o material for carregado em nível suficiente para reorientação da martensita, observa-se uma deformação quasiplástica, que é mantida após o descarregamento. Aquecendo o material acima de A_f a deformação quasiplástica desaparece. A tensão para reorientação da variante martensítica é menor que a tensão de escoamento da martensita. A deformação recuperada representa a deformação de transformação. Ao resfriar o material, ocorre a transformação martensítica sem alteração de forma, e este volta para a estrutura de martensita maclada (Leo, 2007; Delaey et al., 1974; Duerig et al., 1990; Lagoudas, 2008). A Figura 2.12 representa essas etapas.

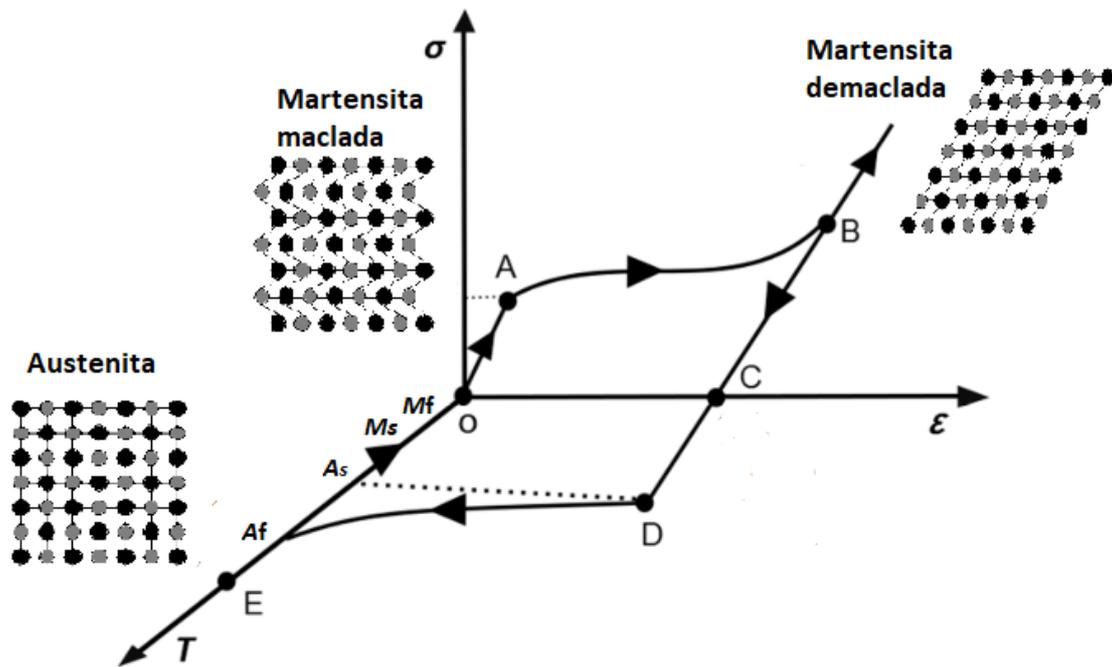


Figura 2.12 - Efeito memória de forma – esquemático (fonte própria).

No caso das ligas NiTi, para introduzir a forma do projeto no material é necessário deforma-lo e coloca-lo em um molde. Em seguida, o molde deve ser levado a um forno elétrico e aquecido a uma temperatura acima de A_f . O material irá “memorizar” a forma do molde (Otsuka & Wayman, 1998).

2.1.5 Liga NiTi

Após a descoberta do Nitinol pelo laboratório de artilharia naval, nome comumente utilizado para referir-se às ligas NiTi, houve um enorme aumento do interesse na exploração das LMFs. Isso deve-se ao fato das ligas NiTi apresentarem a melhor combinação de propriedades para a maioria das aplicações e é, conseqüentemente, a mais pesquisada (Duerig et al., 1990; Lagouda, 2008).

Na liga binária de NiTi, o EMF e a PE ocorrem apenas em torno da composição estequiométrica. Em condições de equilíbrio, a liga possui um estreito range estequiométrico e constantemente precipitados de intermetálicos secundários em baixas temperaturas, conforme mostra a Fig. 2.13 e a Tab. 2.1. Quanto mais longe a liga estiver da composição estequiométrica, maior será a presença de precipitados (Duerig et al., 1990).

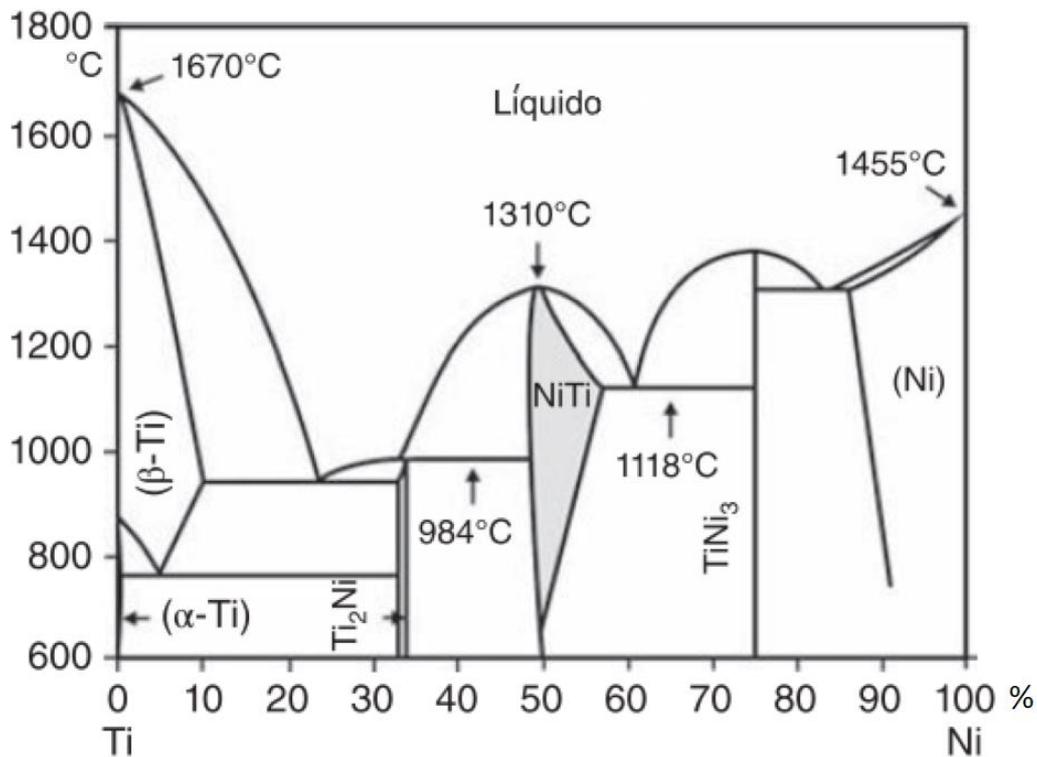


Figura 2.13 – Diagrama de fases do sistema NiTi (Elahinia, 2016 - adaptada).

Tabela 2.1 – Pontos especiais no diagrama de fases do sistema NiTi (Phase Diagrams, 2000).

Reação	Composição (%at.Ti)			Temperatura (°C)	Tipo de Reação
	Mínimo	Ponto Triplo	Máximo		
$L \leftrightarrow (\beta Ti) + Ti_2Ni$	67,0	76,0	90,0	942	Eutético
$L + NiTi \leftrightarrow Ti_2Ni$	50,5	66,7	68,0	984	Peritético
$L \leftrightarrow NiTi + TiNi_3$	25,0	39,0	43,0	1118	Eutético
$L \leftrightarrow Ni_3Ti + (Ni)$	13,7	16,5	25,0	1304	Eutético
$(\beta Ti) \leftrightarrow (\alpha Ti) + Ti_2Ni$	67,0	95,5	99,8	765	Eutectóide
$NiTi \leftrightarrow Ti_2Ni + Ni_3Ti$	25,0	50,5	66,7	630	Eutectóide
$L \leftrightarrow NiTi$	50,0			1310	Congruente
$L \leftrightarrow Ni_3Ti$	25,0			1380	Congruente
$L \leftrightarrow Ni$	0,0			1455	Fusão
$L \leftrightarrow \beta Ti$	100,0			1670	Fusão
$\beta Ti \leftrightarrow \alpha Ti$	100,0			882	Alotrópica

A temperatura M_s depende fortemente da composição da liga, em menor proporção para ligas ricas em titânio, pois a formação de precipitados ricos em titânio deixa a composição da matriz mais homogênea (Duerig et al., 1990). Se diminuir a quantidade de níquel partindo da composição equiatômica, as temperaturas de transformação não sofrem alterações. Por outro lado, se aumentar a quantidade de níquel, as temperaturas de transformação de fase começam a diminuir (Duerig et al., 1990). O comportamento da liga, EMF ou PE, é consequência da microestrutura de fase (Lagoudas, 2008; Elahinia, 2016). As ligas que possuem mais que 50,5 % de níquel sofrem modificações com tratamentos térmicos

de envelhecimento entre 300 °C e 500 °C devido à precipitação de Ti_3Ni_4 , conforme Fig. 2.14. Ligas com composição entre 50 % e 50,5 % não precipitam Ti_3Ni_4 , sofrendo alterações apenas com tratamentos termomecânicos. O enriquecimento da matriz com titânio, através da precipitação de Ti_3Ni_4 por exemplo, faz com que aumente as temperaturas do intervalo de comportamento pseudoelástico (Otsuka & Wayman, 1998). Os precipitados de Ti_3Ni_4 agem como nucleadores de martensita, reduzindo a tensão necessária para induzir a transformação martensítica. Além disso, esses precipitados atuam como barreiras no movimento de discordâncias, aumentando a tensão de escoamento. Consequentemente, há uma redução do processo irreversível, e contribui para um aumento da estabilidade do comportamento pseudoelástico sob carregamento cíclico, diminuindo significativamente a fadiga funcional (Elahinia, 2016).

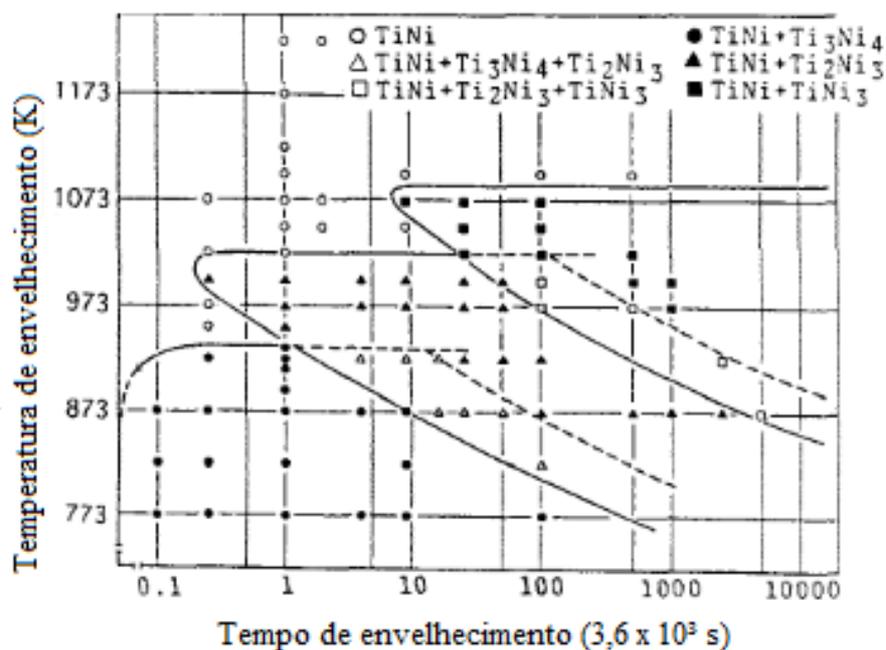


Figura 2.14 – Curva tempo-temperatura da transformação da liga $Ni_{52}Ti_{48}$ (Otsuka & Wayman, 1998- adaptada).

O tamanho de grão também influencia no comportamento pseudoelástico, uma redução no tamanho de grão beneficia a pseudoelasticidade. (Otsuka & Wayman, 1998). Portanto, a composição na fabricação da liga deve ser realizada com extrema cautela e precisão. Na maioria dos casos, o controle de qualidade mede as temperaturas de transformação ao invés da composição da liga. Essa precisão resulta em menor variação das outras propriedades, se

comparado com outros materiais metálicos. A deformação recuperável da martensita normalmente encontra-se entre 5% e 6% (Duerig et al., 1990).

As ligas NiTi são as mais resistentes à corrosão entre as LMFs (Duerig et al., 1990; Lagoudas, 2008; Rao et al., 2015).

2.1.6 Aplicações

As LMFs possuem diversas aplicações nas áreas de medicina, odontologia e engenharia, sendo que nessa última possui um papel importante no controle de forma e controle de vibração (Da Silva, 2003; Oliveira, 2008).

Algumas das vantagens de se usar essas ligas são: fácil atuação e necessidade de pouca energia para a ativação térmica do material; opera sem atrito e vibração, funcionando silenciosamente e sem risco de faísca (Cismasiu, 2010).

As ligas NiTi se destacam por sua biocompatibilidade. Diversos estudos foram feitos para excluir qualquer ameaça de suas aplicações. Observou-se que o titânio reage com o oxigênio formando uma camada inocula de TiO_2 que recobre o material, sendo inofensiva para o corpo humano e protegendo contra a corrosão (Machado & Savi, 2003).

2.1.6.1 Aparelhos Ortodônticos

O primeiro uso comercial com exploração das propriedades elásticas das LMFs foi nos arcos ortodônticos. O uso das ligas de NiTi em arcos ortodônticos começou em 1971 por Andreasen, quando este se mostrou mais eficiente que os outros materiais utilizados. Um material comum, como por exemplo o aço inox, possui elevada rigidez e não pode-se atingir grandes deformações elásticas, sendo necessário aplicar uma tensão elevada para que resulte em uma pequena deformação. Isso resulta em uma grande força no dente para pouca correção, além de poder danificar o tecido da boca. Já com o uso da propriedade superelástica da liga NiTi, com pouca tensão, consegue-se grande deformação, e gerará uma pequena força constante no dente. Como resultado, há uma diminuição no tempo de uso dos aparelhos, além de menos tempo no dentista (Lagoudas, 2008; Teramoto, 2010; Otsuka & Wayman, 1998; Mohd Jani, 2014). A Figura 2.15 representa as curvas tensão – deformação do aço inoxidável e do NiTi.

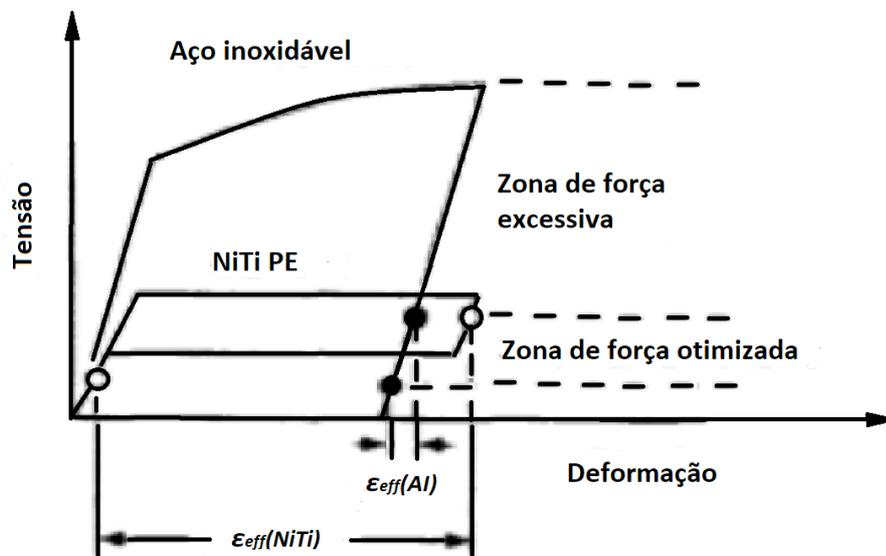


Figura 2.15 - Variação da deformação efetiva correspondente ao fio de NiTi e de aço inoxidável (Otsuka & Wayman, 1998 - adaptada)

2.1.6.2 Dispositivos Cardiovasculares

O primeiro dispositivo cardiovascular foi o filtro Simon, mostrado na Fig. 2.16, usado para prevenir a embolia pulmonar. O filtro possui uma forma originalmente expandida, e é deformado e colocado dentro do cateter com solução salina para mantê-lo em baixa temperatura, para ser implantado dentro do corpo humano. Na veia, o filtro entra em contato com a temperatura do sangue, que é maior que A_s , e expande para a sua forma original. Os coágulos que estavam na corrente sanguínea ficam presos no filtro são eventualmente dissolvidos. Esse dispositivo é mais usado por pessoas que não podem tomar remédios anticoagulantes (Lagoudas, 2008; Machado & Savi, 2003).

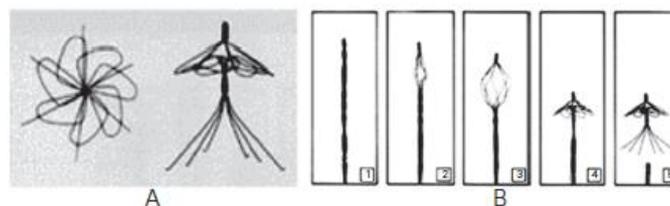


Figura 2.16 - A) Forma recuperada do filtro Simon. B) Processo de recuperação de forma do filtro Simon (Machado & Savi, 2003).

Outro dispositivo largamente utilizado é o *stent* de NiTi, Fig. 2.17, inicialmente fabricado por Dotter's group . Ele é utilizado para manter o diâmetro interno das veias. Ele é cortado a laser no diâmetro apropriado, comprimido e, ao entrar em contato com o corpo que está a uma temperatura acima de A_s , ele irá expandir para seu diâmetro original, empurrando a parede da artéria, restaurando o fluxo sanguíneo (Lagoudas, 2008; Mohd Jani, 2014).

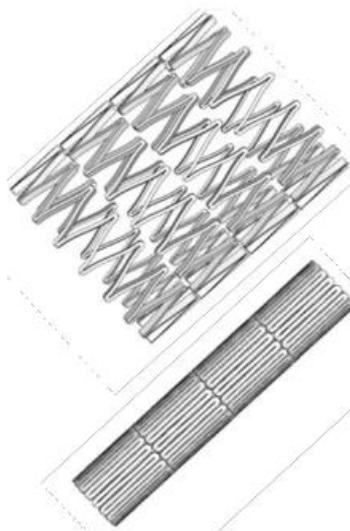


Figura 2.17 – Dispositivo *stent* de NiTi expandido e contraído (Duerig et al., 1997).

2.1.6.3 Atuadores

A força atuante nesse tipo de aplicação é resultante da mudança dimensional que ocorre devido a transformação no estado sólido nas ligas que possuem EMF. Atuadores feitos com LMFs apresentam uma relação força/peso ou força/volume superiores a outros atuadores, e também possui uma velocidade de resposta mais rápida. Além disso, possuem: flexibilidade de projeto, insensibilidade a várias condições do ambiente e operação silenciosa (Otsuka & Wayman, 1998).

Apesar dos atuadores com liga com memória de forma serem aplicados em baixa frequência de vibração, ainda é necessário muito estudo para aumentar a sua vida em fadiga e estabilidade. Durante o seu uso deve-se evitar que o atuador atinja altas temperatura, altas tensões e grandes deformações. Esses atuadores são muito utilizados na indústria automobilística, já que a redução do peso do carro está diretamente relacionada com a redução do consumo de combustível. Um exemplo é o espelho EAGLE, Fig. 2.18, que possui um mecanismo anti-reflexo. Esse sistema consegue detectar uma situação de alta intensidade luminosa durante a noite, e muda o plano do espelho para não atrapalhar o motorista. Como

as forças necessárias são baixas, o uso de um atuador de LMF torna-se adequado (Mohd Jani, 2014).

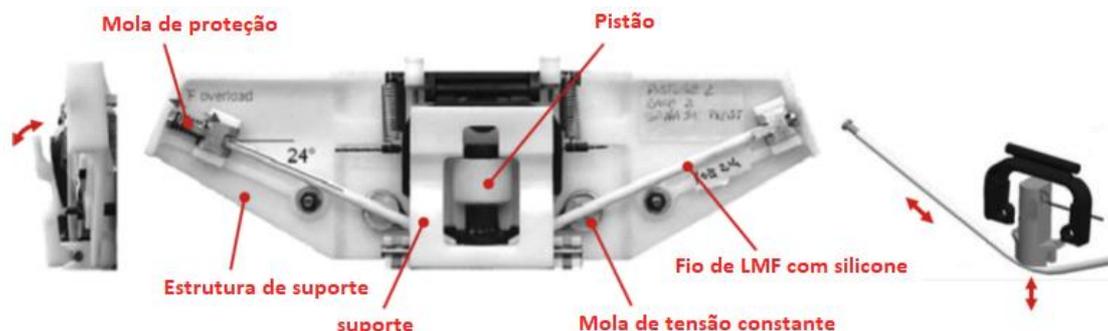


Figura 2.18 - Protótipo do espelho EAGLE (Mohd Jani, 2014 - adaptada).

Outros exemplos em que as LMFs são usadas como atuadores são: dispositivo de proteção térmica em filtros de água, controle de fluxo de ar em ar condicionado, atuadores em formato de fita para mãos robóticas, pinça de limpeza em miniatura. Eles também podem ser usados como atuadores na medicina, como por exemplo em bomba de rim artificial, Fig. 2.19, e bomba de coração artificial. Nessas aplicações, é necessário uma alta resistência a fadiga e menor tamanho possível (Otsuka & Wayman, 1998).

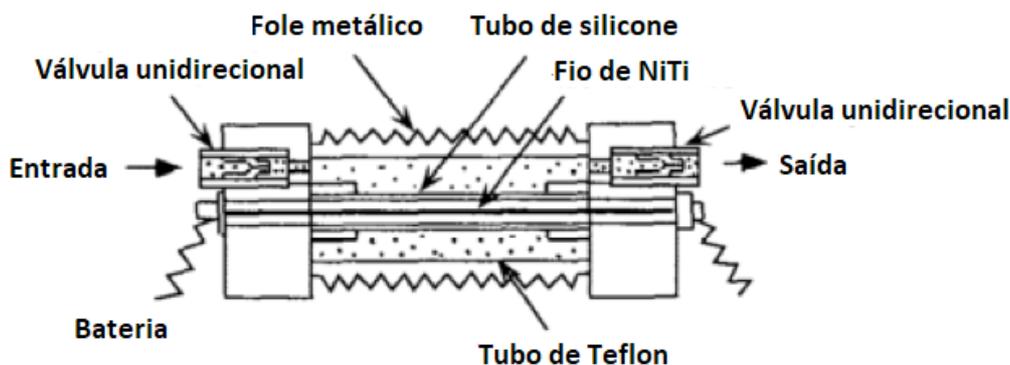


Figura 2.19 – Diagrama esquemático de uma bomba de rim artificial, utilizando NiTi (Otsuka & Wayman, 1998 - adaptada).

As ligas de NiTi utilizadas em acoplamentos hidráulicos com o uso de nitrogênio líquido apresentam algumas vantagens em relação a outros materiais. Elas são mais leves devido à baixa densidade do titânio, permitindo um design compacto e de baixo peso, além de recuperar grandes deformações. Também se mostram bastante confiáveis ao longo dos

históricos e das práticas. Essa liga ficou bem conhecida na indústria de aviões de combate após seu uso em tubos hidráulicos no F-14 em 1971, e tende a se expandir para os aviões comerciais (Lagoudas, 2008; Otsuka & Wayman, 1998).

Uma das pesquisas mais importante atualmente sobre o potencial uso das ligas com memória de forma é o programa Smart Wing, que conta com a colaboração da DARPA (Agência de Projetos de Pesquisa Avançados de Defesa), AFRL e Northrop Grumman. A intenção é utilizar materiais ativos, como é o caso das LMFs, para otimizar a performance de corpos de elevação. Nesse programa, usa-se fios de LMF, simulando tendões, que controlarão a forma do aerofólio para melhor performance das forças de arrasto e de empuxo que atuam sobre as asas, conforme esquema representado na Fig. 2.20. Esse trabalho explora a conversão de energia térmica em energia mecânica (Lagoudas, 2008).

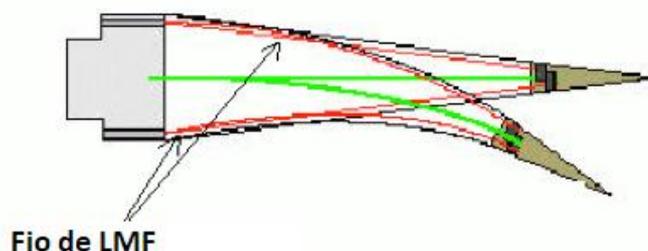


Figura 2.20 – Desenho esquemático representando Smart Wing (Barbero, 2004 - adaptada).

2.1.6.4 Conectores Eletrônicos

Outra grande aplicação das LMFs é em conectores eletrônicos, conforme mostra a Fig. 2.21. Nessa aplicação, ocorre diversos ciclos de conectar e desconectar que é realizado através da diferença de rigidez entre a austenita e a martensita, normalmente em conjunto com uma mola. Um anel de SMA martensítico é colocado de forma que, aquecido e recuperado a sua deformação, ocorra uma compressão do anel na mola. Entre as vantagens de utilizar SMA para esse tipo de ligação estão: instalação precisa dos componentes com uma pré-carga controlada; boas propriedades térmicas, vibracionais e de impacto; ser um selo pressurizado; fácil instalação e operação, com possibilidade de automatização (Otsuka & Wayman, 1998).

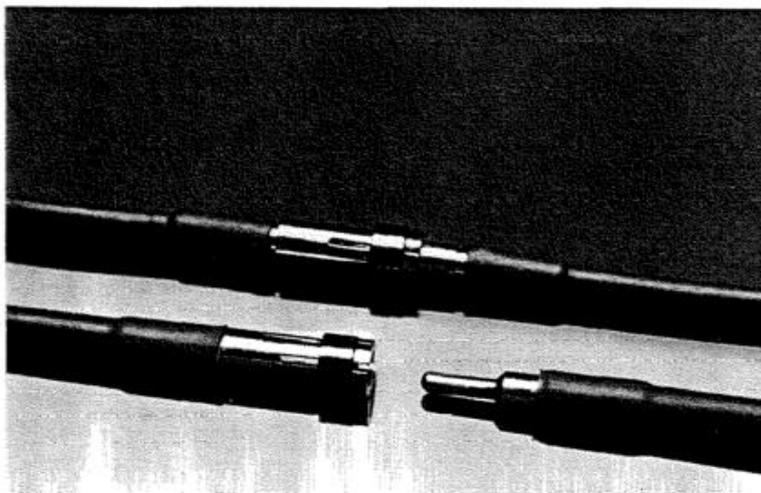


Figura 2.21 - Cryocon electrical connectors com pino e anel de NiTi (Otsuka & Wayman, 1998)

2.1.6.5 Fones de Ouvido

A Figura 2.22 mostra o efeito pseudoelástico das LMFs explorado na fabricação de fones de ouvido. Esse efeito permite que o fone seja dobrado de modo compacto para transporte, além de aplicar uma pressão baixa nos ouvidos durante o uso, tornando-o mais agradável (Otsuka & Wayman, 1998).

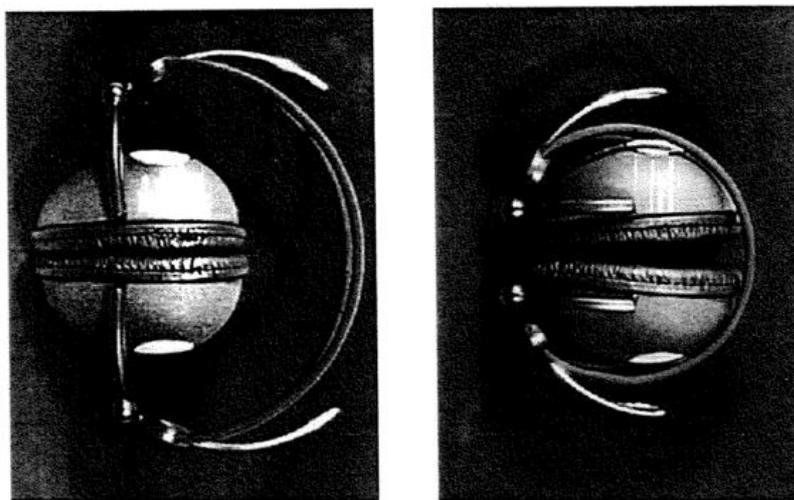


Figura 2.22 – Fone de ouvido da Sony para MiniDisc Walkman. Dois pedaços de fio superelástico são usados para fazer o arco (Otsuka & Wayman, 1998).

2.1.6.6 Próteses

As LMFs também são amplamente utilizadas na fabricação de próteses ortopédicas em ossos fragilizados ou quebrados. Eles podem tanto prevenir o movimento dos ossos durante o processo de cicatrização quanto aplicar uma força constante na junta com flexibilidade, conforme mostrado na Fig. 2.23. Se necessário, também podem ser fabricados com porosidade para que haja migração do tecido ósseo (Lagoudas, 2008).

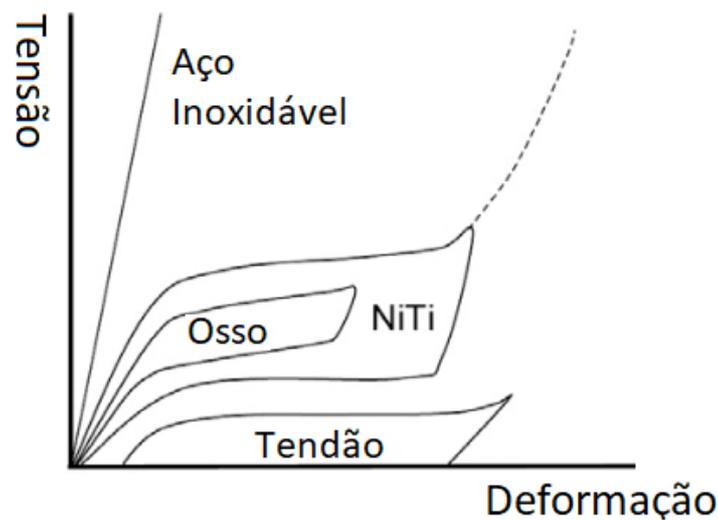


Figura 2.23 – Relação tensão- deformação do aço inoxidável, liga NiTi, osso e tendão (Mohd Jani, 2014 - adaptada)

2.1.6.7 Transportes

As LMFs são utilizadas para absorção de impacto, explorada em veículos militares e comerciais . A PE é capaz de dissipar a energia de vibrações e de impactos, sem deformação residual. E quando a LMF está na fase martensítica, esta possui uma grande capacidade de amortecimento (Lagoudas, 2008; Barbero, 2004).

O EMF pode ser explorado nas caixas de transmissão dos trens bala, conforme Fig. 2.24. A temperatura é monitorada na caixa e, se necessário, uma mola de LMF que atuará na válvula que ajusta o nível do óleo (Lagoudas, 2008).

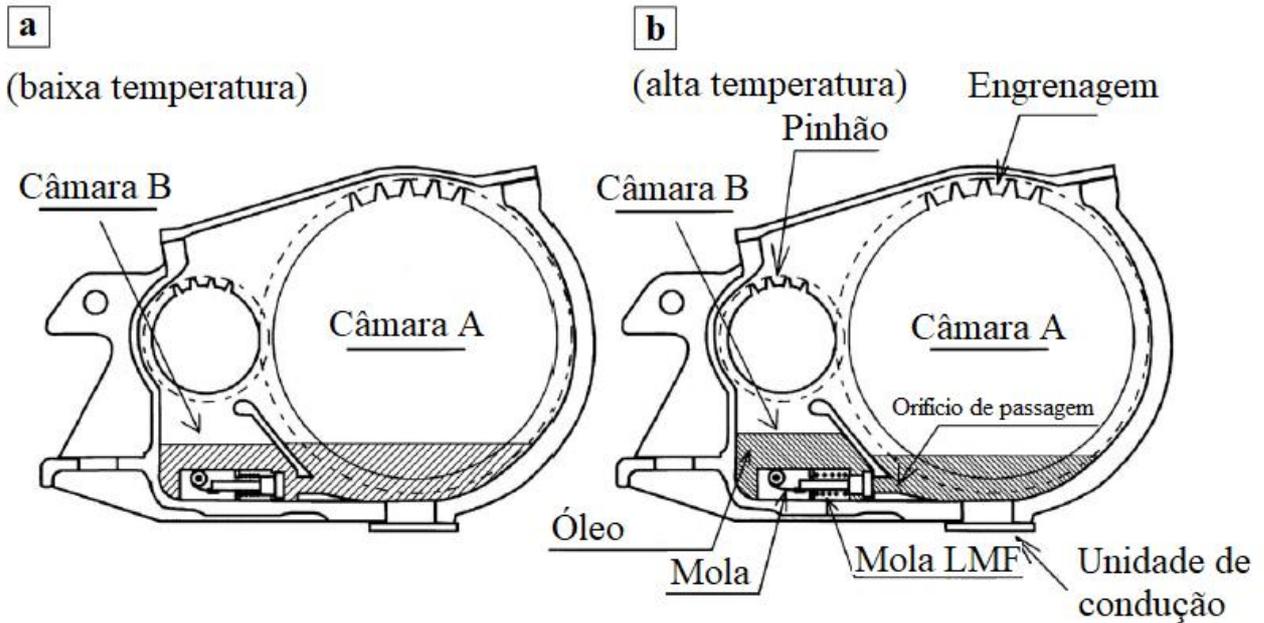


Figura 2.24 – Dispositivo automático de ajuste do nível de óleo do trem bala Shinkansen (Otsuka & Kakeshita, 2002 - adaptado).

2.1.6.8 Construção Civil

As LMFs podem ser utilizadas como elementos de amortecimento em pontes, edifícios e sistemas de resistência sísmica, explorando a sua capacidade de dissipação de energia e de recentralização (Rao et al., 2015). Elas podem ser aplicadas na forma de fios, cabos, molas e barras. Colunas de concreto reforçado com elementos de LMF apresentam uma melhor performance se comparados com os reforçados com aço, mesmo em terremotos de larga escala (Rao et al., 2015).

Um exemplo é a “smart concrete structure” que tem o potencial de se auto restaurar após o terremoto. Nessa aplicação, o reforço de LMF deformado no estado martensítico é colocado na estrutura. Após o surgimento e propagação de uma trinca, aquece-se o material acima de A_f , ativando o reforço de LMF. Os fios retornam a forma prévia e fecham a trinca. A Figura 2. 25 mostra um desenho esquemático dos testes feitos para essa aplicação.

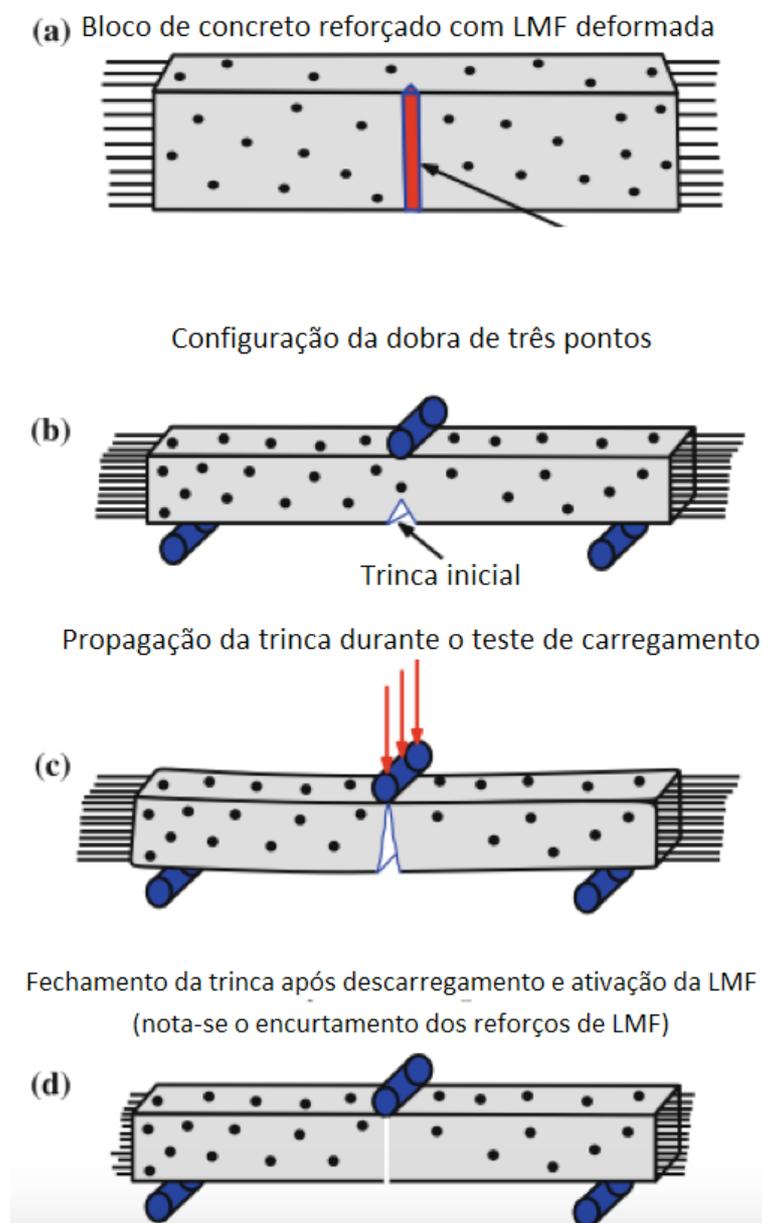


Figura 2.25 – Desenho esquemático do teste em bloco de concreto reforçado com LMF (Rao et al., 2015 - adaptada)

2.2 Tratamento Criogênico

Estudos realizados e publicados nos últimos 40 anos demonstraram que tratamentos a baixas temperaturas podem trazer diversas melhorias para metais comuns na engenharia, tais como aumento da dureza, aumento da resistência ao desgaste e melhoria da resistência à corrosão (Bailey, 1971; Barron, 1982; Collins, 1998; Molinari et al., 2001; Mohan Lal et al., 2001; Gobbi, 2009; Ashiuchi, 2009; Farina, 2011; Vinothkumar et al., 2015; Yazdizadeh et al., 2017; Ujjwal et al., 2017;). O tratamento criogênico é muito utilizado com o objetivo de

melhorar a resistência ao desgaste e a vida em fadiga dos aços, principalmente em engrenagens de motores e engrenagens de sistemas de transmissão (Levine, 2001). Também busca-se com esse tratamento: alívio de tensões, qualidade de acabamento e estabilidade dimensional em ferramentas de precisão (Dhar et al., 2001; Yun et al., 1998; Bailey, 1971; Mahmudi et al., 2000).

