



Joana Francisca Leitão Ventura de Sousa Rodrigues

DESENVOLVIMENTO DE NOVOS SISTEMAS DE DETEÇÃO DE FISSURAS PARA AUTORREPARAÇÃO (SELF-HEALING)

Dissertação de Mestrado em Engenharia Mecânica
na Especialidade de Produção e Projeto

setembro/2014



UNIVERSIDADE DE COIMBRA



FCTUC FACULDADE DE CIÊNCIAS
E TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE DE COIMBRA

DEPARTAMENTO DE
ENGENHARIA MECÂNICA

Desenvolvimento de novos sistemas de detecção de fissuras para autorreparação (Self-Healing)

Dissertação apresentada para a obtenção do grau de Mestre em Engenharia
Mecânica na Especialidade de Produção e Projeto

Autor

Joana Francisca Leitão Ventura de Sousa Rodrigues

Orientadores

Professora Doutora Maria Teresa Freire Vieira

Doutora Ana Sofia Figueira Ramos

Professor Doutor Francisco Manuel Braz Fernandes

Júri

Presidente Professor Doutor José António Martins Ferreira
Professor Catedrático da Universidade de Coimbra

Vogais Professor Doutor Luís Filipe Pires Borrego
Professor Coordenador do Instituto Superior de Engenharia de
Coimbra

Orientadora Professora Doutora Maria Teresa Freire Vieira
Professora Catedrática da Universidade de Coimbra

Coimbra, setembro, 2014

The most exciting phrase to hear in science, the one that heralds new discoveries, is not “eureka!” but “that’s funny...”

Isaac Asimov

Aos meus pais.
Às minhas avós que já partiram.

Agradecimentos

Embora uma dissertação de mestrado seja, pelo seu objetivo de trabalho final de curso, um trabalho individual, seria impossível a sua realização sem a colaboração e apoio de várias pessoas, tanto do meio científico como das minhas relações pessoais, às quais não posso deixar de prestar o meu reconhecimento.

À Professora Doutora **Maria Teresa Vieira** por todas as oportunidades concedidas, por todo o conhecimento e sabedoria que me transmitiu ao longo destes últimos seis anos, por toda a confiança que depositou em mim, bem como pela ajuda na resolução de problemas ao longo da dissertação. Por tudo isto, e por toda a preocupação com o meu percurso académico, manifesto a minha especial gratidão.

À Doutora **Ana Sofia Ramos** pelo apoio fundamental e incansável ao longo de toda a dissertação, pelo interesse demonstrado, orientação e disponibilidade, pela ajuda na resolução de problemas e pelo conhecimento transmitido. Por tudo isto e pela paciência, presto também a minha sincera gratidão.

Ao Professor Doutor **Francisco Braz Fernandes** da Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa pelo esclarecimento de dúvidas ao longo deste trabalho e pelo apoio na análise por DSC.

Ao Engenheiro **Renato Monteiro** do Instituto Pedro Nunes (IPN) pela importante ajuda e esclarecimento de dúvidas na fase inicial deste trabalho, bem como nos ensaios de tração.

Aos Professores **Paulo Gordo** e **Pedro Paixão** do departamento de Física da Universidade de Coimbra pela ajuda, disponibilidade e transmissão de conhecimentos relativos às medidas de resistência elétrica, bem como ao Professor **Pedro Faia** do departamento de Engenharia Eletrotécnica e Computadores da Universidade de Coimbra pela ajuda relativa à montagem do sistema elétrico com medida da resistência.

Ao Professor Doutor **José Domingos** pela disponibilidade e ajuda nos ensaios de tração, bem como na discussão de ideias e partilha de conhecimentos.

Ao Professor **Luís Borrego** pela partilha de conhecimentos e dúvidas esclarecidas relativamente ao mecanismo de propagação de fissuras por fadiga.

Ao meu primo e colega **André João Cavaleiro**, pela imprescindível ajuda na parte informática deste trabalho, bem como pela troca de ideias e partilha de conhecimento.

À minha colega de curso e amiga **Teresa Cruz Faria**, por em todos aqueles dias menos bons me incentivar e animar, pela amizade, companheirismo e compreensão.

À **Ana Caiano**, pela amizade que fomos criando ao longo da realização das nossas dissertações, pelo apoio, motivação, ajuda nos trabalhos laboratoriais e discussão de ideias; ao **Miguel Travassos**, pelo companheirismo e incentivo que sempre me deu com a sua boa disposição; agradeço também às restantes colegas de sala, **Rita Joana** e **Sílvia Godinho** do grupo de Nanomateriais e Microfabricação do CEMUC, pelo incentivo constante, bom ambiente e troca de ideias.

Às minhas amigas de sempre e para sempre, **Joca** e **Guida**, que mesmo longe me deram força e motivação para continuar, bem como aos restantes **amigos** que sempre me apoiaram e incentivaram.

À minha tia **Isabelinha** pela constante preocupação, por me fazer acreditar nas minhas capacidades e pelas imensas palavras de incentivo que dela recebi.

Às minhas duas avós, **Maria Alice** e **Celeste Maria**, que me deixaram antes de conseguir finalizar esta etapa, mas que sempre acreditaram em mim.

Aos meus irmãos, **Pê** e **Gui**, que de uma forma sempre descontraída e divertida, me animaram e apoiaram principalmente nos momentos menos bons, tendo muita paciência comigo.

E por último mas nunca menos importantes, aos meus pais, **Pedro** e **Isabel**, pois sem eles nada disto seria possível. Pelos valores que me transmitiram e fizeram de mim a pessoa que sou hoje, pela amizade, união, paciência, apoio e incentivo ao longo de todas as etapas da minha vida. E principalmente, por nunca me deixarem desistir.

A todos, o meu muito obrigada.

Resumo

O presente trabalho visou o desenvolvimento de sistemas capazes de detetar, numa fase precoce, fissuras precursoras de falhas em serviço, e assim contribuir para a possibilidade de autorreparação em materiais metálicos.

Fios de nitinol (NiTi) superelásticos foram caracterizados com vista a identificar as temperaturas de transformação de fase, determinar a resistividade elétrica e avaliar o comportamento à tração. Após caracterização dos fios NiTi, o seu potencial como sensor foi avaliado. Para tal, foi desenvolvido um sistema elétrico capaz de medir a diferença de potencial (ddp) nos fios de NiTi quando sujeitos a um ensaio de tração, durante o qual a transformação de fase da austenite para a martensite é induzida. Posteriormente, a ddp foi convertida em resistência elétrica.

Os fios utilizados eram austeníticos à temperatura ambiente e possuíam uma resistividade elétrica da ordem de $90 \mu\Omega\cdot\text{cm}$. O trabalho efetuado contribuiu para demonstrar que através da variação da resistência elétrica dos fios de NiTi em estudo, poderá ser possível identificar a transformação martensítica induzida por tensão. A variação da resistência elétrica dos fios quando tracionados está correlacionada com a deformação, pelo que deverá permitir a deteção de fissuras, confirmando o potencial dos fios NiTi como sensores.

Palavras-chave: NiTi, Superelasticidade, Transformação martensítica, Sensor, Fissuras, Resistência elétrica.

Abstract

The present work aimed at developing systems able to detect at an early stage cracks that may lead to service failures, and thus contribute to the possibility of self-healing in metallic materials.

Nitinol (NiTi) superelastic wires were characterized in order to identify the phase transformation temperatures, determine the electrical resistivity and evaluate their tensile behaviour. After characterizing the NiTi wires, their potential as sensor was evaluated. For this purpose, an electrical system was developed capable of recording the voltage while the NiTi wires are tested in a tensile machine, during which the phase transformation from austenite to martensite is stress-induced. Subsequently, the voltage was converted into electrical resistance.

