



AVALIAÇÃO DA EVOLUÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS ASSOCIADAS AO EFEITO DE MEMÓRIA DE FORMA E SUPERELASTICIDADE EM ARAMES DE LIGAS DE Ni-Ti¹

Daniel de Carvalho Silva²
 Taffael Gonçalves Andrade²
 Shimeni Baptista Ribeiro³
 Andersan dos Santos Paula⁴
 Karimbi Koosapa Mahesh⁵
 Francisco Manuel Braz Fernandes⁶
 Jorge Otubo⁷

Resumo

As amostras estudadas neste trabalho foram originadas de arames de uma liga Ni-Ti rica em Ti, com efeito de memória de forma acima da temperatura ambiente e suposto caráter superelástico em temperaturas acima de aproximadamente 100°C, elaborada e processada termomecanicamente em escala industrial e submetida posteriormente a tratamentos térmicos de recozimento em escala laboratorial. As amostras com distintas condições de processamento tiveram suas propriedades mecânicas avaliadas por meio de ensaio de tração uniaxial a distintas temperaturas nos campos de estabilidade da martensita e austenita, os quais foram previamente determinados por meio da análise térmica de Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC).

Palavras-chave: Liga de Ni-Ti; Efeito de memória de forma; Superelasticidade; Propriedades mecânicas.

EVALUATE OF MECHANICAL PROPERTIES EVOLUTION ASSOCIATED WITH THE SHAPE MEMORY EFFECT AND SUPERELASTICITY IN Ni-Ti ALLOY WIRES

Abstract

Samples studied in this work were originated from Ti-rich Ni-Ti alloys wires, with shape effect memory above room temperature and supposed to have superelastic behaviour at temperatures above approximately 100°C, subject to thermomechanical processing in industrial scale and subsequently heat treated in laboratorial scale. The mechanical properties of the samples with distinct processing conditions were evaluated by tensile test at distinct temperatures at martensite and austenite states, which were previously determined by Differential Scanning Calorimetry (DSC) thermal analyses.

Keywords: Ni-Ti alloys, shape memory effect, superelasticity, mechanical properties.

¹ Contribuição técnica ao 66º Congresso Anual da ABM, 18 a 22 de julho de 2011, São Paulo, SP, Brasil.

² Graduandos de Eng. Metalúrgica e Bolsistas de IC, UFF-EEIMVR-VMT, Volta Redonda – RJ, Brasil

³ M.Sc., Doutoranda em Eng. Metalúrgica, UFF-EEIMVR-PPGEM – Volta Redonda, RJ – Brasil.

⁴ D.Sc., Professora Adjunta, UFF/EEIMVR-VMT e PPGEM, Volta Redonda – RJ, Brasil

⁵ Ph.D., Pesquisador, CENIMAT/I3N, FCT/UNL, Caparica, Portugal.

⁶ D.Sc., Professor Associado, CENIMAT/I3N, FCT/UNL, Caparica, Portugal.

⁷ D.Sc., Professor Adjunto, ITA/DEM, São José dos Campos – SP, Brasil.



1 INTRODUÇÃO

As transformações termoelásticas favorecem o Memória de Forma (EMF) e da Superelasticidade (SE) devido em parte pela necessidade de pequena força motriz para a transformação, o que evita a introdução de discordâncias, e em parte pela presença de muitas maclas móveis, promovendo assim a reversibilidade cristalográfica.⁽¹⁾

As ligas de Níquel-Titânio (Ni-Ti) são as mais atrativas entre as ligas com Memória de Forma (EMF) e da Superelasticidade (SE) devido às suas boas propriedades funcionais juntamente com a elevada resistência mecânica e melhor ductilidade. As transformações de fases associadas ao EMF e à SE podem ser em uma etapa, B19' (martensita) ↔ B2 (austenita), em duas ou em múltiplas etapas, incluindo a fase-R intermediária dependendo da história térmica e termomecânica da liga. As temperaturas de transformação de fase são geralmente observadas acima da temperatura ambiente para as ligas ricas em Ti, enquanto nas ricas em Ni se situam abaixo da temperatura ambiente.⁽¹⁾