Por definição, segundo o dicionário, criogenia é o ramo da física e engenharia que estuda a produção e uso de temperaturas muito baixas e seus fenômenos. Em metais, tratamento criogênico é o procedimento de submeter o material a temperaturas de $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ para melhoria de suas propriedades. Sendo assim, existem diversas classificações na literatura de acordo com a temperatura utilizada no tratamento (Farina, 2011). As nomenclaturas mais utilizadas são:

- *Tratamento Subzero*: é realizado na faixa de $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$. Os fluídos de refrigeração utilizados são: gelo seco, metanol, ou freon. Esse tratamento pode levar alguns minutos ou algumas horas, em seguida o material é exposto ao ambiente, ocorrendo aquecimento através de convecção natural (Bensely et al., 2006; Cruz e filho, 2016; Castilho, 2017). É bastante popular na indústria, sendo utilizado para promover maior estabilidade dimensional, complementar o revenimento e remover tensões residuais dos processos de laminação, extrusão, forjamento, austenitização, etc. Possui o menor investimento inicial (Bryson, 1999).
- *Tratamento Criogênico Raso*: é realizado entre $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $-160\text{ }^{\circ}\text{C}$. O tratamento pode durar alguns minutos ou algumas horas, em seguida é exposto ao ambiente, ocorrendo aquecimento através de convecção natural (Dumasia et al., 2017).
- *Tratamento Criogênico Profundo (TCP)*: é realizado entre $-160\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$. O resfriamento é feito de forma lenta e controlada através do nitrogênio gasoso ou líquido. O reaquecimento também é feito de maneira controlada para evitar mudanças bruscas de temperatura (Bryson, 1999; Wurzbach & DeFelice, 2004; Dumasia et al., 2017).

2.2.1 Parâmetros

Na Figura 2.26 encontra-se os parâmetros necessários para a realização do tratamento, são eles:

- Temperatura mínima T_{min} ;
- Tempo de imersão t_{im} ;

- Taxas de resfriamento e aquecimento $T_{x_{res}}$, $T_{x_{aq}}$;

Para evitar que o material quebre devido às mudanças de temperatura, as taxas devem variar de 18 °C/h a 72 °C/h , ou seja, de 0,3K/min a 1,2K/min (Darwin et al., 2008).

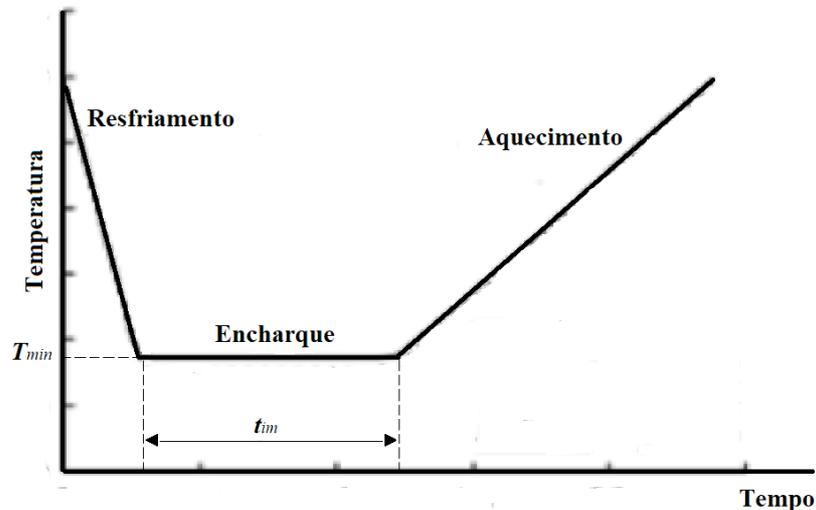


Figura 2.26 – Gráfico esquemático de tratamento criogênico (fonte própria)

2.2.2 Efeitos de Tratamento Criogênico em Ligas Ferrosas e Alumínio

Barron (1982) comparou a resistência a abrasão em três grupos de diferentes aços submetidos a sequência de tratamento térmicos diferentes. Um dos grupos não passou por nenhum tratamento criogênico após o tratamento térmico de tempera e revenimento; outro grupo foi tratado por 24 horas a 189K com gelo seco; e o último grupo foi tratado a 77K por 24 horas em nitrogênio líquido. As amostras foram pesadas após 15 minutos de teste de abrasão. Os resultados indicaram que aços ferramenta que apresentam austenita retida em temperatura ambiente podem ter a resistência a abrasão aumentada significativamente ao tratar criogenicamente, principalmente a 77K. Para aço inoxidável, o tratamento a 189K produz um aumento na resistência de 25%, e o tratamento a 77K apresenta aproximadamente o mesmo resultado. Ele atribuiu a maior resistência ao desgaste à transformação da austenita retida em martensita e à presença de pequenas e duras partículas de carbonetos dentro da martensita. Os aço carbono e ferro fundido não foram afetados pelo tratamento criogênico.

Collins (1998) afirmou não ser a transformação da austenita retida em martensita o único predominante responsável pelo aumento da resistência ao desgaste. Ele verificou que o tratamento criogênico tem efeito especial sobre a martensita, causando mudanças cristalográficas e microestruturais que resultam na precipitação de carbonetos finos na

microestrutura revenida e, conseqüentemente, no aumento da tenacidade e da resistência ao desgaste. Collins concluiu que a temperatura de austenitização tem grande influência em como o tratamento criogênico muda as propriedades dos aços, principalmente os ferramentas. Ele afirmou que efeito do tratamento criogênico envolve dois fenômenos. O primeiro é a transformação da austenita retida em martensita está relacionada com o aumento da dureza e com a estabilidade dimensional do material. Quanto maior for a quantidade de austenita, maior será o aumento da dureza. Esse fenômeno também está relacionado com uma redução na tenacidade. O segundo é o condicionamento da martensita a baixas temperaturas, que promove a precipitação de carbonetos finos, sendo este o responsável pela melhora na resistência ao desgaste e tenacidade. Inicialmente esse fenômeno reduz a dureza, porém ela é recuperada após um período suficientemente longo de tempo. É possível que o aumento da tenacidade esteja relacionado com a precipitação de carbonetos finos ao invés de filmes de cementita. Quanto mais baixa a temperatura e mais longo o período de tempo, mais fino será a distribuição dos carbonetos e maior será o aumento na resistência ao desgaste.

Molinari et al. (2001) afirmam que o tempo máximo de imersão é de 35 horas, um tempo maior não acarretará em mudanças. Para o material AISI M2, eles correlacionaram o aumento da dureza com a diminuição da taxa de desgaste. Também relacionaram o desgaste abrasivo e o causado pela oxidação estão com a dispersão de carbonetos na microestrutura. Portanto, ao aumentar a dureza através da precipitação de carbonetos, aumenta a resistência a abrasão e a capacidade de carga dos rolamentos. O material AISI H13 teve o seu aumento de resistência ao desgaste correlacionado com o aumento da tenacidade. Eles observaram que o tratamento criogênico produz melhor efeito quando é feito após a têmpera. Eles relacionaram o efeito do tratamento criogênico com a transformação da martensita supersaturada a -196°C . Isso faz com que a precipitação de carbonetos ocorra com uma energia de ativação maior, levando a uma taxa de nucleação maior, fina e homogênea dispersão. Na presença de delaminação, a capacidade do material de se opor a propagação de trinca pode aumentar a estabilidade mecânica da superfície de desgaste e a capacidade de carga dos rolamentos. Sendo assim, com a redução de consumo de ferramenta e o tempo de preparo da máquina, ocorre uma redução de cerca de 50% do custo.

Gobbi (2009) estudou o desempenho de corpos de provas do aço AISI D2 criogenicamente tratados em relação à resistência ao desgaste microabrasivo, analisando a influência da temperatura de austenitização no ciclo de tratamento térmico e da ordem do revenimento em relação ao TCP. Foram estudados a resistência ao desgaste de corpos de prova de aço AISI D2 submetidos a diferentes temperaturas de austenitização em três ciclos térmicos diferentes, incluindo o tratamento criogênico em dois deles. Medidas de

microdureza, difratometria de raios-X, análises microestruturais em microscópio óptico e eletrônico de varredura (MEV) e técnicas de quantificação de carbonetos em software analisador de imagens foram realizadas. Para as amostras austenizadas a 1010°C, observou-se que a inserção de tratamento criogênico aumenta a quantidade de carbonetos precipitados, porém em menor proporção ao realizar uma etapa de revenimento antes do tratamento. Isso ocorre devido a diminuição da supersaturação de carbono na martensita e a estabilização térmica da austenita retida. A amostra tratada logo após a têmpera apresentou um aumento de 44% na resistência ao desgaste enquanto que a tratada após o revenimento apresentou 17% de aumento. Nas amostras austenizadas a 1100°C ocorreu uma maior dissolução de carbonetos na matriz martensítica, ou seja, supersaturou o teor de carbono. Nessas amostras os resultados do ensaio de desgaste foram aproximadamente os mesmos. Conclui-se que esta diferença observada entre as temperaturas de austenitização são causadas pelo aumento de austenita residual na microestrutura, resultando em um aumento da dureza. Desse modo, se o objetivo é aumentar a resistência ao desgaste do aço, deve-se selecionar uma temperatura de austenitização menor para depois realizar o tratamento criogênico.

Ashiuchi (2009) investigou o efeito do TCP na vida em fadiga sob condições de *fretting* no Al 7050-T7451, material usado principalmente pela indústria aeronáutica na construção de nervuras de asas, trens de pouso e outros componentes de aeronaves. O tempo de imersão para o tratamento criogênico profundo foi de 12 horas. Ele observou um aumento de 227% da vida em fadiga por *fretting* com ciclos superiores a 2×10^6 em relação aos corpos não tratados sob condições nominalmente idênticas de carregamento. Já para vidas inferiores a 2×10^6 ciclos o TCP pode afetar negativamente a resistência à fadiga sob condições de *fretting*. O coeficiente de atrito médio foi ligeiramente alterado, diminuindo de 0,25 para 0,21. O material tratado criogenicamente, em um desses ensaios, apresentou vida infinita (teste interrompido em 10^7 ciclos) e teve vida média de $7,79 \times 10^6$ ciclos, enquanto que os ensaios nesse mesmo nível de tensão máxima com o material sem TCP apresentaram vida média de $3,43 \times 10^6$ ciclos (sendo que todos os três espécimes romperam).

Farina (2011) desenvolveu sua tese de doutorado em conjunto com a Villares Metals S. A. que possuía a necessidade de um negócio: fornecer tratamento térmico aos clientes. Estudou-se então as melhorias nas propriedades dos aços ferramenta que a etapa de tratamento criogênico traria no ciclo térmico. Utilizou-se amostras do aço ferramenta AISI D2 para trabalho a frio e quatro séries de experimentos com diferentes tempos de imersão e etapas de tratamento térmico. Na primeira série de experimentos foi possível verificar, através do MEV, que somente a amostra sem tratamento criogênico possuía austenita retida após o revenimento. Foi confirmado que há uma maior fração volumétrica de carbonetos secundários

de revenido nanométricos com o tratamento criogênico. Dividiu-se a influência do tratamento criogênico do aço AISI D2 em relação a três fatores: transformação martensítica, estabilização da austenita e precipitação de carbonetos de revenido. Verificou-se que os diferentes tempos de imersão, tanto para o tratamento subzero quanto para o tratamento criogênico, não modificava a fração volumétrica da austenita retida, e que o tratamento subzero se mostrava mais eficiente que o tratamento criogênico nesse aspecto. O tratamento térmico de alívio de tensões estabiliza a austenita retida, e isso impede a transformação martensítica em temperaturas criogênicas. Ao inserir o tratamento criogênico entre a têmpera e o revenimento, há uma maior fração volumétrica de carbonetos de revenido e uma distribuição mais homogênea dos mesmos. Essa fração também é aumentada ao não realizar a etapa de alívio de tensões entre a têmpera e o tratamento criogênico. Com o tratamento criogênico, ocorre um envelhecimento da martensita, facilitando a precipitação de carbonetos, fazendo com que os carbonetos aumentem em número mas que cresçam menos.

2.2.3 Efeitos de Tratamento Criogênico em Ligas NiTi

George et al. (2011) avaliaram o efeito do tratamento criogênico sobre a resistência ao desgaste de instrumentos endodônticos de NiTi. O tratamento criogênico à -196°C foi realizado em uma câmara com isolamento por vácuo e sistema de monitoramento e controle da temperatura, por 36 horas. As limas endodônticas foram divididas em dois grupos experimentais, com e sem tratamento criogênico, contendo dez limas cada grupo, totalizando vinte instrumentos. Os instrumentos foram acionados no canal e o tempo até a fratura foi cronometrado para posterior cálculo do número de ciclos. Os resultados mostraram um aumento significativo na resistência à fadiga cíclica para os instrumentos de NiTi tratados criogenicamente em 15%, 57% e 34%, respectivamente para RaCe, K3 e Hero Shaper. Dessa forma, concluiu-se que o TCP melhorou a resistência ao dos instrumentos endodônticos rotativos de NiTi.

Sinha et al. (2013) estudaram amostras de $\text{Ni}_{49}\text{Ti}_{51}$ homogenizadas a 900°C por uma hora. Algumas foram resfriadas em água e outras em nitrogênio líquido. Outro grupo foi trabalhado a frio a -196°C para até atingir 30% de redução de espessura. Eles observaram que o volume de martensita aumentou significativamente com o resfriamento em nitrogênio líquido, devido a força motriz produzida pela grande diferença de temperatura entre M_s e $T_{\text{nitrogênio(L)}}$. As amostras resfriadas com nitrogênio líquido apresentaram uma deformação recuperável maior que as resfriadas com água e as laminadas criogenicamente. Também foi feito um envelhecimento de 400°C por 1 hora. Enquanto que o envelhecimento aumentou a

resistência das amostras tratadas criogenicamente, o oposto foi observado para as laminadas criogenicamente. A recuperação de forma é maior nas amostras tratadas criogenicamente, em torno de 10%. O envelhecimento aumentou a deformação recuperável.

Kozlick (2013) investigou a influência de temperaturas criogênicas sobre as propriedades da liga $Ni_{57}Ti_{43}$, comum para dispositivos médicos. O tratamento criogênico baseou-se em dois modos diferentes de exposição. As amostras foram divididas em cinco grupos, submetidos a tratamentos diferentes. O primeiro grupo foi mantido à temperatura ambiente, como recebido; o segundo grupo foi resfriado a $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ e mantido a essa temperatura por 32 minutos; o terceiro foi resfriado a $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ e mantido por 64 minutos; o quarto grupo foi resfriado a $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ e mantido por 128 minutos; e por fim, o último grupo foi submetido a 4 ciclos de aquecimento até $+37\text{ }^{\circ}\text{C}$ e manutenção por 4 minutos e resfriamento até $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ e manutenção também por 4 minutos. Em seguida, foram conduzidos testes de tração com deformações de aproximadamente 6%, descarregamento e depois tração até a ruptura; análise no DSC e microscopia ótica. Foi examinado o estado estacionário de exposição direta a $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$, e de exposição cíclica entre $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ e $37\text{ }^{\circ}\text{C}$. Kozlick (2013) afirma que o tratamento criogênico cíclico resultou no aumento da dureza do material em 8,7% e no aumento da resistência de escoamento em 9,5%. Também para o tratamento cíclico observou-se na microestrutura o aumento de 2% do tamanho médio de grão austenítico quando comparado com amostra como recebida. Na exposição estacionária não foi observada nenhuma diferença significativa quanto às demais propriedades mecânicas, incluindo a histerese térmica e as temperaturas de transformação de fase, apenas o aumento da resistência à tração em 24,1%, em relação ao material sem tratamento criogênico.

Vinothkumar et al. (2015) realizaram experimentos em uma liga $Ni_{51}Ti_{49}$ com uma temperatura A_f de $46\text{ }^{\circ}\text{C}$, ou seja, as amostras ainda possuem fase martensítica na temperatura ambiente. As amostras foram divididas em cinco grupos: tratadas criogenicamente por 24 horas; tratadas criogenicamente por 6 horas; tratadas subzero por 24 horas; tratadas subzero por 6 horas; grupo não tratado. Todas as amostras apresentaram grãos equiaxiais com contornos bem definidos e com o diâmetro médio de $25\mu\text{m}$. No entanto, a quantidade de fase martensítica foi maior na tratada criogenicamente por 24 horas. O Ni presente na matriz é reduzido devido a presença de fases intermetálicas ricas em Ni, aumentando a temperatura A_f e o range de transformação martensítica.

Vinothkumar et al. (2016) investigaram a influência do tratamento criogênico profundo sobre a resistência à fadiga cíclica e a eficiência de corte de limas endodônticas rotativas de NiTi martensítica com efeito memória de forma. Dividiu as limas em três grupos de 25 amostras cada: tratadas criogenicamente por 24 horas; tratadas criogenicamente por 6

horas; e não tratadas. 15 amostras de cada grupo forma submetidas a ensaios de fadiga e 10 para ensaios de eficiência de corte. Eles observaram que o tratamento criogênico é mais eficiente que o tratamento subzero para aumentar a quantidade de martensita em ligas de NiTi, isso diminui a dureza e aumenta a resistência ao desgaste dessas ligas. Mediu-se a resistência ao carregamento cíclico calculando o número de ciclos até à falha e a eficiência de corte foi medida utilizando o método da perda de peso. Os resultados mostraram que houve aumento de 13% na resistência à fadiga dos instrumentos com tratamento criogênico de 24 horas se comparados com o não tratado, e 12% se comparados ao tratado por 6 horas. O tratamento criogênico aumentou a resistência à fadiga sem afetar a eficiência de corte das limas endodônticas NiTi.

Cruz e Filho (2016) investigou a influência do tratamento criogênico profundo em propriedades mecânicas (módulo elástico, amortecimento e dureza) e térmicas (temperaturas de transformação de fase e calor latente de transformação) da liga Ni₄₈Ti₅₂, martensítica à temperatura ambiente. Foram feitas análise comparativa experimental dessas propriedades antes de depois do tratamento criogênico a -196°C por 12, 18 e 24 horas. As referidas propriedades térmicas foram medidas por Calorimetria Diferencial de Varredura e as propriedades mecânicas por Excitação por Impulso. Os resultados mostraram que o tratamento criogênico diminuiu a dureza, o módulo de elasticidade, o calor latente e a histerese térmica e aumentou o fator de amortecimento. A análise microestrutural indica que essas alterações podem estar associadas com o aumento do tamanho de grão e surgimento de precipitados Ti₂Ni.

Castilho (2017) estudou as ligas Ni₅₅Ti₄₅ martensítica e outra Ni₅₇Ti₄₃ austenítica à temperatura ambiente. Ambas foram imersas em nitrogênio líquido por diferentes tempos e os resultados foram comparados. Observou-se um aumento do amortecimento de 8,76% para a liga austenítica após imersão por 48 horas e de 119,03% para a liga martensítica após imersão por 24 horas, devido ao aumento do volume de martensita e aumento da histerese térmica. Também observou-se que os tratamentos criogênicos em nitrogênio líquido acima de 36 horas de imersão não geraram alterações nas propriedades das ligas.

2.3 Fadiga em LMF

As aplicações das LMFs vem crescendo continuamente, principalmente de ligas NiTi, e qualquer que seja o seu efeito explorado, em muitas delas o material é submetido a carregamentos cíclicos (Kang & Song, 2015). Quando essas ligas são submetidas a carregamentos cíclicos, como em qualquer outra, elas podem sofrer fadiga estrutural como em

qualquer outro material. Para uma mesma quantidade de carregamento cíclicos, as ligas de NiTi conseguem suportar uma amplitude de deformação pseudoelástica entre 4 % a 12 %, enquanto que a maioria dos outros metais só toleram uma deformação elástica de aproximadamente 1 % (Elahinia, 2015). Se a deformação ou a tensão aplicada permanecem dentro do regime elástico, um componente de LMF pode apresentar uma vida em fadiga mais que 10 milhões de ciclos. Porém, se a tensão aplicada for elevada o suficiente para ocorrer demacção ou transformação martensítica induzida, a vida das LMFs é reduzida para a ordem de milhares de ciclos (Lagouda, 2008; Barbarino et al., 2014).Essas ligas apresentam uma fratura e resposta a fadiga diferente da que ocorre nos outros materiais de engenharia. Essa particularidade é causada pela transformação de fase induzida termicamente e/ou mecanicamente. Consequentemente, modelos teóricos e procedimentos de testes padrões não podem ser aplicados às LMFs (Otsuka & Wayman, 1998; Maletta et al., 2012;Barbarino et al., 2014).

Existem dois casos de fadiga nas LMFs que devem ser considerados (Otsuka & Wayman, 1998):

- Estrutural: Falha por fratura devido à ciclagem de carga ou deformação em uma temperatura constante;
- Funcional: Mudança nas propriedades físicas, mecânicas ou funcionais devido à ciclagem de carga, deformação, ou temperatura na região de transformação, levando à degradação do EMF ou da PE.

A confiabilidade das LMFs depende de sua durabilidade. Sendo assim, tempo, número de ciclos de transformação, tensão e deformação de transformação são parâmetros de controle externo importantes. Já os parâmetros internos que determinam as propriedades físicas e mecânicas são: o sistema da liga, a composição da liga, o tipo de transformação, a estrutura da rede e seus defeitos. Qualquer mudança que ocorra nesses parâmetros internos afeta as forças de atrito interno, estabilização da martensita, geração de defeitos e precipitação (Otsuka & Wayman, 1998; Lagoudas, 2008). Quando ocorre transformação de fase induzida por tensão na região da trinca, a distribuição de tensão é afetada, e logo a vida a fadiga também (Maletta et al., 2014)

A fadiga funcional é a degradação do efeito memória de forma e do pseudoelástico sob ciclos termo-mecânicos. Esta degradação está relacionada com a mudança gradual na microestrutura, como: acúmulo da densidade de discordâncias, formação da martensita estabilizada, demacção e reorientação do grão, acarretando na degradação dos efeitos do material a cada ciclo. Ela também é associada com o aumento da deformação residual, composta por deformação plástica e pseudoplástica, resultante da transformação reversa

incompleta. Quando essa degradação atinge certo nível, os dispositivos de LMFs perdem a sua capacidade funcional (Eggler et al., 2004; Maletta et al., 2014; Kang & Song, 2015). A deformação residual permanente adicional a cada ciclo consecutivo tende a diminuir gradualmente, até que não ocorra mais o acúmulo de deformação residual (Lagoudas, 2008)

A fadiga estrutural é responsável por 50 % a 90 % das falhas mecânicas em materiais (Stephens et al., 2001; Elahinia, 2015). Esse tipo de fadiga ocorre devido ao acúmulo de dano microestrutural durante os carregamentos cíclicos, levando o material a falhar (Eggler et al., 2004). Diversos estudos procuram construir um modelo matemático para calcular a vida em fadiga do material, ou seja, a quantidade de ciclos até a falha (Maletta et al., 2012).

2.4 Estudos em LMF de NiTi

Tamura et al. (1995) mostraram como a microestrutura de molas de LMF evolui de acordo com os ciclos térmicos. Eles concluíram que a densidade de discordâncias aumenta durante a ciclagem, e que isto afeta as propriedades funcionais da liga NiTi.

Eggler et al. (2004) classificou o estudo da fadiga em LMFs de NiTi em fadiga funcional e estrutural e observou a vida em fadiga em quatro condições distintas de carregamento. Uma transformação de fase induzida por tensão diante da propagação de uma trinca causada por fadiga pode ser benéfico, diminuindo a taxa de propagação da trinca e contribuir para o aumento da vida em fadiga. Sendo assim, eles observaram que a capacidade das LMFs de formar martensita induzida por tensão próximo ao local de uma tensão concentrada é benéfica, pois limita a intensidade de tensão onde carrega pequenas trincas e contribui para uma boa resistência a fadiga. Também foi demonstrado que a propagação de uma trinca é mais lenta na fase martensítica que na fase austenítica.

Maletta et al. (2012) modificaram o modelo matemático Coffin-Manson para calcular a vida em fadiga de uma liga NiTi. O Coffin-Manson modificado leva em consideração a deformação incomum que ocorre nas LMFs. Essa deformação é dividida em componentes elástica e não-elástica. Para tanto, eles dividiram o experimento em duas etapas: estabilização do material, correspondente à fadiga funcional, e estimativa da vida em fadiga, correspondente à fadiga estrutural, conforme a Fig. 2.27. Os ensaios foram conduzidos por deformação controlada. O estudo demonstrou que a quantidade de ciclos necessários para a estabilização do material está em um intervalo entre 100 e 150, e praticamente não se altera com a deformação máxima aplicada. Essa observação também foi feita em estudos anteriores com ligas monocristalinas. Outro resultado foi a diminuição da vida em fadiga com o aumento da máxima deformação aplicada, conforme o esperado. Ao aplicar uma deformação

máxima de 4,5% o material falha ao redor de 300 ciclos, e diminuindo a deformação máxima para 0,7%, o material falha em torno de 14.000 ciclos.

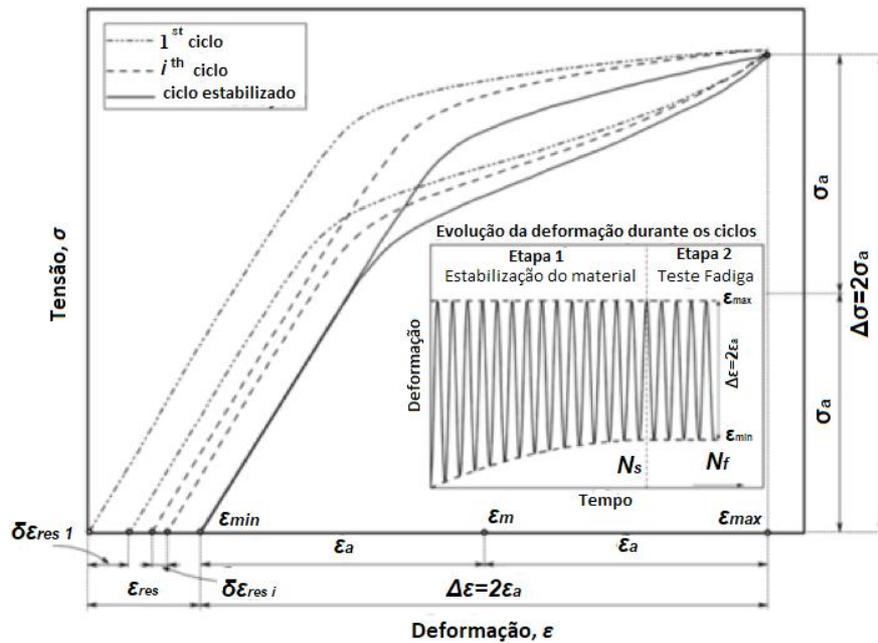


Figura 2.27 – Evolução da curva tensão-deformação sob carregamento controlado por deformação máxima (Maletta et al., 2012 - adaptado).

No trabalho de Maletta et al. (2014), a análise da fadiga estrutural da liga NiTi foi baseada em seis parâmetros para o comportamento pseudoelástico, conforme mostrado na Fig. 2.28:

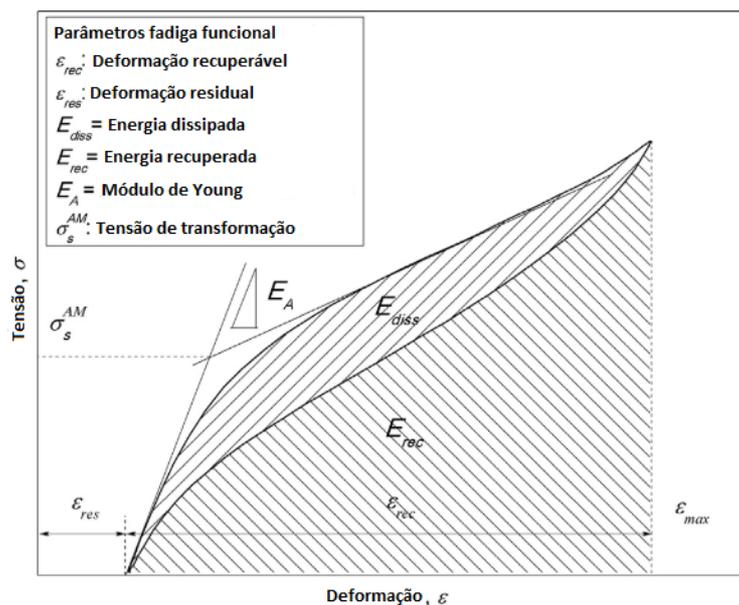


Figura 2.28 – Definição das propriedades funcionais (Maletta et al., 2014 – adaptado).

- ϵ_{rec} : deformação pseudoelástica recuperada após o descarregamento;
- ϵ_{res} : deformação residual observada após o descarregamento;
- E_{rec} : energia recuperada, representada pela área abaixo da curva tensão- deformação durante o descarregamento;
- E_{diss} : energia dissipada, representada pela área entre as curvas tensão-deformação de carregamento e de descarregamento, ou seja, pela área da histerese;
- E_A : módulo de elasticidade, obtida pela inclinação da resposta elástica da fase austenítica no diagrama tensão- deformação;
- σ_{AM} : Tensão de transformação direta, obtida pela intersecção entre linha elástica e a tangente da tensão de transformação.

A análise desses parâmetros permitiu concluir que a degradação da recuperação pseudoelástica fica mais evidente com o aumento da amplitude de deformação. Essa degradação é caracterizada pelo aumento da deformação residual e pela diminuição da deformação recuperável, energia recuperável, energia dissipada, módulo de elasticidade e tensão de transformação.

Mahtabi et al. (2016) demonstraram que em ligas NiTi martensíticas os modelos multiaxiais clássicos e críticos de fadiga não podem ser aplicados, destacando a necessidade de outros modelos para a compreensão do comportamento à fadiga nas ligas NiTi.

Saikrishna et al. (2016) estudaram a influência da imposição de ciclos intermitentes de super-carregamento na vida em fadiga de um atuador térmico de NiTi. Ao impor um sobrecarregamento cíclico maior que 2,5 vezes a tensão de trabalho observou-se um aumento de 9 vezes na vida em fadiga se comparado a um regime sem sobrecarregamento. Essa melhora foi atribuída a formação e estabilização da martensita induzida por tensão e a zona de deformação plástica que ocorre à frente da extremidade da trinca. Além disso, os resultados mostraram que a presença de martensita estabilizada na microestrutura beneficia a fadiga estrutural.

Tyc et al. (2016) observaram que quanto maior for a deformação de transformação de uma liga NiTi superelástica, menor será a performance à fadiga. Foram analisados diversos materiais de NiTi super-elásticos submetidos a diferentes trabalhos a frio e tratamentos térmicos em testes uniaxiais de fadiga em temperatura constante. Os fios tratados no forno obtiveram uma melhora na vida em fadiga, atribuída à recristalização nanométrica parcial na microestrutura. Quanto maior for a deformação de transformação, maior será a incompatibilidade entre a fase matriz de transformação e a inclusão de dureza, o que leva a nucleação e a propagação de trinca.

Peters et al. (2017) observaram que instrumentos endodônticos de NiTi com temperaturas de transformação de fases maiores, estas podendo ser aumentadas com tratamento térmico, são mais flexíveis. Esse aumento de flexibilidade está relacionado com a diminuição do módulo de elasticidade, ocasionando em um menor acúmulo de defeitos a cada carregamento cíclico e, conseqüentemente, em uma maior resistência à fadiga. As microestruturas híbridas de martensita e austenita possuem um número significativo de interface causadoras de arranjos complexos de trincas secundárias, que dissipam a energia necessária para propagar trincas, aumentando a resistência à fadiga.

You et al. (2017) investigaram amostras de NiTi com trincas superficiais em uma extremidade, afim de avaliar a evolução da máxima temperatura da extremidade da trinca, e o seu comprimento em relação ao número de ciclos, em diferentes frequências em ensaios com controle de força. Eles observaram que a taxa de crescimento da trinca diminui com o aumento da frequência. Durante o experimento, analisou-se que a temperatura máxima ocorre na ponta da trinca, e que quanto maior a frequência, maior a temperatura na ponta da trinca. Dessa forma, a fração de região de transformação martensítica em altas frequências é relativamente menor que a fração em baixas frequências. As regiões austeníticas possuem uma deformação compressiva, diminuindo a taxa de propagação da trinca e seu comprimento.

Zhang et al. (2017) analisaram que a estabilização da curva pseudoelástica da liga NiTi depende fortemente da frequência do carregamento em ensaios com controle de deformação. A geração de discordâncias que ocorre durante a deformação cíclica está relacionada com a fase martensítica, e a iniciação de trincas ocorre na interface da austenita/martensita. A resistência à fadiga aumenta com a diminuição de temperatura, de forma que a taxa de propagação da trinca é menor na martensita que na austenita. No comportamento a fadiga das ligas LMFs, a dependência da frequência está relacionada com o efeito da temperatura durante a transformação de fase martensítica. A amplitude de oscilação da temperatura aumenta com a frequência de carregamento até atingir um valor de saturação. O acúmulo de dissipação da histerese resulta em um aumento da temperatura média. O aumento de temperatura estabiliza a austenita, elevando a tensão de transformação, que por sua vez acelera a iniciação da trinca e diminui a vida em fadiga. Quando a frequência é baixa, o efeito da temperatura é limitado e não impacta na vida em fadiga.

Dilibal et al. (2017) compararam a estabilização de uma liga de NiTi ao fazer ensaio com controle de força e controle misto de força/deslocamento. As amostras cicladas apenas com a força controlada estabilizaram com menos ciclos, e também apresentaram menor deformação residual.

Ammar et al. (2017) analisaram as diferenças que ocorrem na resposta à fadiga funcional de uma liga NiTi pseudoelástica entre diferentes taxas em dois tipos de ciclagem, por tensão controlada e por deformação controlada. Eles observaram que sempre ocorre um aumento da deformação residual e uma diminuição da área da histerese. Tanto nos ensaios de deformação controlada quanto os de tensão controlada, as amostras cicladas com a menor taxa estabilizaram em 60 ciclos, e as cicladas com taxas maiores estabilizaram com 100 ciclos. Para os ensaios com deformação controlada foram feitas as seguintes observações:

- Há um estreitamento da área da histerese até estabilizar, o que representa uma diminuição da energia dissipada durante a transformação martensítica.
- A tensão de transformação martensítica também diminui até um valor de saturação. Esse fenômeno pode estar relacionado com a presença da martensita saturada, resultando em uma estrutura heterogênea, que facilita a transformação martensítica. Também pode ser uma consequência da reorientação do grão após sucessivos carregamentos.
- As amostras cicladas com maiores taxas obtiveram um declínio mais rápido no valor da tensão de transformação martensítica.
- A estabilização ocorre mais rápido em baixas amplitudes de deformação.
- O módulo de resistência do carregamento diminui com a ciclagem, e se torna mais evidente para maiores valores de deformação.
- A deformação residual das amostras ocorreram principalmente devido à plasticidade, conforme mostrado no teste “flash-thermal”, e esta depende tanto da taxa de deformação quanto do valor da amplitude.
- Quanto maior a taxa de deformação, maior a tensão de transformação martensítica. Isso ocorre devido ao aumento de temperatura na liga, causado pela natureza exotérmica da transformação de fase da austenita para a martensita. A austenita é mais estável em maiores temperaturas.

Para os ensaios com tensão controlada foram feitas as seguintes observações:

- A energia dissipada e a tensão de transformação martensítica diminuem com o aumento no número de ciclos.
- A deformação máxima e a residual aumentam com a ciclagem.
- A evolução da tensão de transformação fica mais evidente com taxas maiores de tensão. Isso ocorre devido ao acúmulo da martensita retida originada pela transformação reversa incompleta.

Kang & Kan (2017) analisaram o comportamento cíclico das LMFs de NiTi por controle de deformação e por controle de tensão. Para os ensaios de fadiga realizados por controle de deformação, foram feitas as seguintes observações:

- Ocorre o aumento progressivo da deformação residual mesmo para picos de deformação relativamente baixos. A deformação residual é maior e acumula mais rapidamente para testes cíclicos com maior pico de deformação.
- O pico de tensão e a energia dissipada diminuem com o número de ciclos e atingem um estado de saturação após determinada quantidade de ciclos.
- O decaimento no valor do pico de tensão é causado pela diminuição da tensão de transformação.

Durante o carregamento cíclico por tensão controlada, foi observado que:

- Tanto a deformação máxima quanto a residual aumentam com o número de ciclos. Esses parâmetros estabilizam após uma determinada quantidade e dependem do pico de tensão aplicada.
- O módulo elástico do carregamento diminui e o de descarregamento aumenta conforme aumenta o número de ciclos. A estabilização desses parâmetros corresponde a estabilização da tensão de transformação. Ambos são influenciados pelo valor do pico de tensão.
- A tensão de transformação e a energia dissipada decrescem com o aumento de ciclos e do valor do pico de tensão.

Para ambos os controles, associou-se o acúmulo na deformação com as transformações martensíticas cíclicas e as deformação plásticas resultantes das transformações induzida por tensão.

Ramos et al. (2018) investigaram a influência de diferentes picos de tensão na liga NiTi para diferentes frequências. As trocas de calor que ocorrem nas transformações de fase fazem a temperatura do material aumentar com a frequência, pois o material não tem tempo para entrar em equilíbrio térmico com o ambiente, acumulando calor latente e reduzindo a dissipação de calor. Além disso, a amplitude de oscilação da temperatura da amostra diminuiu com o aumento da frequência. Conforme o esperado, ao aumentar o pico de tensão, houve uma diminuição da vida em fadiga. Em relação a deformação residual, notou-se de forma geral uma diminuição com o aumento da frequência. A deformação recuperável aumentou com o valor do pico de tensão, entretanto também houve um aumento da deformação residual. A energia dissipada nos primeiros ciclos aumentou com a diminuição da frequência e aumento do valor do pico de tensão. A análise do DSC mostrou apesar do início da transformação de fase ser facilitado com a ciclagem, o fim da transformação é dificultado

devido a presença de defeitos microestruturais. Ou seja, há um aumento da histerese térmica. Todas as amostras apresentaram fraturas semelhantes, independente da frequência ou da tensão. A vida em fadiga de todas as amostras ficaram entre $5,0 \times 10^3$ a $1,6 \times 10^4$ ciclos.

Em síntese, alguns comportamentos são esperados durante o ensaio de fadiga em LMF. As propriedades funcionais das ligas sofrem degradação devido ao acúmulo de discordâncias e martensita retida (Maletta et al., 2014), estabilizando em torno de 60 a 150 ciclos (Maletta et al., 2012; Kang & Kan, 2017), dependendo do valor máximo de tensão ou deformação aplicado. Entre essas propriedades, pode-se citar a deformação, módulo de elasticidade, energia dissipada e tensão de transformação. Observa-se ainda que a frequência de ciclagem, influencia na vida a fadiga das LMFs. Quanto maior a frequência, maior a temperatura do material, o que pode influenciar na transformação de fase do material (You et al., 2017; Zhang et al., 2017; Ramos et al., 2018).

CAPÍTULO 3 – MATERIAIS E MÉTODOS

No presente capítulo são apresentados os materiais investigados, assim como os procedimentos experimentais. O fluxograma na Fig. 3.1 apresenta as etapas realizadas no estudos.

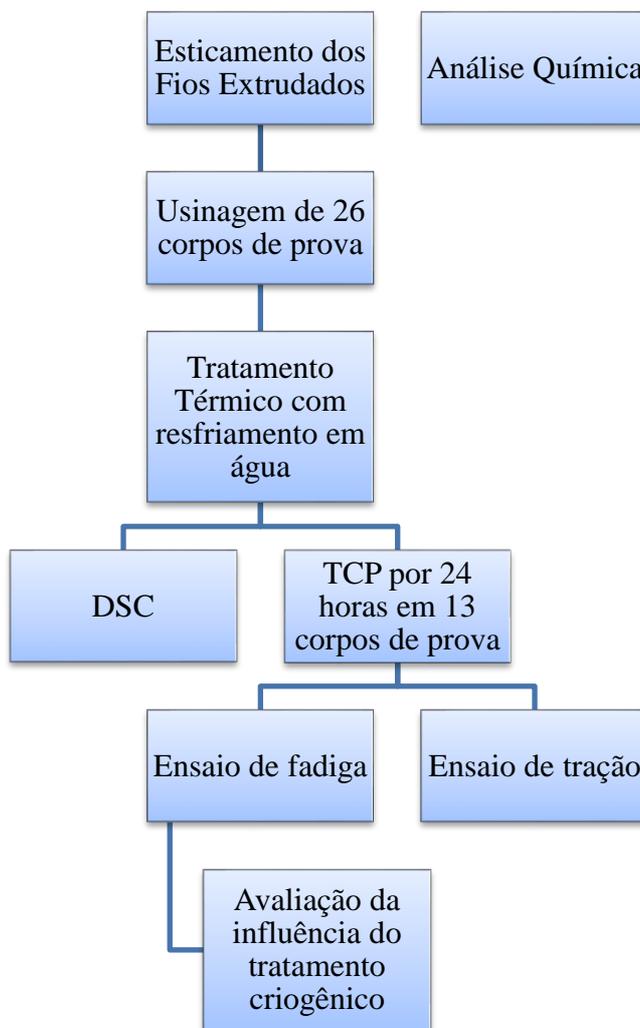


Figura 3.1 – Fluxograma do experimento.

