



DESENVOLVIMENTO DE FIOS DA LIGA NiTi COM EMF PARA APLICAÇÃO AEROESPACIAL – USO ELETROPIROTÉCNICO¹

Júlio Cesar Santos²
André da Silva Antunes³
Leonardo Kyo Kabayama⁴
Afonso Paulo Monteiro Pinheiro⁵
Odair Doná Rigo²
Jorge Otubo²

Resumo

O trabalho objetiva desenvolver fios da liga NiTi com EMF que permitam seu uso como eletrodo de ignição do dispositivo eletropirotécnico para ignição de motores foguete. O uso destes permitiria uma estanqueidade superior ao vazamento de gases devido a vinculação por recuperação de forma. Serão apresentados resultados da fabricação do fio, da caracterização termomecânica (carga liberada na recuperação de forma) e alguns dados dos ensaios de estanqueidade.

Palavras-chave: Ligas de NiTi; Efeito de memória de forma; Dispositivos eletropirotécnicos; Vinculação.

DEVELOPMENT OF NiTi ALLOY WIRE WITH SME FOR APPLICATION IN AEROSPACE - USE ELECTRO-PYROTECHNICS

Abstract

The paper aims to develop NiTi alloy wires with SME to enable their use as electro-pyrotechnics ignition electrode device for rocket engines. Its use would allow higher sealing to prevent leakage of gas due to shape recovery constraining. They are going to be presented the results of wire manufacturing, thermomechanical characterization (load released on the shape recovery) and some sealing test data.

Key words: NiTi alloys; Shape memory effect; Electro-pyrotechnics devices; Linkage.

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

² Instituto Tecnológico de Aeronáutica – ITA, 12.228-900, S J Campos, SP, Brasil. julio@ita.br; odair.rigo@gmail.com

³ Instituto Tecnológico de Aeronáutica – ITA, 12.228-900, S J Campos, SP, Brasil. Professor do Instituto Federal de Mato Grosso do Sul, Campus Corumbá-MS. oandreantunes@hotmail.com;

⁴ Universidade Federal de Itajubá, Itajubá, SP, Brasil. lkabayama@unifei.edu.br

⁵ Instituto de Aeronáutica e Espaço – IAE, 12.228-900, S J Campos, SP, Brasil. afonsop@iae.cta.br; jotubo@ita.br



1 INTRODUÇÃO

O sistema de ignição dos motores propulsores de foguetes utiliza um dispositivo eletropirotécnico (DE) composto de eletrodos de fios metálicos, geralmente feitos com ligas de Fe-Ni, com coeficiente de expansão térmica controlada, inseridos em furos de peça cerâmica (feed-trough) e nas extremidades internas, ligados através de fino fio resistivo aquecido pela passagem de uma corrente elétrica (efeito Joule) para o início da combustão do propelente.⁽¹⁾

A selagem ou a vinculação entre o feed-through cerâmico e os fios deve ser confiável não permitindo vazamento de gases, um dos pontos críticos do DE. Um processo alternativo seria utilizar fios de materiais com efeito de memória de forma, em substituição às ligas de FeNi, tendo em conta o efeito de recuperação de forma dentro do feed-through para a vinculação necessária para que não ocorra esse vazamento. O uso de fios com EMF permitiria uma estanqueidade superior, ou 100% de estanqueidade que adviria da recuperação de forma do fio (até 9% na liga NiTi⁽¹⁻⁵⁾) com o aquecimento. As ligas com EMF são consideradas materiais inteligentes pelo fato de poderem funcionar como atuadores e sensores ao mesmo tempo. Apresentam aplicações em vários campos da atividade humana: robótica, naval, nuclear, automobilística, médica, aeroespacial, para citar algumas. É de interesse nacional, pois são materiais difíceis de serem importados por dois motivos: pelas aplicações possíveis é considerado um material estratégico como é o caso deste trabalho e, segundo porque a liga deve ser adequada para cada tipo de aplicação (*tailor made*). A etapa de elaboração da liga já é uma tecnologia dominada pelo Grupo com possibilidade de transferência de tecnologia para a indústria.^(1,5-9) O passo seguinte é desenvolver a tecnologia de produção do fio, formato no qual se encontra a maioria das aplicações incluindo o proposto neste trabalho.^(5,10) O processo de conformação mecânica, análogo à produção da liga, requer procedimentos especiais e, além disso, as propriedades de efeito de memória de forma dependem da composição e do tratamento termomecânico sendo necessário, portanto, adequar o produto a cada tipo de aplicação. Neste trabalho será apresentada parte do processo de fabricação do fio, alguns resultados de propriedade mecânica e ensaios preliminares de estanqueidade.