The wires were austenitic at room temperature and had a resistivity of approximately $90 \mu\Omega\cdot\text{cm}$. The work performed contributed to demonstrate that by the variation of the electrical resistance of the NiTi wires under study, it should be possible to identify the stress-induced martensitic transformation. The variation of the electrical resistance of the wires during the tensile tests is correlated with the deformation, and should allow the detection of cracks, confirming the potential of NiTi wires as sensors.

Keywords NiTi, Superelasticity, Martensitic transformation, Sensor, Cracks, Electric resistance.

Índice

Índice de Figuras.....	vii
Índice de Tabelas	ix
Simbologia e Siglas.....	x
Simbologia.....	x
Siglas	xi
INTRODUÇÃO.....	1
1. Revisão Bibliográfica.....	3
1.1. Ligas com memória de forma.....	3
1.1.1. Transformação martensítica.....	3
1.1.2. Nitinol.....	6
1.2. Propagação de fissuras.....	11
1.3. Autorreparação.....	13
2. Materiais e Métodos.....	16
2.1. Materiais.....	16
2.1.1. Fios de NiTi.....	16
2.1.2. Provedor para ensaios de fadiga.....	17
2.1.3. Preparação dos materiais.....	18
2.1.4. Isolamento dos fios de NiTi.....	19
2.2. Técnicas de caracterização.....	20
2.2.1. Difração de raios X.....	20
2.2.2. Calorimetria Diferencial de Varrimento.....	21
2.3. Medição da Resistência Elétrica.....	22
2.3.1. Miliohmímetro.....	22
2.3.2. Sonda de 4 pontos.....	22
2.3.3. Avaliação indireta utilizando uma resistência adicional.....	24
2.4. Ensaios Mecânicos.....	25
2.4.1. Ensaio de tração.....	25
3. Resultados e Discussão.....	27
3.1. Caracterização dos fios de NiTi.....	27
3.1.1. Estrutura cristalina.....	27
3.1.2. Resistividade elétrica.....	28
3.2. Transformação de Fase Induzida por Temperatura.....	31
3.2.1. Calorimetria diferencial de varrimento.....	31
3.2.2. Sonda de 4 pontos.....	35
3.3. Transformação de Fase Induzida por Tensão.....	38
3.3.1. Ensaios de tração.....	38
3.4. Fios NiTi como Sensores (Testes preliminares).....	41
CONCLUSÕES.....	45

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	47
ANEXO A – Fichas ICDD.....	A1
ANEXO B – Diagrama típico da tensão – deformação do Nitinol superelástico [43].....	A2
APÊNDICE A – Programa em LabView2013™	A3

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.1 - Representação esquemática para o aparecimento do SME e da SE (adaptado de [4]).	4
Figura 1.2 - Desenho esquemático das estruturas cristalinas após arrefecimento, aquecimento, aplicação de carga e descarga (adaptado de [7]).	4
Figura 1.3 - Histerese térmica típica de uma SMA durante o arrefecimento, e subsequente aquecimento (adaptado de [9]).	5
Figura 1.4 - Ciclo de carga superelástico típico de uma SMA (adaptado de [10]).	6
Figura 1.5 – Aplicações das SMAs em diferentes indústrias [1].	7
Figura 1.6 - Desenho esquemático das hipóteses de transformação nas ligas NiTi (adaptado de [4]).	8
Figura 1.7 - Ensaio DSC característico de uma liga NiTi [18].	9
Figura 1.8 – Representação esquemática das várias fases do processo de fadiga.	11
Figura 1.9 – Propagação de uma fissura com a respetiva concentração de tensões [29].	11
Figura 1.10 – Modos de carga simples - Modo I: tração; Modo II: corte; Modo III: corte.	12
Figura 1.11 – Princípio básico de materiais de autorreparação: 1) Uma carga mecânica induz a fissura; 2) Detalhe da fissura; 3) Uma fase móvel é induzida; 4) Fecho da fissura através da fase móvel; 5) Estabilização depois da reparação [34].	15
Figura 2.1 - Fios de NiTi de diâmetros a) 0,7mm e b) 0,4mm.	17
Figura 2.2 – Provette CT com dois furos realizados por eletroerosão (1:1).	17
Figura 2.3 – Desenho esquemático do fio de NiTi acoplado à sonda de 4 pontos para medida da resistência elétrica.	23
Figura 2.4 – Fotografia da montagem experimental e respetivo desenho esquemático para a medição da diferença de potencial e da intensidade.	23
Figura 2.5 - Desenho esquemático do sistema experimental para a medição da diferença de potencial.	24
Figura 3.1 – Difractograma de raios X dos fios de $\varphi=0,4$ e $0,7$ mm.	27
Figura 3.2 - Diferença de potencial em função da corrente aplicada ao fio de $\varphi=0,4$ mm.	29
Figura 3.3 - Diferença de potencial em função da corrente aplicada ao fio de $\varphi=0,7$ mm.	30
Figura 3.4 - Termograma relativo ao fio de $\varphi=0,4$ mm em arrefecimento.	32
Figura 3.5 - Termograma relativo ao fio de $\varphi=0,4$ mm em aquecimento.	32
Figura 3.6 - Termograma relativo ao fio de $\varphi=0,7$ mm em arrefecimento.	33

Figura 3.7 - Termograma relativo ao fio de $\varphi=0,7$ mm em aquecimento.	33
Figura 3.8 - Curva da resistência elétrica em função da temperatura do fio de $\varphi=0,4$ mm.	36
Figura 3.9 - Curva tensão-deformação do fio de $\varphi=0,4$ mm.	39
Figura 3.10 - Curva tensão-deformação do fio de $\varphi=0,7$ mm.	39
Figura 3.11 – Montagem experimental para a medida da variação da ddp durante o ensaio de tração: 1) PC equipado com o programa <i>LabVIEW 2013TM</i> ; 2) Computador com ligação à máquina de tração equipado com o programa <i>TRAPEZIUM X</i> ; 3) Fonte de alimentação de tensão; 4) Placa de aquisição <i>USB-NI 6008</i> ; 5) Fio NiTi; 6) Resistência de precisão <i>NTC</i> de 1Ω	41
Figura 3.12 – Tensão e voltagem em função da deformação do fio de $\varphi=0,4$ mm.	42
Figura 3.13 – Tensão e resistência em função da deformação do fio de $\varphi=0,4$ mm.	43
Figura 3.14 - Tensão e resistência em função da deformação do fio de $\varphi=0,7$ mm.	43

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1.1 - Listagem de alguns estudos relacionando a variação da resistividade (ou resistência) elétrica com as transformações de fase em ligas NiTi.	10
Tabela 2.1 – Composição química ponderal dos fios de Nitinol (<i>Fort Wayne Metals</i>).....	16
Tabela 2.2 – Propriedades mecânicas dos fios de Nitinol (<i>Fort Wayne Metals</i>).....	16
Tabela 2.3 – Temperaturas de transformação dos fios de Nitinol (<i>Fort Wayne Metals</i>).	16
Tabela 2.4 - Composição dos reagentes de Kroll.	18
Tabela 2.5 - Parâmetros de limpeza e de deposição.	20
Tabela 2.6 – Técnicas de caracterização.	20
Tabela 2.7 – Condições dos ensaios de difração de raios X.....	21
Tabela 2.8 - Características dos ensaios de tração efetuados.	26
Tabela 3.1 – Resistência e resistividade elétrica do fio NiTi de $\varphi=0,4$ mm polido e não polido.	28
Tabela 3.2 - Valores de corrente e diferença de potencial (fio de $\varphi=0,4$ mm).	29
Tabela 3.3 – Valores de corrente e diferença de potencial (fio de $\varphi=0,7$ mm).	29
Tabela 3.4 – Resistência e resistividade elétrica dos fios NiTi de $\varphi=0,4$ e $0,7$ mm medidos com uma sonda de 4 pontos.....	30
Tabela 3.5 – Valores de resistividade de fios de NiTi (publicados por outros autores).	30
Tabela 3.6 - Valores da resistividade elétrica do fio NiTi de $\varphi=0,4$ mm medidos através de três sistemas diferentes (fase austenítica).	31
Tabela 3.7 – Temperaturas de transformação de fase avaliadas a partir das curvas de DSC.	35
Tabela 3.8 – Temperaturas de transformação de fase do fio de $\varphi=0,4$ mm e respetivas resistências a partir dos dados de resistência elétrica em função da temperatura. .	37
Tabela 3.9 – Valores das temperaturas de transformação de fase do fio de $\varphi=0,4$ mm avaliadas por DSC e a partir de dados de resistência elétrica.	37
Tabela 3.10 – Valores de tensão e deformação de início e fim de transformação de fase, bem como de UPS e LPS, retirados dos ensaios de tração.	40
Tabela 3.11 – Tensão de rotura (σ_{rot}) e deformação máxima (ϵ_{max}) dos fios de $\varphi=0,4$ e $0,7$ mm.	41