3.1 Materiais

O material investigado foi um fio de 3,81 mm de diâmetro trefilado à frio fornecido pela empresa Memory Metalle. Retirou-se uma amostra desse material e, após um banho de ultrassom de 10 minutos para retirar as impurezas, levou-se para a análise química através de Fluorescência de raio X. A Tabela 3.1 aponta a composição química obtida:

Tabela 3.1 – Composição química da amostra.

Elemento	Quantidade
Ni	57,43%
Ti	42,36%
Impurezas	0,21%

Amostras de material foi levada para análise calorimétrica após o tratamento térmico, 525 °C por 20 minutos seguidos de resfriamento em água, para obtenção das temperaturas de transformação de fase. O objetivo desse procedimento é verificar se o material está na fase austenítica na temperatura ambiente. Nessa etapa foi utilizado um Calorímetro Diferencial de Varredura (*Differential Scanning Calorimeter – DSC*), modelo DSC 8500 do fabricante Perkin Elmer® de forno duplo, mostrado na Fig. 3.2. Os dados foram obtidos através do software Pyris.

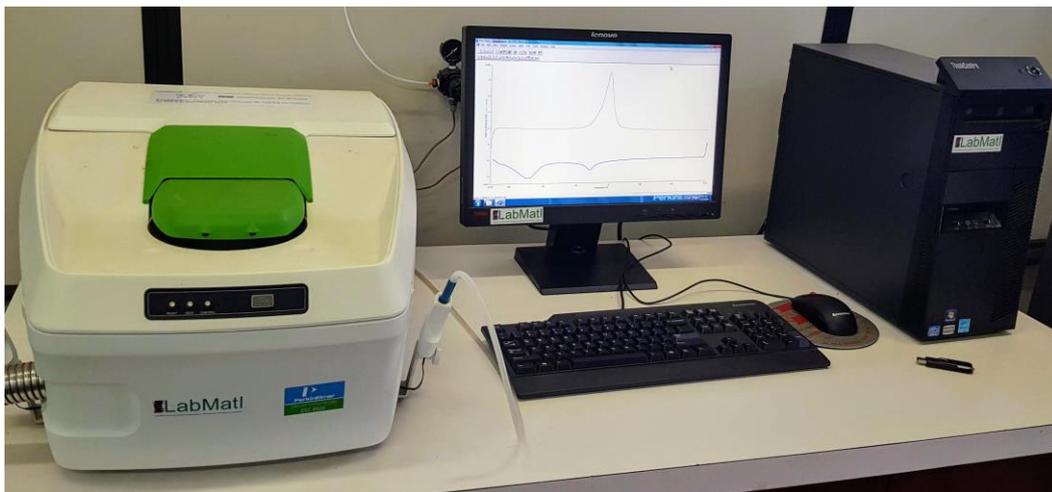


Figura 3.2 – DSC 8500 da Perkin Elmer®.

A amostra do material utilizada no DSC possuía uma massa de 28 mg foi limpa através do banho de ultrassom por 10 min. Posteriormente, ela foi colocada no interior de um *Becker* com acetona e imerso em água no equipamento de ultrassom Q335D. Em seguida, a amostra foi colocada em um cadinho de alumínio e depositada no interior no forno designado para amostras. No forno de referência foi colocado um cadinho de alumínio vazio. O ensaio

foi realizado em uma atmosfera inerte de nitrogênio gasoso com fluxo de 20 ml/min. As etapas de aquecimento e resfriamento foram:

- 1) Estabilização a $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$ por 1 minuto.
- 2) Aquecimento de $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ a uma taxa de $100\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$.
- 3) Estabilização a $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ por 1 minuto.
- 4) Resfriamento de $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$ a uma taxa de $100\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$.
- 5) Estabilização a $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$ por 1 minuto.
- 6) Aquecimento de $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ a uma taxa de $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$.
- 7) Estabilização a $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ por 1 minuto.
- 8) Resfriamento de $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$ a uma taxa de $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

As etapas de 1 a 4 garantem que o material inicie o ensaio na fase martensítica. A Tabela 3.2 mostra as temperaturas obtidas.

Tabela 3.2 – Temperaturas características da liga $\text{Ni}_{57}\text{Ti}_{43}$.

Temperatura	A_s	A_p	A_f	M_s	M_p	M_f
Valor ($^{\circ}\text{C}$)	-7,41	-0,53	3,31	-39,48	-49,14	-61,07

Conforme a Tab. 3.2, a temperatura A_f encontra-se abaixo da temperatura ambiente. Portanto, espera-se que a liga $\text{Ni}_{57}\text{Ti}_{43}$ possua microestrutura austenítica, apresentando comportamento pseudoelástico a temperatura ambiente.

3.2 Preparação dos Corpos de Prova

Posteriormente, os fios foram cortados em pedaços com um comprimento de aproximadamente 300 mm e esticados na MTS 810 Material Test System do Laboratório de Fadiga localizado no bloco SG-9 da UnB, mostrada na Fig. 3.3.



Figura 3.3 – MTS 810 Material Test System (Laboratório de Fadiga UnB).

Em seguida, foram usinados 26 corpos de prova conforme as especificações da Fig. 3.4. A proporção da seção útil foi feita com base na norma ASTM E466-15 (2015):

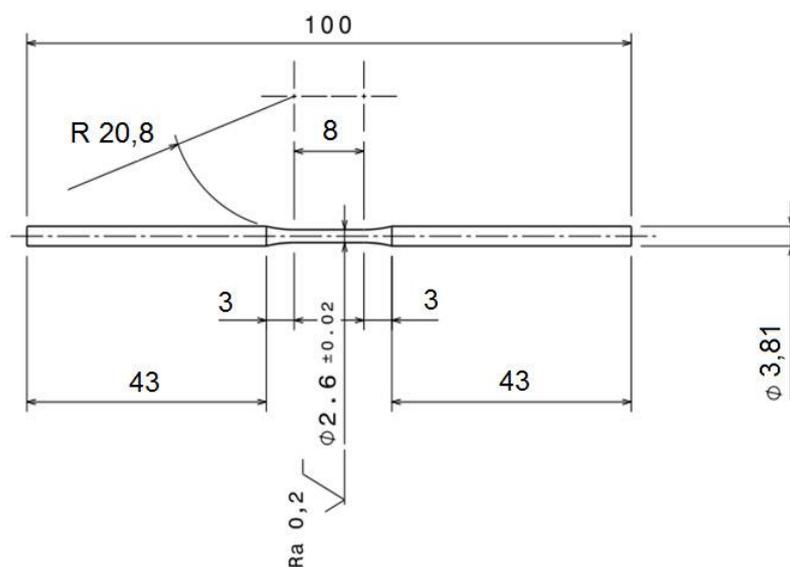


Figura 3.4 - Desenho técnico dos corpos de prova.

Após a usinagem dos corpos de prova, estes foram levados ao torno para serem polidos. Foram utilizadas lixas de #1000 a #2500. Posteriormente, foi verificado no microscópio Confocal que todos os corpos de prova apresentavam rugosidade abaixo de 0,2 μm , previstos na norma E466-15 (2015). A Figura 3.5 mostra os corpos de prova após o polimento.



Figura 3.5 - Corpos de prova após o polimento.

Os corpos de provas foram então levados para tratamento térmico, com o objetivo de ativar o efeito pseudoelástico do material, assim como aliviar as tensões residuais geradas pelo processo de fabricação e usinagem do material (Otsuka & Wayman, 1998). Os fios foram colocados diretamente no forno já aquecido a 525 $^{\circ}\text{C}$, mantidos 20 min e resfriados em água, conforme gráfico da Fig. 3.6. A temperatura, o tempo e o resfriamento utilizados no tratamento térmico foram fornecidos recebido pelo fabricante do material. Neste processo, foi utilizado um forno de coluna vertical modelo LHT407GN6 fabricado pela *Nabertherm*, conforme Fig. 3.7.

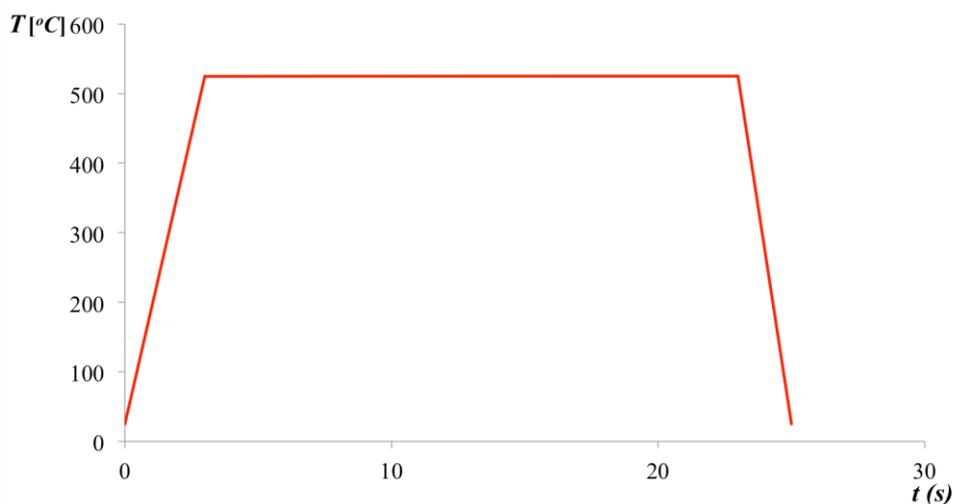


Figura 3.6 – Perfil de temperatura do tratamento térmico no forno.



Figura 3.7 – Forno *Nabertherm* LHT407GN6.

Dos 26 corpos de prova usinados, 13 foram submetidos a tratamento criogênico. O tratamento criogênico foi realizado através da imersão em nitrogênio líquido à $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$, por um período de 24 horas dentro de um *dewar* criogênico, conforme gráfico da Fig. 3.8. O tempo de imersão escolhido foi definido com base nos resultados obtidos por Weimar (2017). Os corpos de prova foram colocados nos porta amostras específicos do *dewar* criogênico e, após o tempo de imersão, foram transferidos para um *becker* de vidro temperado e aquecidos até a temperatura ambiente por convecção natural. Para garantir que os corpos de prova permaneçam a uma temperatura constante de $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$, o tanque possuía um nível de nitrogênio líquido acima de 70% de sua capacidade, conforme recomendado pelo fabricante. A Figura 3.9 mostra o tanque utilizado.

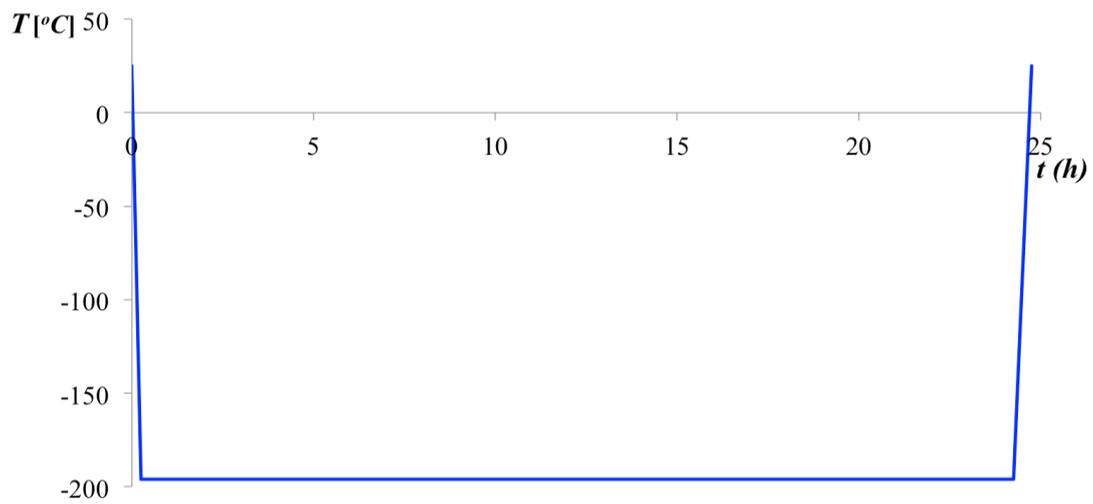


Figura 3.8 – Perfil de temperatura do tratamento criogênico.



Figura 3.9 – Tanque de nitrogênio Dewar.

3.3 Ensaio de Tração

O ensaio de tração foi realizado conforme a norma ASTM F2516-6 (2008), norma específica para material pseudoelástico. Foi feito o levantamento da curva tensão-deformação sob

controle de deslocamento para o fio tratado e outro não tratado. A taxa utilizada para o levantamento da curva pseudoelástica foi de 0,08 mm/min e a taxa até a ruptura foi de 0,8 mm/min. As figuras 3.10 e 3.11 e a Tabela 3.3 mostram as curvas e as propriedades relevantes obtidas. A área da histerese foi calculada através da regra do trapézio.

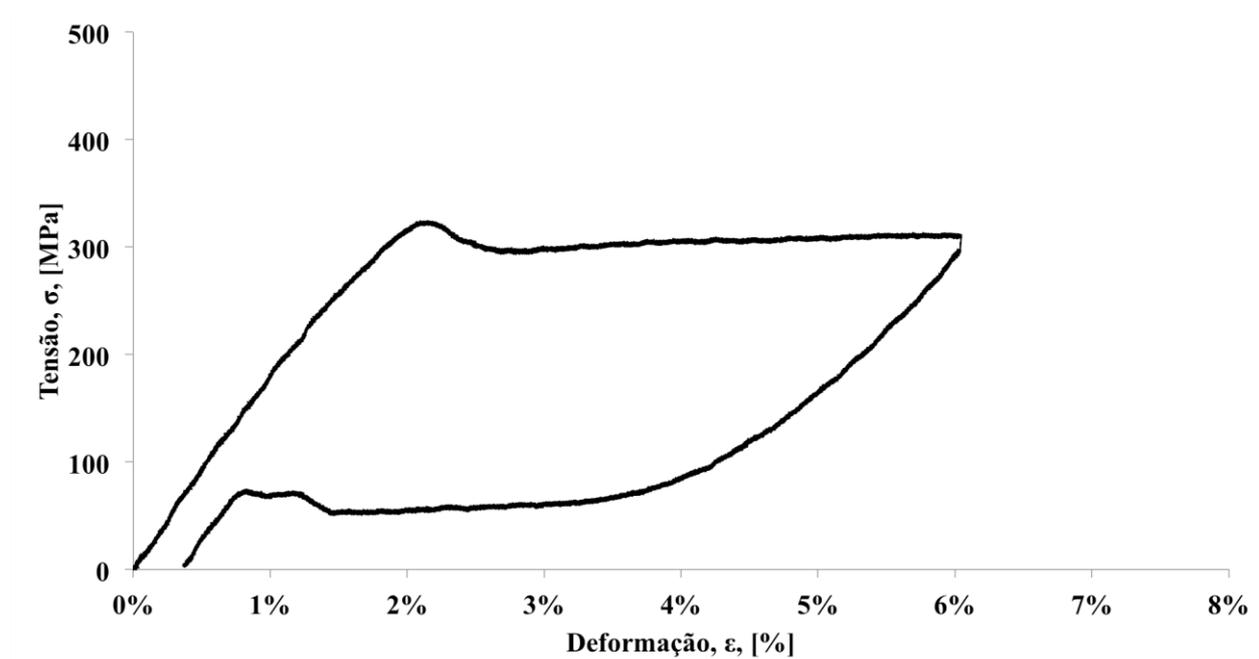


Figura 3.10 – Curva tensão - deformação do material não tratado.

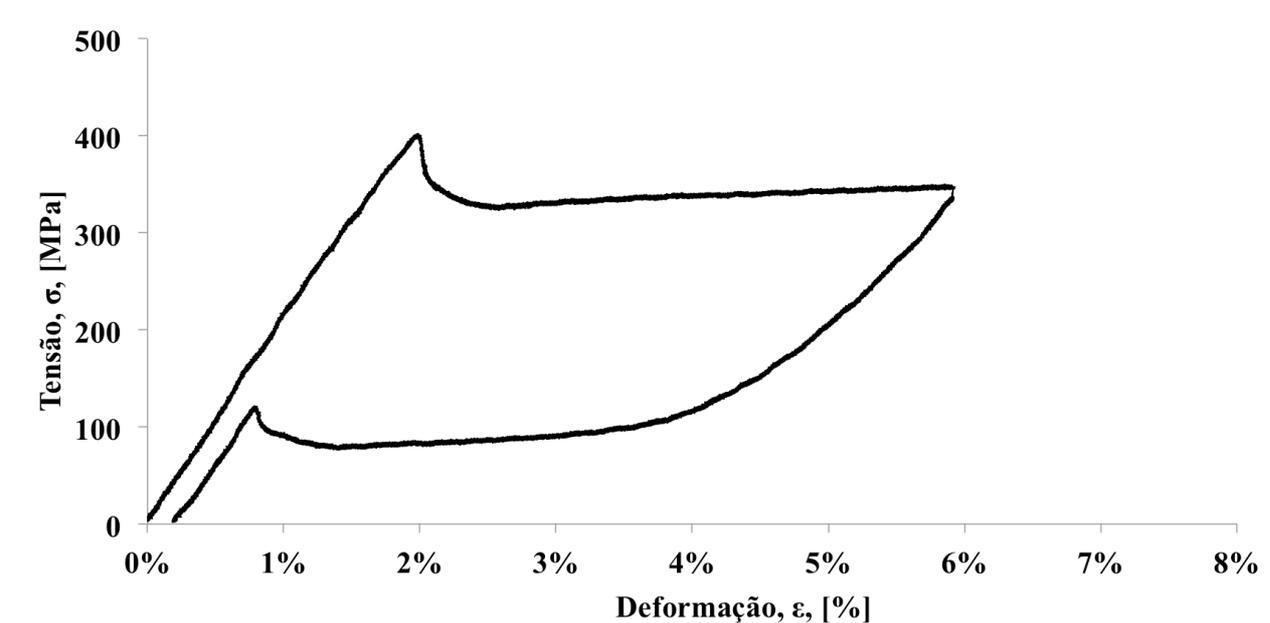


Figura 3.11- Curva tensão - deformação do material tratado.

Tabela 3.3 - Resultados do teste de tração Ni₅₇Ti₄₃ das amostras não tratada e tratada.

Propriedades	Não Tratado	Tratado	Δ	Δ %
Tensão de Transformação martensítica direta (MPa) ⁽¹⁾	300	330	+30	+10
Tensão de Transformação martensítica indireta (MPa) ⁽¹⁾	55	85	+30	+54,5
Deformação Residual (%)	0,45	0,25	-0,2	-44,4
Área da Histerese (MJ/mm ³)	12,60	12,79	+0,19	+1,5

⁽¹⁾medidos a 24 °C

3.4 Ensaio de Fadiga

Tendo em vista que o comportamento à fadiga das LMFs varia de acordo com a fase em que o material se encontra, selecionaram-se quatro tensões máximas correspondente ao estado austenítico (Ponto 1), à região de mistura de fases (Pontos 2 e 3) , e ao estado martensítico (Ponto 4) das amostras, conforme Fig. 3.12. Os pontos correspondem respectivamente a 400 MPa, 450 MPa, 500 MPa e 550 MPa, e tensão mínima nula. O ensaio foi realizado através do controle de força, e a frequência de ciclagem escolhida foi de 0,5 Hz, para que não houvesse aumento da temperatura do corpo de prova devido às transformações de fase (Ramos et al., 2018; Zhang et al., 2016).

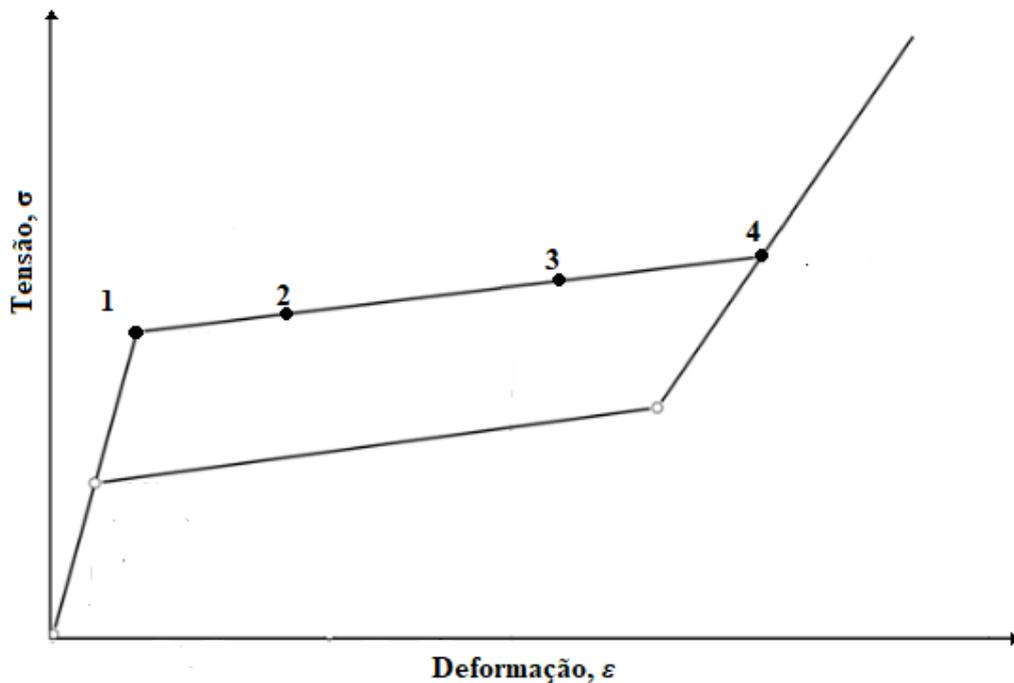


Figura 3.12 – Curva tensão-deformação esquemático.

A Figura 3.13 mostra o corpo de prova durante o ensaio de fadiga na MTS 647 Hydraulic Wedge Grip com célula de carga de 5 kN.



Figura 3.13 – Montagem do CP na MTS 647 Hydraulic Wedge Grip para o ensaio de fadiga.

CAPÍTULO 4 – RESULTADOS E DISCUSSÕES

Foram ciclados 12 corpos de prova não tratados e 12 tratados criogenicamente até a ruptura com diferentes níveis de tensão máxima. As tensões máximas foram de 400 MPa, 450 MPa, 500 MPa, 550 MPa, conseqüentemente, os valores da tensão alternada foram de 200 MPa, 225 MPa, 250 MPa e 275 MPa. Em todos os ensaios a tensão mínima era nula, de modo que houvesse tensão compressiva no corpo de prova. Para cada nível de tensão foram utilizadas 6 amostras, 3 não tratadas e 3 tratadas criogenicamente. O presente capítulo apresenta os resultados e discussões obtidos na análise da fadiga funcional e estrutural.

4.1 Fadiga Funcional

A fadiga funcional é caracterizada pela degradação de propriedades funcionais com a ciclagem. Neste trabalho foram analisadas a deformação residual, a deformação máxima, a deformação recuperável, a energia dissipada, módulo elástico e a tensão de transformação da austenita para a martensita, conforme definição feita por Maletta et al. (2014) e representada na Fig. 2.28.

4.1.1 Curvas Tensão x Deformação

As curvas das figuras 4.1 a 4.8 apresentam a evolução do comportamento pseudoelástico sob ciclagem durante os primeiros 10 ciclos, onde ocorre maior mudança das propriedades funcionais ciclo a ciclo.

No Apêndice A, as figuras mostram a comparação ciclo a ciclo entre o material tratado e o não-tratado, para cada valor de tensão máxima.

No Apêndice B, as figuras mostram o erro obtido em cada parâmetro.

Devido ao sistema de controle da máquina utilizada nos ensaios, durante os primeiros ciclos o nível de força máxima aplicado no corpo de prova não corresponde com o nível da carga prescrita para o ensaio. No entanto, o valor máximo desejado é atingido após os primeiros 10 a 15 ciclos. Para o presente estudo, como os primeiros ciclos são importantes para a análise, eles não foram descartados.

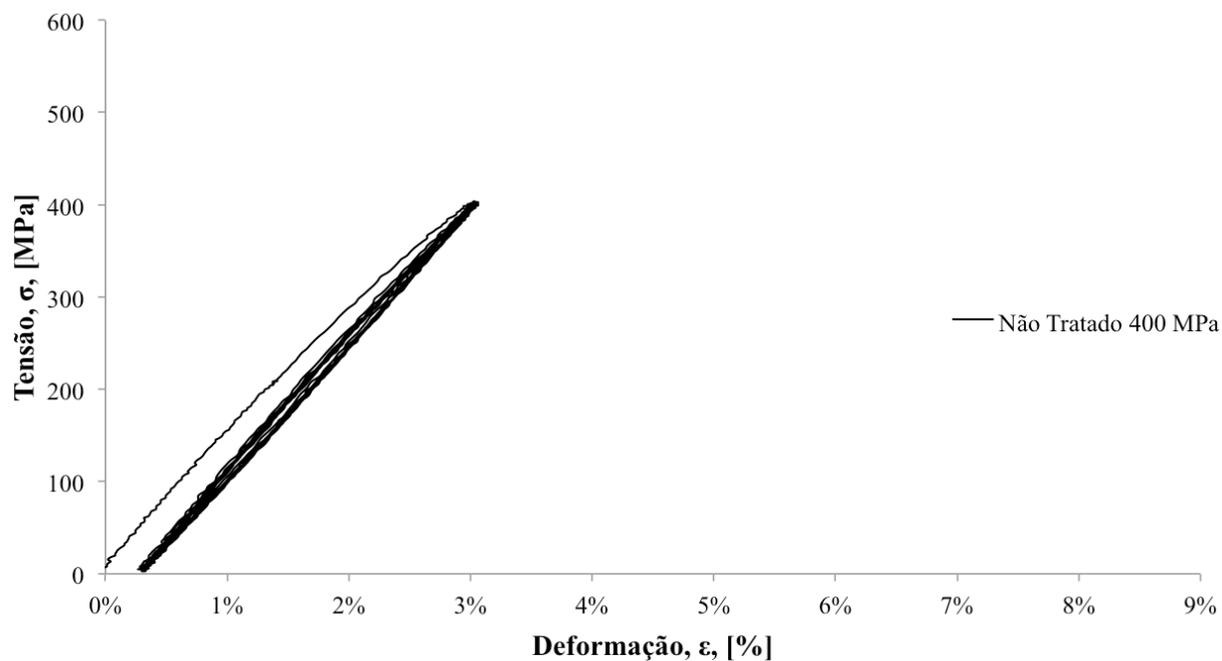


Figura 4.1 – Curva tensão – deformação não tratado até o 10º ciclo ($\sigma_{m\acute{a}x} = 400$ MPa)

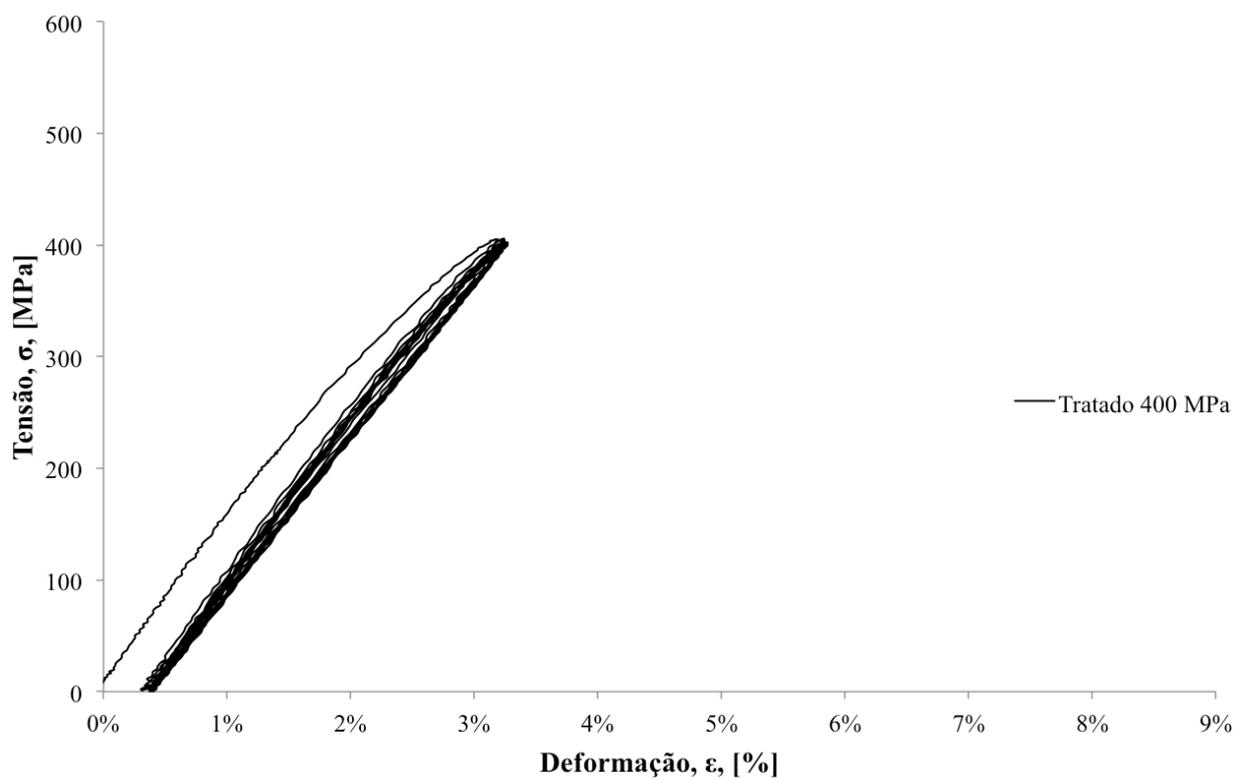


Figura 4.2 – Curva tensão – deformação tratado até o 10º ciclo ($\sigma_{m\acute{a}x} = 400$ MPa)

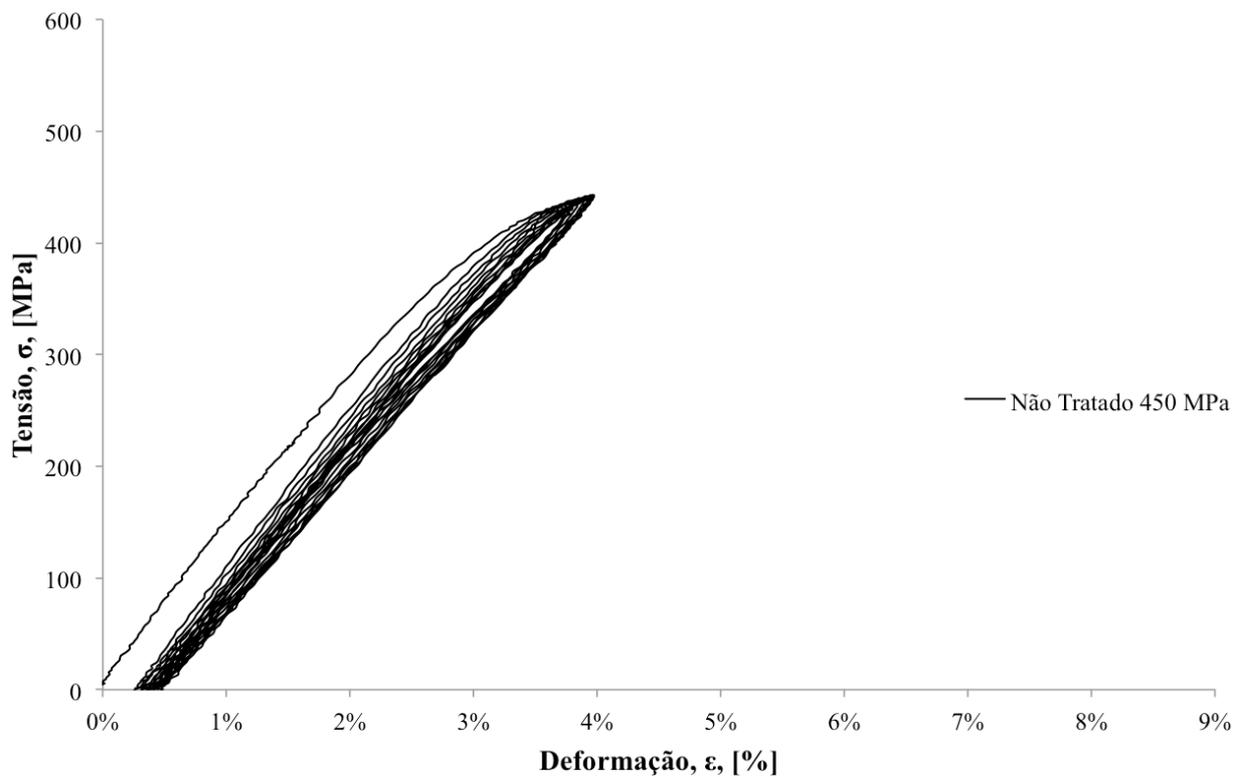


Figura 4.3 – Curva tensão – deformação não tratado até o 10º ciclo ($\sigma_{m\acute{a}x} = 450$ MPa)

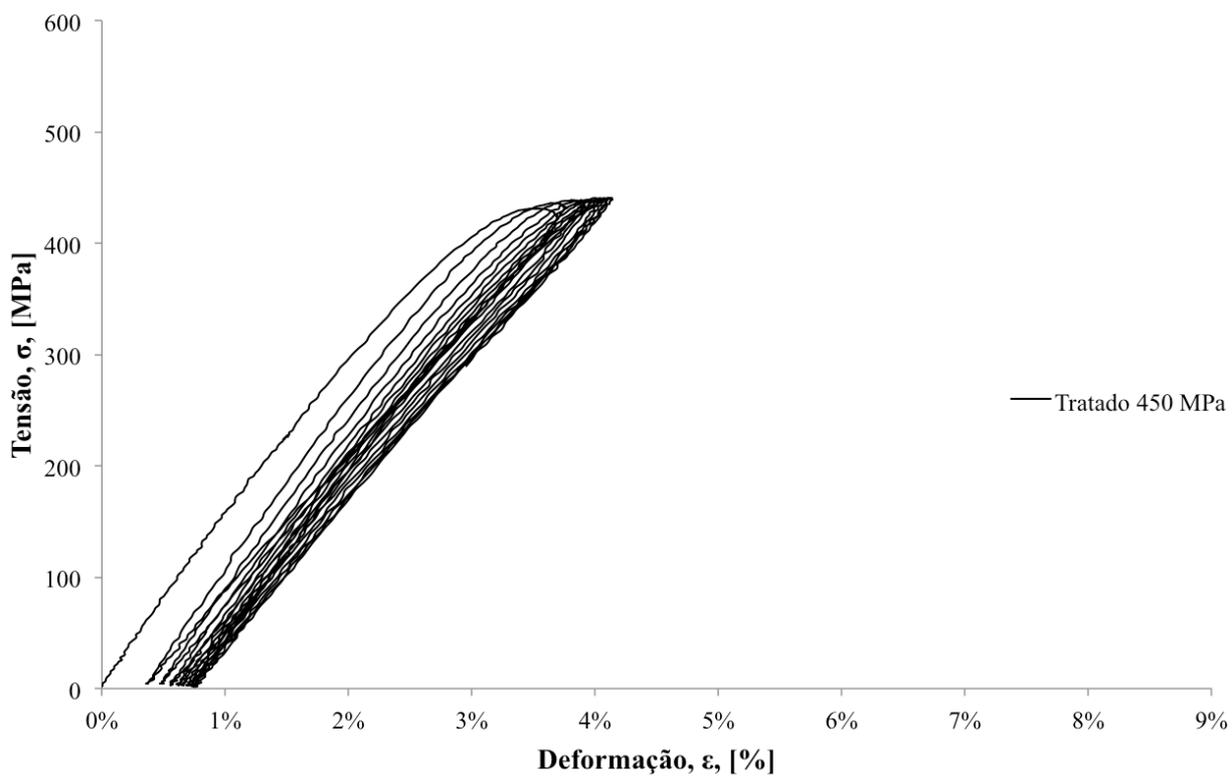


Figura 4.4 – Curva tensão – deformação tratado até o 10º ciclo ($\sigma_{m\acute{a}x} = 450$ MPa)

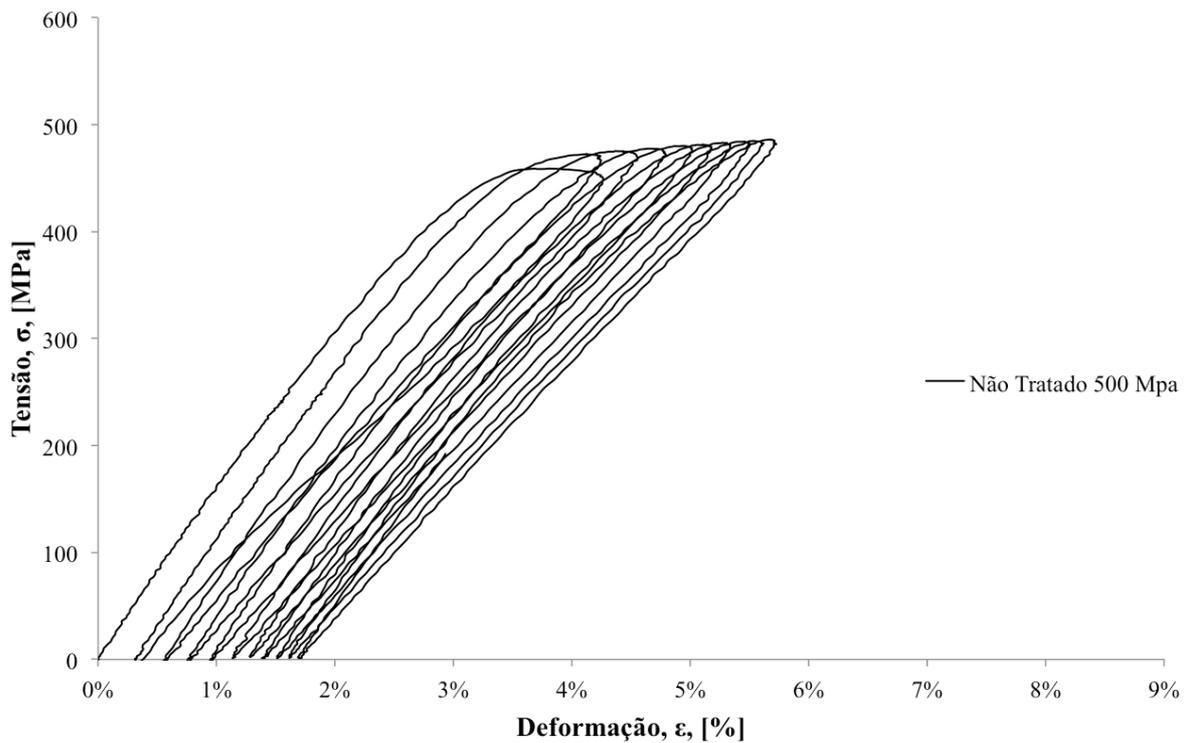


Figura 4.5 – Curva tensão – deformação não tratado até o 10^o ciclo ($\sigma_{m\acute{a}x} = 500$ MPa)