2 MATERIAL E MÉTODOS

O Grupo de LEMF do Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA) domina a tecnologia de produção de lingotes da liga NiTi por três processos: pequena escala até 150 g por fusão em forno a arco; de 50 kg a ~20 kg por fusão em forno de indução a vácuo (VIM - *Vacuum Induction Melting*) e por fusão em forno de feixe de elétrons (EBM - *Electron Beam Melting*).⁽⁶⁻⁹⁾

Neste trabalho utilizou-se um lingote produzido por EBM, denominado EB7, com diâmetro inicial de 150 mm e 22 kg. Para um maior detalhamento sobre a fabricação deste lingote veja Otubo e Antunes.⁽⁶⁾

O desbaste inicial do lingote EB7 foi realizado na empresa Multialloy Metais e Ligas Especiais Ltda., primeiramente por forjamento a quente, em prensa, até o diâmetro de 50 mm e a partir deste diâmetro, por laminação à quente até o diâmetro de 15 mm. Os detalhes deste processamento mecânico podem ser encontrados em Antunes.⁽⁵⁾ A partir deste ponto, a barra obtida do lingote EB7 teve seu diâmetro reduzido no Laboratório de Processamento de Materiais do Instituto Tecnológico de Aeronáutica (LPM/ITA), primeiramente por forjamento rotativo à quente até 4,6 e, por

fim, por trefilação até 0,97 mm. Posterior a isso o fio foi solubilizado a 850°C por 30 min e teve sua forma memorizada por tratamento térmico sob tensão de ~ 35 MPa a 450°C por 10 min.

Corpos de prova (CDPs) de 12 cm de comprimento foram extraídos do fio EB7 e destinados aos ensaios. Para simular uma aplicação em DE, os CDPs foram vinculados às feiras cilíndricas de carbeto de tungstênio (feed-trough) de dimensões 10,5 mm de diâmetro por 10,5 mm de comprimento e com um orifício vazado de aproximadamente 0,911 mm realizado por eletroerosão. Os diâmetros das feiras foram medidos em um projetor de perfil marca Mitutoyo modelo: PJ-A3000.

Os diâmetros dos CDPs EB7 foram projetados para caberem nas feiras após serem deformados até 6%, 8%, 10% e 12%. Para se obter tais diâmetros, os fios foram inicialmente submetidos à decapagem ácida em solução de ácido nítrico mais ácido fluorídrico, na proporção 1:1. Após esse ajuste de diâmetro, os CDPs EB7 foram deformados longitudinalmente e encaixados nas suas respectivas feiras. Utilizou-se, na deformação, uma máquina de ensaios mecânicos, marca Instron modelo 5500R. Finalmente, esses conjuntos fio-feira sofreram recuperação vinculada através de aquecimento até a temperatura de 120°C, temperatura essa acima de A_f (temperatura de fim da transformação martensítica reversa). A Figura 1 mostra o conjunto de fios vinculados.



Figura 1. Os quatro conjuntos fio-feira vinculados.

As temperaturas de transformação martensíticas foram determinadas pela técnica de calorimetria diferencial de varredura (CDV) usando um aparelho NETZSCH-DSC 404C. Os ensaios foram realizados a taxa constante de resfriamento/aquecimento de 5K/min, os intervalos de mensuração foram: resfriamento de 140°C para -10°C e aquecimento de -10°C até 140°C.