Estas ligas são relativamente dúcteis e é comum encontrar relatos da literatura de quando submetidas a testes de tração apresentarem alongamento até à ruptura acima de 20%.⁽²⁻⁴⁾ O comportamento mecânico das ligas de Ni-Ti em tração é uma função das fases iniciais (B2, B19' e/ou fase-R).⁽¹⁾ Se um ensaio de tração é executado a uma temperatura abaixo de R_f (temperatura final da transformação em fase-R) e acima de M_i (temperatura de início da transformação em martensita), então a amostra está no campo de estabilidade da fase-R. Tractionando a amostra, o primeiro patamar de escoamento ocorre em um ponto inicial da curva de tração devido ao rearranjo das variantes da fase-R tendo como resultado um pequeno alongamento de cerca de 0,8% em níveis baixos de tensão (inferiores a 70 MPa). O segundo patamar ocorre em um nível de tensão mais alto (valores compreendidos entre 70 MPa e 140 MPa), devido à transformação martensítica induzida por tensão (R→B19'), resultando em um alongamento maior do que aquele associado ao rearranjo das variantes da fase-R. Se o ensaio é executado a uma temperatura abaixo de M_f , o primeiro patamar de tensão não é observado, desde que não exista a fase-R retida no material. Neste caso, verifica-se somente um grande patamar o qual é devido ao rearranjo das variantes da martensita, também conhecido como processo de demaclagem. Se o ensaio é realizado a uma temperatura acima de A_f , observa-se somente um patamar de nível de tensão mais alto (valores compreendidos entre 195 MPa e 690 MPa), que o anteriormente comentado, devido à transformação martensítica induzida por tensão (B2→B19') antes da deformação por deslizamento de discordâncias iniciar.

A tensão remanescente no sistema é a mesma daquela durante a deformação da fase martensítica formada termicamente ou durante a transformação induzida por tensão. O motivo, de acordo com Miyazaki, Otsuka e Wayman,⁽⁵⁾ é que durante a aplicação da carga as variantes de B19' mais favoráveis para a reorientação são as mesmas em ambos os casos das transformações induzidas termicamente e por tensão.

Entretanto, a reorientação ou transformação induzida por tensão ocorre somente se a tensão necessária para a deformação por deslizamento de discordâncias for muito mais alta do que para estas. Se não, a deformação por deslizamento ocorre antes ou em paralelo com a reorientação ou transformação induzida por tensão.⁽⁶⁾

Sob tensão,⁽⁷⁾ a auto-acomodação das maclas ocorrerá por reorientação ou demaclação sem mudar a estrutura cristalina. Quando o processo de demaclagem é

iniciado, o mesmo pode prosseguir a uma carga externa constante resultando em um patamar de tensão. No entanto, o fim do patamar não é o fim do processo de demaclagem. As maclas restantes que possuem orientação não favorável à direção de aplicação da carga de carregamento continuarão a demaclar a cargas superiores. A extensão do patamar de tensão é uma função da textura do material. Vários estudos microestruturais têm mostrado que a tensão crítica para demaclagem (como citado no parágrafo anterior) é muito mais baixa do que aquela para a geração de discordâncias.^(8,9)

Estudos teóricos realizados na última década⁽¹⁰⁾ sugerem que dois tipos de processos de demaclagem podem existir durante a deformação de ligas com efeito de memória de forma na condição martensítica e estes são denominados de “demaclagem dominó” e “demaclagem assistida”. A demaclagem dominó é um processo de auto-propagação que requer somente uma força motriz crítica para iniciar, enquanto a demaclagem assistida requer um contínuo aumento da força motriz para o processo prosseguir. A demaclagem dominó é responsável pelo patamar de tensão na curva tensão *versus* deformação, enquanto a demaclagem assistida toma lugar com o aumento da carga de carregamento dando origem a uma região com aspecto próximo ao linear, com incremento proporcional da carga em função da deformação resultante, ao fim da região de patamar de tensão.

Paula⁽¹¹⁾ e Paula et al.,⁽¹²⁾ em estudos prévios observaram o comportamento mecânico e o aspecto da superfície de fratura do material objeto de estudo no presente trabalho, na condição recozida sob tensão (a qual denominamos de como recebida), durante testes de tração uniaxial nos campos de estabilidade de B19' (a temperatura ambiente), B2 (a 105°C) e da fase-R (52°C, temperatura entre R_f e M_s – temperatura de fim e início da formação das fases R e B19', respectivamente). Nestes estudos foram empregadas duas etapas de tratamento antes das amostras serem submetidas ao teste de tração: (i) tratamento térmico a 150°C ao ar por 5 minutos seguido de resfriamento em água à temperatura ambiente; e (ii) após o tratamento térmico as amostras foram mantidas em nitrogênio líquido por 01 hora e depois aquecidas naturalmente até a temperatura ambiente. Pela análise dos resultados dos testes de tração, foi possível constatar o comportamento previsto por outros autores no que diz respeito ao comportamento mecânico da matriz e presença de precipitados / inclusões (TiC).⁽¹³⁻¹⁵⁾