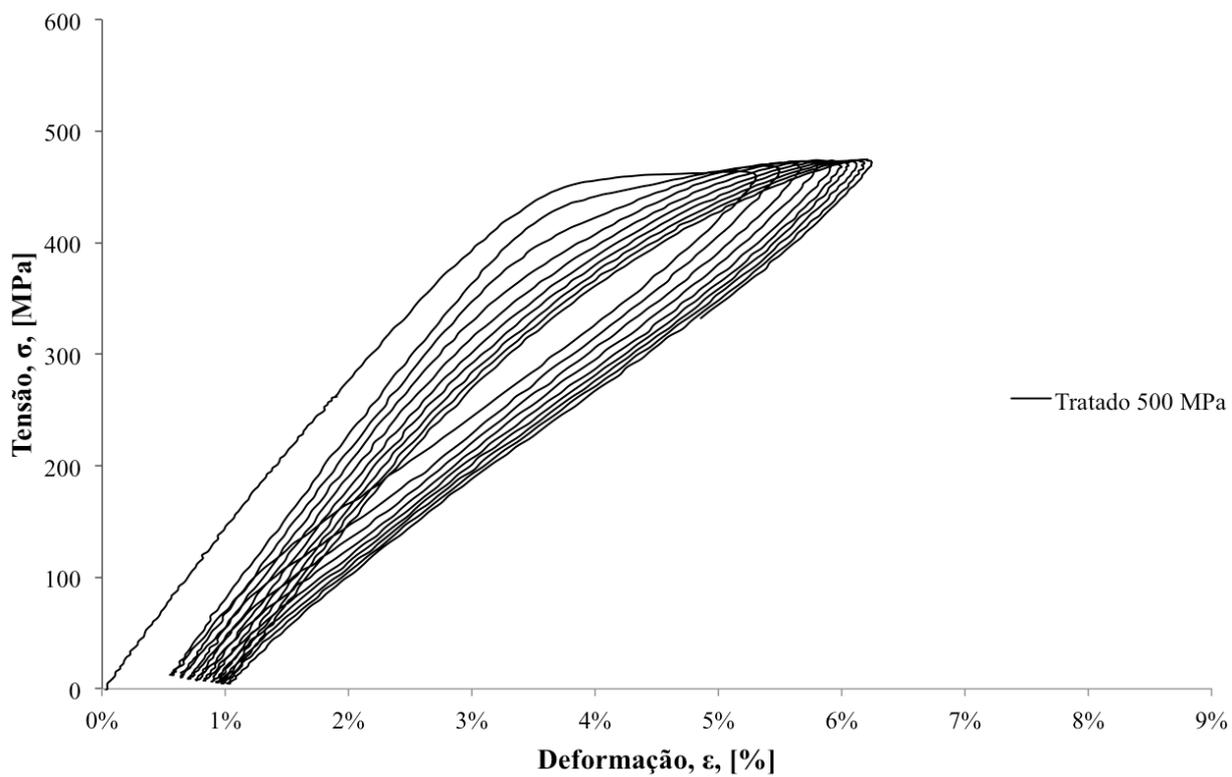


Figura 4.6 – Curva tensão – deformação tratado até o 10^o ciclo ($\sigma_{m\acute{a}x} = 500$ MPa)

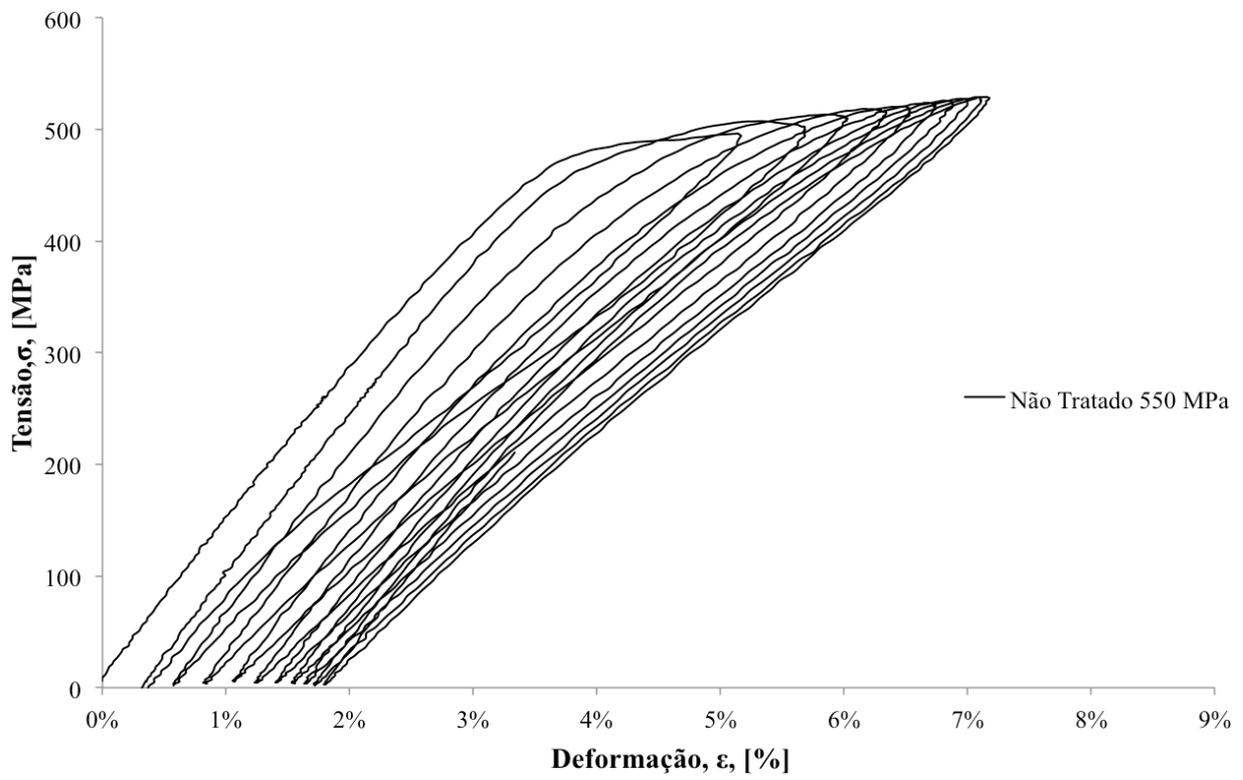


Figura 4.7 – Curva tensão – deformação não tratado até o 10º ciclo ($\sigma_{m\acute{a}x} = 550$ MPa)

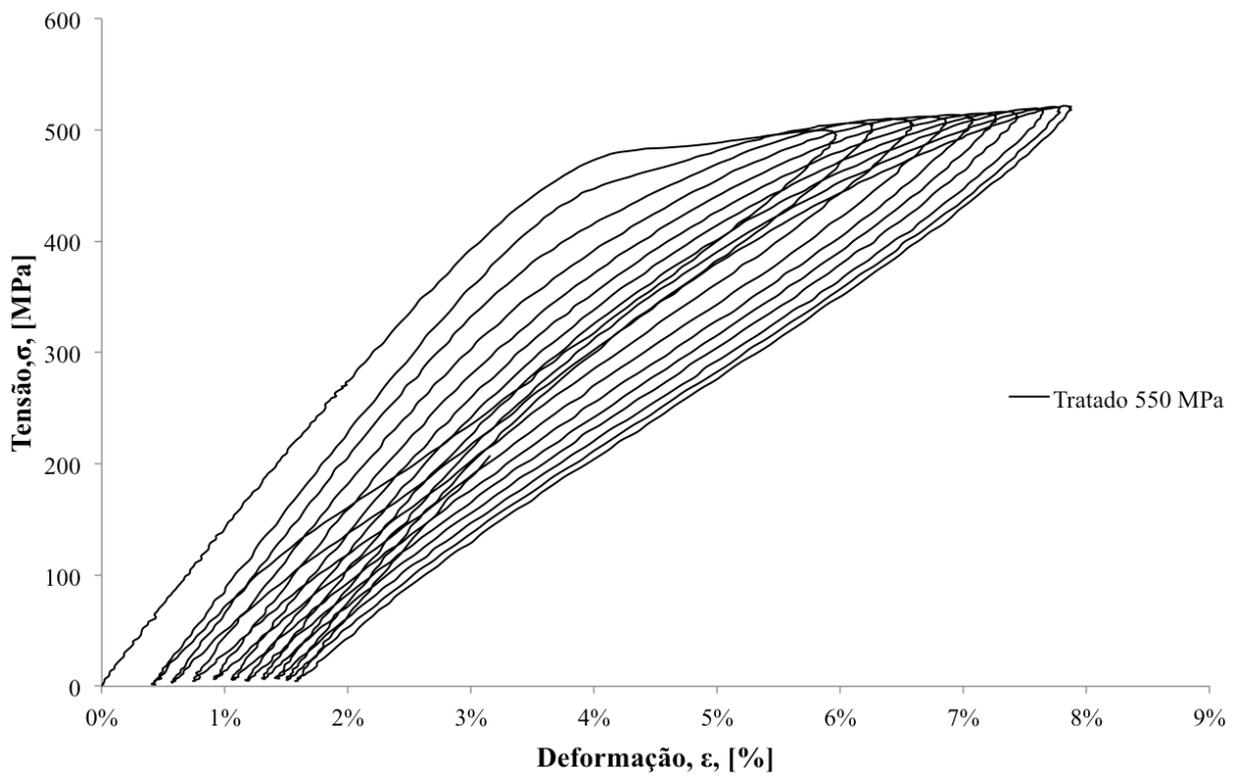


Figura 4.8 – Curva tensão – deformação tratado até o 10º ciclo ($\sigma_{m\acute{a}x} = 550$ MPa)

É possível observar que a cada ciclo há um incremento da deformação residual, em ambos materiais tratado e não tratado, e este incremento aumenta conforme aumenta-se o valor do pico de tensão. No entanto, esse incremento diminui ao longo da ciclagem, até estabilizar entre 100 e 150 ciclos. As amostras tratadas criogenicamente apresentaram uma deformação residual maior que as não tratadas, exceto para o valor de tensão máxima de 500 MPa. Além disso, o material tratado criogenicamente apresentou uma maior área de histerese, correspondente a energia dissipada.

4.1.2 Deformação

Foram analisadas a deformação residual, a deformação máxima e a deformação recuperável ao decorrer da ciclagem obtidas nos materiais não tratados e tratados.

4.1.2.1 Deformação Residual

A deformação residual ε_{res} é avaliada após o descarregamento. Esse acúmulo de deformação irreversível é conhecida como *ratcheting* e está associada com a martensita retida (Rao et al., 2015; Ammar et al. 2017). As Figuras 4.9 a 4.12 mostram a evolução dessa deformação ao longo dos ciclos.

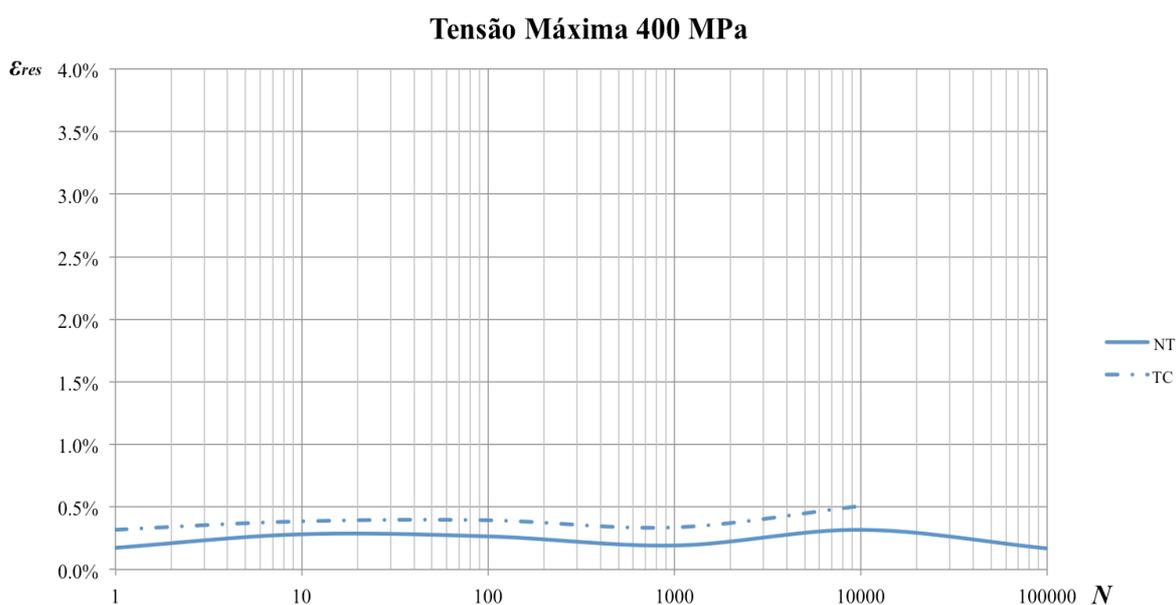


Figura 4.9 – Comparação da evolução da ε_{res} para tensão máxima de 400 MPa.

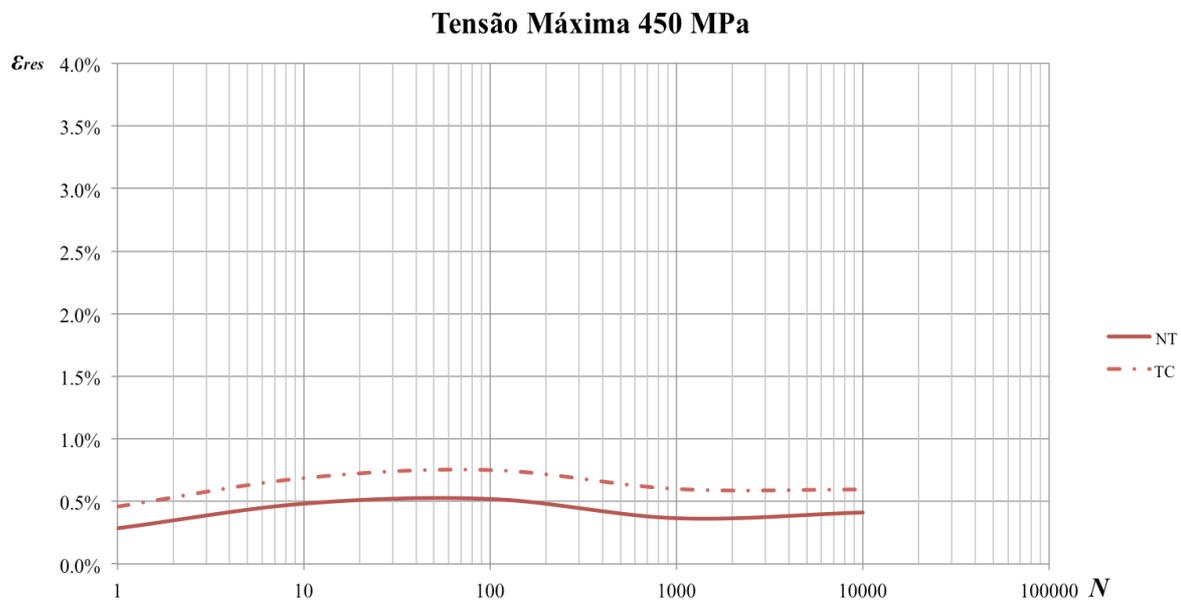


Figura 4.10 – Comparação da evolução da ϵ_{res} para tensão máxima de 450 MPa.

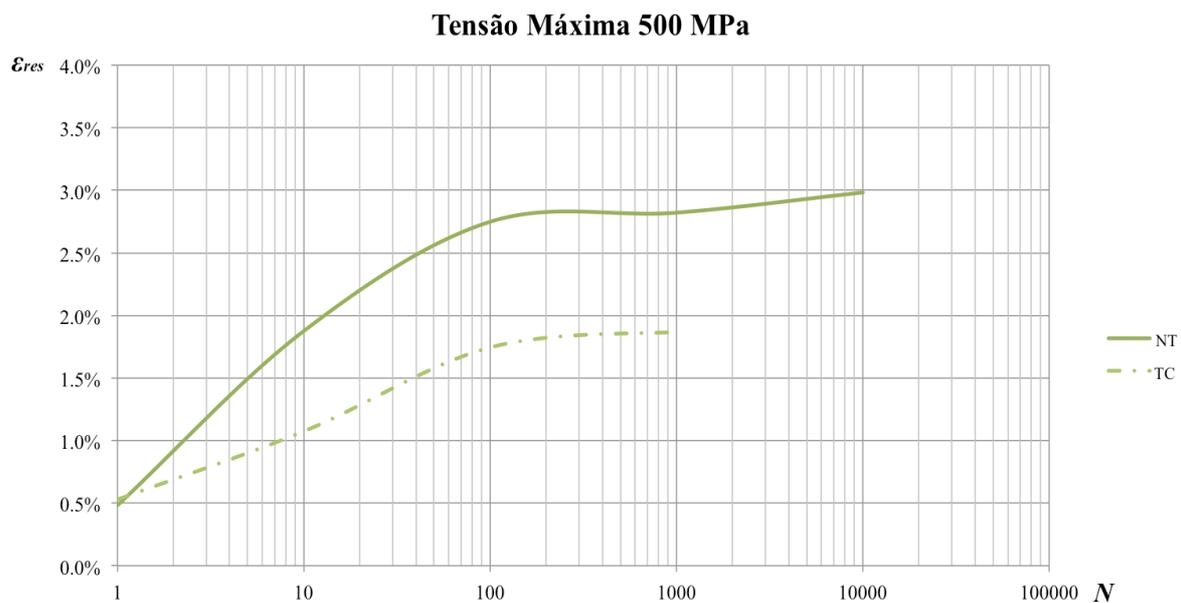


Figura 4.11 – Comparação da evolução da ϵ_{res} para tensão máxima de 500 MPa.

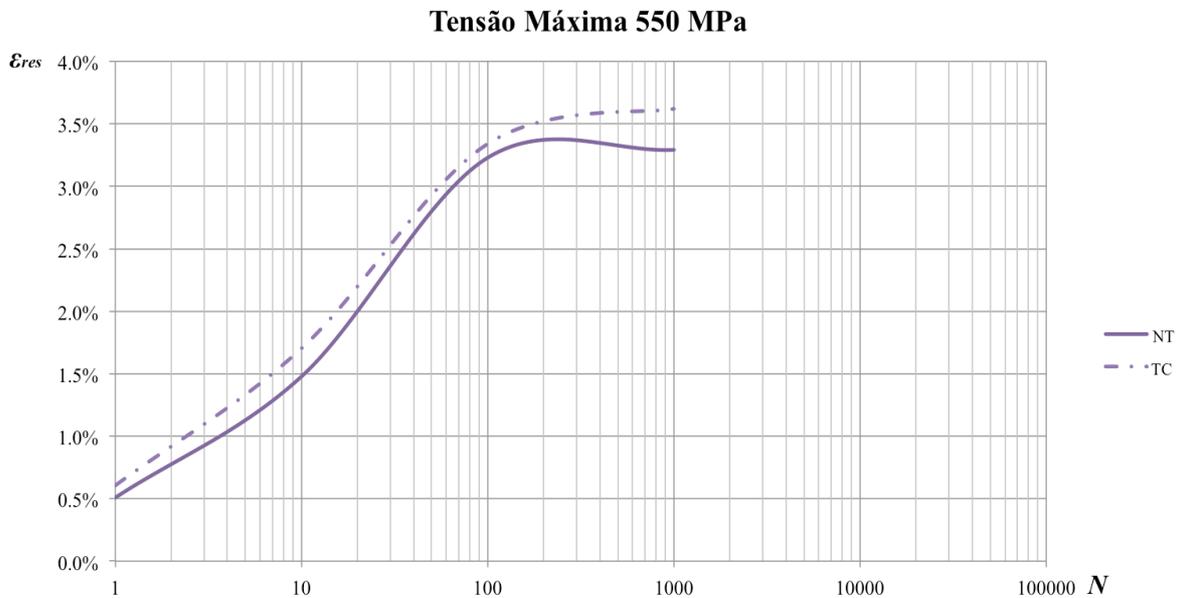


Figura 4.12 – Comparação da evolução da ϵ_{res} para tensão máxima de 550 MPa.

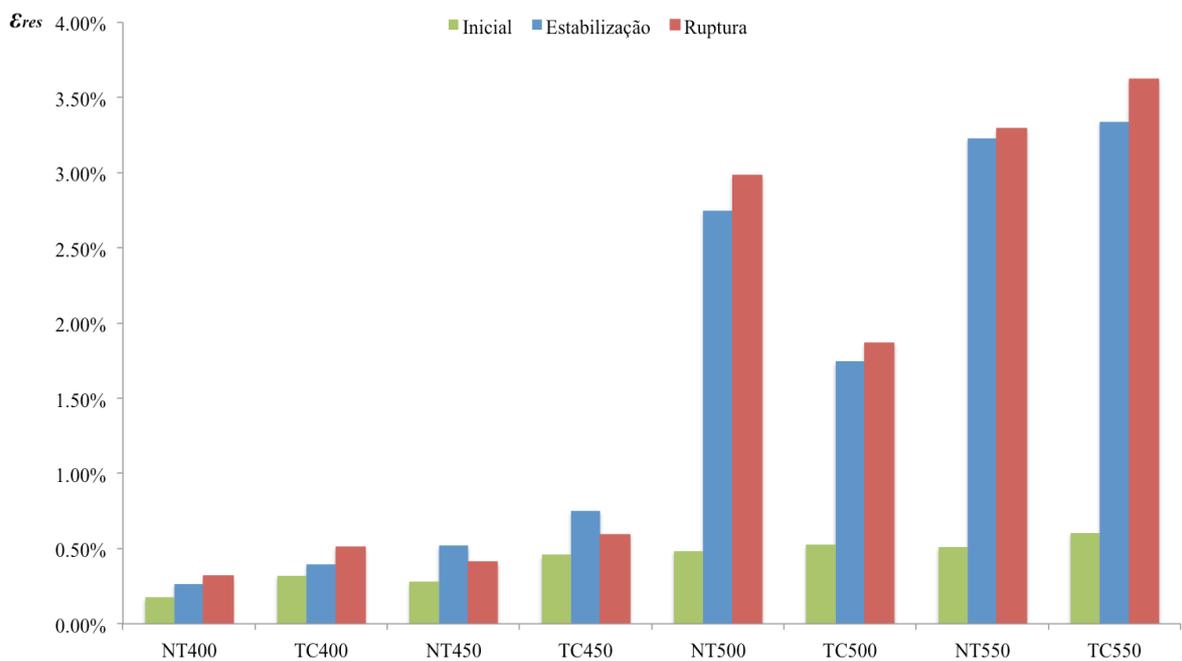


Figura 4.13 – ϵ_{res} acumulada no início, na estabilização e na ruptura.

É possível observar nas Fig. 4.9 a 4.12 que o tratamento criogênico aumenta a quantidade de deformação residual, exceto para a tensão máxima de 500 MPa. Também nota-se que quanto menor a tensão máxima aplicada, maior será o aumento percentual na deformação residual. Esse fato pode ser associado ao aumento da martensita retida, pois quanto maior a tensão aplicada, maior a quantidade de transformação de fase da austenita para

a martensita. O tratamento criogênico levou a um aumento da ϵ_{res} na ruptura na média de 0,2 , 0,2 e 0,3 pontos percentuais para tensões máximas de 400 MPa, 450 MPa e 550 MPa, respectivamente, em relação às médias de deformação residual apresentada pelo material sem tratamento. Esses aumentos correspondem respectivamente a 60,2 %, 44,7 % e 10,0 %, em relação ao material não tratado. Para a tensão máxima de 500 MPa, houve uma diminuição em média de 1,1 pontos percentuais, o que corresponde a uma deformação residual 37,3% menor do material tratado em relação ao não tratado na ruptura.

A Figura 4.13 mostra a comparação em relação a evolução da ϵ_{res} ao longo da ciclagem. O material não tratado teve um aumento da ϵ_{res} na ruptura em 180,0 % , 145,8 % , 617,0 % e 646,3 % , em relação a ϵ_{res} inicial, respectivamente para as tensões de 400 MPa, 450 MPa, 500 MPa e 550 MPa. Para os materiais tratados esse aumento foi de 158,2 % 129,7 % , 353,5 % e 598,9 % , respectivamente. Ou seja, a deformação irreversível média dos ciclos finais em relação aos iniciais aumentou mais, percentualmente, no material não tratado do que no tratado.

4.1.2.2 Deformação Máxima

Em ensaios de fadiga por controle de força, a deformação máxima do material varia ao longo da ciclagem. Nas Figuras 4.14 e 4.17 é apresentada a evolução da $\epsilon_{máx}$ ao longo dos ciclos.

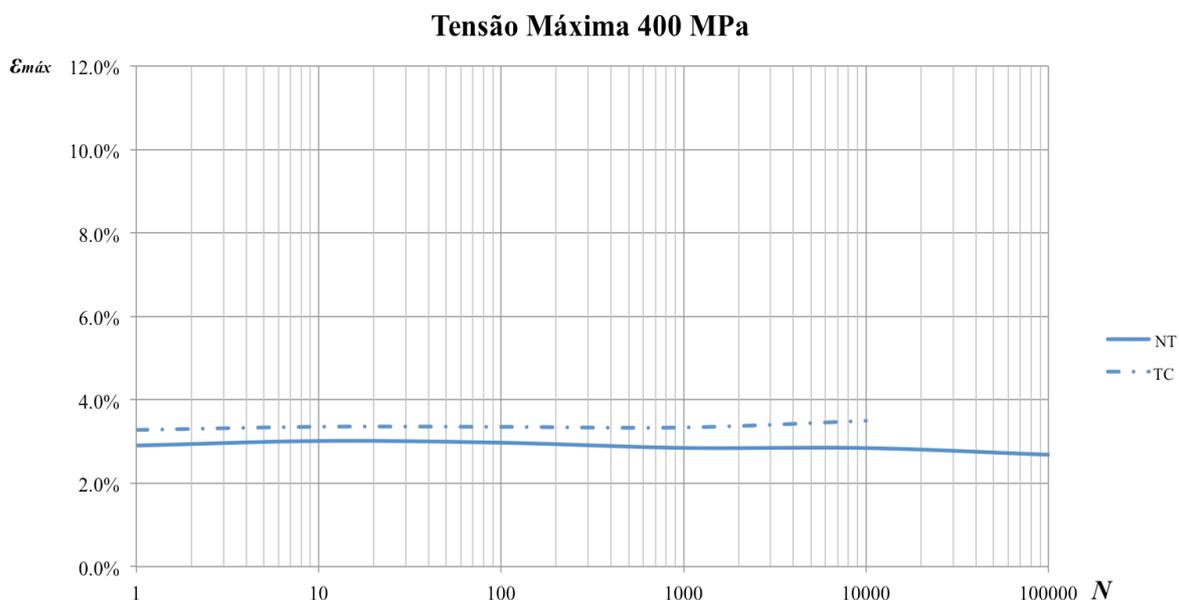


Figura 4.14 – Comparação da evolução da $\epsilon_{máx}$ para tensão máxima de 400 MPa.

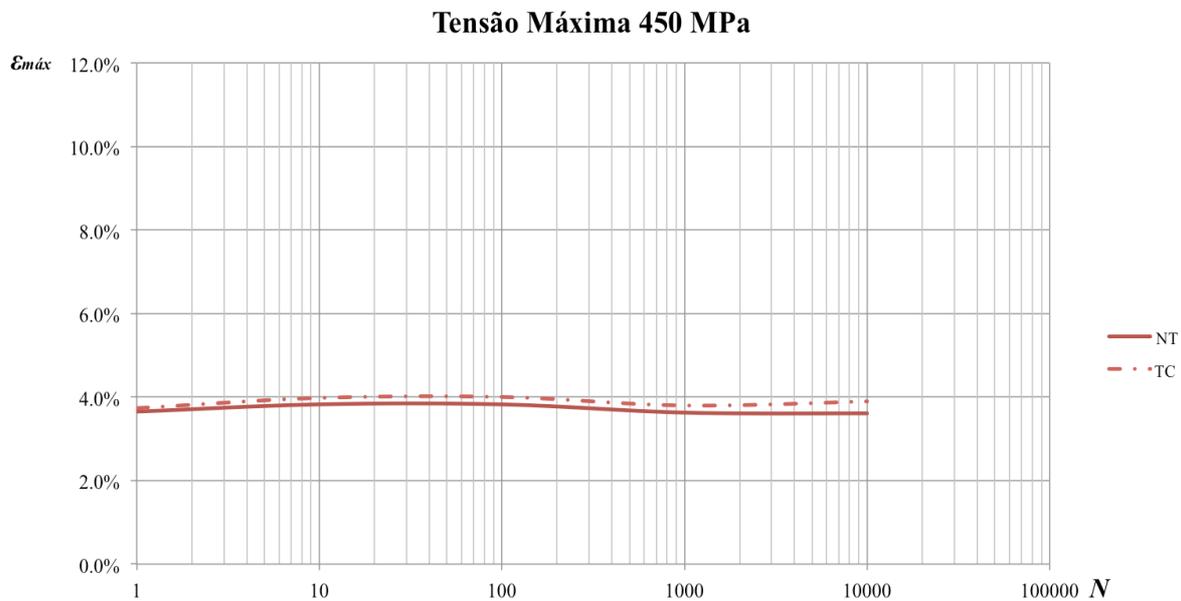


Figura 4.15 – Comparação da evolução da $\epsilon_{máx}$ para tensão máxima de 400 MPa.

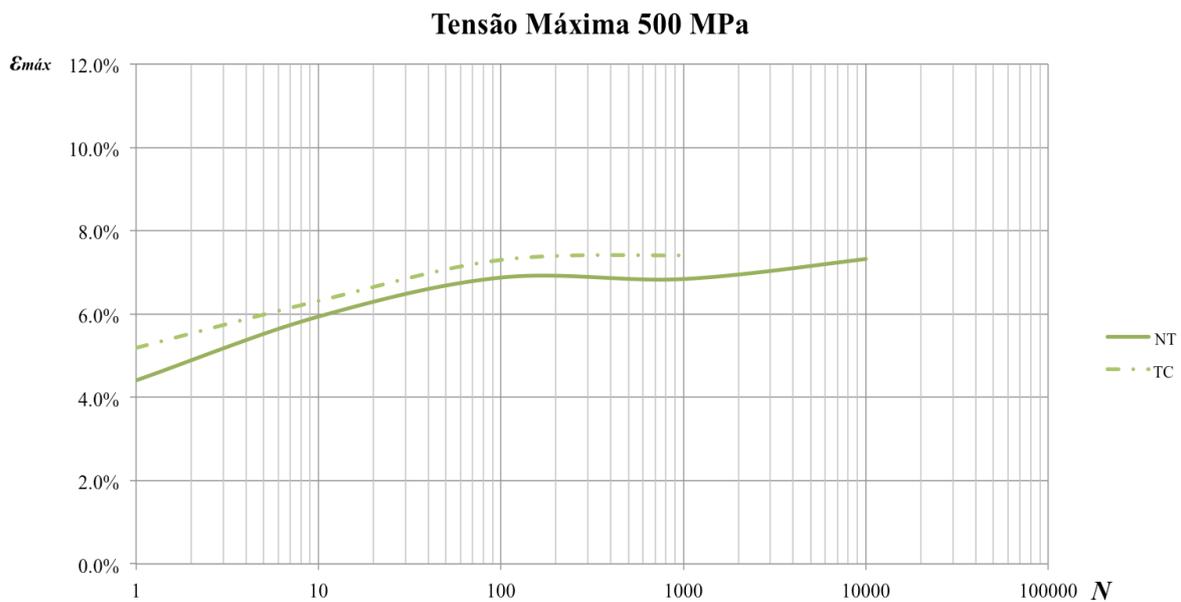


Figura 4.16 – Comparação da evolução da $\epsilon_{máx}$ para tensão máxima de 500 MPa.

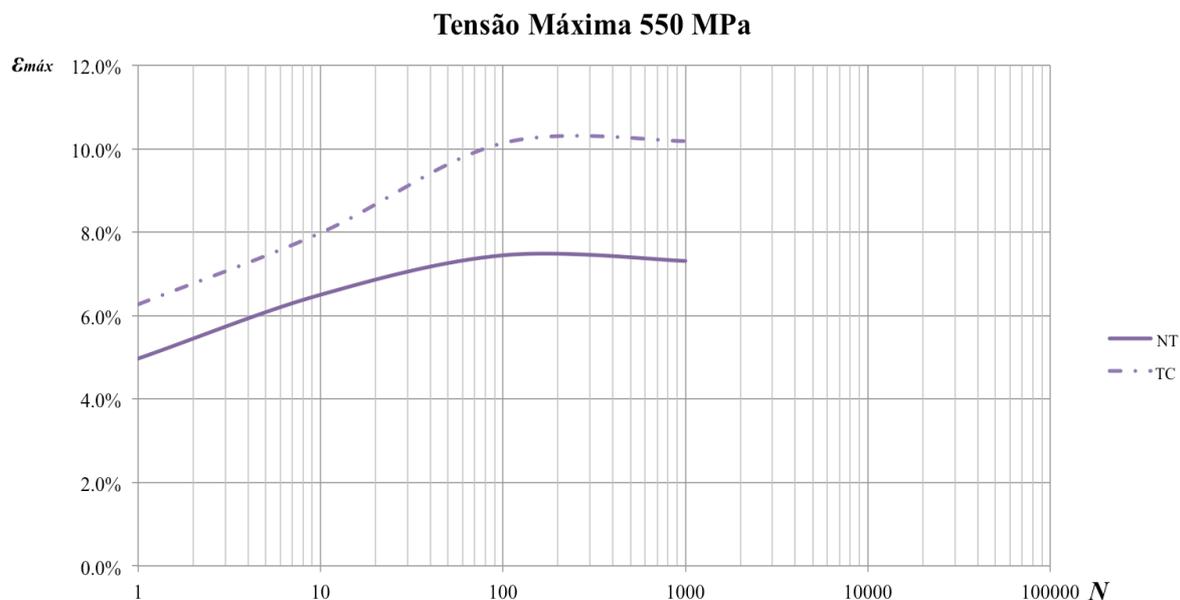


Figura 4.17 – Comparação da evolução da $\epsilon_{máx}$ para tensão máxima de 550 MPa.

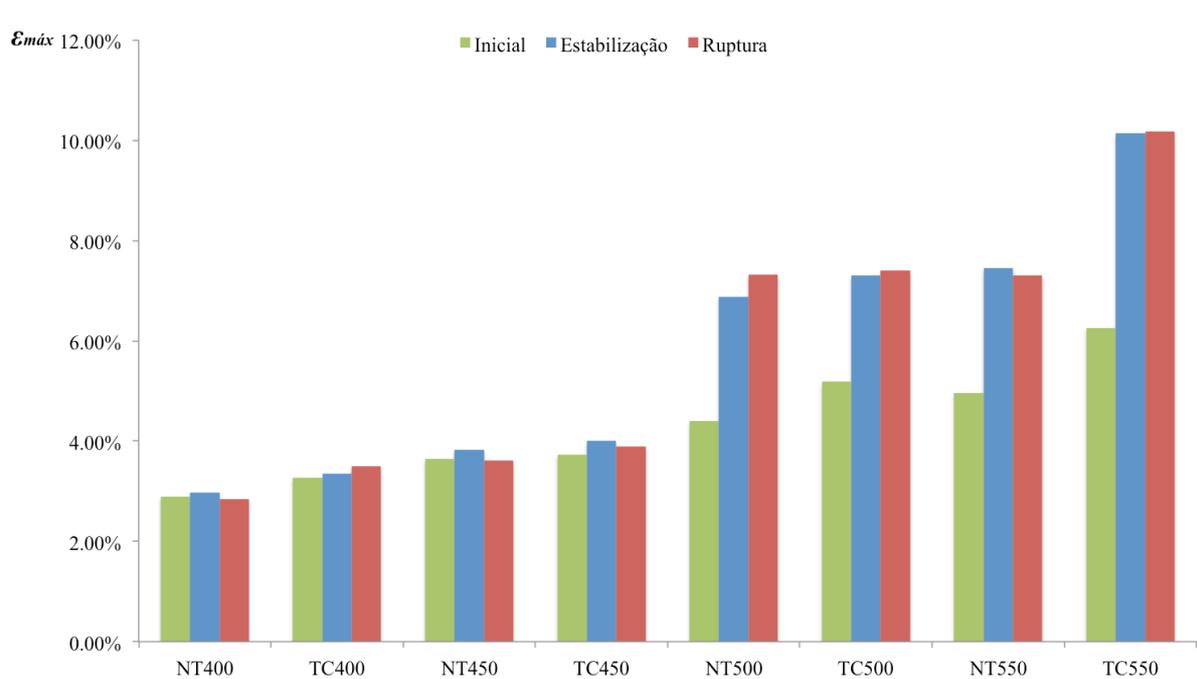


Figura 4.18 – $\epsilon_{máx}$ no início, na estabilização e na ruptura.

Nas Figuras 4.14 a 4.18 nota-se que a deformação máxima obtida no material tratado é maior que a obtida no material não tratado. O tratamento criogênico aumentou a $\epsilon_{máx}$ estabilizada em 0,4 , 0,2 , 0,4 e 2,7 pontos percentuais para tensões máximas de 400 MPa, 450

MPa, 500 MPa e 550 MPa, respectivamente, em relação ao material sem tratamento. Esses valores correspondem respectivamente a um aumento de 12,8 %, 4,6 %, 6,2% e 36,1 % em relação a média da $\varepsilon_{m\acute{a}x}$ estabilizada do material não tratado. Nos nívéis de tensão máxíma de 500 MPa e 550 MPa, tanto para o material não tratado quanto para o material tratado, o valor da deformação máxíma aumenta em relação as tensões anteriores de 400 MPa e 450 MPa. Nesses valores superiores há um aumento da quantidade de transformação de fase martensítica induzida por tensão, portanto quanto maior o for a tensão máxíma aplicada no corpo de prova, maior será a deformação máxíma atingida.

Observa-se também pelas Fig. 4.14 a 4.18 que a evolução da deformação máxíma ao decorrer da ciclagem ocorre de maneira similar entre os materiais tratados e os não tratados.

4.1.2.3 Deformação Recuperável

A deformação recuperável é calculada através deformação máxíma menos a deformação residual, para cada ciclo. As Figuras 4.19 a 4.22 mostram a evolução da ε_{rec} ao longo dos ciclos.