A estanqueidade na junção fio-feira foi determinada usando um detector de gases da marca ADIXEN modelo ASM 1002 (Figura 2a), pertencente ao Laboratório de Pirotecnia do Instituto de Aeronáutica e Espaço (IAE). Durante a medição, uma das faces do conjunto fio-feira foi submetida ao alto vácuo (Figura 2b-1), e a interface de vinculação (Figura 2b-2), recebe um jato de gás hélio (Figura 2b-3). Para evitar a entrada de gases entre o contato fio-feira e o aparelho (Figura 2b-1), foi utilizado um anel de vedação.



Figura 2. a) detector de gases da marca ADIXEN modelo ASM 1002, b) Conjunto fio-feira inserido no detector de gases.

Após os ensaios de estanqueidade os fios foram removidos de suas respectivas feiras, utilizando a máquina Instron descrita acima e o dispositivo mostrado na Figura 3 registrando-se a carga necessária para desvinculação e/ou a resposta ao deslizamento do fio dentro da feira.



Figura 3. Ensaio de tração para verificar a carga de vinculação por EMF.

3 RESULTADOS

3.1 Análise Térmica do Fio EB7 (Não Vinculado)

Da análise térmica CDV do fio EB7 obteve-se as temperaturas de transformação, que auxiliam na aplicação do material. As temperaturas de início (M_i), de pico (M_P) e de fim (M_f) da transformação martensítica e as temperaturas de início (A_i) e de fim (A_f) da transformação austenítica estão apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1. Temperaturas de transformação do fio EB7

Material	M_i (°C)	M_P (°C)	M_f (°C)	A_i (°C)	A_f (°C)
Fio EB7	39,2	33,3	-	34,5	68,8

3.2 Ensaio de Tensão de Recuperação Obtida por Vinculação Longitudinal (Não Vinculado à Fieira)

Os CDPs EB7, sem vinculação, foram primeiramente ensaiado num ciclo de carregamento, descarregamento e aquecimento. Os fios foram deformados até 6%, 8%, 10% e 12% (Figura 4), curvas em preto, vermelho, azul e verde, respectivamente. Posteriormente, os CDPs tiveram a tensão aliviada para 10 MPa, mantidos nesta deformação e finalmente foram aquecidos por um soprador térmico, com potência para aquecer o fio até aproximadamente 100°C. Durante esse aquecimento os fios foram mantidos a deformação constante, para simular uma vinculação longitudinal.

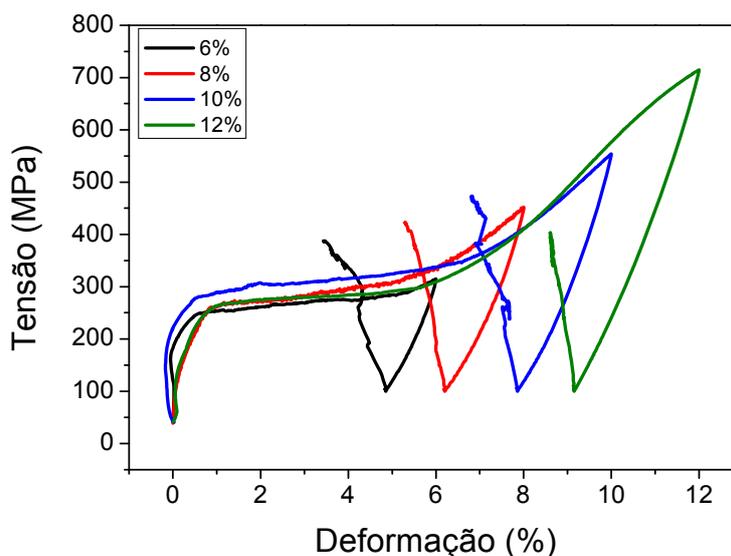


Figura 4. Tensões geradas após os fios fixos em deformações de 6%, 8%, 10% e 12 %

3.3 Vinculação

Na Tabela 2 encontram-se os dados do processo de vinculação, onde D_i é o diâmetro inicial do fio após trefilação e posterior ajuste por decapagem ácida, D_D o diâmetro após a deformação longitudinal, R_A é a redução de área atingida após a deformação longitudinal ϵ_z , D_R é o diâmetro da porção do fio fora da fieira após o aquecimento até 120°C e finalmente R é a recuperação de forma levando-se em consideração D_D e D_R .