SIMBOLOGIA E SIGLAS

Simbologia

a – Comprimento da fenda [mm]

A – Área da secção [mm²]

A_s, A_f – Temperaturas de início e de fim da transformação da austenite [°C]

d – Distância interplanar [nm]

$\frac{da}{dN}$ – Velocidade de propagação da fenda [mm/ciclo]

ddp – Diferença de potencial

ε – Deformação [%]

F – Carga aplicada [N]

I – Intensidade de corrente [mA]

$K, \Delta K, K_c, K_{m\acute{a}x}, K_{m\acute{i}n}$ – Fator de intensidade de tensões, variação, valor crítico, valor máximo e valor mínimo [MPa \sqrt{m}]

L – Comprimento [mm]

M_s, M_f – Temperatura de início e de fim da transformação da martensite [°C]

n – Número inteiro

r – Raio [mm]

R – Resistência elétrica [Ω]

R_p, R_x – Resistência de precisão e desconhecida [Ω]

T_{amb} – Temperatura ambiente [°C]

V – Voltagem [mV]

Y – Fator geométrico [adimensional]

$\sigma, \sigma_{m\acute{a}x}, \sigma_{m\acute{i}n}$ – Tensão uniaxial, máxima e mínima [MPa]

σ_{rot} – Tensão de rotura [MPa]

$\sigma_{A_s}, \sigma_{A_f}$ – Tensão de início e fim da transformação da austenite [MPa]

$\sigma_{M_s}, \sigma_{M_f}$ – Tensão de início e fim da transformação da martensite [MPa]

σ_0 – Tensão nominal [MPa]

ρ – Resistividade elétrica [$\mu\Omega \cdot \text{cm}$]

ρ_t – Raio de curvatura na extremidade da fissura [mm]

ϕ – Diâmetro [mm]

θ – Ângulo de incidência [°]

λ – Comprimento de onda [nm]

Siglas

A – Austenite

ADN – Ácido Desoxirribonucleico

ASTM – *American Society for Testing and Materials*

CCC – Cúbica de Corpo Centrado

DSC – *Differential Scanning Calorimetry* (Calorimetria Diferencial de Varrimento)

H – Histerese

ICDD – *International Centre for Diffraction Data*

IPN – Instituto Pedro Nunes

LPS – *Lower Plateau Strength* (Patamar inferior de tensão)

M – Martensite

MFLE – Mecânica da Fratura Linear Elástica

PE – *Pseudoelasticity* (Pseudoelasticidade)

PTFE – Politetrafluoroetileno

R – Fase R

SMA – *Shape Memory Alloys* (Ligas com memória de forma)

SME – *Shape Memory Effect* (Efeito memória de forma)

UPS – *Upper Plateau Strength* (Patamar superior de tensão)

XRD – *X-ray Diffraction* (Difração de raios X)

INTRODUÇÃO

Materiais inteligentes conseguem “sentir” mudanças externas e responder-lhes quase instantaneamente. A autorreparação (*self-healing*) de materiais inorgânicos, em particular em metais, é uma área relativamente nova e pouco explorada, inspirada em sistemas biológicos. No entanto, a possibilidade de autorreparação de falhas em locais de difícil acesso é crucial, em particular para as indústrias aeroespacial, aeronáutica e biomédica. O primeiro passo para tornar a autorreparação em metais efetiva, passa pela possibilidade de detetar fissuras precursoras de falhas em serviço.

Neste contexto, o presente trabalho tem por objetivo o desenvolvimento de sistemas que permitam detetar fissuras capazes de induzir falhas catastróficas. Para tal, e devido às suas propriedades únicas, foram selecionados fios de ligas com memória de forma, concretamente fios de nitinol (NiTi) superelásticos. As tensões geradas na extremidade de uma fissura podem induzir a transformação da austenite em martensite. Deste modo, o fio de NiTi pode funcionar como sensor da transformação de fase necessária à deteção de fissuras, pois as propriedades físicas da austenite diferem das da martensite, nomeadamente no que concerne a resistividade elétrica. Assim, neste trabalho é necessário dispor de um sistema para medição da resistência elétrica, capaz de avaliar o potencial dos fios NiTi e conseguir deste modo um sensor de deformação.

Dois fios NiTi ricos em níquel, com diâmetros de 0,4 e 0,7 mm, foram selecionados. Numa primeira fase foi necessário caracterizar os fios do ponto de vista microestrutural e confirmar que a fase cristalina à temperatura ambiente correspondia à fase austenítica. A caracterização dos fios incluiu ainda a avaliação da resistividade elétrica, a determinação das temperaturas de transformação de fase e o estudo do comportamento dos fios à tração.

O estudo do potencial dos fios como sensores de deformação para deteção de fissuras obrigou ao desenvolvimento de um sistema para avaliação da resistência elétrica durante um ensaio de tração. A resistência elétrica dos fios foi medida indiretamente a partir da diferença de potencial (ddp) avaliada utilizando um sistema elétrico com uma

resistência adicional. A ddp foi registada informaticamente através do programa LabView2013™. O sistema concebido permitiu sobrepor às curvas de tensão-deformação a correspondente curva de variação da resistência elétrica.

O presente estudo é preliminar e visa contribuir para futura investigação mais aprofundada neste domínio.

A dissertação está dividida em três capítulos. No primeiro capítulo é efetuada uma breve abordagem às ligas com memória de forma (SMA - do inglês *Shape Memory Alloys*), com particular ênfase na liga SMA designada por nitinol. Também são feitas algumas considerações no que concerne à propagação de fissuras por fadiga e à sua autorreparação, em particular no que respeita aos materiais metálicos. O segundo capítulo é dedicado aos materiais em estudo, bem como às técnicas de caracterização utilizadas. Ainda neste capítulo é descrito o sistema experimental concebido para a medida da variação da resistência elétrica durante o ensaio de tração. O capítulo três é dedicado à apresentação e discussão dos resultados. Este capítulo está organizado em 4 subcapítulos: caracterização dos fios NiTi; transformação de fase induzida por temperatura; transformação de fase induzida por tensão; fios NiTi como sensores (testes preliminares). Por fim, são apresentadas as conclusões decorrentes do trabalho realizado.

1. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

1.1. Ligas com memória de forma

As ligas com memória de forma (SMA) têm sido alvo de grande estudo nas últimas décadas. Estas ligas “inteligentes” foram descobertas pelo químico sueco Arne Ölander em 1932, sendo o termo “memória de forma” descrito por Lester B.Vernon em 1941 [1]. São “materiais inteligentes” que têm a capacidade de “memorizar” a sua forma ou tamanho original quando sujeitas a determinados estímulos termomecânicos.