As amostras estudadas neste trabalho, no âmbito de um projeto de iniciação científica, são originadas de arames de uma liga Ni-Ti rica em Ti (51%at.Ni), com efeito de memória de forma acima da temperatura ambiente e supostamente superelásticas em temperaturas acima de 100°C, elaboradas e processadas termomecanicamente em escala industrial. Com suas respectivas propriedades termofísicas avaliadas por meio da análise térmica de Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC). Foram extraídas amostras em condições distintas de tratamentos térmicos após um tratamento de recozimento sob tensão, para que pudesse ser avaliada a evolução das propriedades mecânicas por meio de ensaio de tração a distintas temperaturas nos campos de estabilidade da martensita e austenita. Desta forma foi possível confrontar a evolução das propriedades mecânicas nos dois campos distintos de fases (B19' e B2) em função das mudanças estruturais promovidas pelos tratamentos térmicos.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

O material em estudo é um arame de 0,8 mm de diâmetro proveniente de uma liga Ni-Ti com 51%at.Ti (de acordo com o fornecedor) fornecida pela Memory-Metalle GmbH, Alemanha, que exhibe característica de efeito de memória de forma acima da temperatura ambiente. Segundo o fornecedor, a liga foi fundida em um forno de indução a vácuo em atmosfera de argônio usando um cadinho de grafite compactada e fornecida na condição, final de processamento, recozida sob tensão com temperatura de encharque de 500°C, denominada neste trabalho de condição como recebida (CR). Posteriormente, em escala laboratorial, amostras deste arame foram submetidas a tratamento térmico ao ar e em vácuo. Os tratamentos térmicos, as análises de Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC) e ensaios de tração uniaxial foram realizados no Centro de Investigação de Materiais (CENIMAT), pertencente ao Departamento de Ciência dos Materiais (DCM) da Faculdade de Ciência e Tecnologia (FCT) da Universidade Nova de Lisboa (UNL), Portugal.

Os tratamentos térmicos foram realizados em um forno tipo mufla com atmosfera ao ar e em um forno de grafite sob condição de vácuo. Os tratamentos térmicos ao ar tiveram como temperatura de encharque de 400, 450, 500 e 600°C com 30 minutos de manutenção seguida de resfriamento em água até a temperatura ambiente. O tratamento térmico em vácuo foi realizado com uma taxa de aquecimento/resfriamento de 3°C/min e temperatura de encharque de 800°C com 300 minutos de manutenção. De modo a facilitar a apresentação dos resultados e análise dos mesmos, estas amostras em estudo serão denominadas de: como recebida (CR), e pela temperatura de encharque na qual foram submetidas durante o tratamento térmico (TT400, TT450, TT500, TT600 e TT800).

Para as análises de DSC foi utilizado o equipamento SETARAM DSC92 com ciclos térmicos entre -30 e 150°C e taxa de aquecimento e resfriamento de 7,5°C/min. Tanto a amostra no estado como recebido (CR) como as amostras com tratamento térmico (TT400, TT450, TT500, TT600 e TT800) foram submetidas a análise de DSC. Após a análise de DSC, os dados foram coletados e receberam o seguinte tratamento matemático: seleção dos intervalos dos picos de transformação, cálculo do fluxo de calor normalizado pela massa (mW/g), criação da linha base e deconvolução dos picos sobrepostos (estes dois últimos com auxílio da ferramenta Peak-Fitting do Origin).⁽¹⁶⁾ Com posterior cálculo integral da área dos picos exotérmicos e endotérmicos para levantamento das temperaturas de início (M_i , R_i e A_i) e fim (M_f , R_f e A_f) das transformações de fases (B19', fase-R e B2, respectivamente), e por seguinte determinação dos campos de estabilidade das fases B19' e B2 a serem utilizados para fixação das temperaturas dos ensaios de tração.

Os ensaios de tração até a fratura foram realizados utilizando a máquina de ensaio universal da Shimadzu (Autograph AG-G Series). Os testes foram realizados em diferentes temperaturas e condições de processamento do material, a fim de observar o comportamento mecânico dos materiais em estudo nos campos de estabilidade das fases B19' e B2 (Quadro 1), de acordo com os resultados da análise de DSC (Tabela 1).

Quadro 1. Condições dos testes de tração quanto a Ciclagem Térmica / Temperatura e Fases Presentes, de acordo com as análises de DSC

Ciclagem Térmica	Temperatura de Teste	Fase(s) Presente(s)
Isento de ciclagem	Temperatura Ambiente (T_{amb})	B19'
Aquecimento até T	$T > A_f$, 10 a 21°C superior	B2

3 RESULTADOS

A Tabela 1 apresenta as temperaturas de transformação de fase relativas ao início, fim e dos picos exotérmicos e endotérmicos observadas nas análises de DSC para as respectivas amostras em estudo. Os valores apresentados foram extraídos das curvas de DSC pela integração da área dos picos e em alguns casos pela prévia deconvolução de picos sobrepostos.⁽¹⁶⁾

Tabela 1. Temperaturas e seqüências de transformação de fase obtidas pela análise de DSC nas condições de processamento do arame de uma liga Ni-Ti rica em Ti em estudo