Tabela 2. Dados do processo de vinculação fio/fieira

ϵ_z (%)	6	8	10	12
D_i (μm)	928	939	950	964
D_D (μm)	909	911	911	908
R_A (%)	4,05	5,87	8,04	11,28
D_R (μm)	927	932	939	942
R (%)	3,8	4,5	5,9	6,5

3.4 Ensaio de Desvinculação do Conjunto

O gráfico da Figura 5 mostra a força de resposta à desvinculação do conjunto fio-fieira em função do deslocamento. O deslocamento aqui é aproximadamente a distancia entre a fieira e a garra superior (Figura 3) Denomina-se força de desvinculação àquela força máxima antes do deslizamento entre o fio e a fieira, ou seja, valor de tensão próximo ao início do deslocamento (e.g. curva verde da Figura 5).

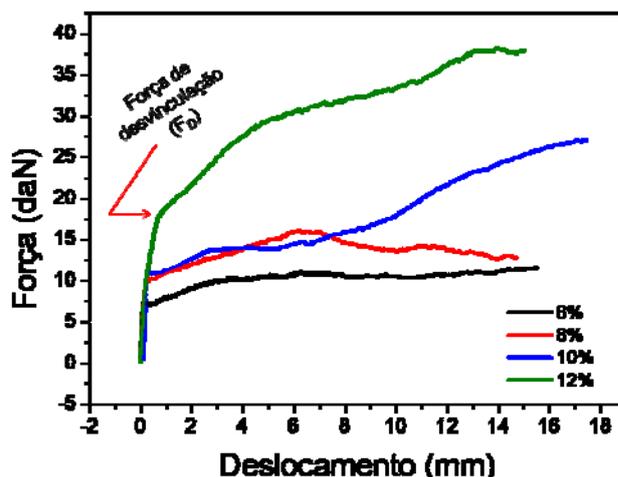


Figura 5. Ensaio de desvinculação do conjunto fio-fieira vinculados para 6, 8, 10 e 12% de deformação longitudinal.

3.5 Ensaios de Estanqueidade

Na Tabela 3, estão apresentados os dados do ensaio de estanqueidade, utilizando-se ar atmosférico e gás hélio, para o conjunto vinculado fio-fieira.

Tabela 3. Dados dos ensaios de estanqueidade com ar atmosférico (Ar atm) e com o gás hélio (He)

ϵ_z (%)		6	8	10	12
Estanqueidade (atm.dm ³ /seg)	Ar atm	$3,5 \cdot 10^{-9}$	$3,9 \cdot 10^{-9}$	$3,5 \cdot 10^{-9}$	$4,6 \cdot 10^{-10}$
	He	$9,0 \cdot 10^{-7}$	$5,0 \cdot 10^{-7}$	$6,8 \cdot 10^{-6}$	$4,9 \cdot 10^{-10}$

4 DISCUSSÃO

4.1 Análise Térmica do Fio EB7 (Não Vinculado)

A partir dos dados da Tabela 1, conclui-se que na temperatura ambiente o fio EB7 encontra-se no estado martensítico, uma condição necessária para a vinculação, tendo em vista que após a deformação o material deve permanecer com a deformação pseudoplástica adquirida no ensaio de tração.

