



ANÁLISE DINÂMICA E CALORIMÉTRICA DO EFEITO MEMÓRIA DE FORMA EM FIOS DE Ti-Ni

Carlos Augusto do N. Oliveira, cano.oliveira@gmail.com
Cezar Henrique Gonzalez, gonzalez@ufpe.br
Niedson José da Silva, niedsonjs@yahoo.com.br
Severino Leopoldino Urtiga Filho, urtiga@ufpe.br
Euclides Cabral de Pina, kikipina@hotmail.com
Oscar Olímpio Araújo Filho, oscaroaf98@hotmail.com

¹ Universidade Federal de Pernambuco – Centro de Tecnologia e Geociências – Departamento de Engenharia Mecânica, Av. Acadêmico Hélio Ramos, s/n, Cidade Universitária, 50740-530, Recife – PE,

***Resumo:** O comportamento termoelástico das ligas com memória de forma torna possível o emprego de suas propriedades funcionais em atividades destinadas à função de sensores/atuadores. A indústria mecânica, robótica e a medicina são algumas das principais áreas onde são encontrados os mais notáveis exemplos de aplicações. Estas aplicações se objetivam na tentativa de miniaturizar os elementos mantendo sempre uma boa relação entre massa e força. Este trabalho é baseado na análise do comportamento dinâmico de atuadores com a forma de fios. Estes atuadores são obtidos por meio da prévia seleção de tratamentos térmicos. O desenvolvimento deste estudo se dá pela pesquisa dos resultados de técnicas de caracterização como a calorimetria diferencial de varredura (DSC), análise dinâmico-mecânica (DMA) e a difração de raios-X. Entre os principais resultados esperados, procura-se determinar o comportamento do fio mediante solicitações dinâmicas e térmicas, fazendo comparações com os resultados da difração de raios-X e calorimetria.*

***Palavras-chave:** Ligas de Ti-Ni, análise dinâmico-mecânica, Difração de raios-X, fase R.*

1. INTRODUÇÃO

A elevada capacidade de amortecimento proveniente das transformações de fase observadas em ligas com efeito memória de forma faz das mesmas, elementos apropriados para aplicações destinadas ao amortecimento de vibrações. Muitas aplicações dentro da indústria mecânica e construção civil são o resultado do estudo de ligas de Ti-Ni com aplicação na confecção de dispositivos utilizados como isoladores e amortecedores de vibrações mecânicas (Anderson et al, 1999). A principal técnica que permite a análise do fenômeno da capacidade de amortecimento desses materiais como o resultado da transformação martensítica é a análise dinâmico-mecânica (DMA) (Silva, 2009).

A resposta termomecânica desses materiais a estímulos como variação de temperatura e de tensão é influenciada por variações substanciais na composição química, processamento metalúrgico, tratamentos térmicos, ciclagem térmica e ciclagem termomecânica. Estes procedimentos são capazes de gerar alterações no comportamento do material em relação a capacidade de amortecimento e mesmo alterações na transformação de fase. Estas transformações podem se apresentar em uma (B2 B19) ou duas etapas (B2 R B19). A transformação em duas etapas envolve uma fase com estrutura romboédrica, muito conhecida como fase R. Esta fase é originada a partir da interação entre os precipitados oriundos da decomposição do TiNi em fases mais estáveis com os campos de tensões do material (Kim et al, 2004).

Esta pesquisa estuda a influencia da transformação de fase na capacidade de amortecimento obtida em uma liga comercial de TiNi com composição de Ti50,4at%Ni . O estudo das transformações de fase desse material é conduzido por meio da calorimetria diferencial, difração de raios-X e análise dinâmico-mecânica. A calorimetria permite a visualização das transformações em uma ou duas etapas obtidas segundo os tratamentos térmicos aplicados. A difração de raios-X facilita a identificação dos precipitados presentes no material após o processamento termomecânico e a análise dinâmico-mecânica permite a análise da capacidade de amortecimento da liga em função dos tratamentos térmicos aplicados e da sequencia de transformação obtida.

2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Neste artigo é desenvolvido o estudo do desempenho do efeito memória de forma em um fio comercial de Ti-Ni com diâmetro de 0,89 mm e composição de Ti50,4at%Ni. Este material é submetido a tratamentos térmicos que constam da homogeneização a temperatura de 400°C (T1) e 500°C (T2) por um período de 24 horas e resfriamento em água a 25°C. As temperaturas dos tratamentos térmicos foram selecionadas devido a análise o diagrama de fase de Ti-Ni que para esta composição encontram-se abaixo do campo de estabilidade da fase TiNi, este fato permite a análise da decomposição dos precipitados. O envelhecimento de 24 horas foi estudado como uma referencia a resultados de estudos anteriores que mostraram a transformação em duas etapas para a temperatura de 400°C e em uma etapa para a temperatura de 500°C.