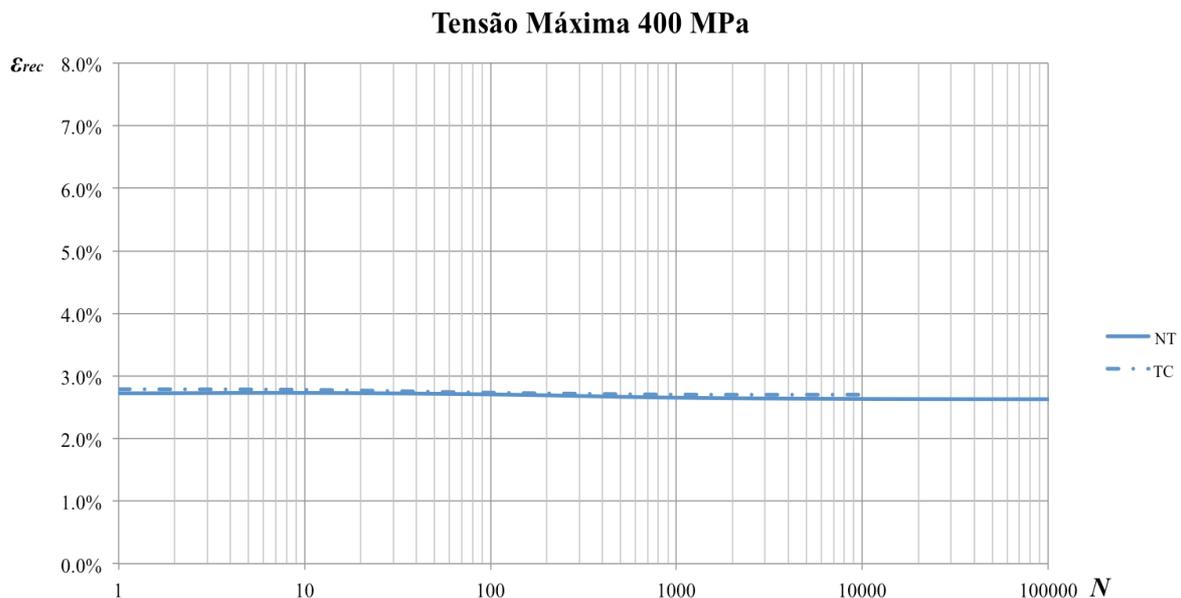


Figura 4.19 – Comparação da evolução da ε_{rec} para tensão máxíma de 400 MPa.

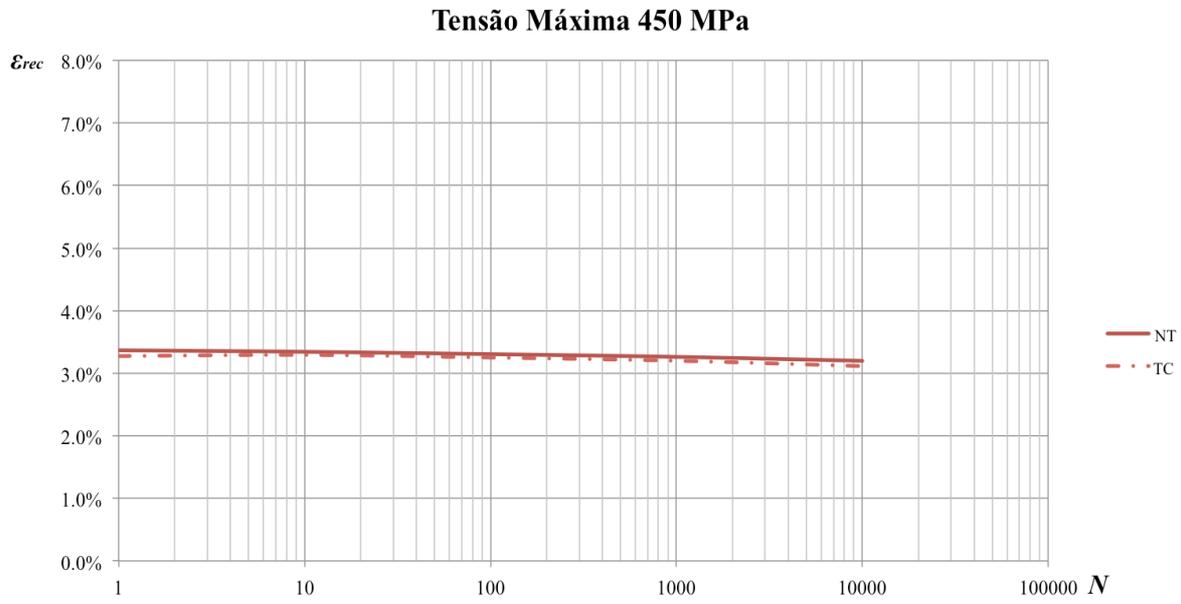


Figura 4.20 – Comparação da evolução da ϵ_{rec} para tensão máxima de 450 MPa.

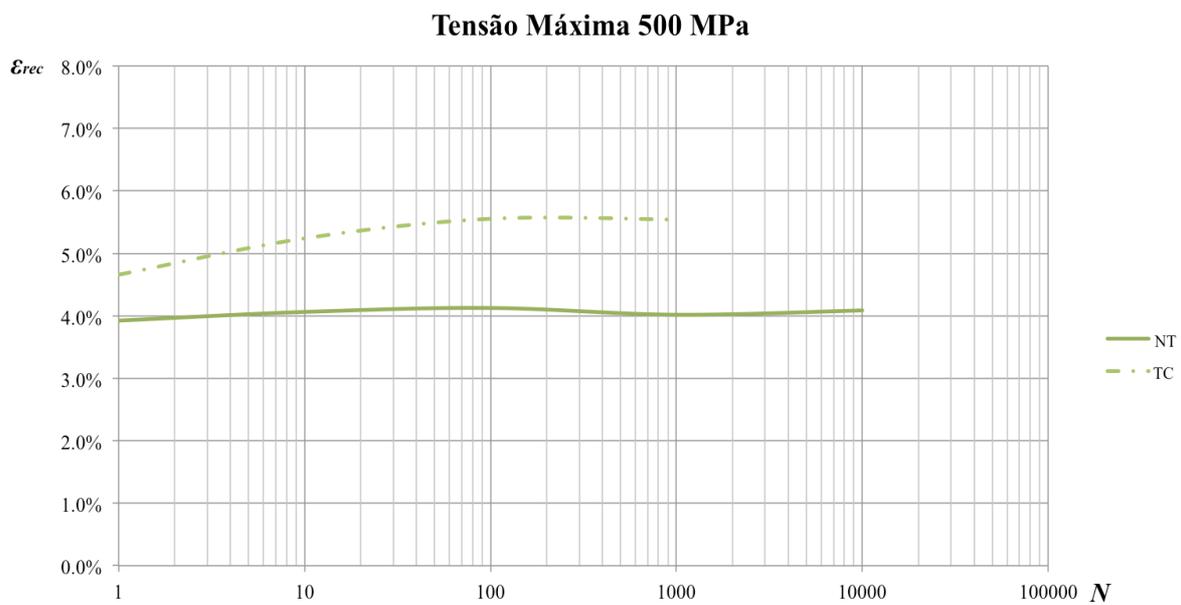


Figura 4.21 – Comparação da evolução da ϵ_{rec} para tensão máxima de 500 MPa.

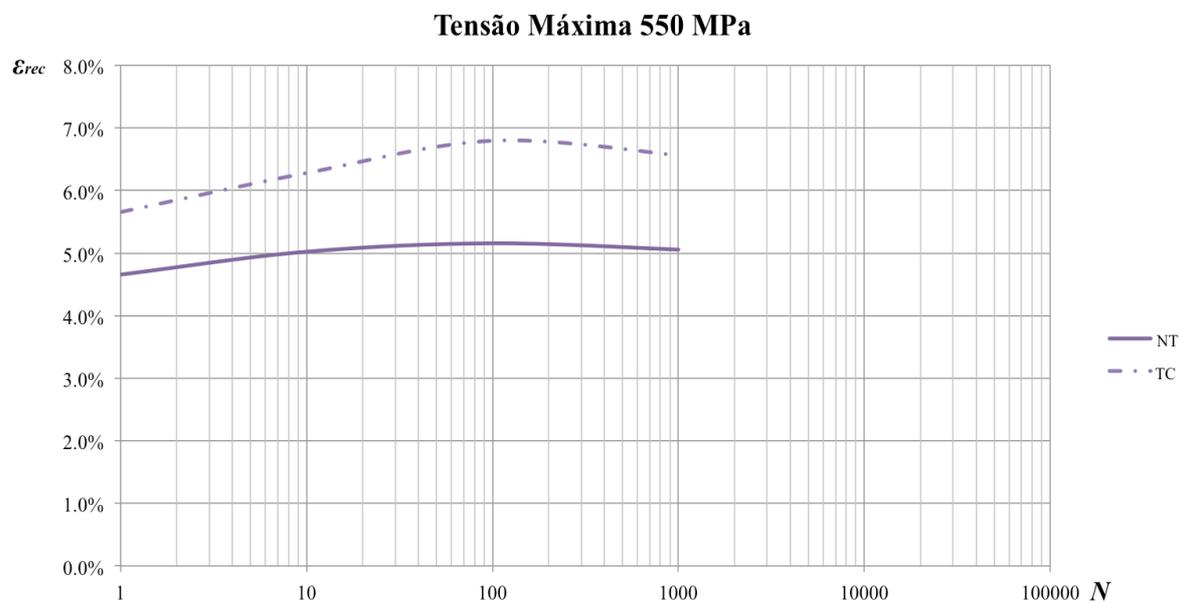


Figura 4.22 – Comparação da evolução da ϵ_{rec} para tensão máxima de 550 MPa.

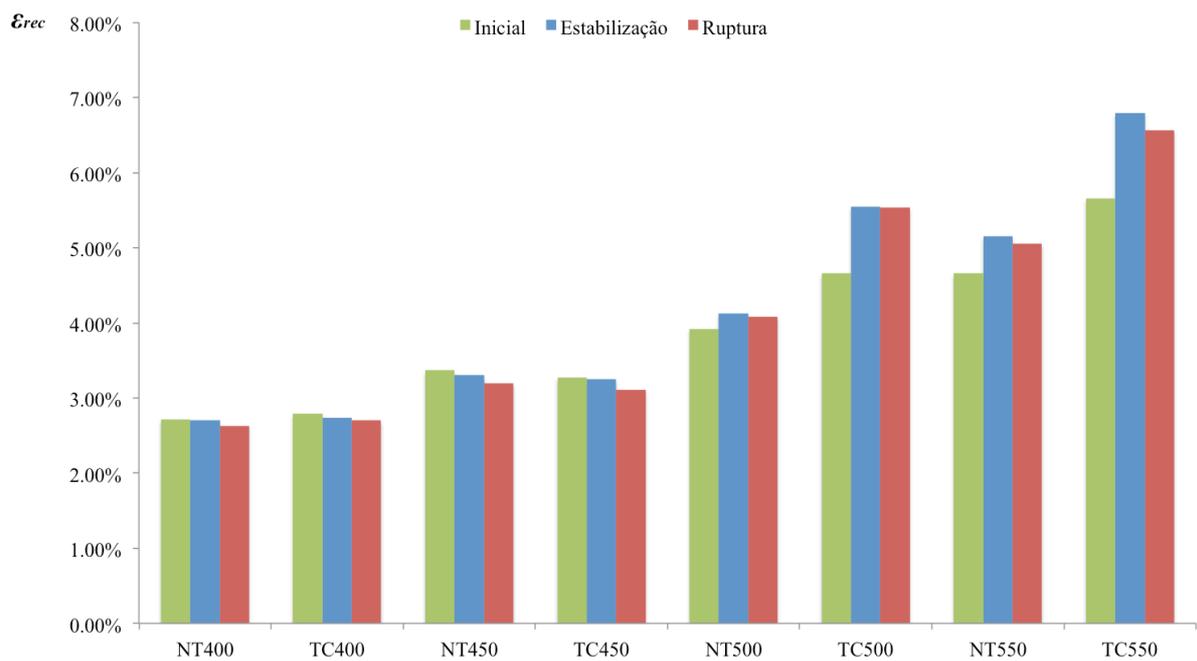


Figura 4.23 – ϵ_{rec} no início, na estabilização e na ruptura.

Nas Figuras 4.19 a 4.23 é apresentada a comparação da ϵ_{rec} entre o material tratado e o não tratado. O tratamento criogênico levou a um aumento da ϵ_{rec} estabilizada em média de

1,4 e 1,6 pontos percentuais ao aplicar uma tensão máxima de 500 MPa e 550 MPa, respectivamente. Esse aumento corresponde, respectivamente, a 34,6 % e 31,8 % em relação ao material não tratado. Para as tensões máximas de 400 MPa e 450 MPa, as variações ficaram em torno de 1%, ficando dentro da margem de erro. Também observou-se que a deformação recuperável aumentou conforme o aumento da tensão máxima aplicada no corpo de prova, em ambos os materiais.

Também nota-se que a evolução da ε_{rec} ao decorrer da ciclagem ocorre de maneira similar entre os materiais tratados e os não tratados.

4.1.3 Densidade de Energia

A histerese corresponde a área delimitada pela curva tensão – deformação e está relacionada com a densidade de energia dissipada pelo material por ciclo. Durante a ciclagem ocorre uma quantidade de energia dissipada, atribuída ao aumento da deformação plástica e da densidade de discordâncias (Maletta et al., 2014). As Figuras 4.24 e 4.27 mostram a evolução da E_{diss} ao longo dos ciclos.

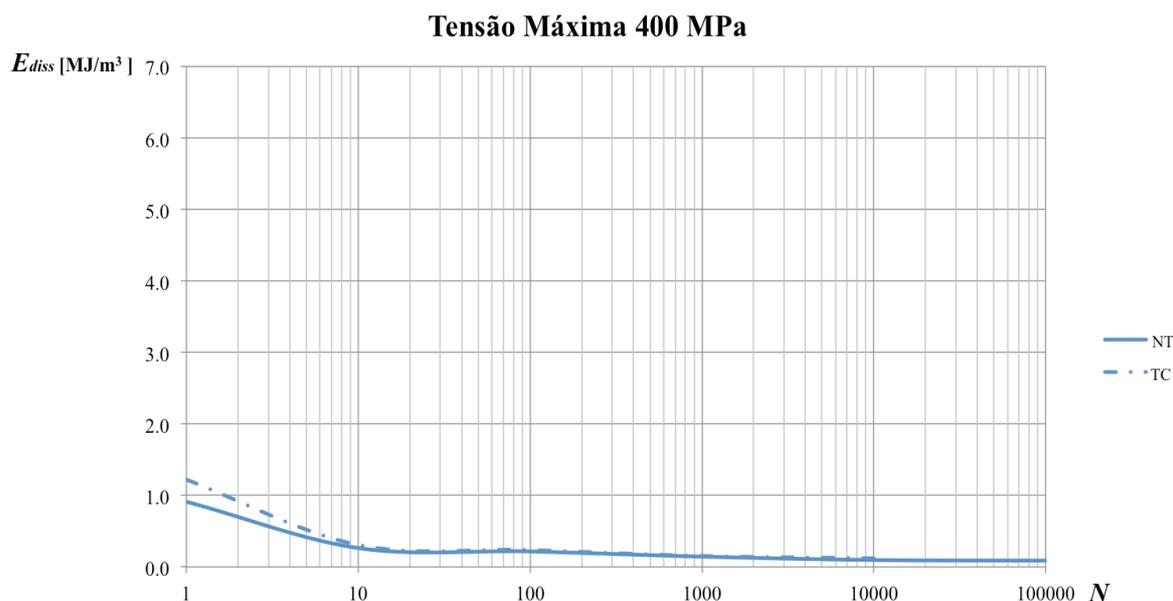


Figura 4.24 – Comparação da evolução da E_{diss} para tensão máxima de 400 MPa.

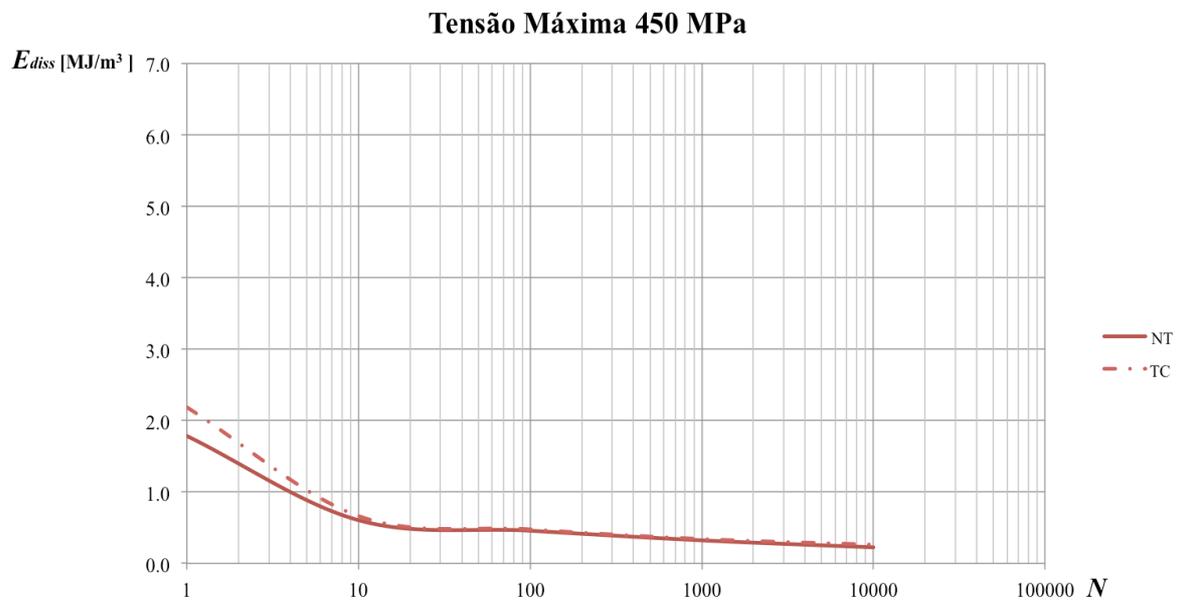


Figura 4.25 – Comparação da evolução da E_{diss} para tensão máxima de 450 MPa.

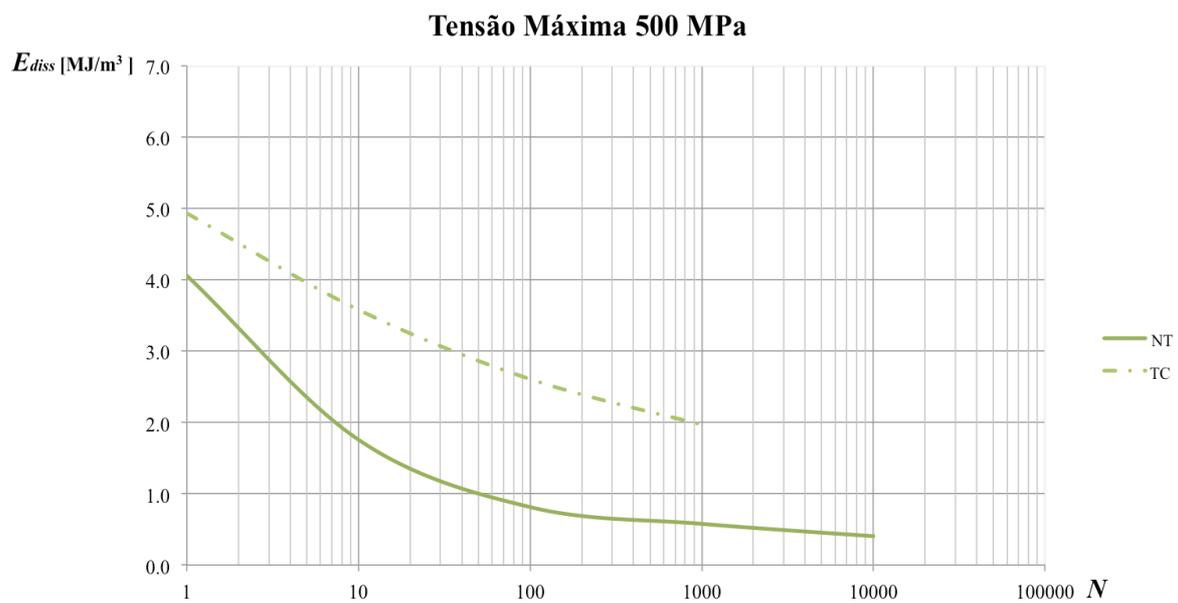


Figura 4.26 – Comparação da evolução da E_{diss} para tensão máxima de 500 MPa.

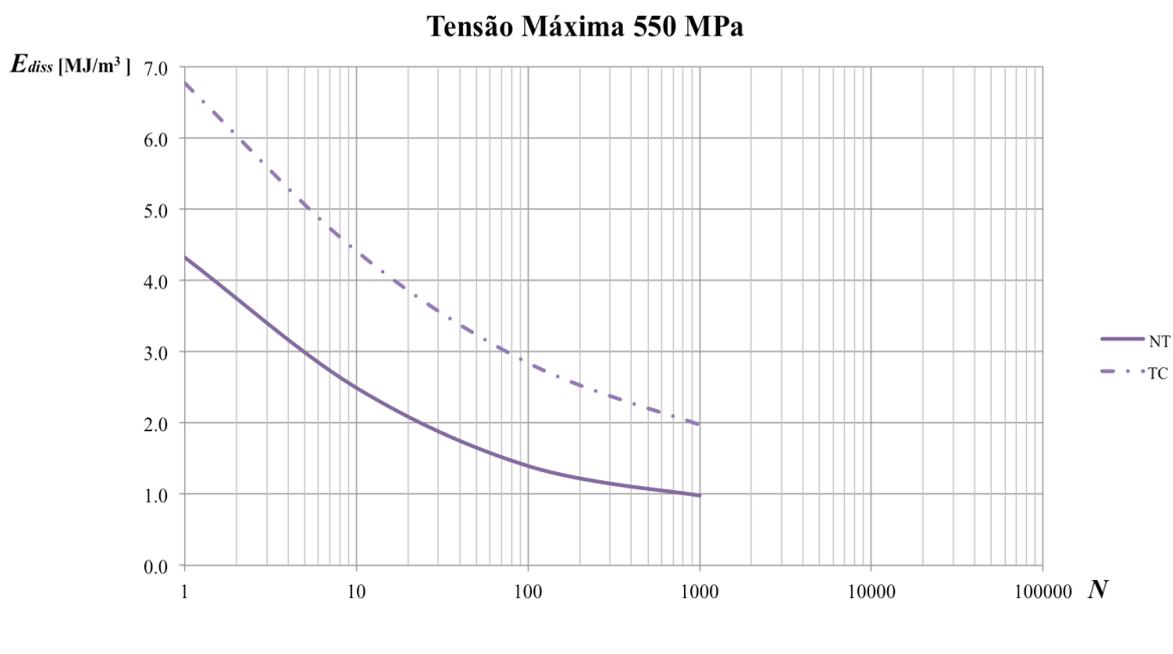


Figura 4.27 – Comparação da evolução da E_{diss} para tensão máxima de 550 MPa.

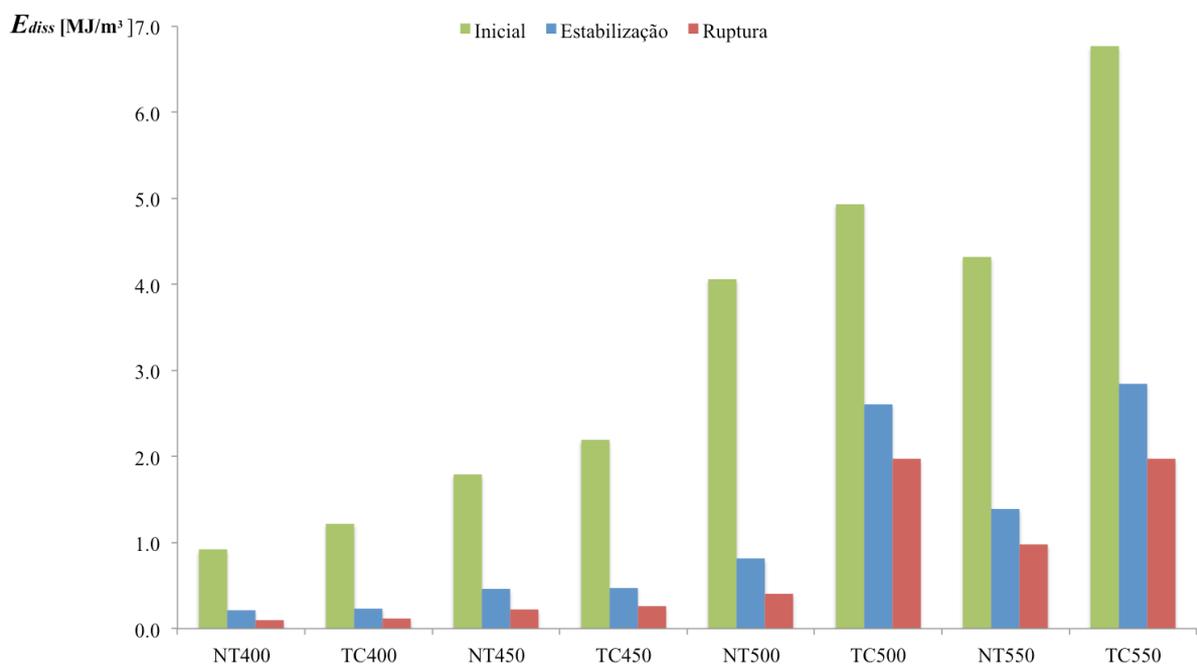


Figura 4.28 – E_{diss} no início, na estabilização e na ruptura.

Observa-se nas Fig. 4.24 a 4.28 que o tratamento criogênico aumenta a quantidade de energia dissipada em todos os níveis de tensão máxima. O maior aumento em relação ao material não tratado ocorreu ao ciclar o material tratado com tensão máxima de 500 MPa. O aumento da E_{diss} pelas amostras tratadas durante a estabilização foi de 9,2 %, 4,1 %, 220,6 %

e 103,7 % para as tensões máximas de 400 MPa, 450 MPa, 500 MPa e 550 MPa, respectivamente.

Também nota-se que ao decorrer da ciclagem ocorre uma degradação da capacidade do material de dissipar energia, e o tratamento criogênico contribui para amenizar essa degradação. No nível de tensão máxima de 500 MPa, o tratamento criogênico amenizou a degradação em 33,3 %. Na ruptura, o material não tratado dissipava uma quantidade de energia equivalente a 10,0 % da quantidade durante o início da ciclagem, enquanto que o material tratado dissipava uma quantidade de energia equivalente a 39,9 % da inicial. Segundo Maletta et al. (2014), a energia dissipada após a estabilização correspondem a cerca de 30 % a 40 % do ciclo inicial, podendo haver reduções maiores ao ultrapassar uma deformação máxima de 1,30%. Os resultados obtidos estão de acordo com esses dados.

4.1.4 Módulo Elástico

O módulo elástico sofre uma degradação ao longo da ciclagem, devido a formação de uma microestrutura heterogênea, e o valor do módulo elástico diminui até estabilizar em um valor entre o módulo elástico da austenita e o módulo elástico da martensita. Isso ocorre devido a formação de martensita estabilizada, demacção, reorientação de grão (Maletta et al., 2014). As Figuras 4.29 a 4.32 apresentam a comparação da evolução do E ao longo dos ciclos.

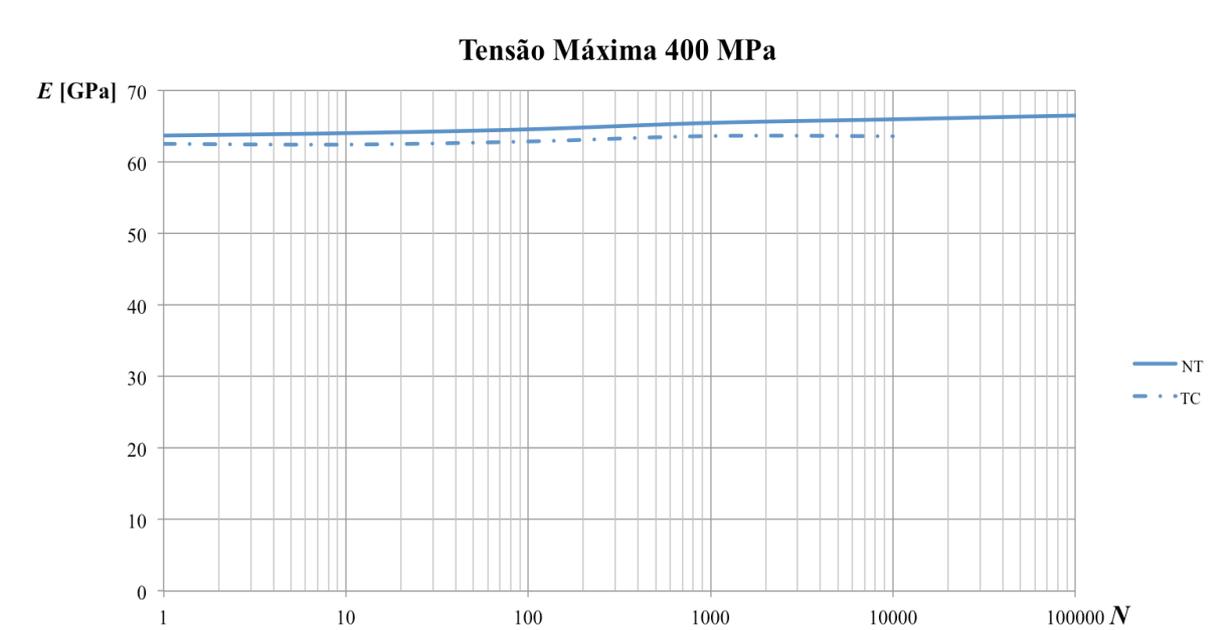


Figura 4.29 – Comparação da evolução do E para tensão máxima de 400MPa.

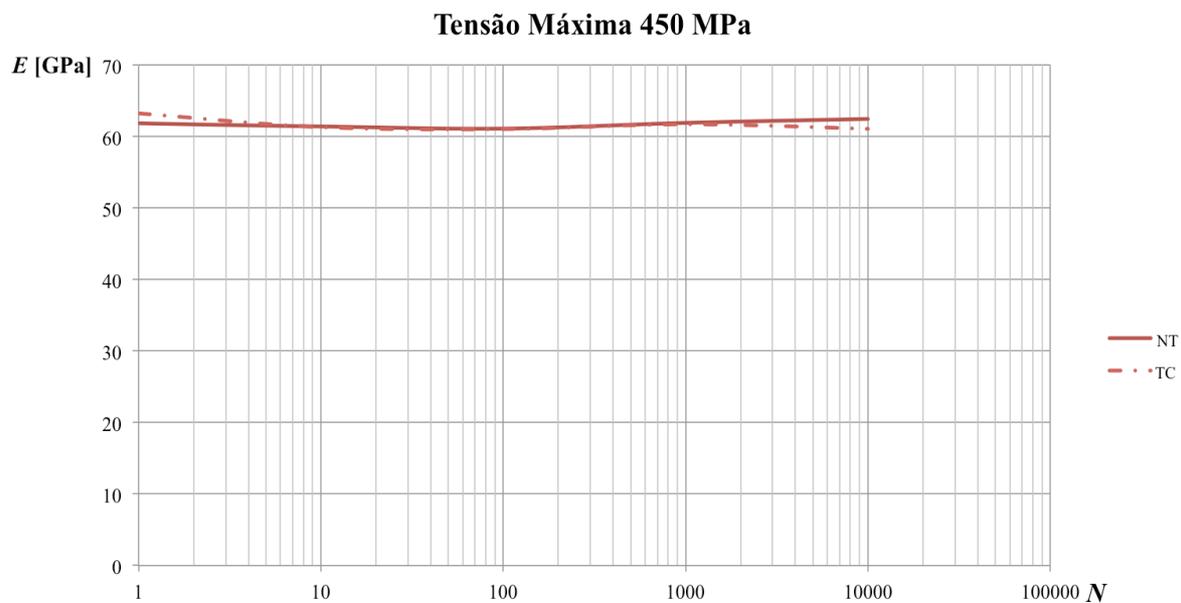


Figura 4.30 – Comparação da evolução do E para tensão máxima de 450MPa.

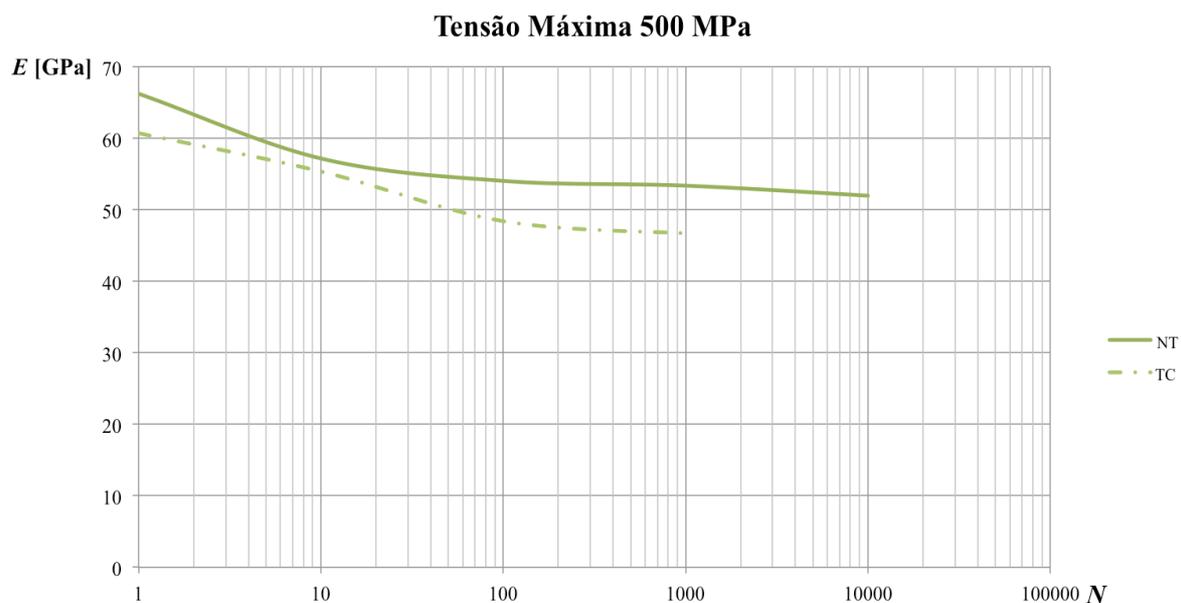


Figura 4.31 – Comparação da evolução do E para tensão máxima de 500MPa.

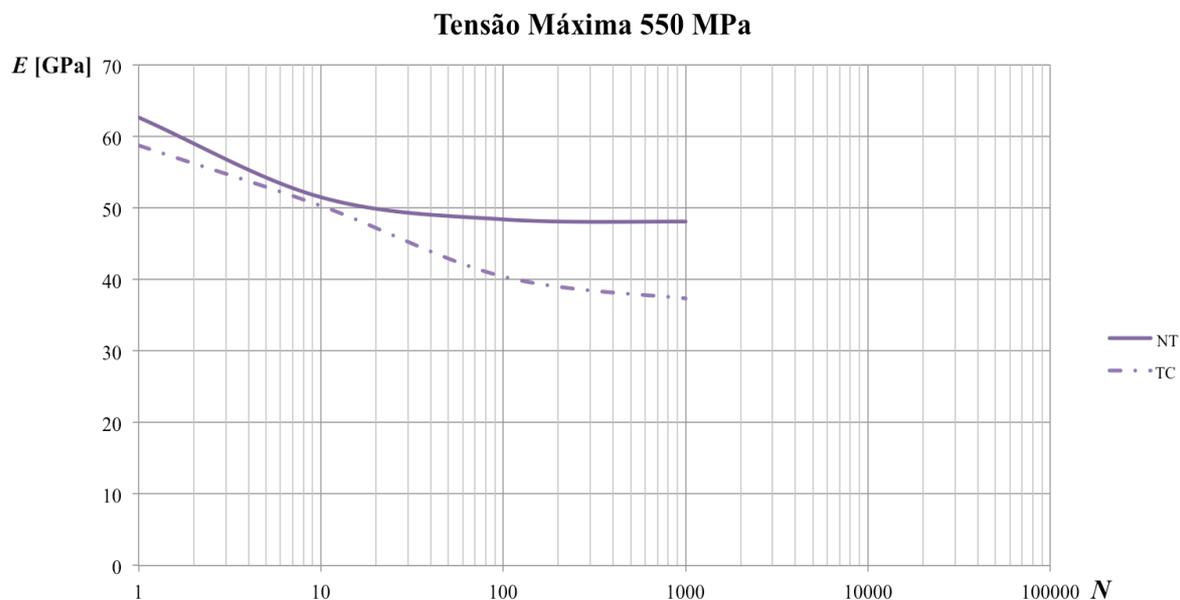


Figura 4.32 – Comparação da evolução do E para tensão máxima de 550MPa.

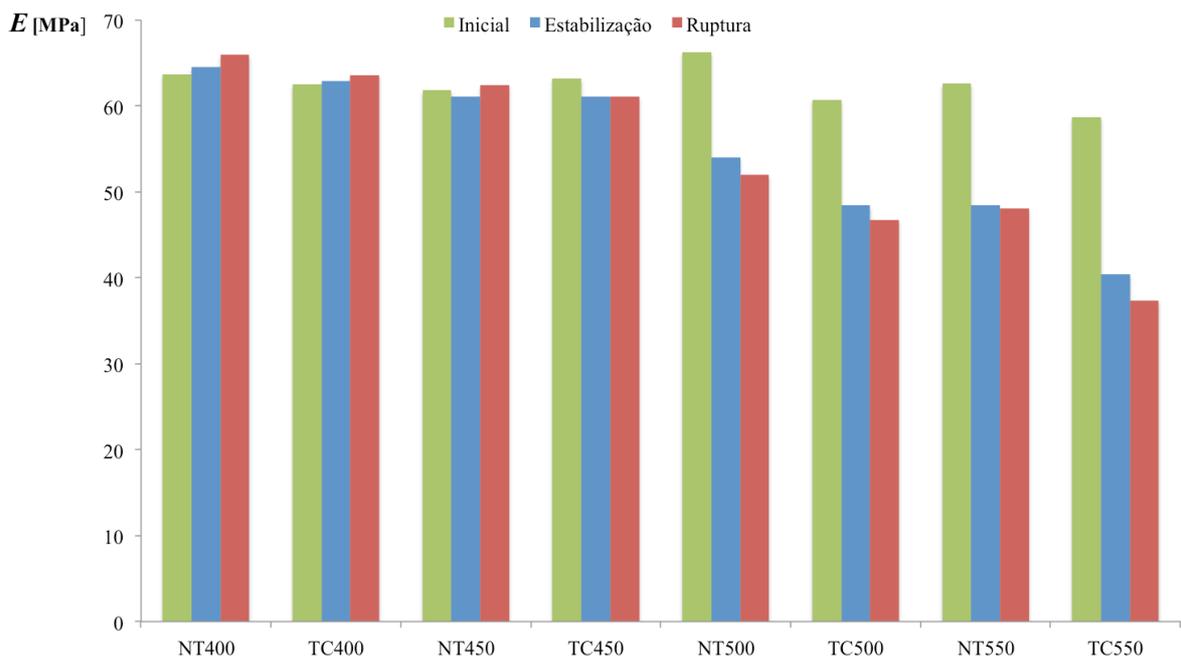


Figura 4.33 – E no início, na estabilização e na ruptura.

Analisando os gráficos das Fig. 4.29 a 4.33 observa-se que houve uma diminuição do módulo elástico do material tratado em relação ao não tratado. O tratamento criogênico

provocou uma diminuição no E de 10,4 % e 16,5 % , após a estabilização, para as tensões de 500 MPa e 550 MPa, correspondendo respectivamente a um valor de 5,6 GPa e 8,0 GPa. Nesses níveis de tensões máximas ocorre uma maior quantidade de transformação de fase se comparado com as tensões máximas de 400 MPa e 450 MPa.

Também nota-se que a evolução do módulo elástico ao decorrer da ciclagem ocorre de maneira similar entre os materiais tratados e os não tratados. Em ambos os materiais, houve uma maior diminuição do módulo elástico para a maior tensão máxima aplicada (550 MPa) devido à formação de uma estrutura mais heterogênea, causada pela maior quantidade de transformação de fase induzida mecanicamente.