Amostra	Temperaturas de Transformação de Fase (°C)								
	Aquecimento			Resfriamento					
	B19'→B2			B2→R			B2→B19' (*) ou R→B19' (**)		
	A _i	A _p	A _f	R _i	R _p	R _f	M _i	M _p	M _f
CR	80,5	96,6	103,7	68,9	62,8	50,2	44,3 ^(**)	31,5 ^(**)	26,3 ^(**)
TT400C	75,0	83,8	93,6	60,8	56,0	47,2	41,4 ^(**)	35,4 ^(**)	23,3 ^(**)
TT450C	72,6	85,1	97,0	59,8	55,8	48,5	44,1 ^(**)	38,3 ^(**)	25,0 ^(**)
TT500C	88,5	97,0	110,9	-	-	-	62,6 ^(*)	56,9 ^(*)	43,8 ^(*)
TT600C	96,3	108,7	120,7	-	-	-	68,6 ^(*)	62,8 ^(*)	52,0 ^(*)
TT800C	81,1	97,6	113,5	-	-	-	85,2 ^(*)	74,0 ^(*)	56,8 ^(*)

Obs.: Os índices “i”, “p” e “f” são referentes as temperaturas de “início”, “pico” e “fim” da transformação, respectivamente, e o símbolo “-” assinala uma transformação não nítida e sem apresentação de valores.

As Figuras 1 e 2 apresentam as curvas tensão *versus* deformação nos distintos campos de estabilidade das fases B19' e B2, definidos com base nas temperaturas de transformação de fase das amostras em estudo, como apresentado na Tabela 1. Primeiramente, o comportamento mecânico sob tração uniaxial das amostras em estudo foi avaliado no campo de estabilidade da martensita (B19') à temperatura ambiente (Figura 1). Com o intuito de se verificar as alterações no comportamento mecânico do material quando constituído de somente austenita (B2) (Tabela 1), procedeu-se a novos testes no campo de estabilidade da fase B2, após ter-se aquecido os arames até uma temperatura logo acima da completa transformação em austenita ($T > A_f$, de 10 a 21°C superior) – (Figura 2).

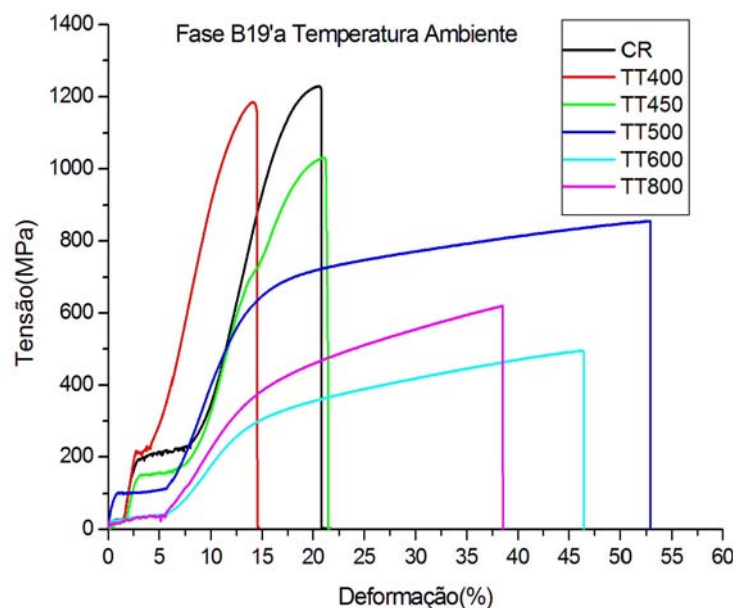


Figura 1. Curvas Tensão *versus* Deformação do arame de uma liga de Ni-Ti rica em Ti nas condições de processamento em estudo, no campo de estabilidade da fase B19' a temperatura ambiente (Tabela 1).