4.2 Ensaio de Tensão de Recuperação Obtida por Vinculação Longitudinal (Não Vinculado à Fieira)

As tensões de recuperação longitudinal foram 400 MPa, 430 MPa, 470 MPa e 390 MPa, respectivamente para 6%, 8%, 10% e 12%. A tensão menor em 12% de deformação se justifica pelo fato de a temperatura de transformação aumentar com



a taxa de deformação⁽⁵⁻¹¹⁾ e a temperatura de 100°C, proporcionada pelo soprador, não foi suficiente para completar a transformação reversa das martensitas induzidas por deformação. Deduz-se que de 12% de deformação e abaixo disso, quanto maior for a deformação longitudinal maior será a tensão de recuperação.

4.3 Vinculação

O fator mais importante para uma boa vinculação é a diferença entre os diâmetros do fio e do furo, $D_D - D_I$, que se relaciona à recuperação R . Observa-se na Tabela 1 que essa recuperação R é tanto maior quanto maior é a deformação longitudinal ϵ_z , porém, a recuperação devido ao efeito de memória de forma diminui (relação entre D_I e D_D). Apesar de não ter sido medido, fica evidente que existe um limite superior onde a diferença $D_D - D_I$ fica tão grande que começa a comprometer a deformação de forma R e, conseqüentemente, as propriedades de vinculação.

Para vincular um fio em uma fieira, poder-se-ia utilizar um método convencional de acoplamento: aumentar o orifício da fieira através da dilatação térmica; introduzir o fio frio nesse orifício e ao resfriar obter-se-ia o acoplamento do conjunto. A dilatação, considerando um metal genérico num ΔT de 200°C, acarretará no máximo em um R de aproximadamente 0,9%, isso contra os 6,5% do fio de NiTi com ϵ_z igual a 12%. Isso demonstra a superioridade do acoplamento utilizando o EMF sobre o método convencional. Além na situação real, o feed-through do DE é feito de cerâmica o que inviabiliza o procedimento convencional de aumento do diâmetro.

4.4 Ensaio de Desvinculação do Conjunto

O CDP com 12% de deformação apresentou maior força de desvinculação, aproximadamente 17,5 daN (Figura 5). Os CDPs com 8% e 10% de deformação apresentaram força de desvinculação semelhante, aproximadamente ~11 daN e o com 6% apresentou apenas ~ 7,5 daN. Portanto, conclui-se que: quanto maior a deformação longitudinal, ϵ_z , maior é a força necessária para a desvinculação.

Dois fatores contribuem para o aumento da força de desvinculação com ϵ_z :

- Força de atrito - o aumento ϵ_z causa o aumento da tensão de recuperação longitudinal (ver discussões sobre gráfico da Figura 4). Assumindo que isso reflita sobre a tensão radial dentro da fieira, então, o aumento de ϵ_z causa o aumento da tensão dentro da fieira e conseqüentemente da força de atrito entre o fio e a fieira.
- Força de trefilação - o aumento de (D_R) com a deformação ϵ_z , o que dificulta a remoção do fio, como se o fio estivesse sendo trefilado.

4.5 Ensaio de Estanqueidade

O ar atmosférico possui, em maiores quantidades, moléculas de diâmetro maior que o hélio, devido a isso os resultados de estanqueidade em ar são melhores do que os em He, conforme apresentado na Tabela 2. A amostra com deformação longitudinal (ϵ_z) igual a 12% apresentou a melhor estanqueidade, conforme o esperado, pois dentre os quatro conjuntos fio/fieira, esta possui: (i) - a maior diferença entre os diâmetros do fio recuperado (D_R) e o orifício da fieira, ou seja, com a maior recuperação R e (ii) a maior força de desvinculação, aproximadamente 17,5 daN.



Segundo a norma militar: MIL-STD-1576 (Requisitos de segurança e métodos de ensaio de dispositivos eletroexplosivo) os valores de estanqueidade por gás hélio não podem ser superiores a 1.10^{-6} atm.dm³/seg. Os conjuntos acoplados fio/fieira atenderam à especificação de estanqueidade para aplicação em DE 2.000 x melhor que o exigido por essa norma.