4.1.5 Tensão de Transformação Martensítica

A tensão de transformação da austenita para a martensita também diminui ao longo da ciclagem do material, conforme mostra as Fig. 4.34 a 4.37. Essa diminuição é causada pelo acúmulo da martensita retida e pela estrutura heterogênea (Maletta et al., 2014).

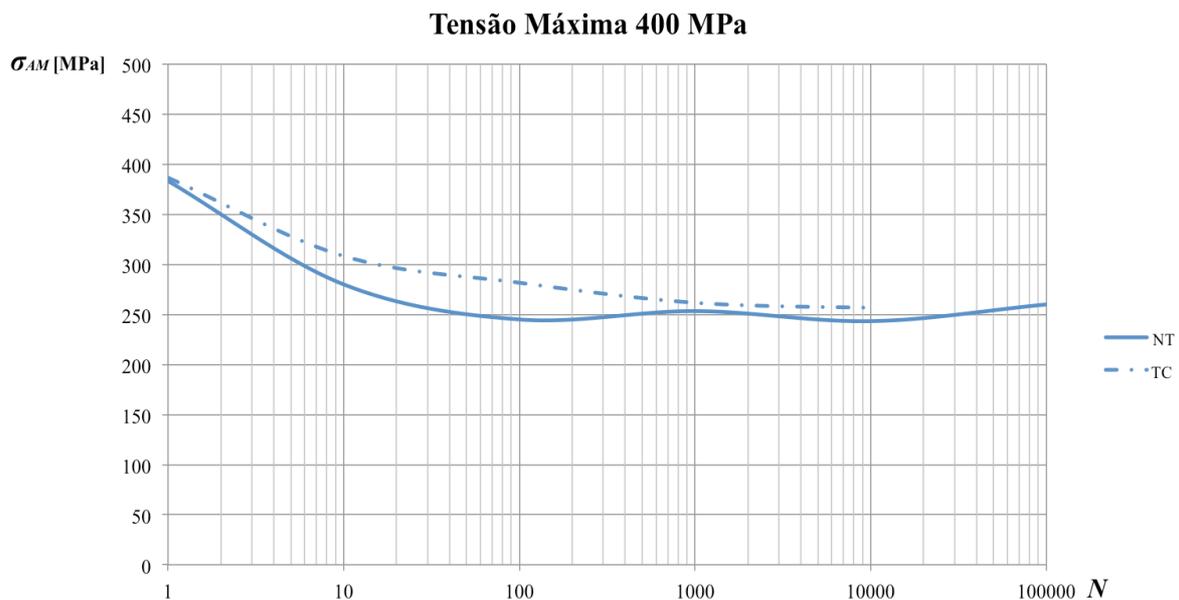


Figura 4.34 – Comparação da evolução da $\sigma_{A \rightarrow M}$ para tensão máxima de 400 MPa.

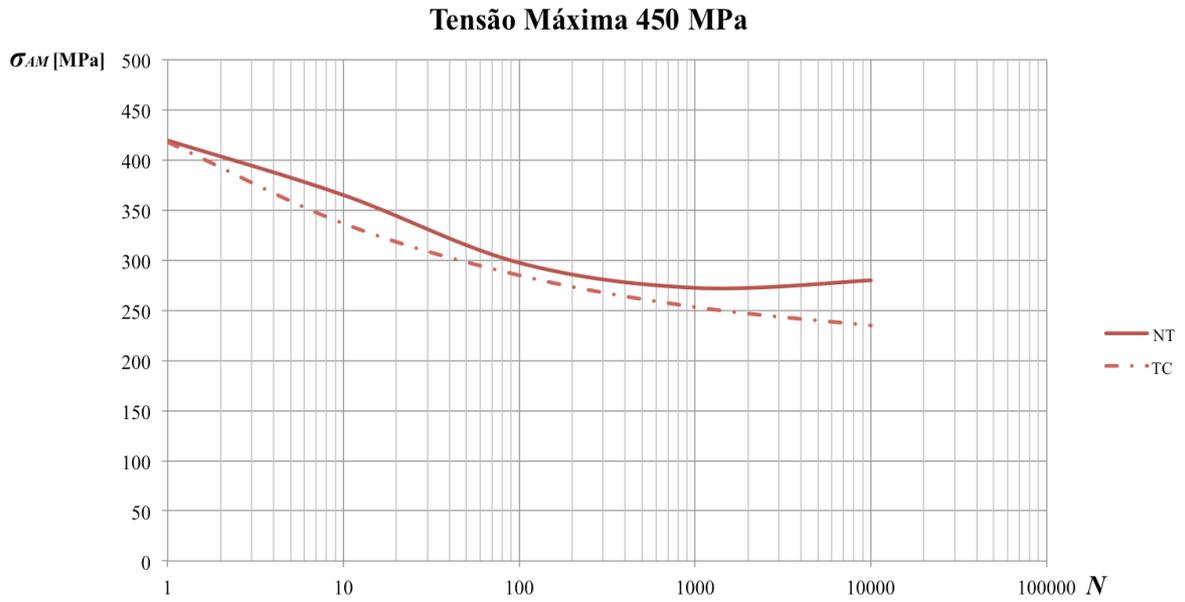


Figura 4.35 – Comparação da evolução da $\sigma_{A \rightarrow M}$ para tensão máxima de 450 MPa.

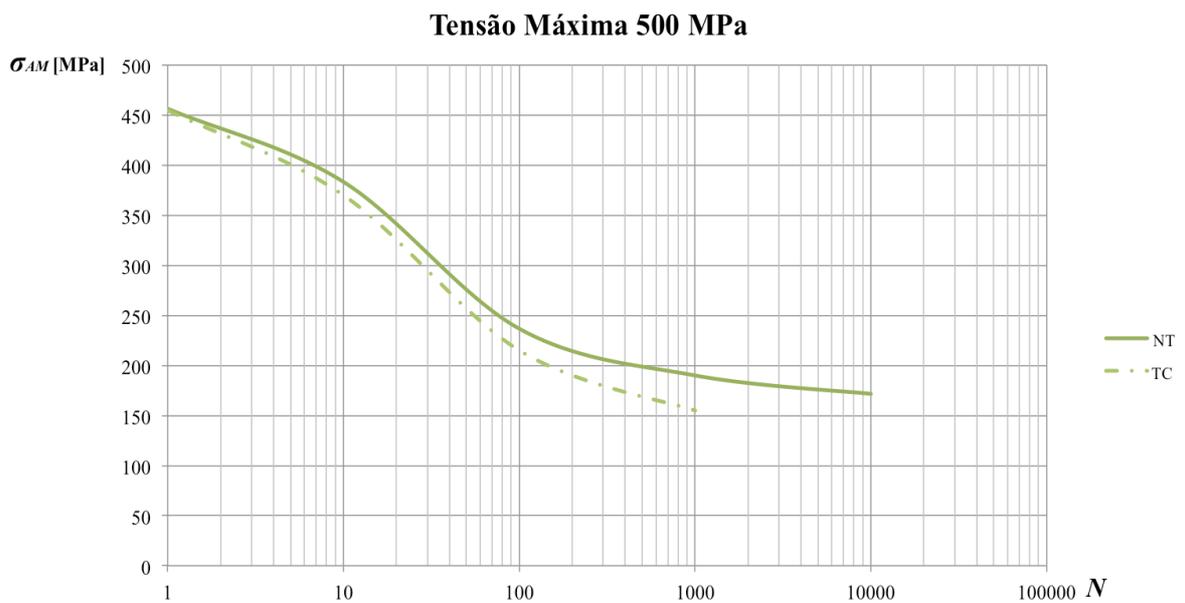


Figura 4.36 – Comparação da evolução da $\sigma_{A \rightarrow M}$ para tensão máxima de 500 MPa.

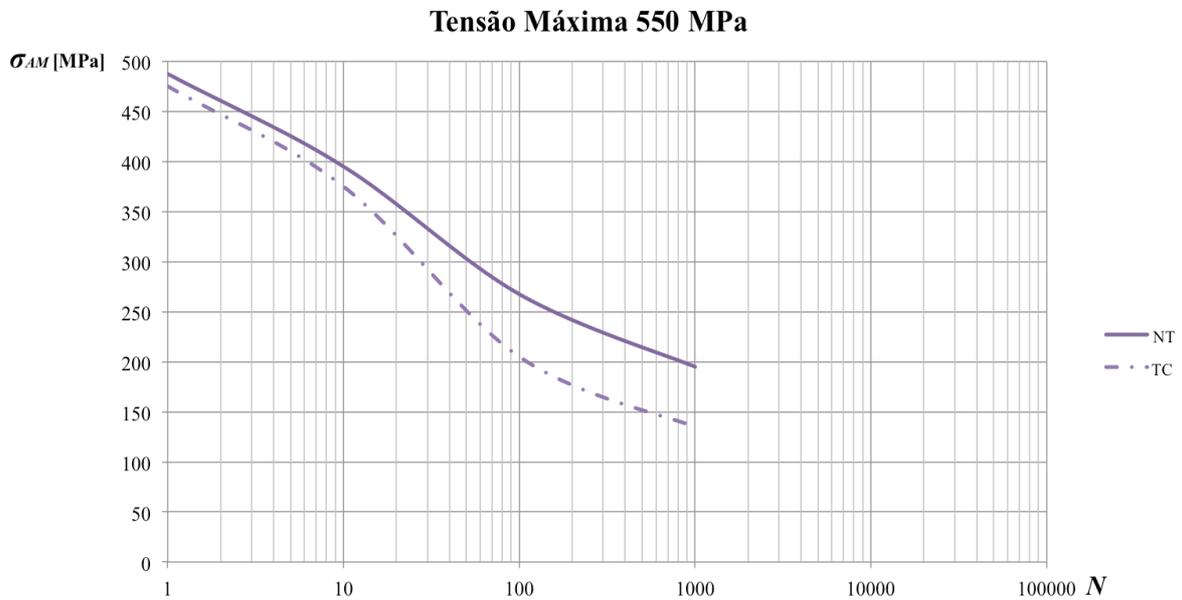


Figura 4.37 – Comparação da evolução da $\sigma_{A \rightarrow M}$ para tensão máxima de 550 MPa.

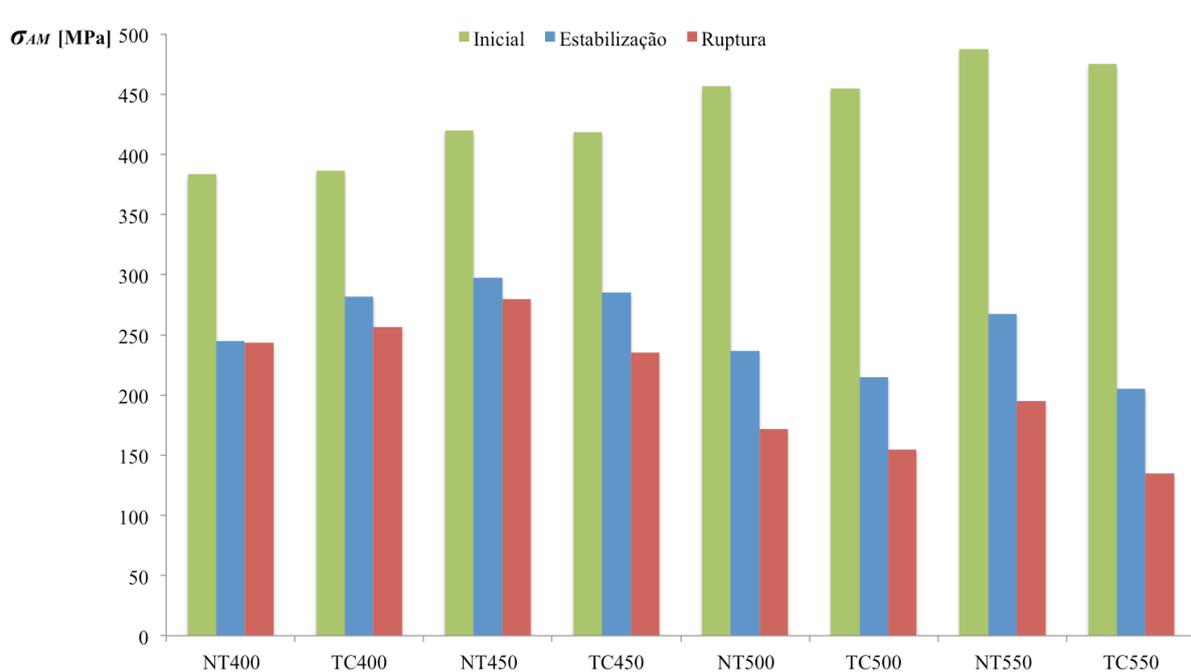


Figura 4.38 – $\sigma_{A \rightarrow M}$ no início, na estabilização e na ruptura.

Nos gráficos das Fig. 4.34 a 4.38 observa-se que o tratamento criogênico diminuiu o valor de tensão necessária para transformar a austenita em martensita na maioria dos casos. Essa diminuição foi de 12,5 MPa, 21,7 MPa e 62,5 MPa, para a $\sigma_{A \rightarrow M}$ estabilizada, aplicando uma tensão máxima de 450 MPa, 500 MPa e 550 MPa respectivamente. Esses valores

correspondem a uma diminuição no valor de tensão de transformação do material tratado de 4,2 %, 9,2 % e 23,4 % em relação ao material tratado. Para tensão máxima de 400 MPa, o tratamento criogênico aumentou a $\sigma_{A \rightarrow M}$ estabilizada em 15,0 %, correspondendo a 36,7 MPa.

Em relação a evolução dos valores da tensão de transformação ao decorrer da ciclagem, evidenciada pela Fig. 4.38, nota-se que essa propriedade sofre maior degradação no material tratado do que no material não tratado. Também é possível observar que, inicialmente, quanto maior o valor da tensão máxima, maior é a tensão necessária para a transformação de fase e maior é a redução do valor dessa propriedade ao final da ciclagem.

4.2 Fadiga Estrutural

A fadiga estrutural é analisada por meio da média da quantidade de ciclos até a falha do corpo de prova. A Figura 4.39 mostra curva da vida em fadiga em função da tensão alternada para o material tratado e o não tratado. As tensões alternadas de 200 MPa, 225 MPa, 250 MPa e 275 MPa correspondem respectivamente as tensões máximas de 400 MPa, 450 MPa, 500 MPa e 550 MPa. É possível observar que a reta média do material tratado ficou à esquerda do material não tratado. Ou seja, para um mesmo valor de tensão alternada, o material tratado apresenta uma vida em fadiga menor do que o material não tratado. Também nota-se que as retas seguem aproximadamente a mesma inclinação. Isso demonstra que a variação da vida em fadiga dos materiais tratados e não tratados comportam-se de maneira semelhante com a variação da tensão alternada.

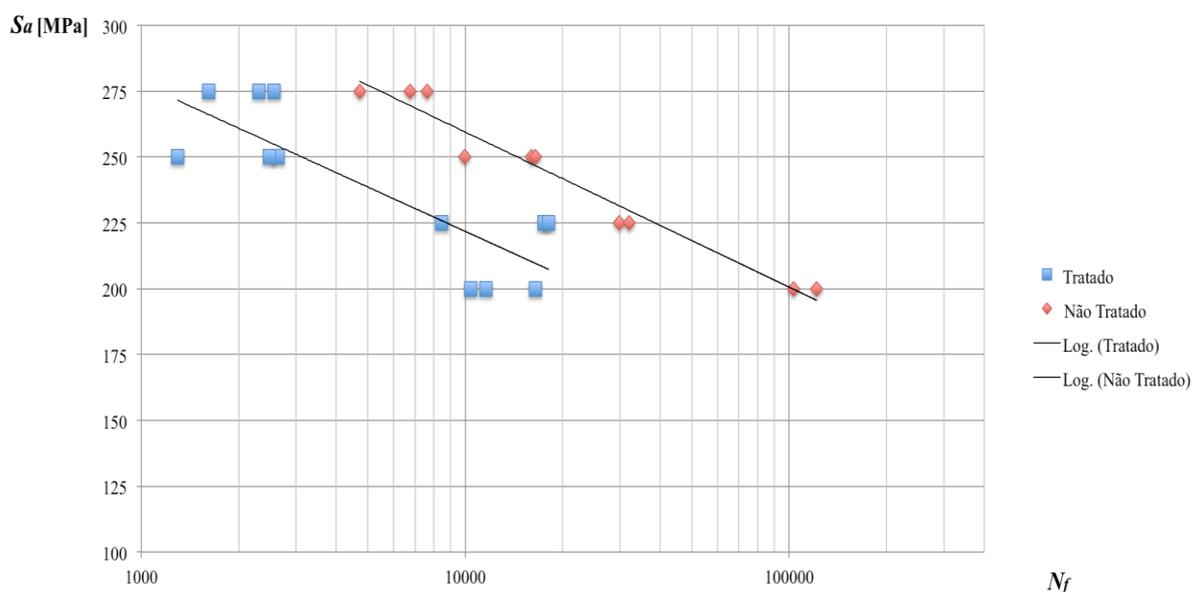


Figura 4.39 – Curva S-N

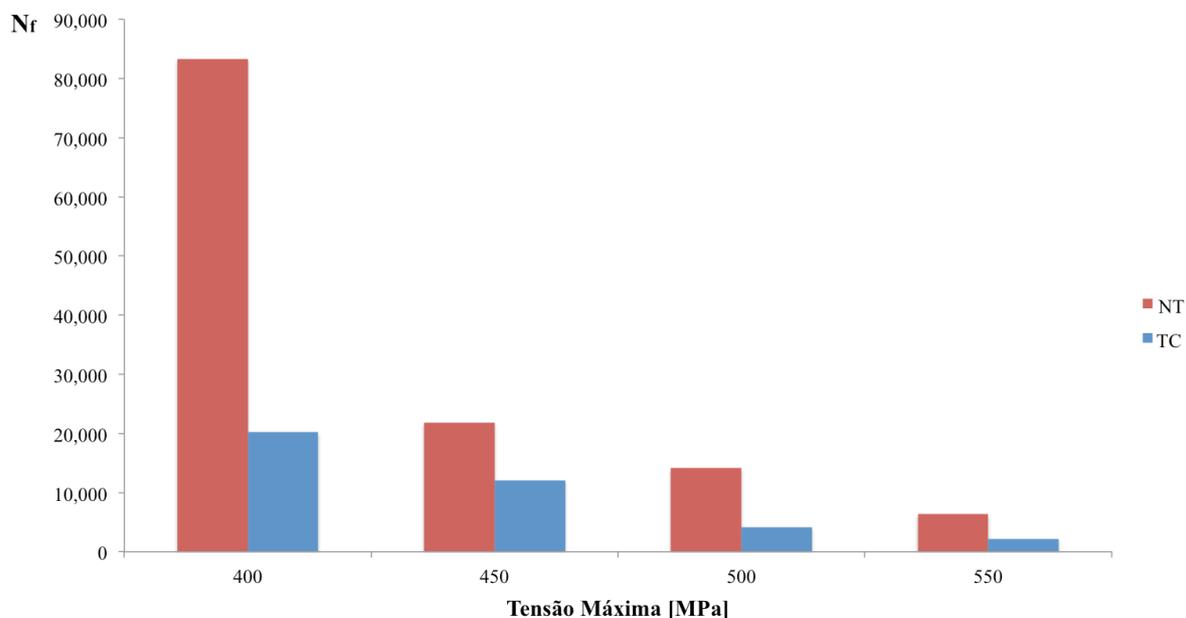


Figura 4.40 – Vida em fadiga (N_f) em função da tensão máxima aplicada.

Em relação à fadiga estrutural, o tratamento criogênico reduz a quantidade de ciclos necessários para a ruptura do corpo de prova entre aproximadamente 50 % a 75 %, conforme a Fig. 4.40. Esta diminuição pode estar relacionada com a diminuição da tensão necessária para a transformação de fase, aumentando assim a quantidade de martensita retida. Consequentemente, há um aumento da heterogeneidade da microestrutura, levando a iniciação de trincas (Maletta et al., 2014; Zhang et al., 2017). A vida em fadiga do material não tratado está de acordo com os dados obtidos por Ramos et al. (2018).

CAPÍTULO 5 – CONCLUSÕES

Amostras de Ni₅₇Ti₄₃ submetidas a tratamento criogênico por imersão em nitrogênio líquido (-196 °C) por 24 horas foram submetidas a ensaios de fadiga por força prescrita com diferentes níveis de tensão máxima. Os resultados foram comparados com os obtidos de amostras não tratadas e analisados quanto às fadiga funcional e estrutural. O tratamento criogênico deslocou a curva tensão-deformação pseudoelástica para a direita desse diagrama, aumentou a área da histerese e reduziu o nível de tensão necessário para induzir a transformação da austenita para a martensita. Também houve uma redução na vida em fadiga estrutural do material tratado criogenicamente em relação ao não tratado. No geral, as propriedades funcionais estabilizaram entre 100 a 150 ciclos para os materiais tratados e não tratados.

Em relação à fadiga funcional, foi observado que o tratamento criogênico causou as seguintes alterações:

- Aumento da deformação residual na ruptura entre aproximadamente 10 % a 60 %, exceto para a tensão máxima de 500 MPa;
- Aumento da deformação máxima atingida na ruptura pelo material, ao ciclar com um mesmo valor de tensão máxima, entre aproximadamente 2 % a 40 %;
- Aumento da deformação recuperável na ruptura entre aproximadamente 3 % a 40 %;
- Aumento da densidade de energia dissipada por ciclo pelo material na ruptura entre aproximadamente 20 % a 390 %. Além disso, essa capacidade de dissipar energia do material tratado sofreu menor degradação ao longo do ensaio em relação ao material não tratado;
- Diminuição do módulo elástico do material na ruptura entre aproximadamente 3 % a 25 %.
- Diminuição do valor da tensão de transformação martensítica na ruptura entre aproximadamente 10 % a 30 %, exceto para a tensão máxima de 400 MPa.

Em relação à fadiga estrutural, o tratamento criogênico diminuiu a vida em fadiga entre aproximadamente 50 % a 75 %.

RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Para uma melhor compreensão dos resultados, recomenda-se uma análise microestrutural do material antes e após o tratamento criogênico e antes e após a ciclagem.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ALBANO, F. B. L. **Influência de Tratamento Criogênico nas Propriedades Termomecânicas de Ligas NiTi.** Projeto de Graduação, Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade de Brasília, Brasília, 2013.
- AMMAR, O.; HADDAR, N.; DIENG, L. **Experimental Investigation of The Pseudoelastic Behaviour of NiTi Wires Under Strain- and Stress-controlled Cyclic Tensile Loadings.** *Intermetallics*, v. 81, p. 52 – 61, 2017.
- ASHIUCHI, E. S. **Influência do tratamento criogênico na fadiga sob condições de fretting no Al 7050-T7451** Dissertação de Mestrado em Ciências Mecânicas. Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade de Brasília, Brasília, 2009.
- ASTM E466-15, **Standard Practice for Conducting Force Controlled Constant Amplitude Axial Fatigue Tests of Metallic Materials.** ASTM International, West Conshohocken, PA, 2015.
- ASTM F2516-06, **Standard Test Method for Tension Testing of Nickel-Titanium Superelastic Materials.** ASTM International, West Conshohocken, PA, 2008.
- BAILEY, C. A. **Advanced Cryogenics.** 3ª ed. Plenum Publishing Co., Nova Iorque, EUA, 1971.
- BANNANTINE, J. A.; COMER, J. J.; HANDROCK, J. L. **Fundamentals of Metal Fatigue Analysis.** Prentice-Hall Inc., Englewood Cliffs, Nova Jersey, EUA, 1990.
- BARBARINO, S. ; FLORES, E. I. S.; AJAJ, R. M.; DAYYANI, I.; FRISWELL, M. I. **A Review on Shape Memory Alloys With Applications to Morphing Aircraft.** *Smart Materials and Structures*, v. 23, 2014.
- BARBERO, L. **Cyclic Behavior of Superelastic Nickel-Titanium and Nickel-Titanium-Chromium Shape Memory Alloys.** Dissertação de Mestrado, Instituto de Tecnologia da Georgia, Georgia, 2004.
- BARRON, R. F. **Cryogenic Treatment of Metals to Improve Wear Resistance.** *Cryogenics*, v. 22, n.8, p. 409-13, 1982
- BATRA, A. **Shape Memory Alloys An Introduction.** Department of Aerospace Engineering, Indian Institute of Technology, Bombay, India, 1999.

- BENSELY, A.; PRABHAKARAN, A.; LAL, D. M.; NAGARAJAN, G. **Enhancing The Wear Resistance of Case Carburized Steel (En 353) by Cryogenic Treatment.** Cryogenics, v. 45, p. 747-754, 2006.
- BRYSON, W. E. **Cryogenics.** Ed. Hansen Gardner Publications, 1999.
- CALISTER, W. D.; RETHWISCH, D. G. **Ciência e Engenharia de Materiais – Uma Introdução.** LTC, 2012.
- CASTILHO, W. S. **Contribuição à influência de tratamento criogênico em propriedades térmicas e mecânicas das ligas NiTi austenítica e martensítica com memória de forma.** Tese de Doutorado em Sistemas Mecatrônicos. Publicação T13, Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade de Brasília, Brasília, 2017.
- COLLINS, D. N. **Cryogenic Treatment of Tool Steels.** Advanced Materials & Processes, v. 12, p. H23-H29, 1998.
- CISMASIU, C.; **Shape Memory Alloys.** 1 ed. Sciyo, Rijeka, Croácia, 2010.
- CRUZ FILHO, B. F. **Avaliação do efeito de tratamento criogênico em propriedades mecânicas e térmicas da liga Ni₄₈Ti₅₂.** Dissertação de Mestrado em Sistemas Mecatrônicos, Publicação ENM. DM-103/16, Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade de Brasília, Brasília, 2016.
- DARWIN, J. D.; MOHAN LAL. D, NAGARAJAN, G. **Optimization of Cryogenic Treatment to Maximize The Wear Resistance of 18% Cr Martensitic Stainless Steel by Taguchi Method.** Journal of Materials Processing Technology, v. 195, p. 241-247, 2008.
- DA SILVA, E.P. **Aplicações de Ligas com Memória de Forma em Estruturas Adaptativas.** Série Arquimedes, Vol.2, Anais de DINCON 2003, pp. 2358-2387. Sociedade Brasileira de Matemática Aplicada e Computacional, São José dos Campos, SP, 2003.
- DA SILVA, E.P. **Fenomenologia das Ligas com Memória de Forma: Aspectos Microestruturais.** Universidade de Brasília, Departamento de Engenharia Mecânica, Brasília, 2011.
- DELAEY, L.; KRISHNAN, R. V.; TAS, H.; WARLIMONT, H. **Thermoelasticity, Pseudoelasticity and The Memory Effects Associated with Martensitic Transformations: Part 1 - Structural and Microstructural Changes Associated with The Transformations.** Journal of Materials Science, v. 9, p. 1521-1535, 1974.

- DELAEY, L.; KRISHNAN, R. V.; TAS, H.; WARLIMONT, H. **Thermoelasticity, Pseudoelasticity and The Memory Effects Associated with Martensitic Transformations: Part 2 – The Macroscopic Mechanical Behaviour.** Journal of Materials Science, v. 9, p. 1536-1544, 1974.
- DHAR, N. R.; PAUL, S.; CHATTOPADHYAY, A. B. **The Influence of Cryogenic Cooling on Tool Wear, Dimensional Accuracy and Surface Finish in Turning AISI 1040 and E4340C steels.** Wear, v. 249, c. 10-11, p. 932-942, 2001.
- DILIBAL, S.; HAMILTON, R.F.; LANBA, A. **The Effect of Employed Loading Mode on The Mechanical Cyclic Stabilization of NiTi Shape Memory Alloys.** Intermetallics, v. 89, p. 1-9, 2017.
- DUERIG, T. W.; MELTON, K. N.; STOCKEL, D.; WAYMAN, C. M. **Engineering Aspects of Shape Memory Alloys.** London: Butterworth-Heinemann, 1990.
- DUERIG, T. W.; PELTON, A. R.; STOCKEL, D.; **Superelastic Nitinol For Medical Devices.** Medical Plastics and Biomaterials, p. 31-42, 1997.
- DUMASIA, C. A.; KULKARNI, V. A.; SONAR, K. **A Review on The Effect of Cryogenic Treatment on Metals.** International Research Journal of Engineering and Technology, V. 4, p. 2402 – 2406, 2017
- EGGELER, G.; HORNBOGEN, E.; YAWNY, A.; HECKMANN, A.; WAGNER, M., **Structural and functional fatigue of NiTi shape memory alloys.** Materials Science and Engineering, v.378, p.24-33, 2004.
- ELAHINIA, M. H. **Shape Memory Alloy Actuators.** John Wiley & Sons, 2016
- FARINA, P. F. S. **Efeito das adições de tratamentos criogênicos e de alívio de tensões no ciclo térmico do aço ferramenta AISI D2.** 122 p. Tese (Doutorado em Engenharia) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2011.
- FUNAKUBO, H. **Shape Memory Alloys.** Gordon and Breach Science Publishers, 1987.
- GANDHI, M. V.; THOMPSON, B. D. **Smart Materials and Structures.** Chapman and Hall, London, 1992.
- GEORGE, G.; KAVITHA S.; MAHALAXMI S. **An in Vitro Evaluation of The Effect of Deep Dry Cryotreatment on The Cyclic Fatigue Resistance of Three Rotary Nickel Titanium Instruments.** Journal of Conservative Dentistry, 2011.

- GOBBI, S. J. **Influência do Tratamento Criogênico na Resistência ao Desgaste do Aço para Trabalho a Frio AISI D2**. Dissertação de Mestrado em Ciências Mecânicas. Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade de Brasília, Brasília, 2009.
- HUMBEECK, J. V. **Shape Memory Alloys: A Material and a Technology**. *Advanced Engineering Materials*, v.3, p. 837 – 850, 2001.
- JANI, J. M.; LEARY, M.; SUBIC, A.; GIBSON, M.A. **A review of shape memory alloy research, applications and opportunities**. *Materials and Design*, v. 56, p. 1078-1113, 2014.
- JANOCHA, H. **Adaptronics and Smart Structures**. Springer-Verlag, Berlin, 2007.
- JHA, A. R. **Cryogenic Technology and Applications**. Butterworth – Heinemann, 2006.
- KANG, G.; KAN, Q. **Cyclic Plasticity of Engineering Materials: Experiments and Models**. 1st ed, John Wiley & Sons Ltd., 2017.
- KANG, G.; SONG D. **Review on Structural Fatigue of NiTi Shape Memory Alloys: Pure Mechanical and Thermo-mechanical ones**. *Theoretical and Applied Mechanics Letters*, v.5, p. 245-254, 2015.
- KOZLICK S. B. **Effect of Cryogenic Treatment on the Mechanical Properties of Nickel-Titanium Shape Memory Alloys**. Tese de Doutorado Department of Mechanical and Industrial Engineering, College of Engineering at the University Montreal, Quebec, 2013.
- LAGOUDAS, D. C. **Shape Memory Alloys: Modeling and Engineering Applications**. New York: Springer, 2008.
- LEO, D. J. **Engineering Analysis of Smart Material Systems**. John Wiley & Sons Inc., New Jersey, 2007.
- LEVINE, J. **Cryoprocessing Equipment**. *Heat Treating Progress*, v.2, p. 42-52, 2001.
- LIU, G.; LIU, H.; FENG, X.; REDFERN, S. A. T. **High-Pressure Phase Transitions of Nitinol NiTi to a Semiconductor with an Unusual Topological Structure**. *Physical Review*, v. 97, p. 1-5, 2018.
- LOPES, L. A. A. **Influência da Taxa de Resfriamento e do Tempo de Encharque Criogênico em Propriedades Térmicas e Mecânicas de uma Liga NiTi**. Projeto de Graduação, Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade de Brasília, Brasília, 2014.

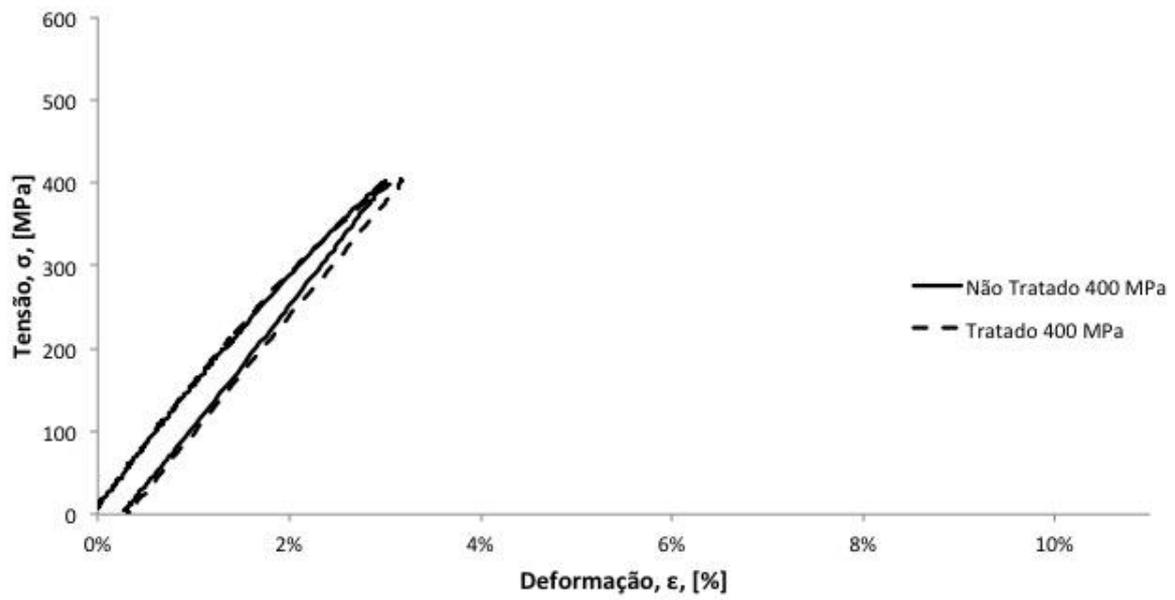
- MACHADO, L. G.; SAVI, M. A. **Medical Applications of Shape Memory Alloys.** *Jornal Brasileiro de Medicina e Pesquisa Biológica*, v. 36, p. 683-691, 2003.
- MAHMUNDI, R.; GHASEMI, H. M.; FARADJI, H. R.; **Effects of Cryogenic Treatments on the Mechanical Properties and Wear Behaviour of High-Speed Steel M2.** *Heat Treatment of Metals*, v. 2, p. 69-72, 2000.
- MAHTABI, M. J.; SHAMSAEI, N. **A Modified Energy-based Approach for Fatigue Life Prediction of Superelastic NiTi in Presence of Tensile Mean Strain and Stress.** *International Journal of Mechanical Sciences*, v. 117, p. 321 – 333, 2016.
- MALETTA, C.; SGAMBITERRA, E.; FURGIUELE, F.; CASATI, R.; TUISSI, A. **Fatigue of pseudoelastic NiTi within the stress-induced transformation regime: a modified Coffin-Mason approach.** *Smart Materials and Structures*, v. 21, 2012.
- MALETTA, C.; SGAMBITERRA, E.; FURGIUELE, F.; CASATI, R.; TUISSI, A. **Fatigue properties of a pseudoelastic NiTi alloy: Strain ratcheting and hysteresis under cyclic tensile loading.** *International Journal of Fatigue*, v. 66, p. 78 – 85, 2014.
- MAVROIDIS, C. **Development of Advanced Actuators using Shape Memory Alloys and Electrorheological Fluids.** *Research in Nondestructive Evaluation*, 14, p. 1 - 32, Springer-Verlag New York Inc., 2002.
- McWILLIAMS, A. **Smart Materials and Their Applications: Technologies and Global Market.** BCC research, 2015.
- MELTON, K. N.; MERCIER, O. **Deformation Behavior of NiTi-based Alloys.** *Metallurgical Transactions A*, V. 9, p. 1487 – 1488, 1978.
- MOHAN LAL, D.; RENGANARAYANAN, S.; KALANIDH, A. **Cryogenic Treatment to Augment Wear Resistance of Tool and Die Steels.** *Cryogenics*, v. 41, p. 149-155, 2001.
- OLANDER, A. **The Crystal Structure of AuCd.** *Zeitschrift fur Kristallografie – Crystalline Materials*, 83A, p. 145-148, 1932
- OLIVEIRA, B. A. **Desenvolvimento de um Isolador de Vibração Pseudoelástico.** *Dissertação de Mestrado, Universidade de Brasília, Brasília, 2008*
- OTSUKA, K.; KAKESHITA, T. **Science and Technology of Shape-Memory Alloys: New Developments.** *MRS Bulletin*, p. 91-100, 2002.
- OTSUKA, K.; REN, X. **Recent developments in the research of shape memory alloys.** *Intermetallics.*, vol. 7, p.511-528, 1999.

- OTSUKA, K.; WAYMAN, C.M., **Shape Memory Materials**. Cambridge: Cambridge University Press, 1998.
- PETERS, O. A.; BAHIA, M. G. A.; PEREIRA, E. S. J. **Contemporary Root Canal Preparation: Innovations in Biomechanics**. Dental Clinics of North America, v. 61, p. 37-38, 2017
- RAO, A.;SRINIVASA, A. R.; REDDY, J. N. **Design of Shape Memory Alloy (SMA) Actuators**. Switzerland: Springer International Publishing, 2015.
- RAMOS, A. D. O.; ARAUJO, C. J.; OLIVEIRA, H. M. R; MACEDO, G. A.; LIMA, A. G. B. **An Experimental Investigation of The Superelastic Fatigue of NiTi SMA Wires**. Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering, v. 40
- SAIKRISHNA, C. N.; RAMAIAH, K. V.; PAUL, D.; BHAUMIK, S. K. **Enhancement in Fatigue Life of NiTi Shape Memory Alloy Thermal Actuator Wire**. Acta Materialia, v. 102, p. 385-396, 2016.
- SAVI, M. **Materiais Inteligentes e Suas Aplicações**. RMB, p. 39-56, 2013.
- SINHA, A.; MONDAL, B.; MAJI, B, C.; CHATTOPADHYAY, P. P. **Enhanced Shape Recovery in Cryogenically Treated Martensitic Ti–Ni Alloys**. Materials Science and Engineering: A, v. 580, n.15 p.273-278, 2013.
- STEPHENS, R. I.; FATEMI, A.; STEPHENS, R.R.; FUCHS, H. O. **Metal Fatigue in Engineering**. 2nd ed, New York: John Wiley & Sons.
- TABANLI, R. M.; SIMHA, N. K.; BERG, B. T. **Mean Stress Effects on Fatigue of NiTi**. Materials Science and Engineering, A273-275, p. 644 – 648, 1999.
- TAMURA, H.; MITOSE, K.; SUZUKI, Y. **Fatigue Properties of Ti-Ni Shape Memory Alloy Springs**. International Conference on Martensitic Transformations, v. 5, n.8, p. 617-622, 1995.
- TERAMOTO, A. **Sentalloy – The Story of Superelasticity**. Department of Orthodontics, Universidad Tecnológica de México, Mexico city, 2010.
- THOMPSON, S. **An overview of nickel-titanium alloys used in dentistry**, International Endodontic Journal 33 p. 297-310, 2000.
- TYC, O.; PILCH, J.; SITTNER, P. **Fatigue of Superelastic NiTi Wires With Different Plateau Strain**. Procedia Structural Integrity, v. 2, p. 1489-1496, 2016.