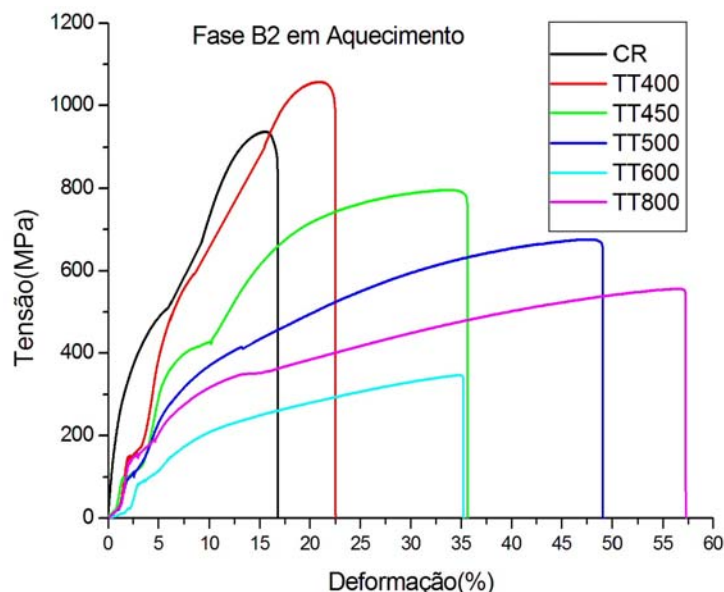


Figura 2. Curvas Tensão versus Deformação do arame de uma liga de Ni-Ti rica em Ti nas condições de processamento em estudo, no campo de estabilidade da fase B2 a uma temperatura superior a A_f ($T > A_f$, 10°C a 21°C superior) (Tabela 1).

4 DISCUSSÃO

A Tabela 2 apresenta um extrato numérico do comportamento mecânico da Liga de Ni-Ti rica em Ti em estudo, de forma a facilitar o entendimento dos resultados e posterior discussão dos andamentos apresentados pelas curvas tensão versus deformação (Figuras de 1 e 2) associadas as distintas condições de processamento (CR, TT400, TT450, TT500, TT600 e TT800) e nos respectivos campos de estabilidade das fases B19' e B2 determinados pelas análises de DSC realizadas nas amostras em estudo (Tabela 1).

Tabela 2. Sumário dos comportamentos mecânicos observados para o arame da Liga de Ni-Ti rica em Ti nas distintas condições de processamento e a temperaturas distintas nos campos de estabilidade das fases B19' e B2 (Figuras 1 e 2, e Tabela 1) durante o ensaio de tração uniaxial

Amostra / Temp. Teste (°C)	Patamar			Tensão Máxima (MPa) / Deformação (%)	Deformação Máxima (%)
	Tensão (MPa) / Def. Início-Fim(Extensão) (%)				
	Primeiro	Segundo	Terceiro		
Campo de Estabilidade de B19' a Temperatura ambiente ($T < M_f$) – Figura 1					
CR / 20	27,6/0,8-1,6(0,8)	215,0/2,9-8,0(5,1)	--	1228,8 / 20,5	20,9
TT400 / 20	29,0/0,8-1,4(0,6)	217,0/2,7-4,1(1,4)	--	1185,7 / 14,1	14,6
TT450 / 20	21,1/0,9-1,6(0,7)	155,7/3,2-7,3(4,1)	--	1030,6 / 21,0	21,6
TT500 / 20	101,0/1,1-5,6(4,5)	--	--	854,4 / 52,9	52,9
TT600 / 20	36,6/0,4-5,6(5,2)	--	--	494,1 / 46,2	46,5
TT800 / 20	29,8/0,2-5,5(5,3)	--	--	616,8 / 38,3	38,6
Campo de Estabilidade de B2 após aquecimento até $T > A_f$ – Figura 2					
CR / 114	501,1/5,5(*)	--	--	936,8 / 15,8	16,8
TT400 / 114	25,6/0,9-1,2(0,3)	157,5/2,0-3,4(1,4)	--	1057,0 / 21,1	22,6
TT450 / 112	18,4/0,5-0,6(0,1)	107,7/1,4-3,4(2,0)	412,8 / 8,5(*)	795,4 / 33,0	35,7
TT500 / 132	21,1/0,8-1,1(0,3)	107,4/2,0-3,0(1,0)	--	675,3 / 46,9	49,2
TT600 / 132	23,9/2,0-2,2(0,2)	106,3/2,9-5,3(2,4)	--	346,3 / 34,9	35,3
TT800 / 134	26,0/0,9-1,2(0,3)	161,8/2,1-4,7(2,6)	--	555,2 / 56,6	57,4

Obs.: (*) patamar pouco definido – tensão associada a deformação média; "--" patamar não observado.