Estas ligas têm duas propriedades únicas:

- Efeito de memória de forma (*Shape Memory Effect* - SME) – a liga é deformada a baixas temperaturas e, se posteriormente aquecida, retoma a sua forma inicial.
- Superelasticidade (*Superelasticity* - SE) ou pseudoelasticidade (*Pseudoelasticity* - PE) – capacidade da liga se deformar e retornar à sua forma original após ser retirada a carga que lhe foi aplicada e que deu origem a uma determinada deformação.

Os efeitos de memória de forma e superelasticidade têm por base uma mudança de fase entre duas estruturas cristalográficas (a austenite e a martensite) [2].

1.1.1. Transformação martensítica

A transformação martensítica corresponde à transição entre a fase mãe austenite (cúbica de corpo centrado - CCC) e a fase martensítica (monoclínica) por arrefecimento ou ação de uma tensão. A transformação inversa ocorre no aquecimento ou por remoção da carga aplicada. As temperaturas de transformação das SMAs (M_s , M_f , A_s e A_f) dependem da sua composição química e do modo de processamento. M_s , M_f , A_s e A_f correspondem à temperatura de início da transformação da martensite, temperatura de fim da transformação da martensite, temperatura de início da transformação da austenite e temperatura de fim da transformação da austenite, respetivamente [3, 4]. As SMAs

apresentam um comportamento pseudoelástico/superelástico a uma temperatura acima de A_f , como se pode ver na Figura 1.1.

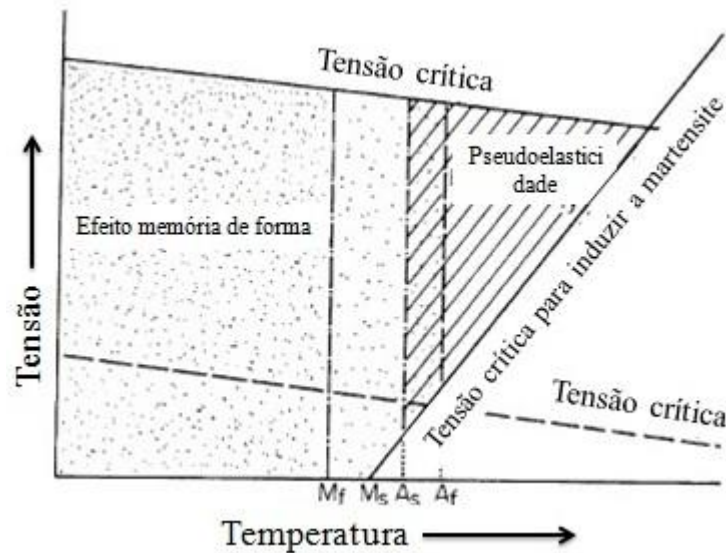


Figura 1.1 - Representação esquemática para o aparecimento do SME e da SE (adaptado de [4]).

As transformações martensítica e inversa ocorrem sem difusão e por mecanismo de maclagem (Figura 1.2) [5, 6].

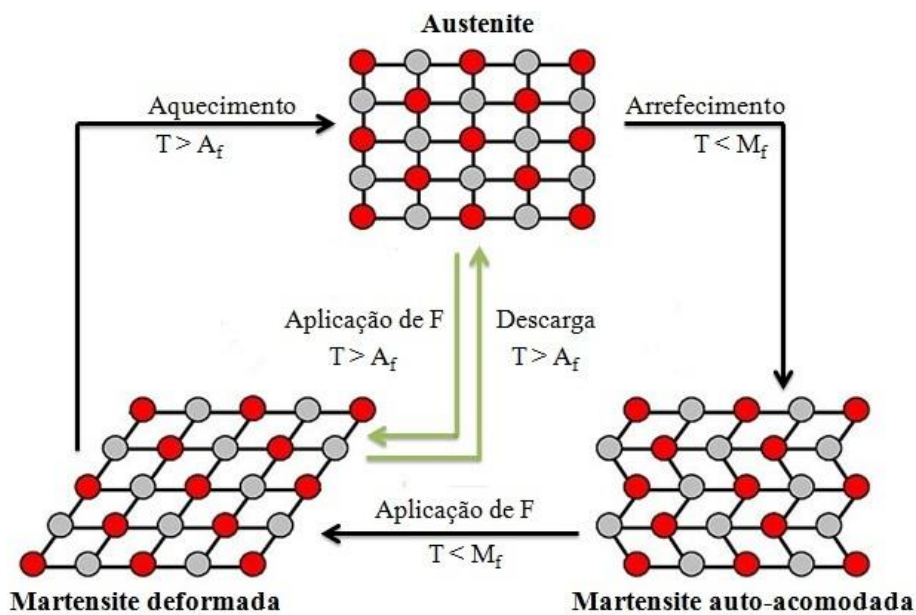


Figura 1.2 - Desenho esquemático das estruturas cristalinas após arrefecimento, aquecimento, aplicação de carga e descarga (adaptado de [7]).

Por efeito térmico, a austenite é completamente transformada em martensite após o arrefecimento abaixo de M_f . Esta martensite é designada auto-acomodada, pois as tensões da rede cristalina são minimizadas. A temperaturas inferiores a M_f , com a aplicação de uma carga, F , um grande número de átomos desloca-se facilmente, mas com distâncias muito pequenas entre eles, levando a que a estrutura se modifique. A forma da liga é mantida depois da descarga exceto a parte relativa à recuperação elástica. Após aquecimento até à temperatura A_s , ocorre recuperação da forma original devido à transformação inversa. Após aquecimento acima da temperatura A_f , a transformação inversa está completa, resultando na recuperação da forma original - efeito SME [7, 8].

Como foi referido anteriormente, a transformação martensítica pode ser induzida tanto por temperatura (Figura 1.3) como por aplicação de carga (Figura 1.4). Em ambas as situações é possível observar a ocorrência de histerese.

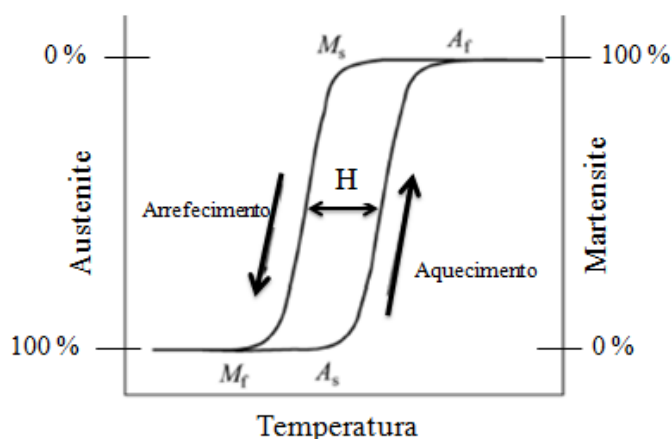


Figura 1.3 - Histerese térmica típica de uma SMA durante o arrefecimento, e subsequente aquecimento (adaptado de [9]).

A Figura 1.4 mostra o ciclo de carga superelástico típico de uma SMA. Para uma carga igual a zero e a uma temperatura acima de A_f , a SMA é completamente austenítica (ponto A). Quando uma carga é aplicada, a austenite sofre uma deformação elástica ($A \rightarrow B$) até a tensão ser suficientemente elevada (σ^{Ms}) para ativar o começo da transformação martensítica ($B \rightarrow C$) da austenite. Seguindo o caminho inverso, depois da SMA se tornar completamente martensítica, e à medida que a carga diminui, ocorre a transformação inversa, de martensite para austenite ($E \rightarrow F$) [10]. Por ação de uma tensão σ^{Ms} a formação de martensite (fase dúctil) é induzida e o material deforma até um

determinado limite, retornando depois à sua forma original quando lhe é retirada a força externa. Normalmente estas ligas apresentam uma boa recuperação após deformação, a qual é da ordem dos 7-8%. De notar que a carga aplicada tem de ser suficiente para levar à mudança de fase (austenite → martensite) [11, 12].