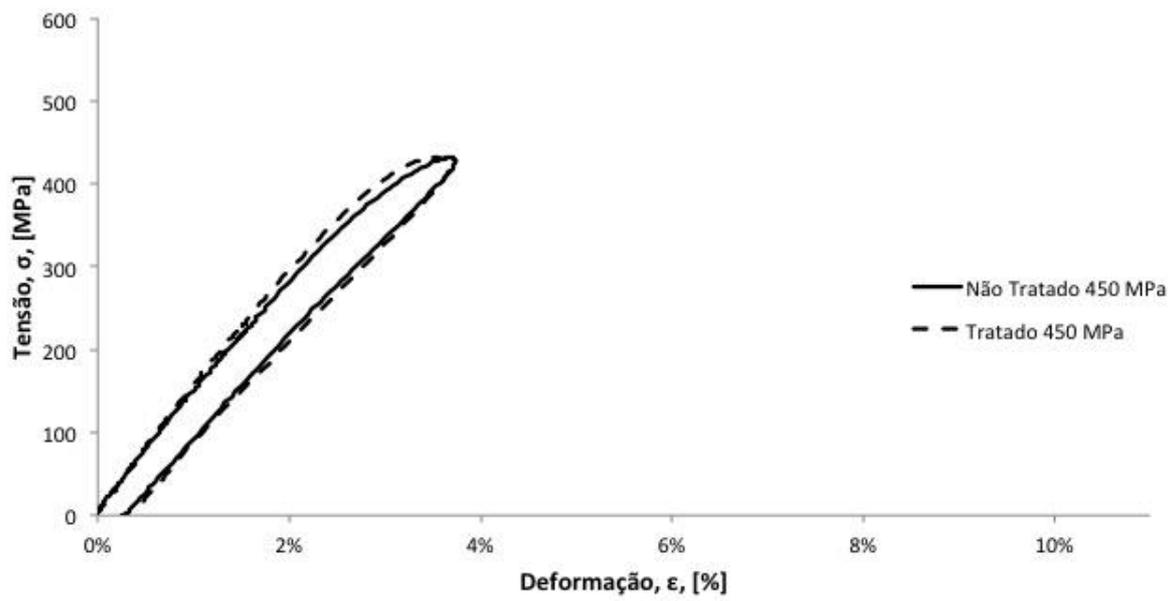
- UJJWAL, K.; BORKAR, A.; OSWAL, P.; BHARGAVA, K. **Effect of cryogenic treatment on fracture resistance of Nickel Titanium rotary instruments a systematic review.** IJCRR, v. 9, i. 15, p. 32-36, 2017.
- VINOTHKUMAR, T.; DEIVANAYAGAM K.; GOPALAKRISHNAN P.; ARUNACHALAM R.; **Microstructure of Cryogenically Treated Martensitic Shape Memory Nickel-Titanium Alloy.** Journal of Conservative Dentistry, v. 9, p. 51-517, 2015.
- VINOTHKUMAR TS, KANDASWAMY D, PRABHAKARAN G, RAJADURAI A. **Mechanical Behavior of Deep Cryogenically Treated Martensitic Shape Memory Nickel-titanium Rotary Endodontic Instruments.** European Journal of Dentistry, v. 10 (2), p. 183-187, 2016.
- WILLEY, C.; HUETTL, B.; HILL, S. **Design and Development of a Miniature Mechanisms Tool-Kit for Micro Spacecraft.** 35th Aerospace Mechanisms Symposium, Ames Research Center, p. 287-300, 2001.
- WURZBACH, R. N.; DEFELICE, W. **Improving Component Wear Performance Through Cryogenic Treatment.** Lubrication Excellence, Noria Corporation, 2004.
- YAZDIZADEH M, SKINI M, HOSEINI GOOSHEH SM, JAFARZADEH M, SHAMOHAMMADI M, RAKHSHAN V. **Effect of Deep Cryogenic Treatment on Cyclic Fatigue of Endodontic Rotary Nickel Titanium Instruments.** Iran Endod J., v. 12 (2), p. 216-219, 2017.
- YOU, Y.; ZHANG, Y.; MOUMNI, Z.; ANLAS, G.; ZHANG, W. **Effect of The Thermomechanical Coupling on Fatigue Crack Propagation in NiTi Shape Memory Alloys.** Materials Science & Engineering A, v. 685, p. 50-56, 2017
- YUN, D.; XIAOPING, L.; HONGSHEN, X. **Deep Cryogenic Treatment of High Speed Steel and Its Mechanism.** Heat Treatment of Metals, v.3, p. 363-367,1998.
- ZHANG, Y.; YOU,Y.; MOUMNI Z.; ANLAS, G.; ZHU, J.; ZHANG, W. **Experimental and Theoretical Investigation of the Frequency Effect on Low Cycle Fatigue of Shape Memory Alloys.** International Journal of Plasticity, v. 90, p. 1-30, 2017.
- ZHMUD, E. S. **Improved Tool Life After Shock Cooling.** Metal Science and Heat Treatment, v. 22, n. 10, p. 701-703, 1980.

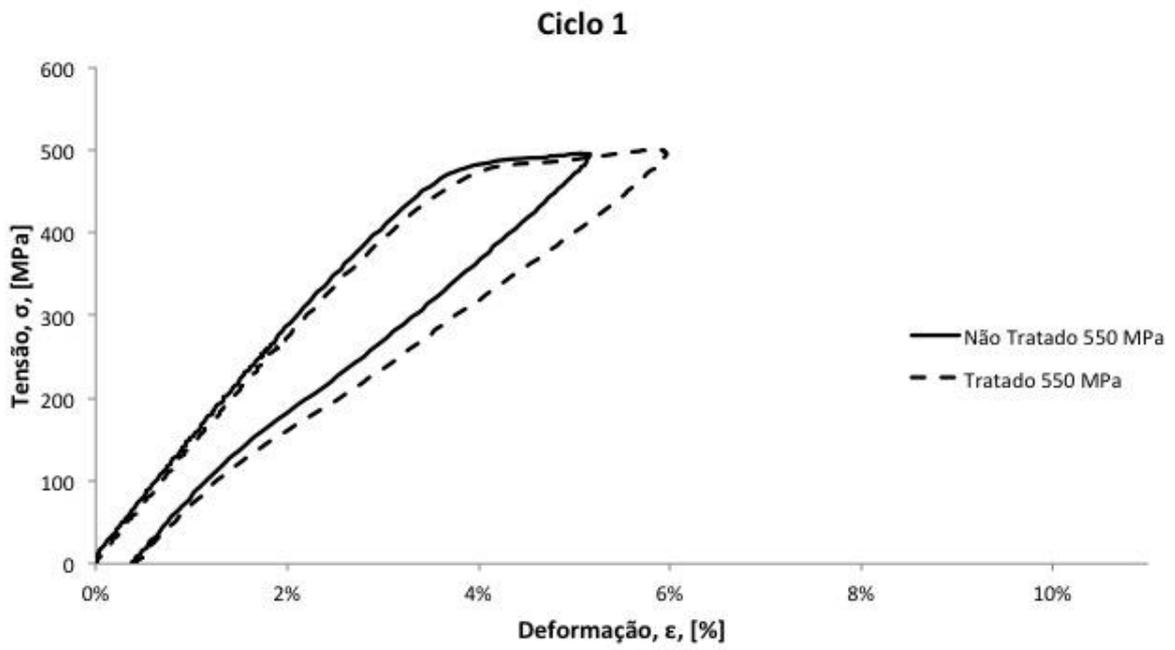
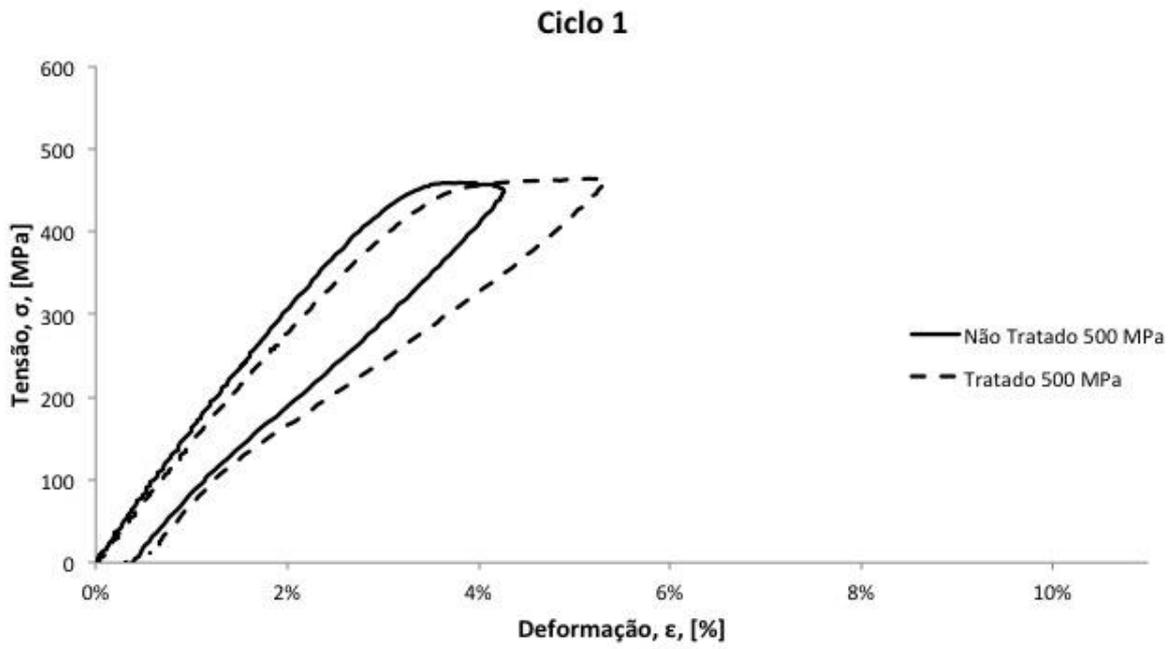
APÊNDICE A

Ciclo 1

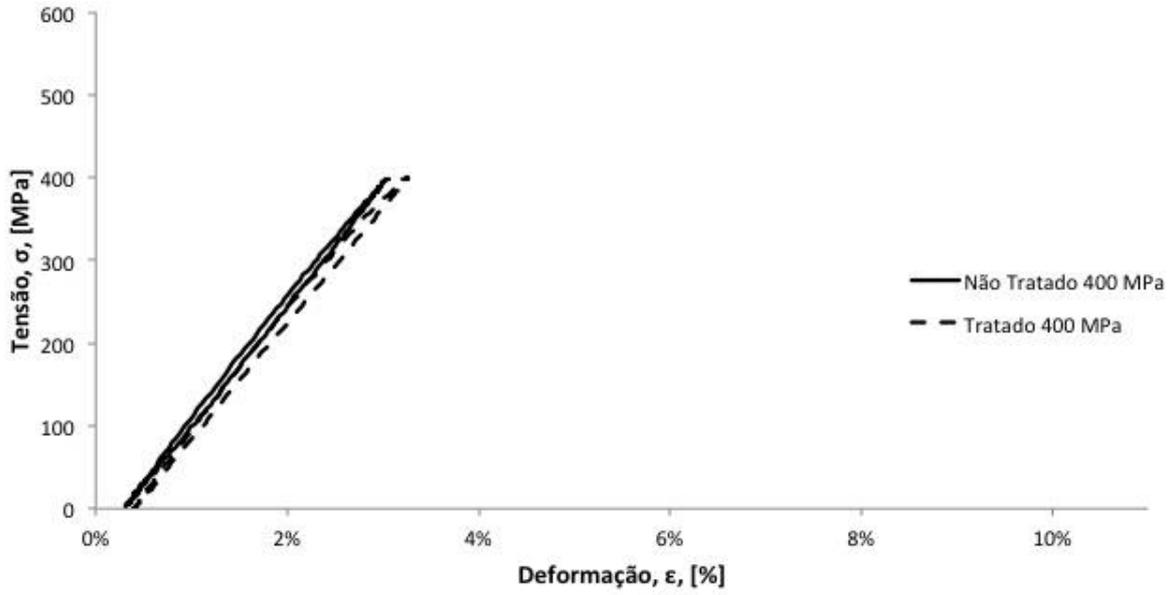


Ciclo 1

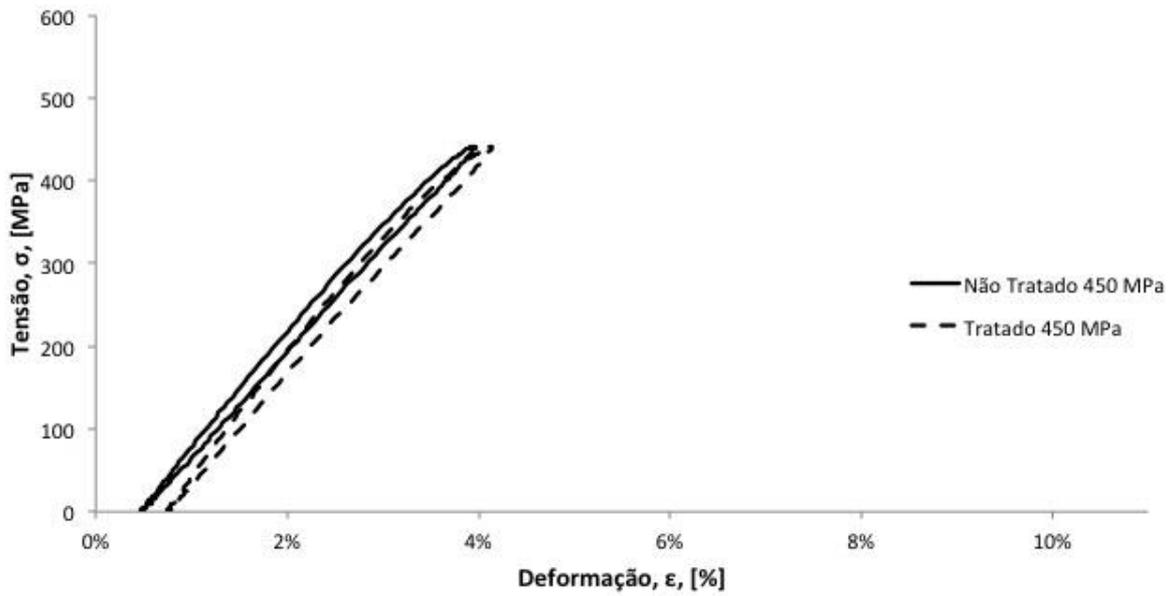


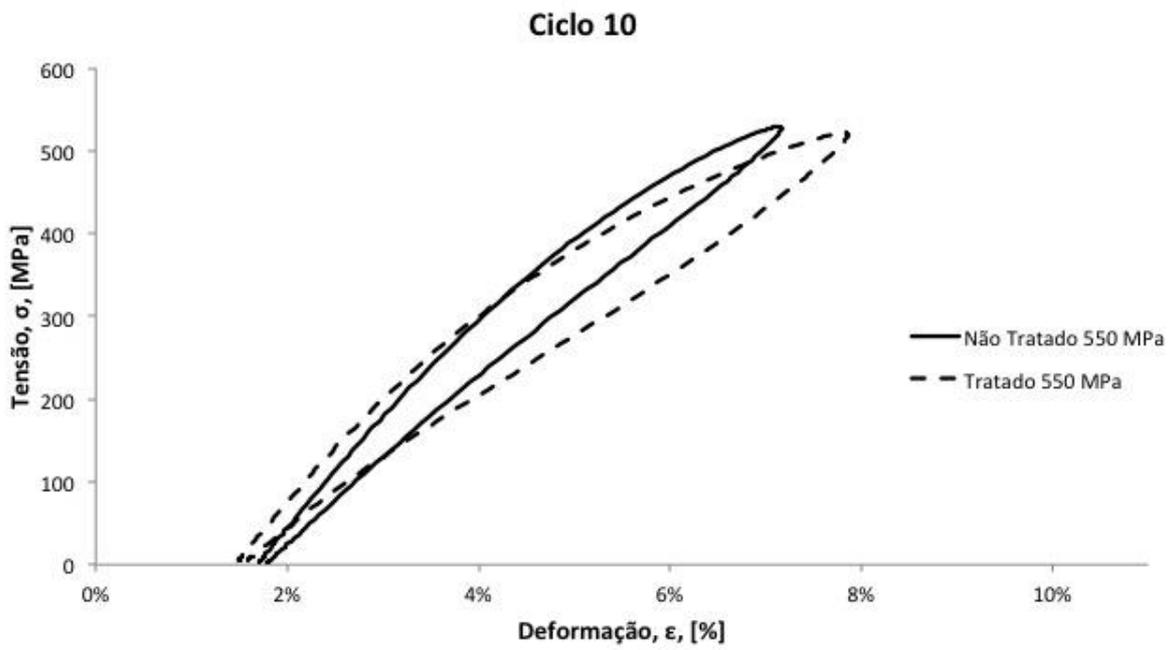
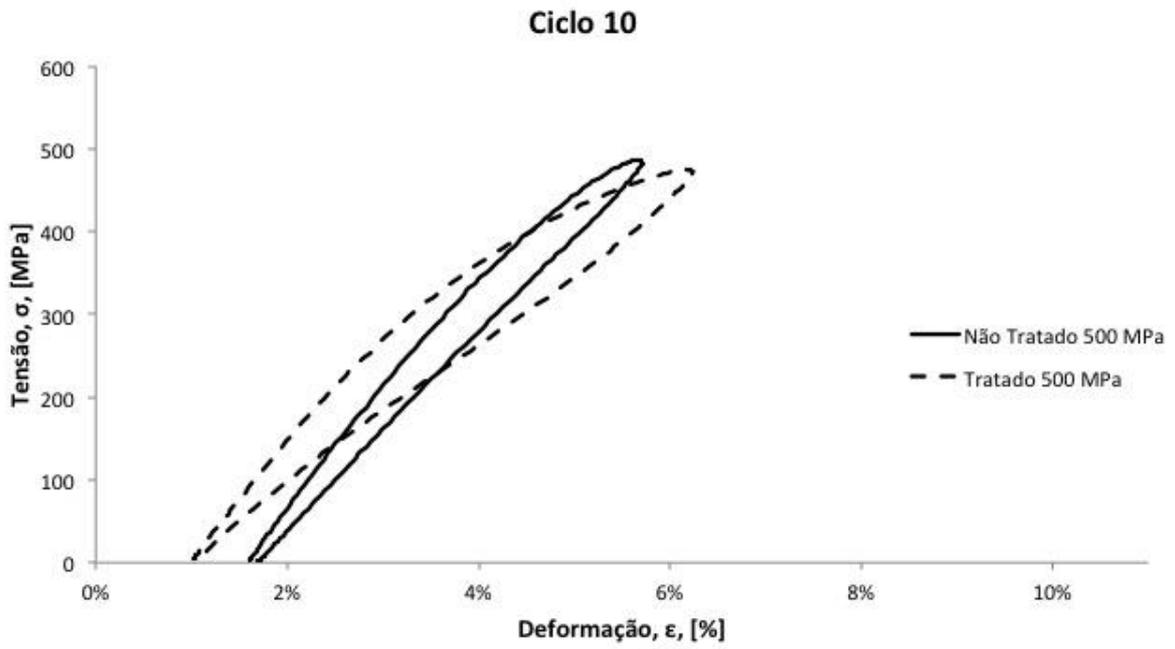


Ciclo 10

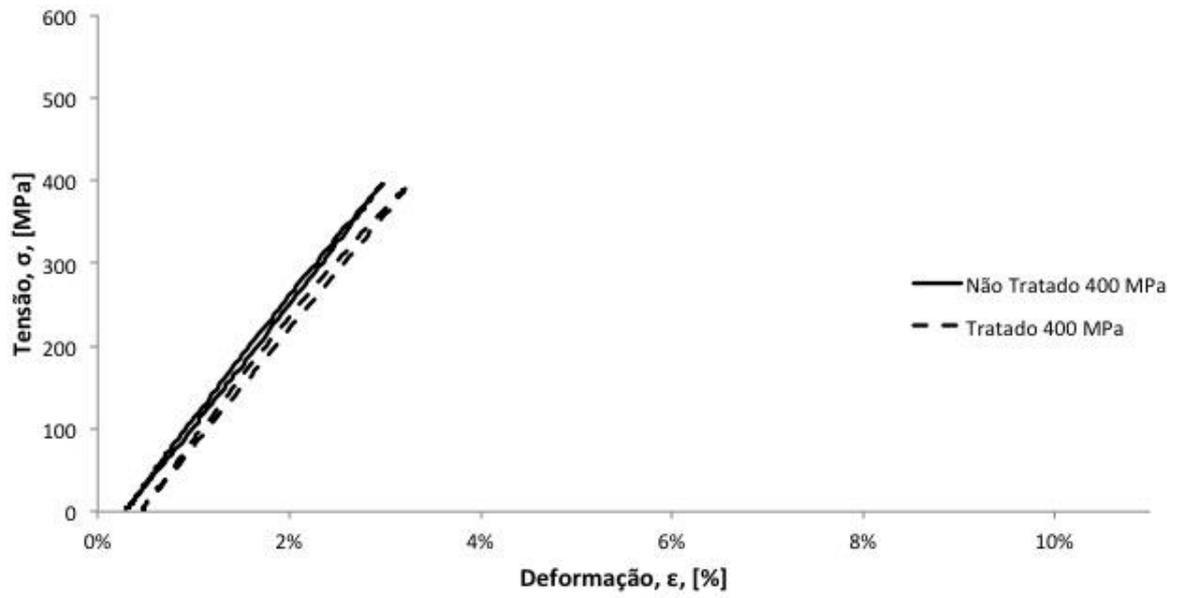


Ciclo 10

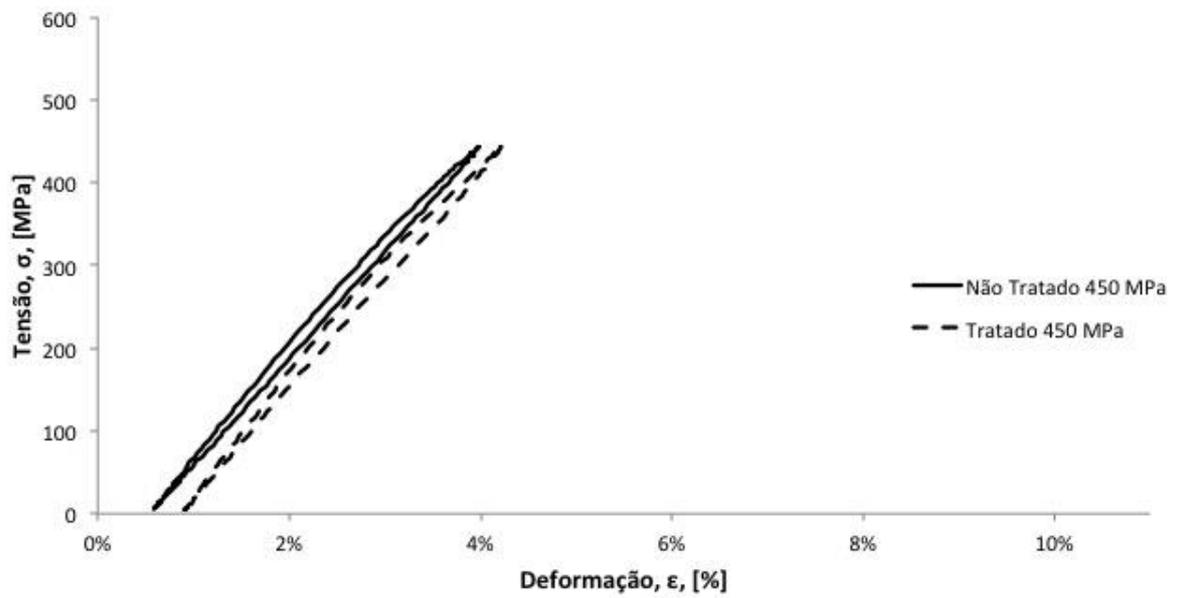


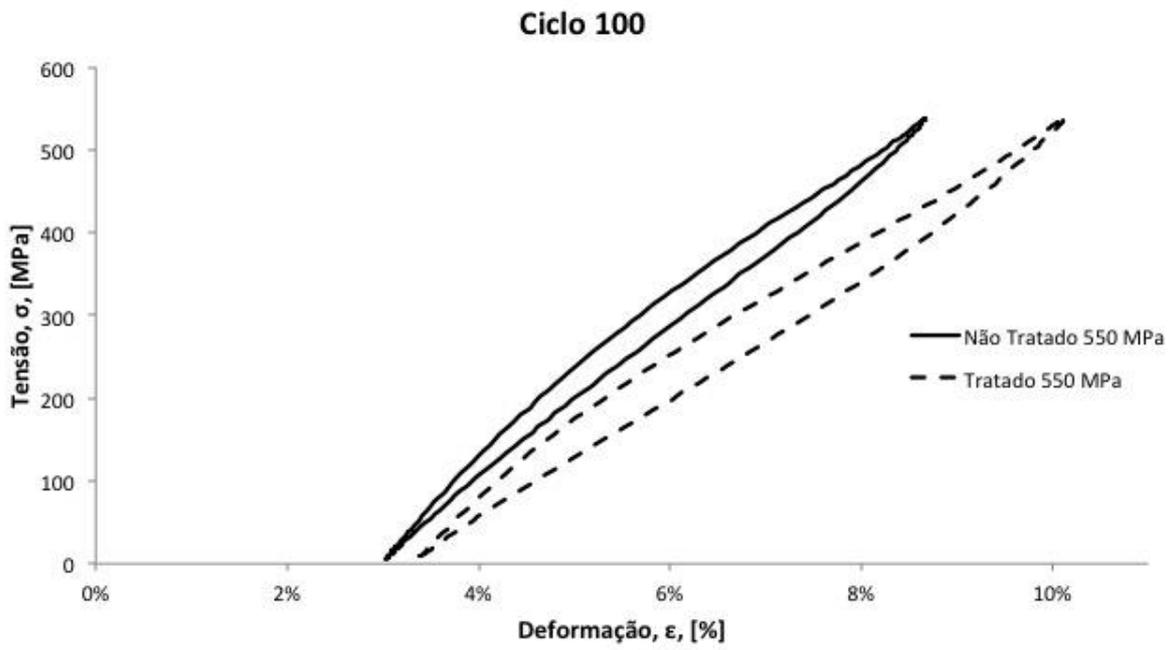
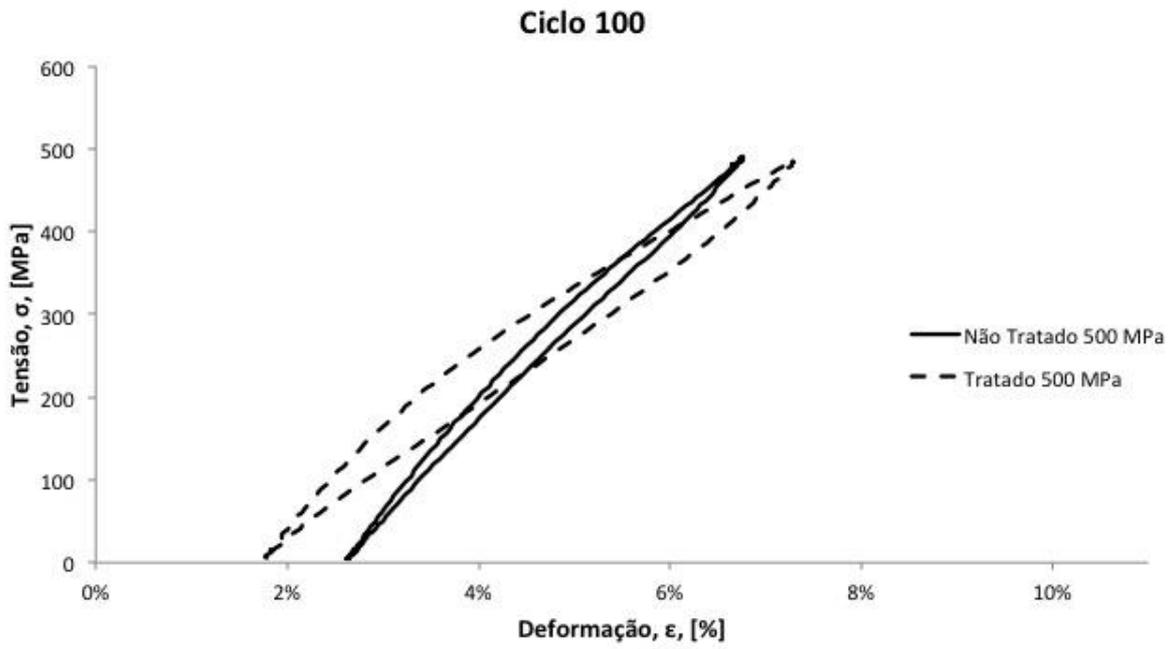


Ciclo 100

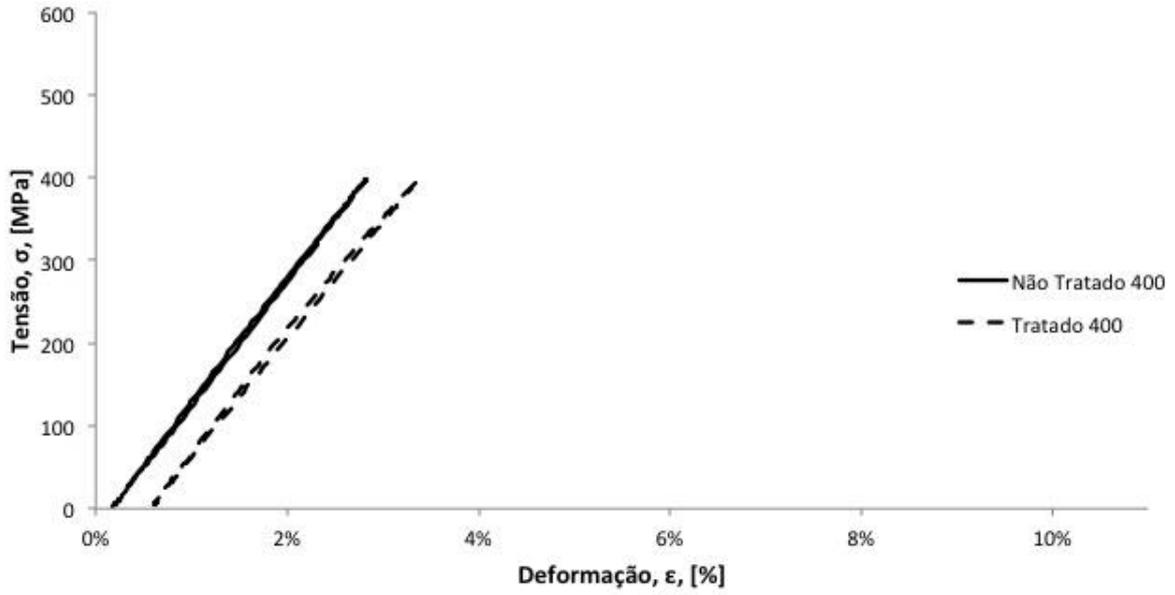


Ciclo 100

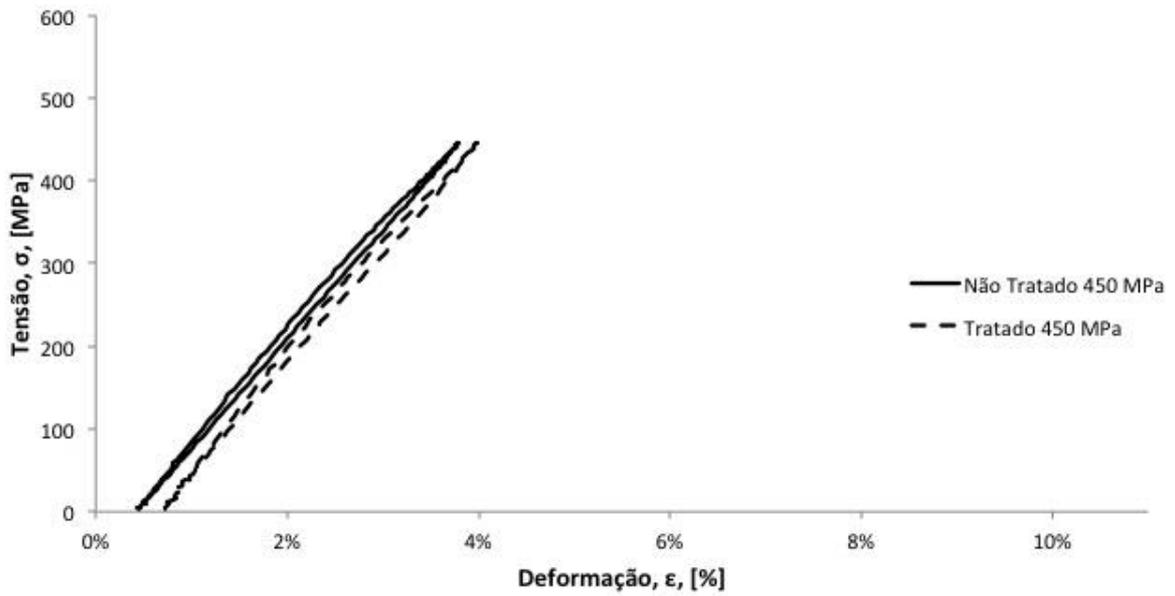


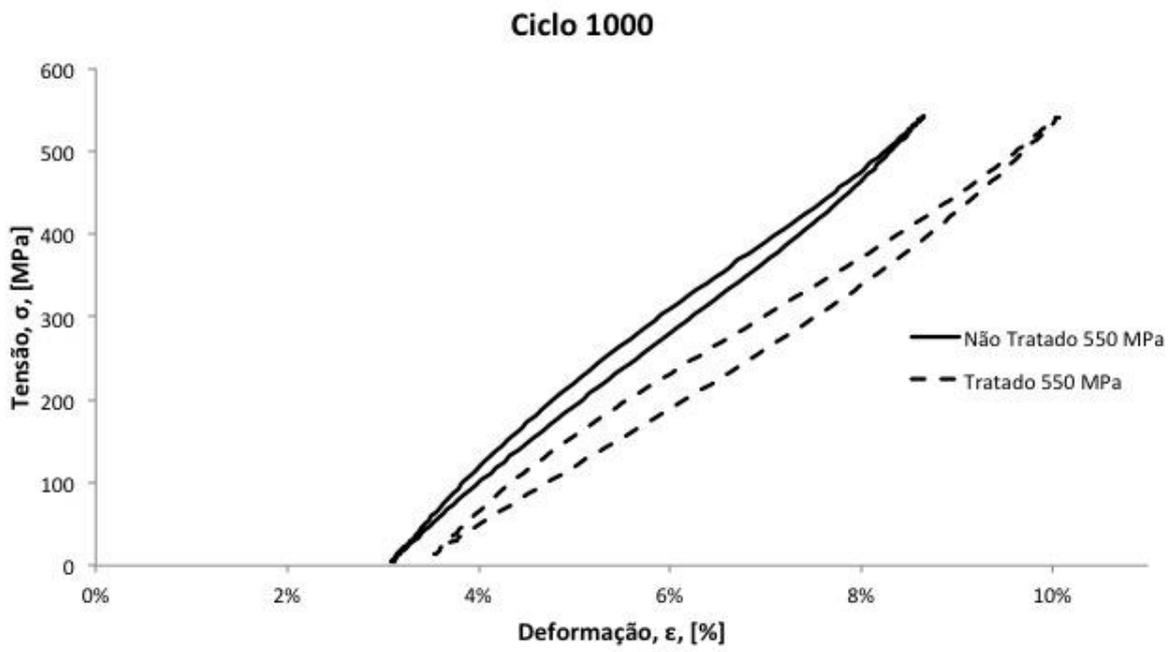
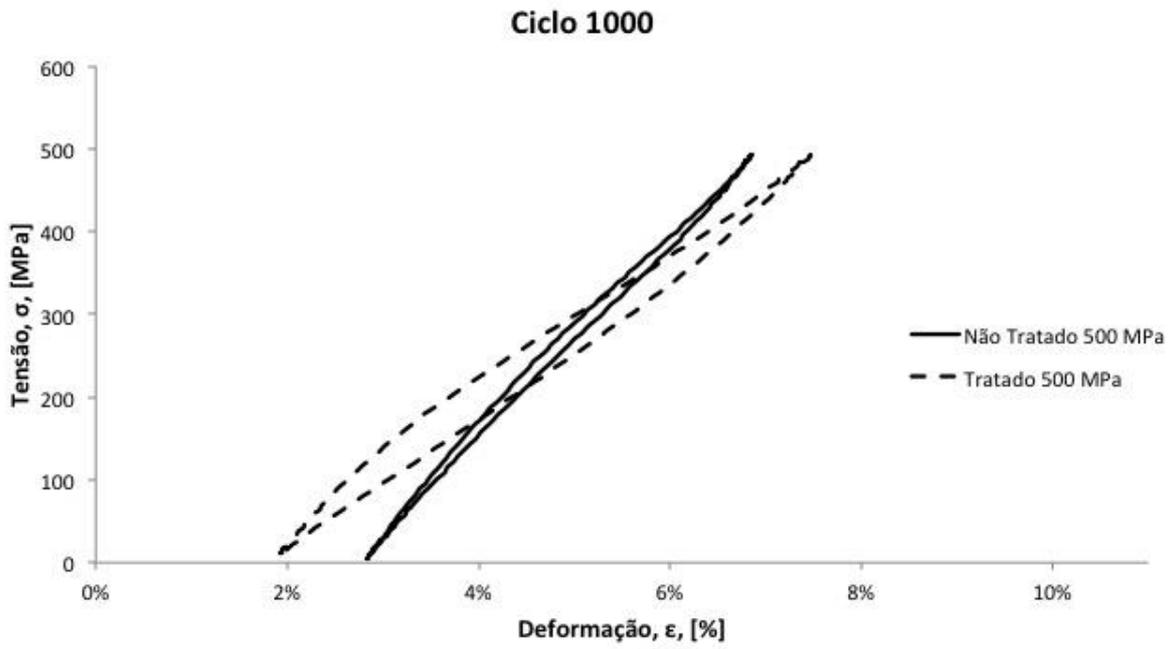