Pela análise de DSC aparentemente as amostras CR, TT400 e TT450 deveriam ser completamente martensíticas (B19') à temperatura ambiente (Tabela 1). No entanto ao se analisar as curvas tensão *versus* deformação no campo de estabilidade da martensita (B19'), à temperatura ambiente, para as amostras em questão (CR, TT400 e TT450 – Figura 1), verificam-se comportamentos similares com a presença de dois patamares de tensão: de acordo com a literatura⁽¹⁾ o primeiro está associado à reorientação das variantes da fase-R e o segundo patamar pode estar associado a: (i) transformação R→B19' martensítica induzida por tensão no caso de materiais que somente possuem fase-R; ou (ii) associado à deformação por reorientação da estrutura maclada de B19' para materiais que não possuem fase-R, somente B19'. No primeiro patamar as tensões variam entre 21,1 e 29,0 MPa associadas a extensão do patamar entre 0,6% e 0,8% de deformação. Enquanto, no segundo patamar as tensões variam entre 155,7 e 217,0 MPa associadas a extensão do patamar entre 1,4% e 5,1% de deformação. Este primeiro patamar pode ser justificado pela fixação de fase-R no material, devido à introdução de um nível elevado de discordâncias na austenita durante a temperatura de encharque no processamento industrial de recozimento sob tensão, onde parte da fase-R formada a partir desta austenita durante o resfriamento (transformação B2→R), não tem capacidade de se converter 100% da sua fração volumétrica em B19' (transformação R→B19' por ciclo térmico) até à temperatura ambiente, restando assim alguma fase-R retida no material. Este argumento é suportado pelo trabalho de Paula et al.,⁽¹²⁾ no qual utiliza arames da mesma liga que foram submetidos a testes de tração similares, porém antes foram submetidos a tratamentos térmicos a 150°C por 5 minutos e com subsequente resfriamento em água à temperatura ambiente e seguida de manutenção das amostras em nitrogênio líquido por 1 hora, com o intuito de ter a certeza que toda a fase-R formada no resfriamento (B2→R) iria se transformar em B19'. No que diz respeito ao segundo patamar, visto que pela análise de DSC foi constatada a ocorrência da transformação da R→ B19' (no resfriamento), então podemos afirmar que o mesmo se refere a um misto de transformação R→ B19' induzida por tensão e à reorientação das variantes de B19' induzidas termicamente (ciclo de resfriamento da amostra até à temperatura ambiente durante o tratamento térmico) e por tensão (no início do ensaio de tração). No que diz respeito aos testes de tração realizados também a temperatura ambiente (campo de estabilidade de B19') para as amostras TT500, TT600 e TT800, também definidas como martensíticas a esta temperatura pela análise de DSC (Tabela 1), pode-se observar um único patamar (tensão entre 29,8 Mpa e 101,0 MPa associadas a extensão do patamar entre 4,5% e 5,3% de deformação, de característica similar em extensão entre as três condições de tratamento térmico de mais elevada temperatura de encharque (TT500, TT600 e TT800). Porém as amostras TT600 e TT800 apresentam nível de tensão neste único patamar bem inferior (29,8 Mpa a 36,6 MPa) e com incremento de sua extensão (entre 5,2% a 5,3% de deformação), característico da reorientação de variantes da fase-R.^(1,2) Este comportamento pode ser justificado pelo aumento da tensão residual na matriz de B2 oriunda da formação de precipitados ricos em Ti (Ti₂Ni) durante o encharque no tratamento térmico destas amostras (TT600 e TT800), promovendo assim durante o resfriamento após o encharque a formação prévia de uma fração diminuta de fase-R (não detectável por DSC),^(11,13) a qual se mantém retida no material. No que diz respeito a amostra TT500 o patamar de tensão (101,0 MPa para extensão de patamar de 4,5% de deformação) refere-se à reorientação das variantes de B19'. Relativamente à tensão máxima e sua deformação associada para a condição em discussão (campo de

estabilidade de B19' à temperatura ambiente), a amostra CR apresentou um máximo de tensão entre as amostras analisadas e o encharque a 500°C promoveu uma maior deformação associada à tensão máxima. Deformação esta que em todos os casos equivale (diferença de no máximo 0,6%) a deformação máxima atingida para estas amostras (Figura 1 - CR, TT400, TT450, TT500, TT600 e TT800), a qual variou entre 14,6% (amostra TT400) e 52,9% (amostra TT500). Revelou-se assim que no campo de estabilidade de B19' a temperatura ambiente as amostras com diferentes condições de processamento não apresentam estricção apreciável apesar de um comportamento dúctil de deformação.