5 CONCLUSÃO

A vinculação do fio martensítico EB7 na fieira apresentou excelentes resultados de estanqueidade, vinte mil vezes melhor que o recomendado pelas normas de segurança, essa selagem elevada ocorreu devido às tensões, na interface fio-fieira, geradas pela recuperação de forma do diâmetro do fio. Quanto maior essa recuperação maior é a tensão e com isso melhor a estanqueidade. A força necessária para desacoplar o fio é alta (~17,5 daN, para 12% de deformação longitudinal), isso também viabiliza sua aplicação pois dá maior resistência ao dispositivo eletropirotecnico.

Este trabalho mostra que o Grupo de ligas com efeito de memória de forma do Instituto Tecnológico de Aeronáutica (grupo de LEMF/ITA) domina os processos de fusão e lingotamento, de conformação mecânica e de tratamentos térmicos de tal forma que é capaz de desenvolver fios de NiTi com EMF, com a precisão de diâmetro e as propriedades exigidas para a aplicação em dispositivos eletropirotecnico.

Agradecimentos

Os autores agradecem à FAPESP (2000/09730-1), à CAPES (bolsa para um dos autores), ao CNPq Universal (473612/2006-2), ao CNPq Casadinho - UFCG/ITA (620091/2008-8); ao CNPq PQ 303624/2008-6; à FINEP/PRO-INFRA e à AEB.

REFERÊNCIAS

- 1 SANTOS, J. C.; ANTUNES, A.S. PINHEIRO, A. P. M.; KABAYAMA, L. K.; RIGO, O. D.; OTUBO, J. Preliminary results of stress recovery of constrained NiTi SMA wire for aerospace applications, Materials Science Forum. v. 643, p. 15-18, 2010.
- 2 MIYAZAKI, S; OHMI, Y; OTSUKA, K; SUZUKI, Y. Characteristics of deformation and transformation pseudoelasticity in Ti-Ni alloy, Journal de Physique, v. 43, p. C4-255, 1982.
- 3 LIO, Y; MCCORMICK, P.G. Transformation dependence of two-way shape memory behavior in NiTi, Scripta Metallurgica, v.. 22, p. 1327-1330, 1988.
- 4 MIYAZAKI, S; OTSUKA, K; SUZUKI, Y. Transformation pseudoelasticity and deformation behavior in Ti-50,6 at% Alloy. Scripta Metallurgica, v. 15, p. 287-292, 1981.
- 5 ANTUNES, A. S. Caracterização do Efeito de Memória de Forma, em fios e tiras, obtidos a partir de liga NiTi, de 150 mm de diâmetro, elaborada em forno de fusão por feixe de elétrons. Originalmente apresentada como tese de mestrado, ITA, São José dos Campos-SP, 2010.
- 6 OTUBO, J; ANTUNES, A.S. Characterization of 150mm in diameter NiTi SMA ingot produced by electron beam melting, Materials Science Forum. v. 643, p. 55-59, 2010.
- 7 OTUBO, J.; RIGO, O. D.; MOURA NETO, C.; MEI, P. R. The effects of vacuum induction melting and electron beam melting techniques on the purity of NiTi shape memory alloys, Materials Science and Engineering, v. 438-440, p. 679-682, 2006.



- 8 OTUBO, J.; RIGO, O. D.; MOURA NETO, C.; KAUFMAN, M. J.; MEI, P. R. Low Carbon Content NiTi Shape Memory Alloy Produced by Electron Beam Melting, *Materials Research*, v. 7, p. 263-267, 2004.
- 9 OTUBO, J; RIGO, O.D; MOURANETO, C; KAUFMAN, M.J; MEI, P.R. Scale up of NiTi shape memory alloy production by EBM. *J.Physique IV*, v. 112, p. 873-876, 2003.
- 10 KABAYAMA, L.K.; RIGO, O.D; OTUBO, J. Influence of thermomechanical processing on the martensitic transformation temperatures of NiTi SMA wire, *Materials Science Forum*, v. 643, p. 43-48, 2010.
- 11 LIUY; XIANG, H. Apparent modulus of elasticity of near-equiatomic NiTi, *Journal of Alloys and Compounds*, v. 270, 154-159, 1998