Ciclo 1000

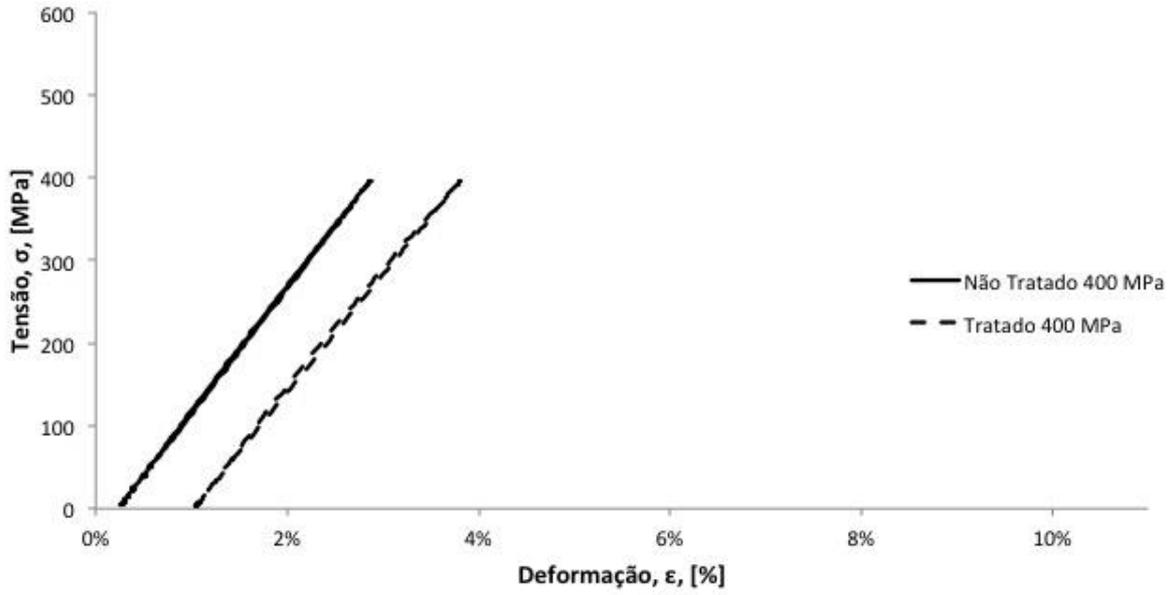


Ciclo 1000

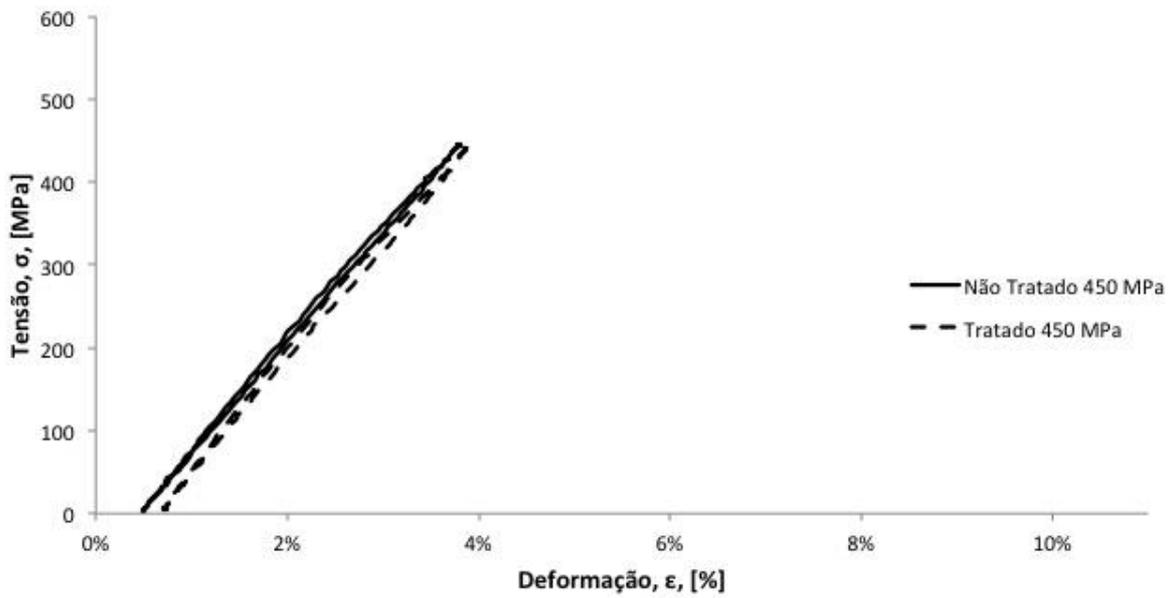




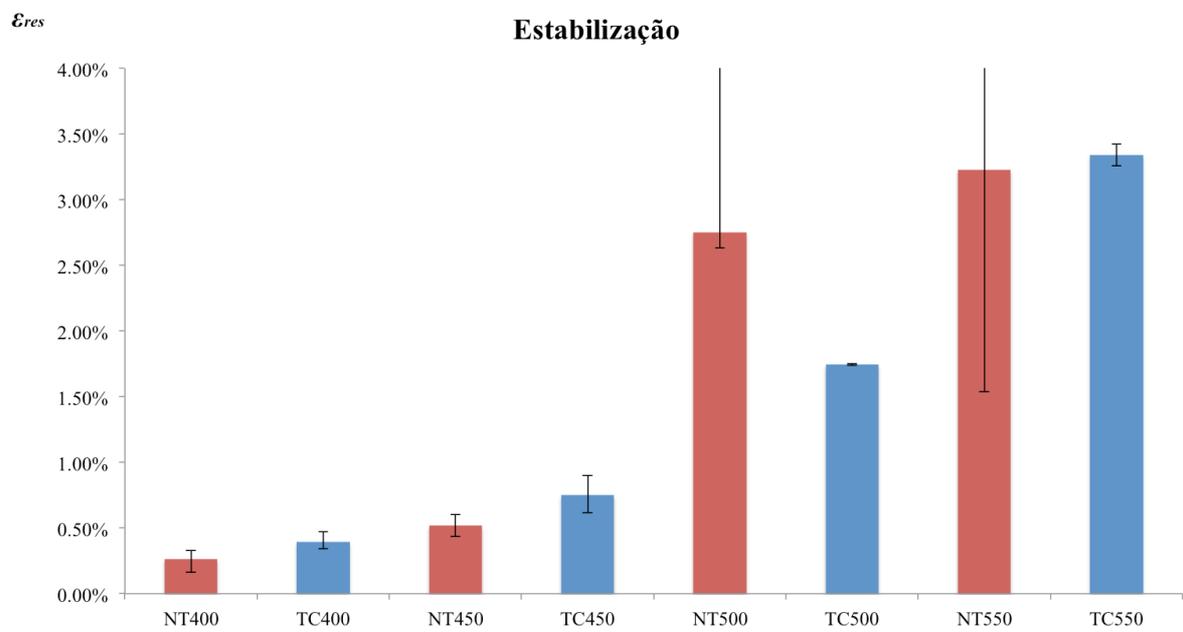
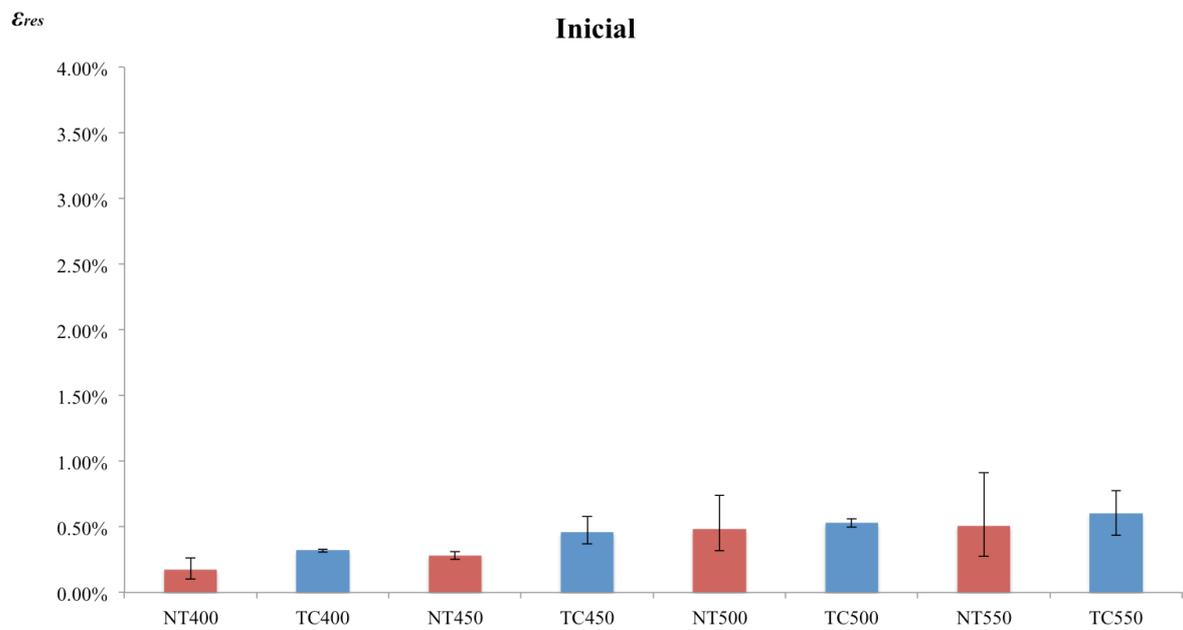
Ciclo 10000



Ciclo 10000

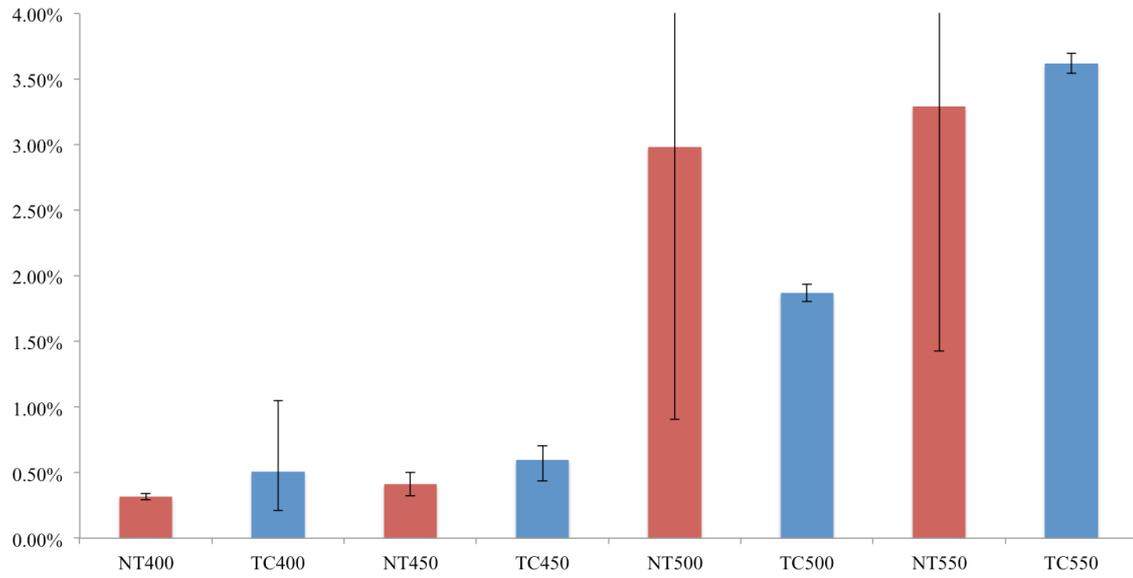


APÊNDICE B



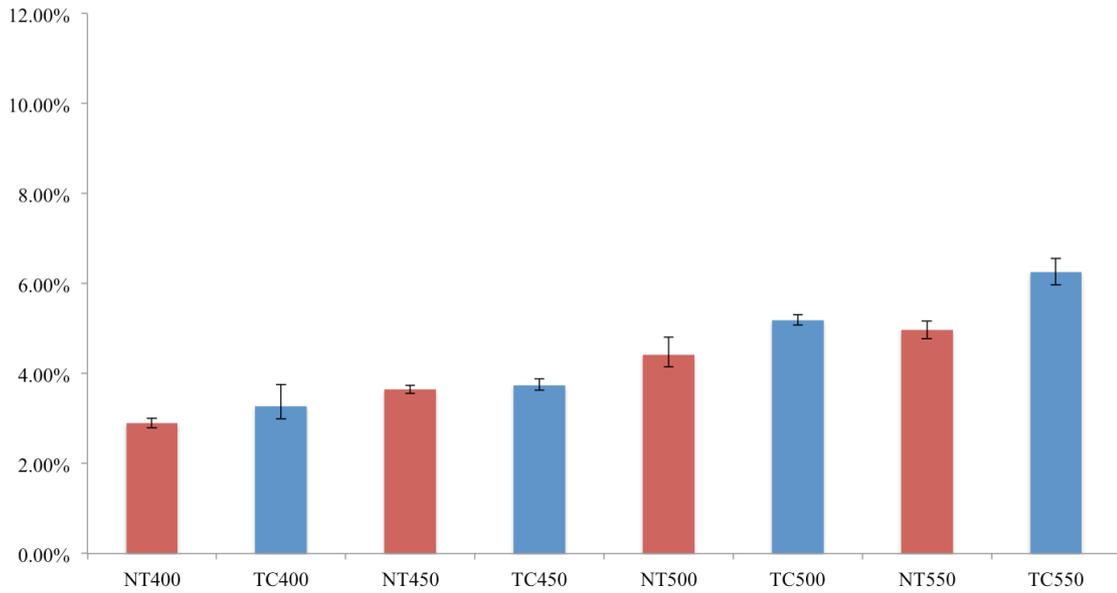
ϵ_{res}

Ruptura



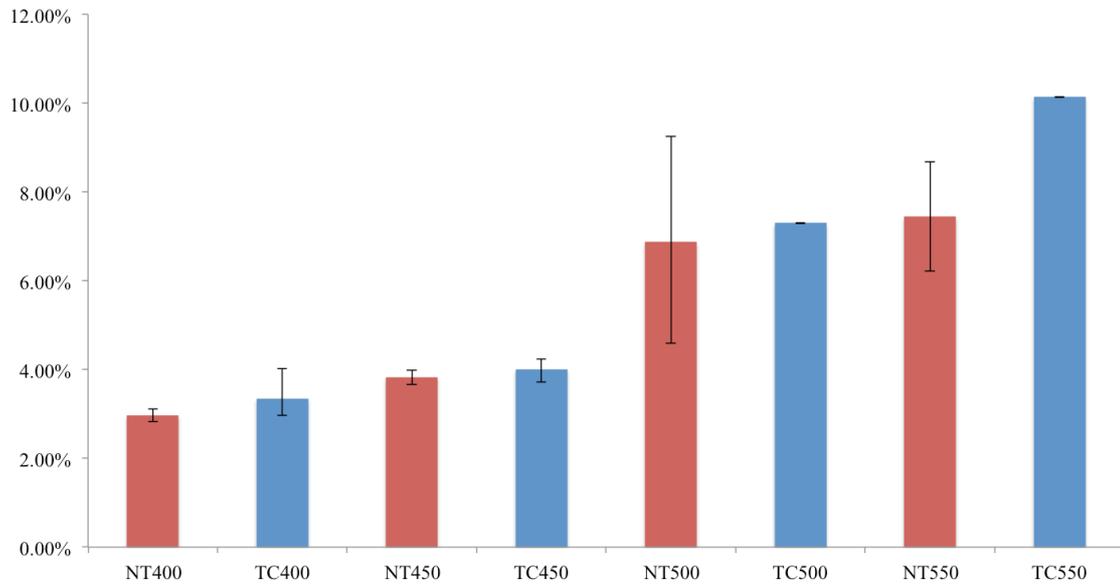
$\epsilon_{m\acute{a}x}$

Inicial



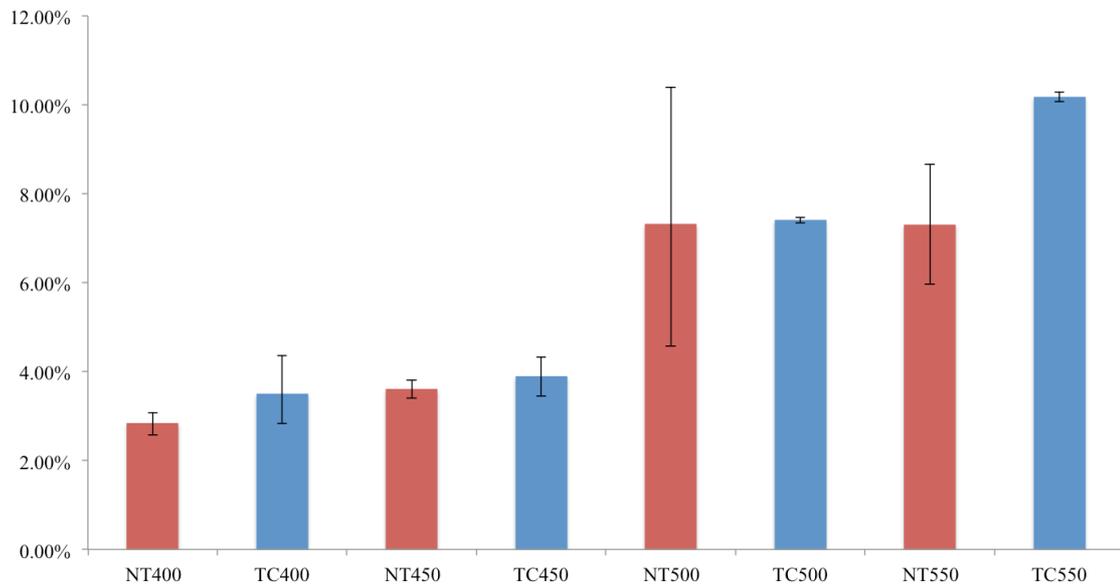
Emax

Estabilização



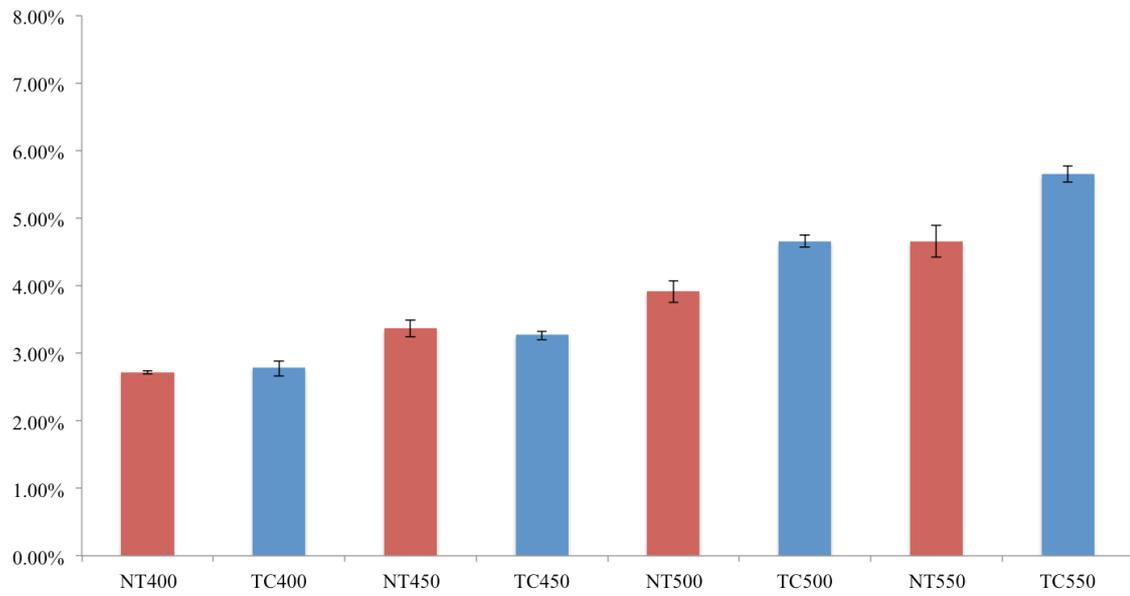
Emax

Ruptura



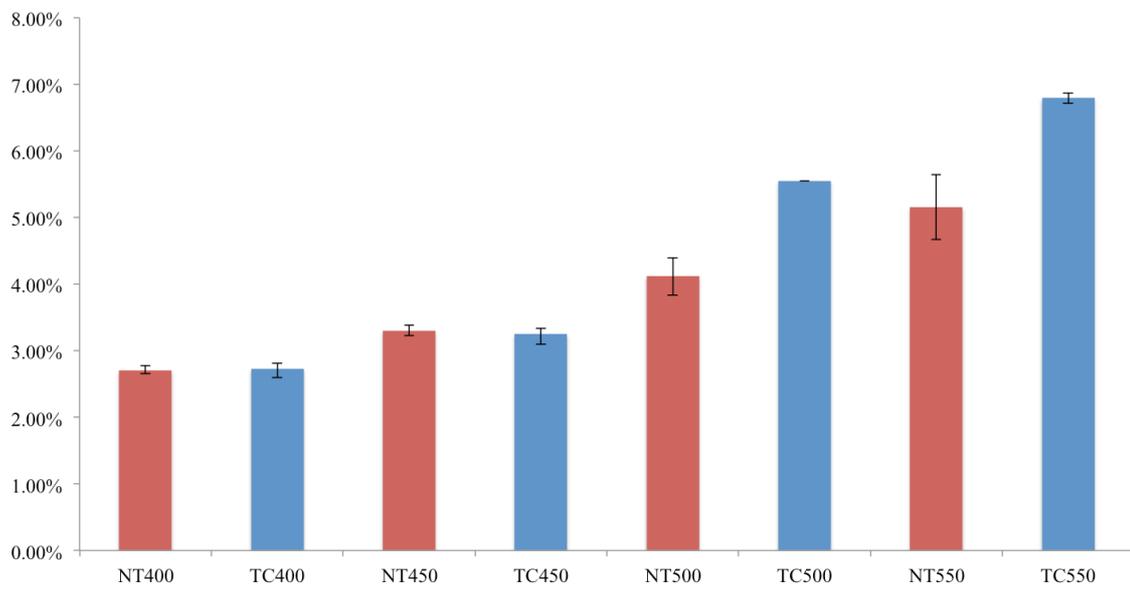
ϵ_{rec}

Inicial



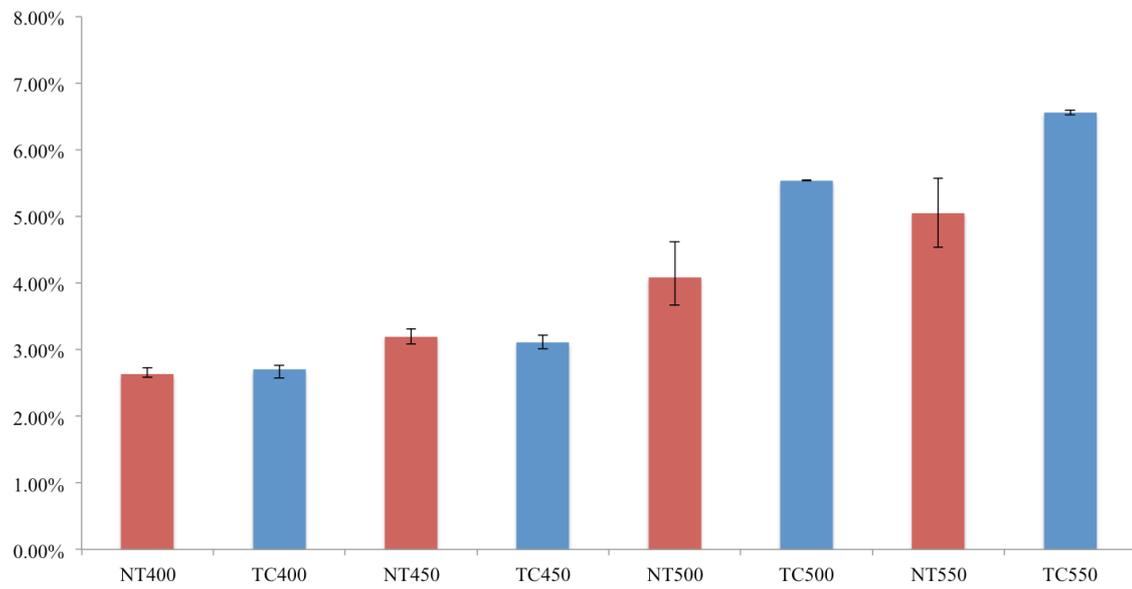
ϵ_{rec}

Estabilização



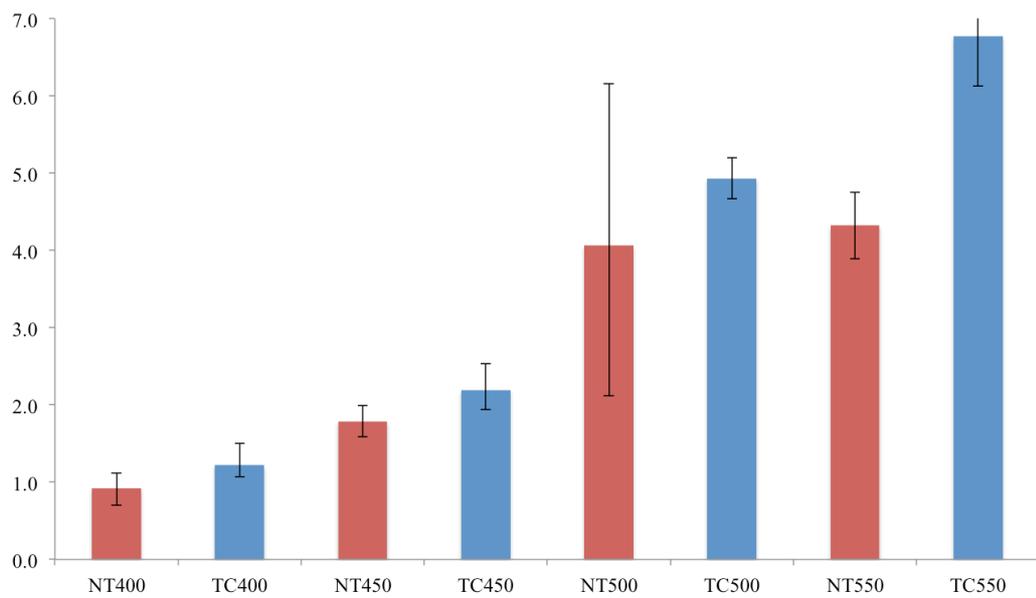
ϵ_{rec}

Ruptura



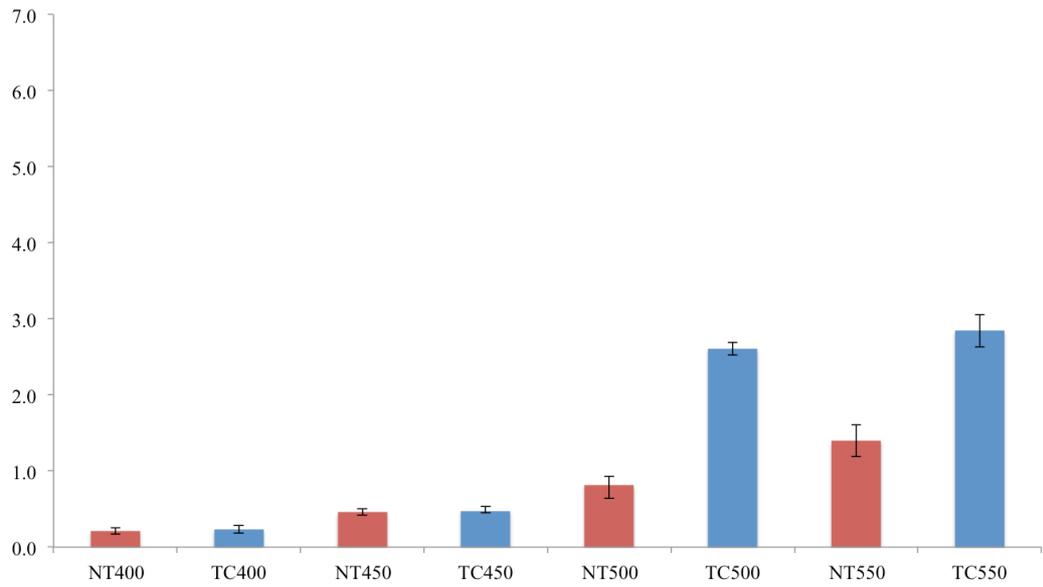
E_{diss} [MJ/m³]

Inicial



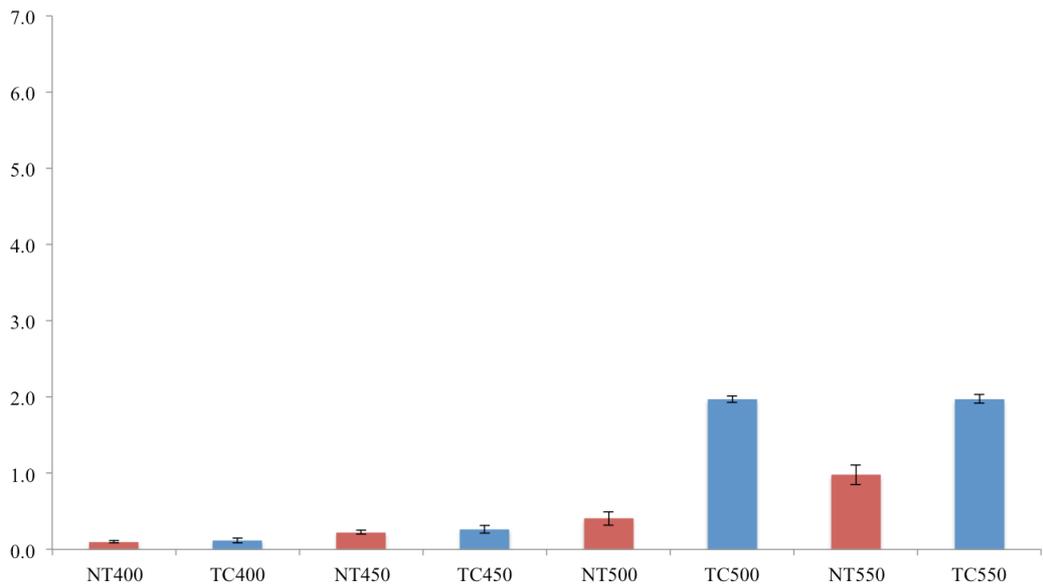
E_{diss} [MJ/m³]

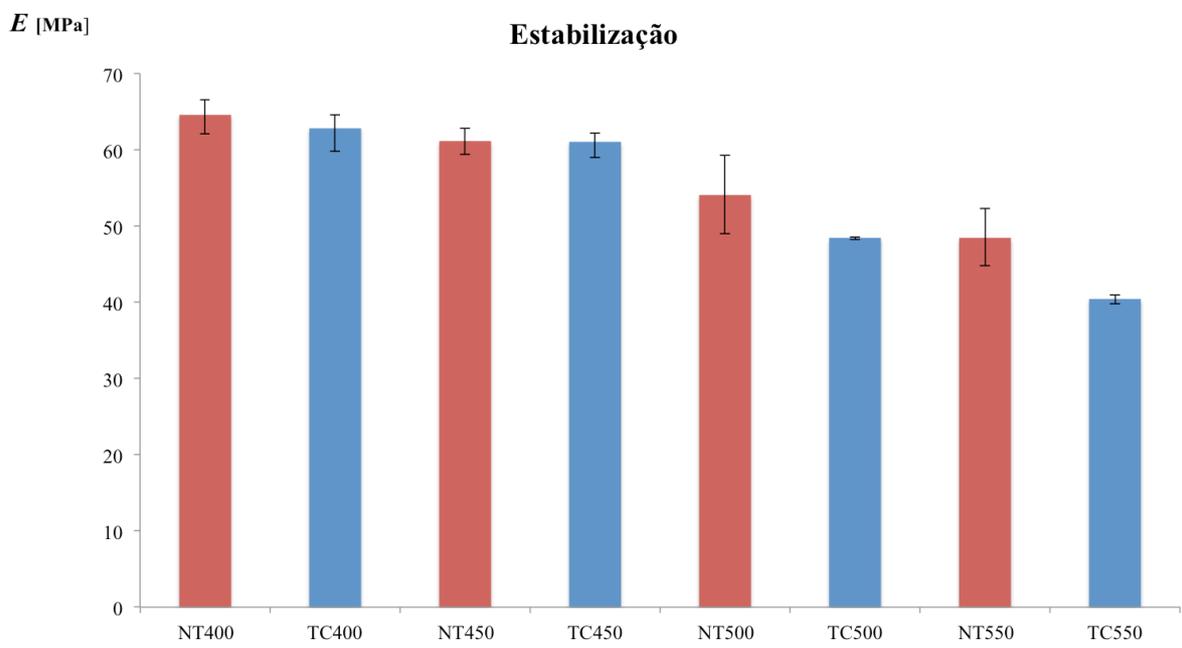
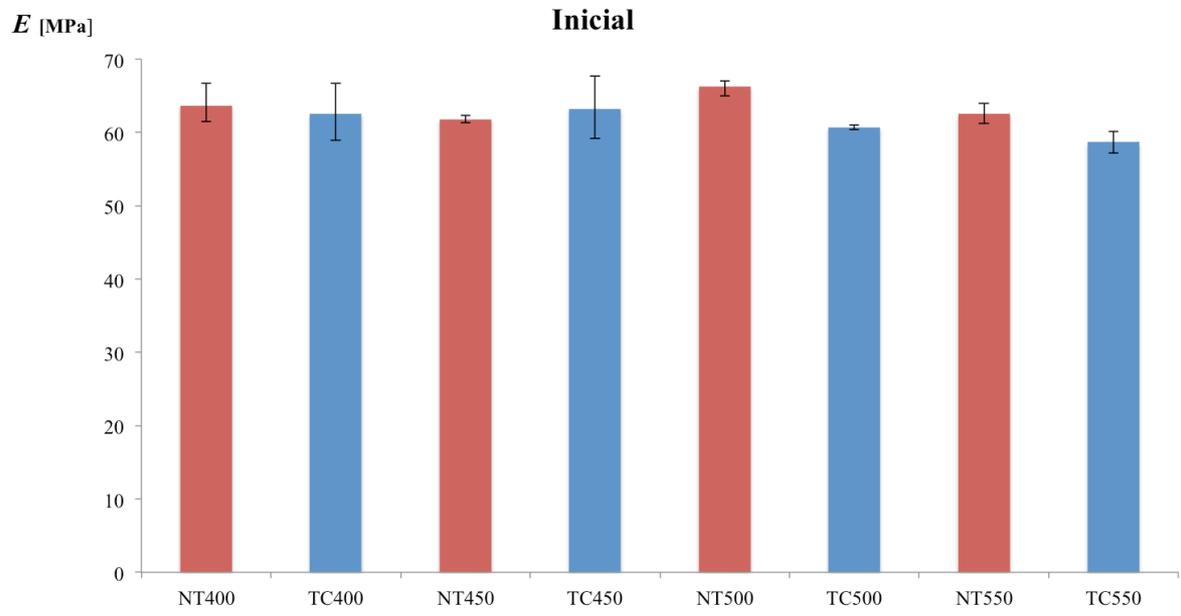
Estabilização



E_{diss} [MJ/m³]

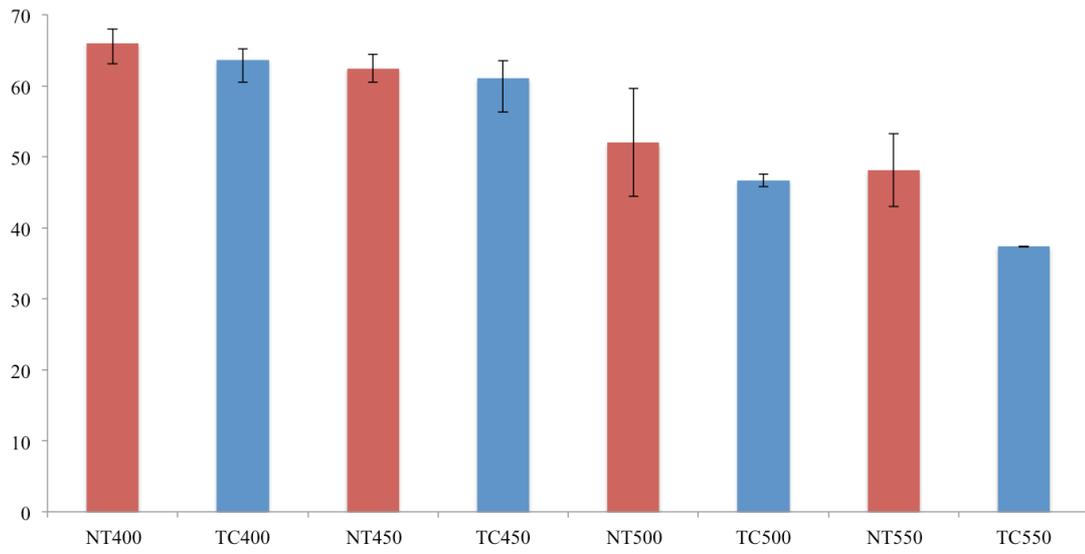
Ruptura





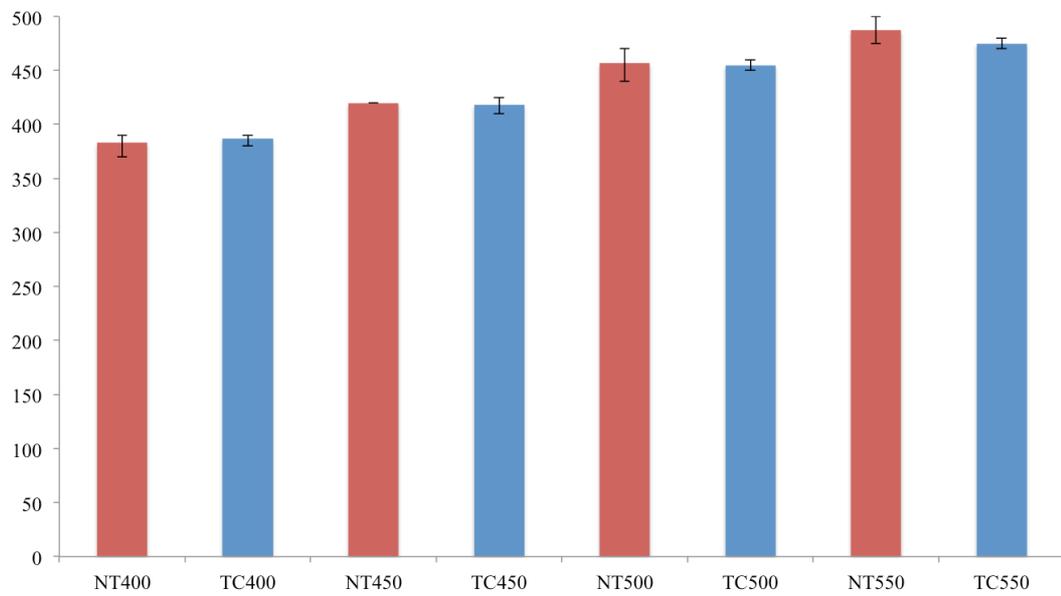
E [MPa]

Ruptura



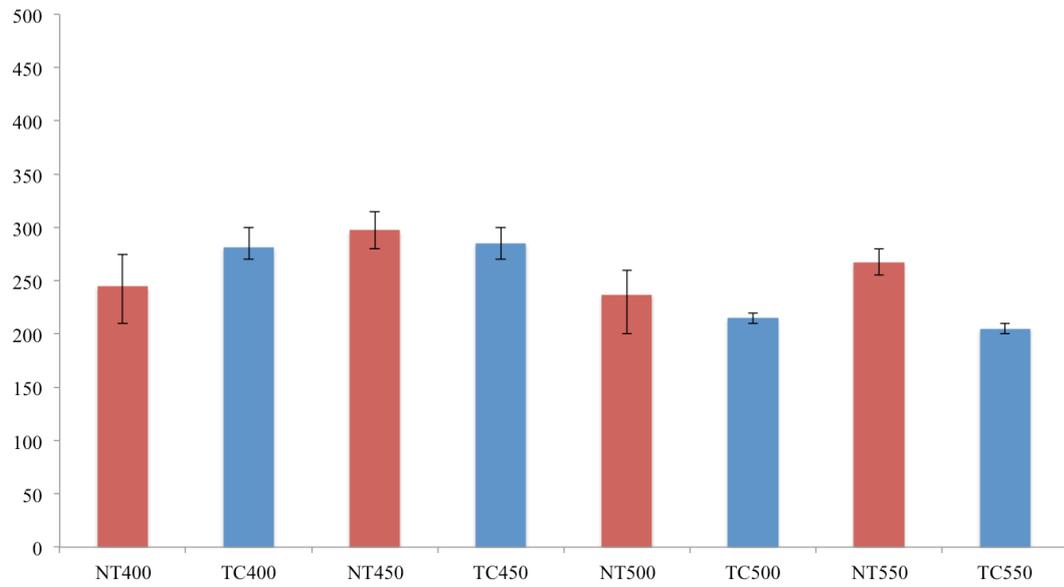
σ_{AM} [MPa]

Inicial



σ_{AM} [MPa]

Estabilização



σ_{AM} [MPa]

Ruptura