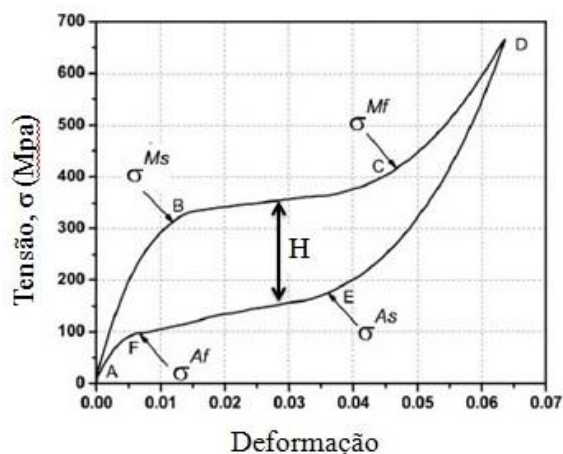


Figura 1.4 - Ciclo de carga superelástico típico de uma SMA (adaptado de [10]).

1.1.2. Nitinol

A importância dos materiais com memória de forma só foi reconhecida quando em 1959 o metalúrgico William J. Buehler descobriu acidentalmente no U. S. Naval Ordnance Laboratory o SME numa liga de NiTi, a qual é também conhecida por nitinol (Ni – Níquel, Ti – Titânio, N – Naval, O – Ordnance, L – Laboratory) [1, 13]. O nitinol é a SMA mais comum e a mais viável comercialmente, devido às suas excelentes propriedades mecânicas e de resistência química. É uma liga na qual o SME é fortemente influenciado pelo teor em níquel [5, 14]. Devido às características das SMA à base de NiTi existe uma panóplia de aplicações para estes materiais. Com efeito, o comportamento único das SMA de nitinol tem levado a um elevado número de aplicações inovadoras na indústria aeroespacial, automóvel, automação e controlo, energética, processamento químico, aquecimento e ventilação, proteção, segurança, eletrónica e na construção civil.

No esquema da Figura 1.5 estão sumariadas algumas das aplicações das SMAs nas quatro áreas onde estas ligas já assumem uma particular importância.

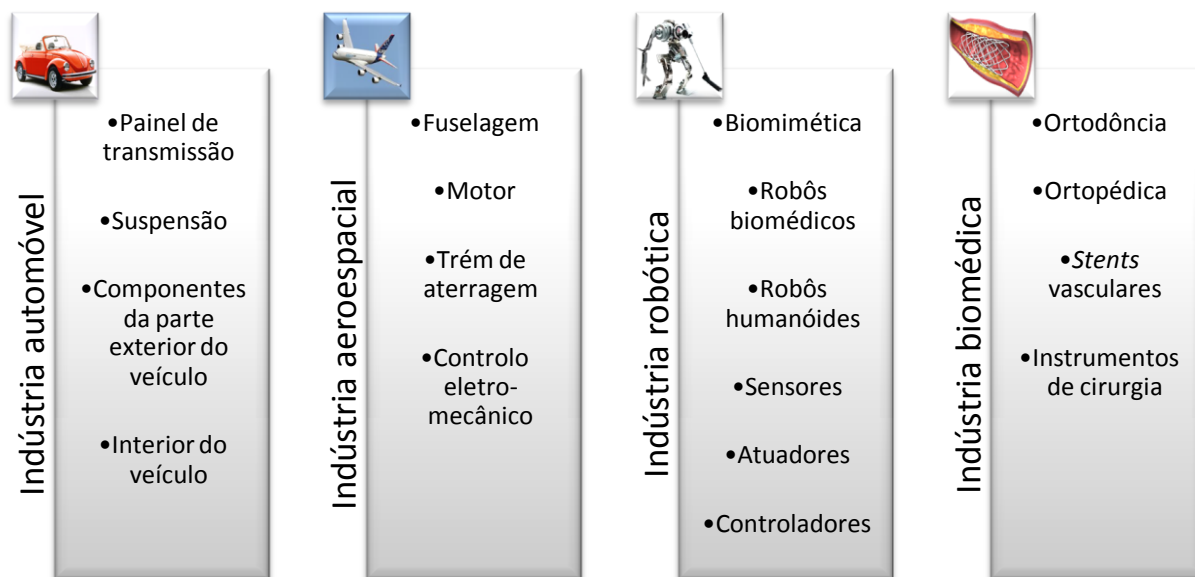


Figura 1.5 – Aplicações das SMAs em diferentes indústrias [1].

Para além das fases austenite e martensite, a liga NiTi pode ou não apresentar uma outra fase durante a transformação martensítica, conforme a concentração de Ni e o tratamento térmico a que for sujeita (Figura 1.6). Esta fase intermédia é chamada de fase R. Cada fase apresenta a sua estrutura cristalina e, conseqüentemente, propriedades distintas. A estrutura da fase R pode ser vista como uma distorção da rede cristalina da austenite segundo uma das diagonais principais da célula unitária cúbica que se vai transformando gradualmente numa estrutura trigonal [15]. Em termos de recuperação da forma após deformação, a formação da fase R resulta numa recuperação pequena (da ordem dos 0,5%). Pelo contrário, uma vez formada a martensite a recuperação após deformação é da ordem dos 6,5-8,5% [16]. A fase R aparece antes da martensite quando a temperatura M_s é abaixo da temperatura de início de transformação da fase R, o que ocorre para determinadas condições, tais como:

- aumento da concentração de níquel;
- tratamento térmico de envelhecimento a temperaturas intermédias;
- recozimento a temperaturas abaixo da temperatura de recristalização após deformação a frio;
- introdução de um elemento substitucional [7].

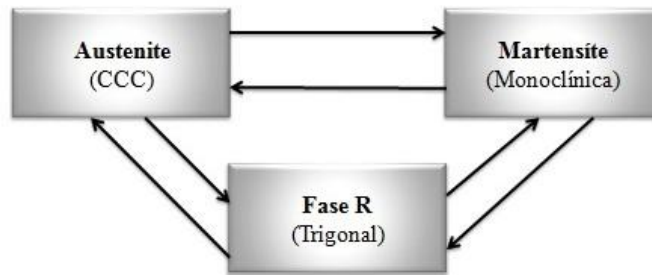


Figura 1.6 - Desenho esquemático das hipóteses de transformação nas ligas NiTi (adaptado de [4]).

Esta fase intermédia pode ser observada no nitinol durante o arrefecimento bem como no aquecimento:

- **Arrefecimento:** só se M_s for suficientemente baixo para evitar a transformação direta de $A \rightarrow M$;
- **Aquecimento:** só se o arrefecimento tiver terminado antes de atingir M_s (ciclo térmico incompleto) [17].

As diferentes temperaturas de transformação são frequentemente determinadas por calorimetria diferencial de varrimento (DSC). Nos ensaios de DSC é medida a quantidade de calor absorvida ou libertada por um material sujeito a um ciclo térmico de aquecimento e arrefecimento que inclua o intervalo de temperaturas de transformação do material em análise. Na Figura 1.7 é apresentada uma curva DSC típica de uma liga NiTi com indicação das temperaturas de transformação.

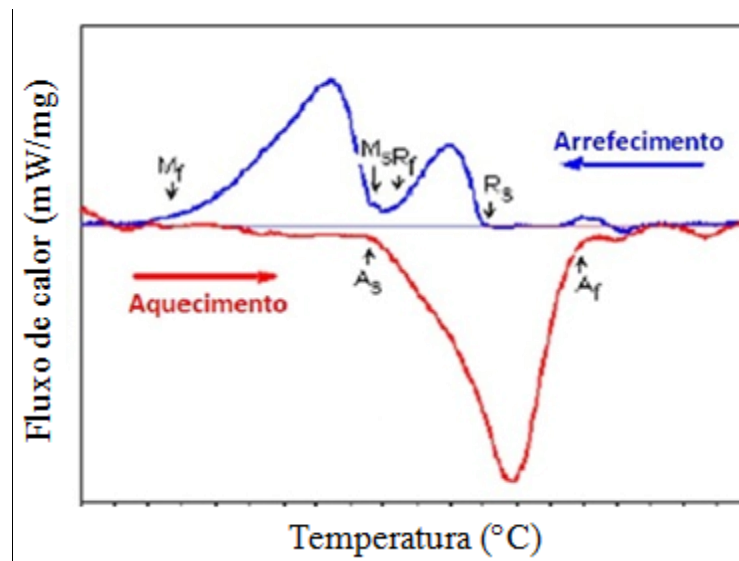


Figura 1.7 - Ensaio DSC característico de uma liga NiTi [18].