A calorimetria diferencial de varredura é aplicada para identificar modificações na transformação de fase proveniente de cada um dos tratamentos térmicos aplicados. Dentre estas modificações estão os picos de transformação de fase durante o aquecimento e resfriamento e as entalpias de transformação em cada segmento do ensaio. A calorimetria é conduzida entre temperaturas de -60°C e 100°C, com taxa de evolução de 10°C·min⁻¹. Este método foi utilizado para analisar o material na forma como-recebida e submetida aos tratamentos citados.

A identificação dos precipitados envolvidos com a decomposição da fase TiNi como o resultado dos diferentes tratamentos térmicos é realizada pelo aplicação da difração de raios-X. Este ensaio é realizado no intervalo de 2° a 100°, onde a taxa de evolução aplicada ficou em 4°C·min⁻¹.

A diferença de comportamento quando a capacidade de amortecimento é verificada através da análise dinâmico-mecânica. Esta técnica estuda o comportamento do material quando submetido a cargas dinâmicas, a resposta às cargas aplicadas de forma oscilante com variação de temperatura é o que na literatura é chamado de capacidade de amortecimento. Outra propriedade obtida por meio desta técnica é o módulo de armazenamento cujo comportamento esta relacionado com a rigidez do material. Este estudo se deu com os fios fixados pelo método de ensaio de viga simplesmente engastada, com freqüência de oscilação de 1Hz, a amplitude de deslocamento nos experimentos foram de 5µm e a taxa de evolução do ensaio de 5°C·min⁻¹. Os resultados foram coletados apenas durante o processo de aquecimento, pós o equipamento não constava de sistema de arrefecimento e surgiram algumas dificuldades na obtenção de nitrogênio líquido para acelerar o processo de resfriamento e as limitações do equipamento para a realização do arrefecimento de forma controlada.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1. Calorimetria Diferencial de Varredura

O método de calorimetria aplicado neste estudo permitiu a visualização da transformação de fase em uma (B2 B19') e duas etapas (B2 R B19') oriunda dos tratamentos de 500°C e 400°C, respectivamente (Paula et al, 2004). A figura 1 exhibe as curvas de fluxo de calor em função da temperatura para o material na forma como recebido. Não são observados picos de transformação nos segmentos de aquecimento e resfriamento. Como se trata de um fio obtido por meio de deformação por trefilação as agulhas de martensita devem estar bloqueada pelo alto nível de discordâncias do gerado no material, o que impede a visualização da transformação de fase.

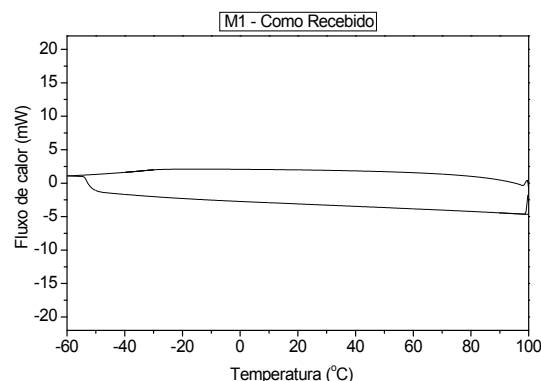


Figura 1. Calorimetria diferencial de varredura do material na forma como recebido.

A figura 2 apresenta os resultados de calorimetria do material quando submetido aos tratamentos térmicos de 400°C e 500°C. O tratamento térmico a 400°C por um período de 24 horas gerou dois picos de transformação de fase durante o resfriamento. O primeiro pico de transformação romboédrica ocorre entre as temperaturas de 35°C e 40°C, o segundo da transformação martensítica ocorre entre as temperaturas de -10°C e 0°C. Observa-se uma elevada histerese térmica entre as transformações, o que deixa a resposta do material a estímulos, mais lenta. Para o material submetido ao tratamento térmico a temperatura de 500°C, a transformação acontece apenas em uma etapa. A austenita sede diretamente lugar a martensita durante o resfriamento. Quando se compara a temperatura de transformação obtida em

cada um dos tratamentos térmicos, visualiza-se o deslocamento das mesmas para a direita. As temperaturas de transformação martensíticas da amostra tratada a 500°C são maiores e próximas da temperatura ambiente.