A Figura 2 apresenta as curvas tensão *versus* deformação das amostras em estudo no campo de estabilidade da austenita B2 após aquecimento até uma temperatura acima de A_f (10°C a 21°C superior), onde pode-se observar três grupos distintos de comportamentos entre as amostras em estudo. A amostra CR apresenta um patamar pouco definido em um nível elevado de tensão (501,1 MPa para deformação média em 5,5%), onde este andamento deve estar associado ao transformação B2→B19' induzida por tensão associada a deformação por deslizamento ocorrendo a estes níveis de tensão. A amostra TT450 apresenta três patamares de tensão, onde: (i) o primeiro revela-se a níveis bem baixos de tensão (18,4 MPa associada a extensão do patamar de 0,1% de deformação) possivelmente associado a alguma reorientação de variantes de fase-R residual no material, a qual não foi capaz de se transformar em B2 por completo durante o aquecimento até 112°C acima de A_f (97°C – Tabelas 1 e 2), devido aos níveis de tensões residuais introduzidos no material durante o recozimento sob tensão e que o tratamento com encharque a 450°C não foi capaz de remover (recuperar/recristalizar a estrutura) para que toda a fase-R formada no resfriamento reverte-se em B19' até atingir a temperatura ambiente, e/ou a formação de algum precipitado Ti_2Ni durante a etapa de encharque no tratamento de recozimento sob tensão e/ou tratamento a 450°C; (ii) o segundo patamar é verificado a níveis intermediários de tensão (107,7 MPa associada a extensão do patamar de 2,0% de deformação) está associado transformação R→B19' induzida por tensão; e (iii) finalmente, o terceiro patamar pouco definido apresenta-se em níveis de tensões superiores (412,8 MPa para deformação média em 8,5%) associado a transformação B2→B19' induzida por tensão e reorientação de B19' formada no segundo patamar como também alguma deformação por deslizamento, devido as evidencias de incremento de tensão nesta região. As amostras TT400, TT500, TT600 e TT800 apresentam apenas dois patamares de tensão em níveis próximos: (i) o primeiro patamar de níveis mais baixo de tensão (entre 21,1 Mpa e 26,0 MPa associadas a extensão do patamar variou entre 0,2% e 0,3% de deformação) estão associados a alguma fase-R residual nas amostras, devido aos níveis de tensões residuais introduzidos no material durante o recozimento sob tensão e/ou a formação de algum precipitado Ti_2Ni (precipitação esta possivelmente mais justificada e intensificada nos tratamentos térmicos com encharque a 600°C e 800°C⁽¹¹⁾); e (ii) o segundo patamar ocorre a níveis de tensão um pouco mais elevados (entre 106,3 Mpa e 161,8 MPa associadas a extensão do patamar entre 1,0% e 2,6% de deformação) associado a transformação R→B19' induzida por tensão. Nestas últimas amostras (TT400, TT500, TT600 e TT600) a ausência do terceiro patamar pode estar associado aos níveis de tensão para a deformação por deslizamento terem decrescido a níveis de impossibilitar a ocorrência da transformação B2→B19' induzida por tensão. Relativamente à tensão máxima e sua deformação associada para a condição em discussão (campo de estabilidade de B2 após aquecimento acima de A_f), o tratamento térmico ao ar



com encharque a 400°C promoveu um máximo de tensão entre as amostras analisadas e o encharque a 800°C promoveu uma maior deformação associada a tensão máxima. Deformação esta que em todos os casos é apenas de 0,4% a 2,7% inferior à deformação máxima atingida para estas amostras (Figura 2 - CR, TT400, TT450, TT500, TT600 e TT800) variou entre 16,8% (amostra CR) e 57,4% (amostra TT800), revelando assim que nesta condição de teste as amostras com diferentes condições de processamento apresentam uma leve estricção junto ao comportamento dúctil de deformação.

5 CONCLUSÃO

Com base no confronto dos resultados de DSC e de tração uniaxial, realizados nos arames provenientes de uma liga Ni-Ti rica em Ti e submetida aos distintos tratamentos térmico após um recozimento sob tensão, podemos concluir que:

- as amostras nas condições como recebida e com tratamento térmico com temperatura de encharque menor ou igual a 450°C apresentam alguma fase-R residual juntamente com a martensita obtida por transformação induzida termicamente, após resfriamento até a temperatura ambiente. Por outro lado, os tratamentos térmicos realizados a temperaturas superiores ou iguais a 500°C foram suficientes para minimizar o nível de tensão residual da austenita durante o encharque e assim permitir que toda a fase-R se transforme em B19' no resfriamento.
- os tratamentos térmicos possibilitaram que as amostras tratadas em temperaturas de encharque superior ou igual 500°C apresentassem transformação em uma única etapa no aquecimento e resfriamento (B2↔B19'), como também reduziu significativamente os níveis de tensão nos patamares associados à reorientação das variantes de B19' e transformação B2→B19' induzida por tensão, e do limite de resistência a tração. Além disso, de em um modo geral aumentou a utilidade nos campos de estabilidade de B19' e B2 das amostras em estudo.
- as amostras CR, TT400, TT450 e TT500 apresentam características favoráveis ao efeito de memória de forma pela presença de patamares de tensão bem definidos associados à reorientação das variantes de B19'.
- no entanto, nenhuma das amostras em estudo apresentaram evidências claras de comportamento superelástico devido a presença de patamares de tensão pouco definidos associados a transformação B2→B19' induzida por tensão no campo de estabilidade da austenita. De qualquer forma, pretende-se futuramente realizar ensaios de tração uniaxial até distintos limites de deformação na região de patamar de tensão associado a transformação B2→B19', de modo a verificar a presença ou não de comportamento superelástico no campo de estabilidade de B2 desta liga nas referidas condições de tratamento.