Uma vez que as fases austenite, martensite e R possuem resistividades elétricas distintas, a medição desta propriedade é também muito utilizada na determinação das temperaturas de transformação de ligas à base de NiTi, nomeadamente dos arames utilizados nos aparelhos ortodônticos [18].

A resistividade ρ , de um fio/arame é expressa pela seguinte equação:

$$\rho = \frac{RA}{L}, \quad (1.1)$$

em que R é a resistência elétrica, A é a área da secção do fio e L é o comprimento do fio.

As medidas de resistividades podem ser efetuadas enquanto os materiais são sujeitos a um determinado ciclo térmico. No entanto, a grande mais-valia da avaliação desta propriedade reside na possibilidade de efetuar as medições no decurso de ensaios mecânicos. De entre estes, o mais comum é o ensaio de tração [19, 20, 21, 22]. Vários autores demonstraram que a variação de resistividade elétrica pode ser utilizada com sucesso na identificação das temperaturas de transformação induzidas por tensão, como se pode ver na Tabela 1.1. A resistividade elétrica diminui durante a transformação $A \rightarrow M$. Se a fase R estiver presente, a resistividade apresenta um valor máximo. Durante o arrefecimento, quando a resistividade aumenta, é possível identificar o início e fim da

fase R [2, 23, 24]. Segundo alguns autores, na utilização de fios de SMA como sensores, a presença da fase R deve ser evitada [25]. A variação da resistividade elétrica de fios de NiTi devido à presença de tensões capazes de induzir a transformação martensítica, tornam estes fios promissores na detecção de fissuras [24]. Na Tabela 1.1 encontram-se listados algumas referências de estudos de alguns autores relacionando a variação da resistividade (ou resistência) elétrica com as transformações de fase em ligas NiTi.

O uso de SMAs para detecção de fissuras, reside na sua superelasticidade, já que na ponta das fissuras se geram tensões elevadas que podem induzir a transformação martensítica. Este tipo de aplicação pode ser testado numa máquina de fadiga através de ensaios de propagação de fissuras.

Tabela 1.1 - Listagem de alguns estudos relacionando a variação da resistividade (ou resistência) elétrica com as transformações de fase em ligas NiTi.

<i>Referência</i>	<i>Estudo</i>
M. Pozzi [26] 2019	Desenvolvimento de um dispositivo experimental que permite a condução de corrente elétrica, de modo controlado, pelo fio de SMA, enquanto a resistência elétrica e o deslocamento são medidos com precisão.
S. H. Nahm [20] 2005	Estudo da viabilidade de um fio SMA como sensor de tensão através da relação entre a resistividade elétrica e as propriedades mecânicas dos fios durante um teste de tração.
Z. He [15] 2006	Utilização de uma máquina de tração com forno acoplado e com uma sonda de 4 pontos para medir in-situ a resistência elétrica e avaliar as temperaturas de transformação de fios SMAs.
Hideki Nagai [21] 2006	Medição da variação da resistência elétrica de fios SMA em função da deformação, através de um ensaio de tração à temperatura ambiente.
V. Antonucci [23] 2007	Medição da resistência elétrica através de uma sonda de 4 pontos para avaliar as temperaturas de transformação de fios NiTi.
Stephen J. Furst [2] 2012	Utilização de um novo controlador de potência que controla simultaneamente a entrada de energia elétrica, medindo a resistência de um fio SMA.
Chatchai Chatwaranon [10] 2012	Monitorização do comportamento da resistência elétrica medida através de uma sonda de 4 pontos durante um ensaio de tração, utilizado para simular a propagação de uma fissura.
Stephen J. Furst [27] 2013	Estudo sistemático do comportamento dum sistema de dois fios dispostos em série. A deformação, a tensão e a resistência em ambos os fios são medidos experimentalmente e simulados com um modelo de energia livre.

1.2. Propagação de fissuras

Nos metais, a fratura pode ocorrer de várias formas diferentes:

- Fratura frágil súbita;
- Fratura dúctil;
- **Fadiga** ou fratura progressiva;
- Corrosão sob tensão;
- Fluência.

A maioria das roturas em materiais estruturais é causada por fadiga. É um fenómeno de rotura que consiste na aplicação de ciclos progressivos de tensão/deformação até ocorrer a rotura total do material. O processo de rotura inicia-se pela nucleação de uma fenda normalmente numa zona de concentração de tensões, que em seguida se propaga gradualmente até provocar rotura da peça (Figura 1.8) [28]. Na Figura 1.9 está esquematizada a propagação de uma fissura bem como a variação da concentração de tensões à medida que esta se vai propagando.

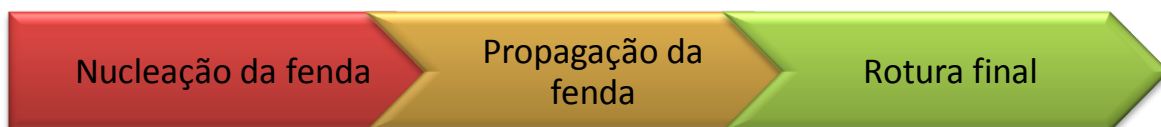


Figura 1.8 – Representação esquemática das várias fases do processo de fadiga.

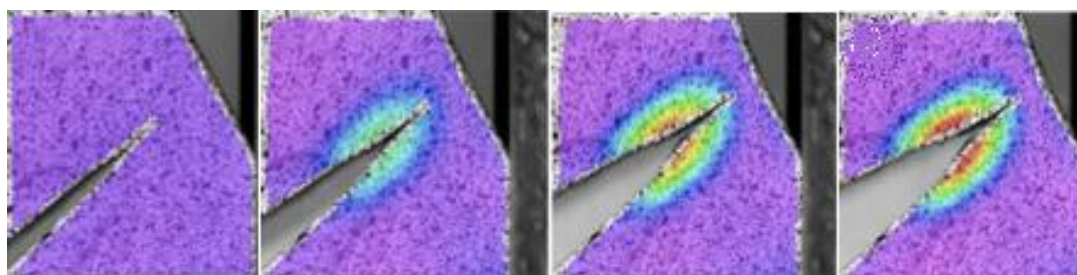


Figura 1.9 – Propagação de uma fissura com a respetiva concentração de tensões [29].

A presença de uma fissura de forma elíptica dá origem a um acréscimo de tensão, $\sigma_{m\acute{a}x}$, que pode ser estimado através da seguinte equação:

$$\sigma_{m\acute{a}x} = 2\sigma_0 \left(\frac{a}{\rho_t} \right)^{1/2}, \quad (1.2)$$

onde σ_0 é o valor da tensão nominal aplicada, a é o comprimento da fissura e ρ_t é o raio de curvatura na ponta da fissura.

A Mecânica da Fratura Linear Elástica (MFLE) é a mais indicada para descrever quantitativamente o período de propagação de uma fissura por fadiga. Segundo o princípio fundamental da MFLE a concentração de tensões na extremidade de uma fissura pode ser caracterizada através do fator de intensidade de tensões K . Este depende do tamanho da fissura, da sua forma e da sua orientação no material:

$$K = Y\sigma\sqrt{\pi a}, \quad (1.3)$$

em que Y representa um fator geométrico adimensional que depende da configuração do corpo e da fenda, σ representa o valor da tensão nominal aplicada e a representa o comprimento da fissura.