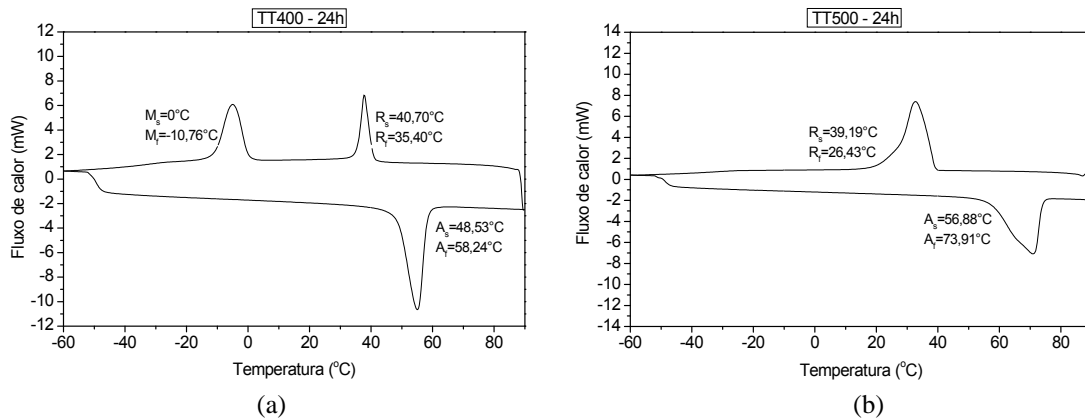
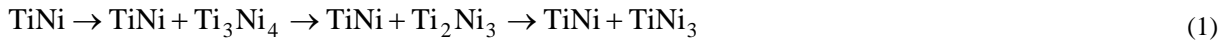


Figura 2. Calorimetria do material submetido a tratamento térmico. (a) 400°C e (b) 500 °C.

Com a elevação da temperatura dos tratamentos térmicos a transformação de fase passou de duas etapas a 400°C para apenas uma etapa a 500°C. Este fato pode ser explicado pela redução dos campos de tensões no material. Estes campos de tensões associados aos precipitados formados através da decomposição do TiNi em elementos mais estáveis induzem a formação da fase romboédrica no material (Garay et al, 2003). A redução desses campos de tensões e a decomposição dos precipitados segundo a reação da equação 1 abaixo, inibe a formação da fase R (Oliveira et al, 2007).



As entalpias de transformação durante o aquecimento são muito próximas das obtidas durante o resfriamento. A amostra submetida a 500°C apresenta durante o resfriamento entalpia de 25,99J/g e durante o aquecimento 24,81 J/g. Fazendo o somatório das entalpias das transformações que ocorrem durante o resfriamento da amostra submetida a 400°C tem-se o valor de entalpia de 34,79J/g e durante o aquecimento o valor de 32,11J/g. Os valores superiores de entalpia de 400°C indicam que esta exibe mais reações de transformação no material (Oliveira et al, 2007).

3.2. Difração de raios-X

A difração de raios-X foi realizada nas amostras sob três condições: com o material na forma como recebido, submetido ao tratamento de 400°C e 500°C. A figura 3 mostra o espectro da difração de raios-X para uma amostra de material na forma como recebido. Neste difratograma é possível identificar a fase TiNi₃ que esta envolvida com o processo de decomposição do TiNi, além de outras fases.

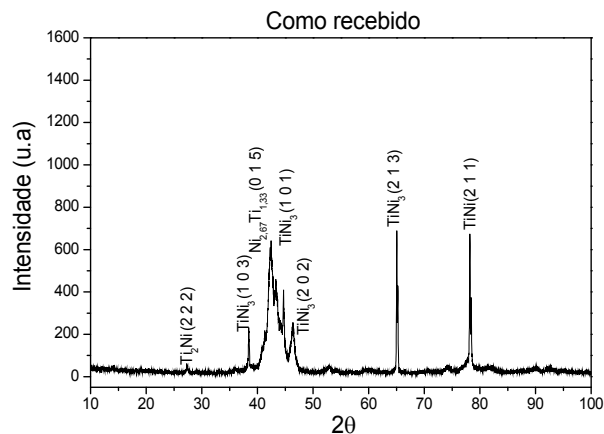


Figura 3. Difratograma do material na forma como recebido.

A figura 4 expõe os espectros de difração de raios-X das amostras submetidas aos tratamentos térmicos. O material submetido a tratamentos térmico apresenta as fases TiNi₃ citadas, além de outras fases como o Ti₃Ni₄, também envolvido com a decomposição da fase TiNi. A diferença entre a intensidade dos picos da fase Ti₃Ni₄ entre os

tratamentos térmicos indica que a temperatura de 500°C, permite uma maior dissociação deste elemento, evitando a fase R a esta temperatura de tratamento térmico.