Agradecimentos

Os autores agradecem a Faperj pelos subsídios concedidos por meio do projeto APQ-1 (projeto APQ-1 E-26/110.414/2010 – A.S. Paula) e bolsa de iniciação científica (E-26/101.365/2010 - T.G. Andrade), e ao CNPq pela bolsa de doutorado (S.B. Ribeiro) e bolsa de iniciação científica PIBIC (IC101228 - D.C. Silva). K.K. Mahesh e F.M. Braz Fernandes agradecem ao FCT/MCTES pelo suporte financeiro



plurianual ao CENIMAT/I3N. O autor J. Otubo agradece a FAPESP (2000/09730-1), CAPES, CNPq Universal (473612/2006-2), CNPq Casadinho - UFCG/ITA (620091/2008-8); CNPq PQ 303624/2008-6; FINEP/PRO-INFRA e AEB.

REFERÊNCIAS

- 1 OTSUKA, K.; WAYMAN, C.M. Shape Memory Materials, Cambridge University Press, 1998.
- 2 MELTON, K.N.; MERCIER, O. The mechanical properties of NiTi-based shape memory alloys, *Acta Metallurgica*, v. 29, p. 393-398, 1981.
- 3 MELTON, K.N. Ni-Ti Based Shape Memory Alloy, in: *Engineering Aspects of Shape Memory Alloys* (Ed. Duerig T.W.), pp. 21-35, Butterworth-Heinemann, London, 1990, Editorial.
- 4 LOPEZ, H.F.; SALINAS, A.; CALDERON, H. Plastic straining effects on the microstructure of a Ti-rich NiTi shape memory alloy, *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 32, p. 717-729, 2001.
- 5 MIYAZAKI, S., OTSUKA, K.; WAYMAN, C.M. The Shape Memory Mechanism Associated with the Martensitic Transformation in Ti-Ni Alloys – II. Variant Coalescence and Shape Recovery, *Acta Metallurgica*, v. 37, p. 1885-1890, 1989.
- 6 OTSUKA, K.; REN, X. Physical metallurgy of Ti-Ni-based shape memory alloys, *Progress in Materials Science*, v. 50, p. 511-678, p. 2005.
- 7 LIU, Y.; LI, Y.; RAMESH, K.T. Rate Dependence of Deformation Mechanisms in a Shape Memory Alloy, *Philosophical Magazine A*, v. 82, n. 12, p. 2461-2473, 2002.
- 8 LIU, Y.; XIE, Z.L.; VAN HUMBEECK, J.; DELAEY, L.; LIU, Y.N. On the deformation of the twinned domain in NiTi shape memory alloys, *Philosophical Magazine A*, v. 80, p. 1935-1953, 2000.
- 9 LIU, Y.; LIU, Y.; VAN HUMBEECK, J. Lüders-like Deformation associated with martensite reorientation in NiTi, *Scripta Materialia*, v. 39, p. 1047-1055, 1998.
- 10 ZHENG, Q.S.; LIU, Y. Prediction of the detwinning anisotropy in textured NiTi shape memory alloy, *Philosophical Magazine A*, v. 82, p. 665-683, 2002.
- 11 PAULA, A.S. Tratamentos termomecânicos de ligas do sistema Ni-Ti: Caracterização estrutural e otimização das propriedades associadas ao efeito de memória de forma, Tese de Doutorado, FCT/UNL, 2006.
- 12 PAULA, A.S.; SILVA, R.J.C.; CANEJO, J.P.H.G.; MAHESH K.K.; BRAZ FERNANDES, F.M. Tensile Test Fracture Analysis in Ti-Rich Niti Shape Memory Alloy, In: *Proceedings da 10th Portuguese Conference on Fracture*, Fev. 2006.
- 13 LOPEZ, F.; SALINAS, R.A.; RODRIGUEZ, J.L.G. Microstructural aspects of precipitation and martensitic transformation in a Ti-rich Ni-Ti alloy, *Scripta Materialia*, v. 34, p. 659-664, 1996.
- 14 LÓPEZ, H.F. Transformation induced toughening in a Ni-Ti 52 shape memory alloy, *Materials Letters*, v. 51, p. 144-150, 2001.
- 15 GALL, K.; YANG, N.; SEHITOGLU, H.; CHUMLYAKOV, Y.I. Fracture of Precipitated NiTi Shape Memory Alloys, *International Journal of Fracture*, v. 109, p. 189-207, 2001.
- 16 BRAZ FERNANDES, F.M.; PAULA, A.S.; CANEJO, J.; MAHESH, K.K.; SILVA, R.J.C. Kinetics Characterization of Martensitic Transformation on Ti-Rich NiTi SMA, In: *Proceedings do SMST2004*, p. 51-56, 2004.