A rotura de um material que contém uma fissura ocorre quando K atinge um valor crítico K_c , o qual é uma característica do material designada de tenacidade à fratura, e que traduz a capacidade do material de resistir à propagação de uma fissura [30, 31].

Na Figura 1.10 podemos ver três modos diferentes de carga simples.

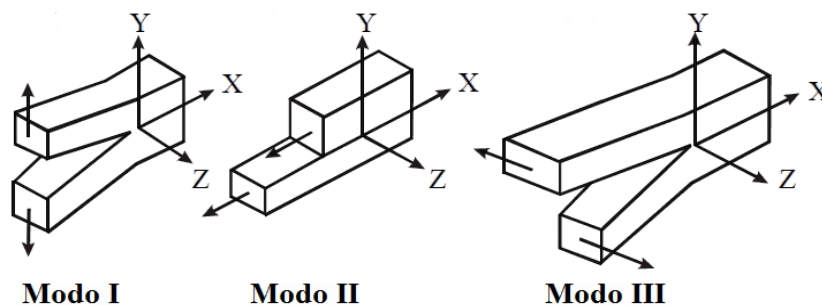


Figura 1.10 – Modos de carga simples - **Modo I**: tração; **Modo II**: corte; **Modo III**: corte.

A velocidade de propagação de uma fissura por fadiga, $\frac{da}{dN}$ (onde a é o comprimento da fissura e N é o número de ciclos) é obtida com base numa curva experimental através de um processo de diferenciação, e pode ser relacionada com a

variação do fator de intensidade de tensões ΔK durante cargas cíclicas de amplitude constante - diagrama $\frac{da}{dN} - \Delta K$, em que:

$$\Delta K = K_{m\acute{a}x} - K_{m\acute{i}n}, \quad (1.4)$$

onde $K_{m\acute{a}x}$ e $K_{m\acute{i}n}$ representam, respetivamente, os valores máximo e mínimo de K , alcançados no ciclo de carregamento. Da equação 1.3 e da equação 1.4 resulta:

$$K_{m\acute{a}x} = Y\sigma_{m\acute{a}x}\sqrt{\pi a}, \quad (1.5)$$

$$K_{m\acute{i}n} = Y\sigma_{m\acute{i}n}\sqrt{\pi a}, \quad (1.6)$$

onde $\sigma_{m\acute{a}x}$ e $\sigma_{m\acute{i}n}$ representam, respetivamente, a tensão máxima e mínima do ciclo de carregamento [28, 30].

A deteção de fissuras constitui uma etapa fundamental para autorreparação de materiais de engenharia.

1.3. Autorreparação

A autorreparação (*self-healing*, em inglês) de materiais de engenharia é baseada nos materiais biológicos, os quais são capazes de regenerar a sua função depois de serem danificados por forças externas. Na natureza, a autorreparação tem lugar tanto a nível macroscópico (regeneração de ossos fraturados, etc.) como microscópico (regeneração do ADN¹, etc.).

Alguns autores [32] fazem distinção entre dois conceitos muito semelhantes:

- *Self-healing*: os componentes do sistema reparam o dano a partir do interior.

Exemplo: uma unha partida tem a capacidade de voltar a crescer por ela própria, removendo gradualmente o dano da área afetada, sem ser necessário nenhuma decisão consciente do cérebro;

- *Self-repair*: o sistema é capaz de se manter ou de se reparar.

¹ Ácido Desoxirribonucleico

Exemplo: se se partir uma unha, a outra mão pode ser usada para limar a unha partida, colocando-a com uma forma adequada. Neste caso, esta decisão foi tomada de forma consciente pelo cérebro.

De notar que os materiais desenvolvidos pelo Homem normalmente não possuem esta capacidade de reparação, continuando a ser desenvolvidos com base na prevenção de danos (*damage prevention*, em inglês). Com os sensores e diagnósticos inteligentes, a condição estrutural pode ser monitorizada e a vida de um determinado componente pode ser prevista enquanto está em serviço, evitando o colapso estrutural devido a fraturas que ocorrem em zonas de difícil acesso. Um novo paradigma baseado na gestão dos danos (*damage management*, em inglês) é cada vez mais uma prioridade. A autorreparação de falhas mecânicas em materiais metálicos é hoje uma exigência do mercado [33, 34].

Tal como a deteção de fissuras muito finas, mas precursoras de falhas em serviço, também a reparação de componentes nos locais de serviço é difícil, pelo que a manutenção autónoma é fundamental para diminuir custos e desvantagens associadas a uma reparação invasiva. Este comportamento possui grande potencial para resolver alguns dos problemas mais limitadores dos materiais estruturais: microfissuras e danos ocultos.

O esforço na investigação relativa à autorreparação de materiais tem sido essencialmente centrado nos materiais poliméricos e compósitos [12, 21, 35], deixando a autorreparação em metais praticamente como um mundo ainda por descobrir [36]. Os polímeros e os compósitos são os materiais mais estudados no que concerne ao mecanismo de autorreparação devido à facilidade com que a modificação dos sistemas poliméricos pode ser alcançada e às baixas temperaturas necessárias para induzir mobilidade. Quanto à autorreparação nos metais, este mecanismo ainda está muito pouco desenvolvido, devido à sua intrínseca complexidade. Nos metais, os mecanismos de reparação atualmente conhecidos apenas levam à reparação de defeitos de pequeno volume [34]. No entanto, a possibilidade de autorreparação em metais tem potencial para beneficiar uma vasta gama de aplicações industriais, onde o aumento da fiabilidade e da segurança, bem como a redução de custos de manutenção, constituem o principal objetivo. Como tal, a sua investigação merece um maior investimento por parte da comunidade científica [37].

Apesar destes materiais terem propriedades diferentes, o sistema de autorreparação é baseado no princípio comum da geração de uma fase móvel que consiga

travar e, de preferência, fechar a fissura (ver Figura 1.11). Como referido, as (micro)fissuras são precursoras de falhas estruturais e a capacidade de repará-las permitirá estruturas com vida útil mais longa e menos manutenção.



Figura 1.11 – Princípio básico de materiais de autorreparação: **1)** Uma carga mecânica induz a fissura; **2)** Detalhe da fissura; **3)** Uma fase móvel é induzida; **4)** Fecho da fissura através da fase móvel; **5)** Estabilização depois da reparação [34].

Os materiais com capacidade de autorreparação podem ser divididos em duas classes consoante o modo como esta é despoletada [33]:

Não autónomos

- Ignição externa (calor ou luz).
- Energia adicional para o processo de reparação pode ser fornecida por estímulos externos (feixe de laser, aquecimento indutivo ou resistivo).

Autónomos

- O dano é o estímulo para a reparação.
- A deteção do dano ocorre automaticamente no interior do material (sensor).

As características das ligas com memória de forma, nomeadamente das ligas à base de nitinol, tornam-nas promissoras para a autorreparação de materiais de engenharia, quer na deteção de fissuras (sensor), quer na sua reparação (atuador).

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1. Materiais

2.1.1. Fios de NiTi

Neste estudo foram utilizados fios de nitinol (Figura 2.1) com diâmetros 0,4 e 0,7 mm. Estes fios foram fornecidos pela *Fort Wayne Metals* e a sua composição química, propriedades mecânicas e temperaturas de transformação estão apresentadas na Tabela 2.1, Tabela 2.2 e Tabela 2.3.

Tabela 2.1 – Composição química ponderal dos fios de Nitinol (*Fort Wayne Metals*).

<i>Elementos</i>	<i>C</i>	<i>Ni</i>	<i>Ti</i>	<i>O</i>	<i>Outros</i>
<i>Composição química dos fios $\phi=0,4$ e $\phi=0,7$ mm</i>	0,03 %	56,15 %	43,84 %	0,026 %	<0,3301 %

Tabela 2.2 – Propriedades mecânicas dos fios de Nitinol (*Fort Wayne Metals*).