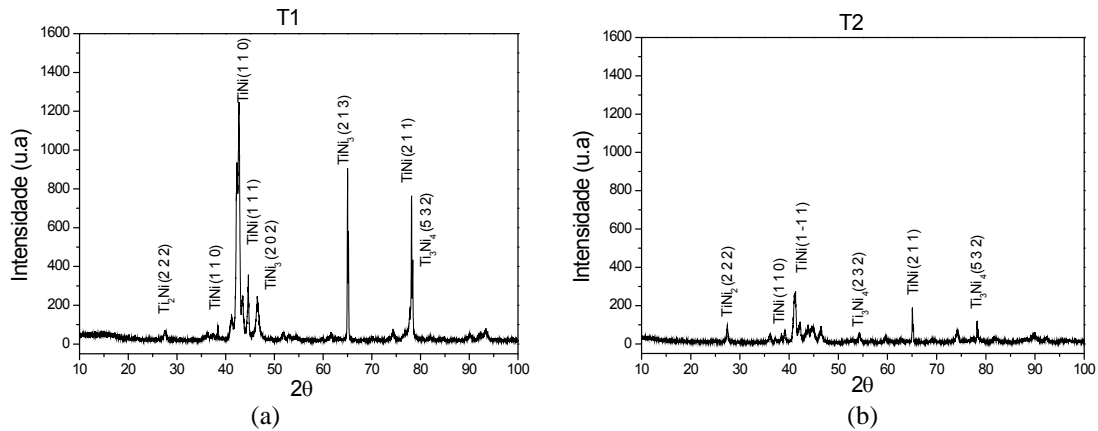


Figura 4. Difratograma do material submetido a tratamento térmico. (a) 400°C e (b) 500 °C.

Quando se compara os resultados obtidos através da calorimetria tem-se que quando se aplica a temperatura de 400°C para o tratamento térmico, surgem picos de transformação da fase R e martensítica durante o resfriamento. Na difração de raios-X para a amostra submetida a esta temperatura observam-se picos das fases TiNi₃ e Ti₃Ni₄ com maior intensidade, o que permite se concluir que estes precipitados reagem com mais intensidade com os campos de tensões que aqueles precipitados observados na temperatura de tratamento de 500°C, que apresenta picos de menor amplitude quando se comparam os mesmos precipitados.

3.3. Análise Dinâmico-Mecânica (DMA)

Com o objetivo de fazer uma correlação entre o comportamento mecânico e a transformação martensítica é aplicado neste estudo à análise dinâmico-mecânica do material. Os fios são submetidos ciclos dinâmicos de carregamento e descarregamento com variação de temperatura. A figura 5 exibe a curva do módulo de armazenamento do material estudado na forma como recebido, tratado a 400°C e a 500°C. A curva do material sem tratamento apresenta a menor rigidez, esta rigidez se eleva com a aplicação dos tratamentos térmicos. A amostra de material submetida ao tratamento à temperatura de 500°C apresenta menor rigidez que a amostra tratada a temperatura de 400°C. Este fato pode ser explicado pela menor quantidade de tensões presentes no material submetido a 500°C. Esta temperatura permite maior redução das tensões e defeitos do material que como consequência reduz o efeito memória de forma para esta condição. Os resultados de entalpia obtidos durante a calorimetria diferencial de varredura confirmam a maior quantidade de reações de transformação na amostra submetida ao tratamento de 400°C.

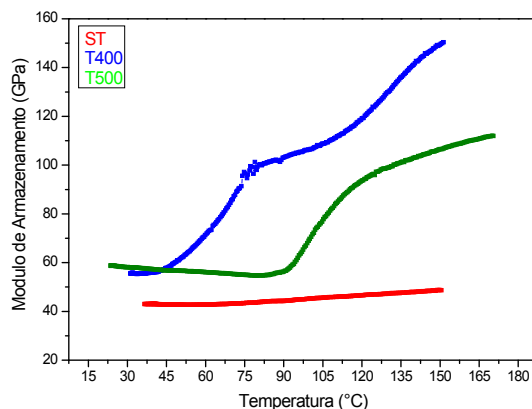


Figura 3. Curvas de amortecimento em função da temperatura.

4. CONCLUSÕES

- a) Os tratamentos térmicos de 400°C e 500°C apresentaram diferentes seqüências de transformação. O tratamento realizado a temperatura de 400°C apresentou a transformação em duas etapas e o tratamento a temperatura de 500°C exibiu a transformação em uma etapa. As temperaturas de transformação se deslocaram para a direita conforme se eleva a temperatura de tratamento térmico e a transformação martensítica passa a acontecer próxima da temperatura ambiente.

- b) As entalpias de transformação e os resultados obtidos por meio da difração de raios-X indicam que quando o material é submetido ao tratamento térmico a temperatura de 400°C, apresenta mais reações de transformação. A elevada intensidade dos picos dos precipitados TiNi₃ e Ti₃Ni₄ do tratamento de 400°C em relação ao tratamento de 500°C facilitam o entendimento da transformação em duas etapas para a primeira temperatura.
- c) As curvas de amortecimento exibem a alteração do comportamento do material após a realização dos tratamentos térmicos. A rigidez torna-se maior para as amostras submetidas ao tratamento a 400°C. O maior nível de defeitos presente nesta amostra possibilita uma maior capacidade de amortecimento que também se verifica pela maior intensidade dos picos de entalpia.

5. AGRADECIMENTOS

Agradecemos aos órgãos de fomento Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) e Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pelo suporte financeiro e bolsas de estudo a este projeto de pesquisa. Agradecemos ao LaMMEA (Laboratório multidisciplinar de materiais e estrutura ativas) da UFCG pelo suporte técnico.

6. REFERÊNCIAS

- ANDERSON, P. A.; SANGESLAND, S. Detailed study of shape memory alloys in oil well applications., Sintef petroleum research, Trondheim, Norway (1999).
- Garay, J.E; Anselmi-Tamburini, U.; Munir, Z.A., “Enhance growth of intermetallic phases in the Niti system by current effects”; Acta Mater., v.51, p.4487– 4495. 2003
- PAULA, A .S.; CANEJO,J.P.H.G.; MARTINS, R.M.S.;BRAZ FERNANDES, F.M., “ Effect of thermal cyclin on the transformation temperature ranges of a Ni-Ti shape memory alloy”; Mater Sci. Eng. A, v.378, p.92-96, 2004.
- OLIVEIRA, C. A. N.; GONZALEZ, C. H.; ARAÚJO, C. J.; ROCHA, J. O. S.; URTIGA FILHO, S. L.; QUADROS, N. F.” Thermo-elastic Characterization of Cu-Zn-Al shape memory ALLOY spring actuators”. Congresso Brasileiro de Engenharia Mecânica, Brasília 2007.
- Silva, N. J. “Estudo do comportamento termomecânico de uma liga Ni-Ti com memória de forma usando análise dinâmico-mecânica (DMA)” Dissertação de Mestrado, Campina Grande, 2009.
- Kim, J.I.; Liu, Y. and Miyazaki, S. “Ageing-induced two-stage R-phase transformation in Ti-50.9at%Ni”. Acta Materialia 52 (2004) 487–499.

7. DIREITOS AUTORAIS

Os autores são os únicos responsáveis pelo conteúdo do material impresso incluído no seu trabalho.



VI CONGRESSO NACIONAL DE ENGENHARIA MECÂNICA
VI NATIONAL CONGRESS OF MECHANICAL ENGINEERING
18 a 21 de agosto de 2010 – Campina Grande – Paraíba - Brasil
August 18 – 21, 2010 – Campina Grande – Paraíba – Brazil

SHAPE MEMORY EFFECT DINAMIC ANALISYS ON Ti-Ni WIRES

Carlos Augusto do N. Oliveira, cano.oliveira@gmail.com

Cezar Henrique Gonzalez, gonzalez@ufpe.br

Niédson José da Silva, niedsonjs@yahoo.com.br

Severino Leopoldino Urtiga Filho, urtiga@ufpe.br

Euclides Cabral de Pina, kikipina@hotmail.com

Oscar Olímpio Araújo Filho, oscaroaf98@hotmail.com

¹ Universidade Federal de Pernambuco – Centro de Tecnologia e Geociências – Departamento de Engenharia Mecânica, Av. Acadêmico Hélio Ramos, s/n, Cidade Universitária, 50740-530, Recife – PE,

Abstract. *The shape memory effect thermoelastic behavior makes possible the use of its functional properties as sensors/actuators. Mechanical industries, robotics and medicine are some of the main areas to find the most notable applications. These applications are use to miniaturization of elements keeping always a good relation between mass and force. This work is based on the dynamic mechanic behavior of Ti-Ni wires. These actuators are obtained by heat treatments. This study development is the result of characterization techniques as DSC, DMA and XRD. Among the expected result it is search the wire behavior on dynamic and thermal solicitation on comparisons with XRD ad DSC results.*

Keywords: *Ti-Ni Alloys, DMA, X-ray diffraction, R phase.*