<i>Propriedades mecânicas</i>	<i>Resistência à tração (σ_{rot})</i>	<i>Deformação máxima (ϵ)</i>	<i>Patamar superior de tensão (?)</i>
<i>Fio $\phi=0,4$ mm</i>	1617 MPa	15,4 %	653 MPa
<i>Fio $\phi=0,7$ mm</i>	1118 MPa	13,8 %	609 MPa

Tabela 2.3 – Temperaturas de transformação dos fios de Nitinol (*Fort Wayne Metals*).

<i>Temperaturas de transformação</i>	<i>A_s</i>	<i>A_f</i>
<i>Fio $\phi=0,4$ mm</i>	-51 °C	-32 °C
<i>Fio $\phi=0,7$ mm</i>	-51 °C	-31 °C

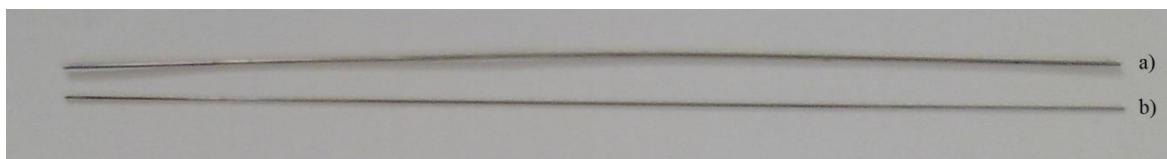


Figura 2.1 - Fios de NiTi de diâmetros **a)** 0,7mm e **b)** 0,4mm.

2.1.2. Provete para ensaios de fadiga

Com vista à realização de ensaios de propagação de fissuras, foram maquinados provetes padrão de fadiga com fenda lateral (CT²) (Figura 2.2), em conformidade com a norma ASTM³. Nesses provetes foram realizados furos por electroerosão, para posterior inserção dos fios de NiTi e medição da sua variação da resistência elétrica enquanto o ensaio mecânico decorre. Ao medir a resistência elétrica dos fios inseridos num provete de fadiga metálico, pode ocorrer interferência elétrica. Para se evitar essa interferência, os fios foram revestidos com um material polimérico isolante.



Figura 2.2 – Provete CT com dois furos realizados por eletroerosão (1:1).

² Do inglês, *Compact Tension*

³ Do inglês, *American Society for Testing and Materials*

2.1.3. Preparação dos materiais

2.1.3.1. Fios de NiTi

O facto de os fios de NiTi terem uma pequena camada de óxido na sua superfície poderia influenciar a posterior medida da resistividade. Para evitar esse problema foi necessário proceder ao polimento para eliminar a camada de óxido.

O polimento inicial foi feito com recurso a uma lixa de carboneto de silício (SiC) de granulometria 4000 mesh, sendo posteriormente utilizados panos magnéticos com suspensão de diamante com granulometrias de 3 e 1 μm . Para polimento final foi utilizada suspensão coloidal de sílica. Para se retirar a sujidade proveniente do processo de polimento, os fios foram limpos em ultrassons, em banhos de acetona e de álcool (10 minutos cada). De seguida os fios foram secos com recurso a uma fonte contínua de calor.

2.1.3.2. Provetes

O polimento inicial de provetes de fadiga em titânio comercialmente puro foi feito com recurso a várias lixas de SiC (granulometrias 180, 320, 500, 800, 1200 e 2400 mesh). Posteriormente, foram utilizados panos magnéticos com suspensão de diamante com granulometrias de 3 e 1 μm , seguido de polimento com suspensão coloidal de sílica. O ataque químico posterior permitiu revelar a microestrutura do material. O provete de Ti foi atacado quimicamente com uma solução denominada reagente de Kroll (Tabela 2.4). Este ataque teve por objetivo despistar a ocorrência de alterações microestruturais junto da zona onde foram feitos os furos por eletroerosão. A observação por microscopia ótica permitiu confirmar que o processo de eletroerosão não provocou alterações microestruturais significativas.

Tabela 2.4 - Composição dos reagentes de Kroll.

<i>Reagentes</i>	HNO₃	HF	H₂O puro
<i>Quantidade (ml)</i>	2-6	1-3	100
<i>Tempo (seg)</i>	5		

2.1.4. Isolamento dos fios de NiTi

A técnica de pulverização catódica r.f. magnetron foi utilizada para a deposição de um revestimento fino de politetrafluoroetileno (PTFE) sobre fios NiTi, com vista ao seu isolamento elétrico. Trata-se de uma técnica de deposição física em fase de vapor, sendo a deposição feita através de um plasma resultante da ionização de um gás raro produzido pela diferença de potencial entre dois elétrodos (alvo e substrato):

- Alvo - material a partir do qual é feito o revestimento e que constitui o cátodo;
- Substrato – material colocado no ânodo e que é revestido.

O processo de pulverização catódica compreende três etapas:

- Ejeção de átomos ou agregados de átomos do material que constitui o alvo;
- Transporte interelétrodos das espécies ejetadas;
- Deposição num substrato.

O revestimento de PTFE sobre fios de NiTi foi feito com recurso a um equipamento de pulverização catódica r.f. magnetron *Edwards* (modelo *Coating System E 306 A*). Após fixar os fios a revestir num suporte adequado, este foi colocado dentro da câmara de deposição, onde se iniciou a evacuação da câmara até uma pressão na ordem de 10^{-3} Pa. Em seguida, foi introduzido argon (99,9999 %) e aplicada uma tensão, sendo efetuadas as limpezas do alvo de PTFE e do substrato antes da deposição propriamente dita. Os parâmetros de limpeza e de deposição estão sumariados na Tabela 2.5 e deram origem a um revestimento de PTFE com cerca de 2 μm .

Tabela 2.5 - Parâmetros de limpeza e de deposição.

<i>Parâmetros de limpeza</i>				
	<i>Pressão</i>	<i>Tempo</i>	<i>Potência</i>	<i>Temperatura de fim de limpeza</i>
<i>Alvo</i>	1,4 Pa	10 min	250 W	53°C
<i>Substrato</i>	1,4 Pa	10 min	250 W	53°C
<i>Parâmetros de deposição</i>				
	<i>Pressão</i>	<i>Tempo</i>	<i>Potência</i>	<i>Temperatura de fim de deposição</i>
<i>Alvo</i>	1,3 Pa	35 min	250 W	56°C

2.2. Técnicas de caracterização

No decurso deste trabalho os materiais utilizados foram caracterizados recorrendo às técnicas listadas na Tabela 2.6 e cujos princípios, equipamentos e principais parâmetros de funcionamento são de seguida resumidamente descritos.

Tabela 2.6 – Técnicas de caracterização.

	<i>Fios de Nitinol</i>
<i>Análise da estrutura cristalina</i>	Difração de raios X
<i>Análise térmica para determinação das temperaturas de transformação de fase</i>	Calorimetria diferencial de varrimento

2.2.1. Difração de raios X

A difração de raios X (XRD⁴) é uma técnica não destrutiva bastante utilizada na análise da estrutura cristalina dos materiais. A difração ocorre quando um material é bombardeado por um feixe de raios X emitido por um alvo metálico (anticátodo). Quando o feixe incide sobre dois ou mais planos cristalinos do material a analisar o cristal é revelado, existindo uma interferência construtiva entre eles. O feixe de raios X é difratado segundo a *Lei de Bragg*:

⁴ Do inglês, *X-Ray Diffraction*

$$n\lambda = 2d \sin \theta, \quad (2.1)$$

em que n representa um número inteiro, λ representa o comprimento de onda da radiação incidente, d representa a distância entre os planos cristalinos e θ representa o ângulo de incidência dos raios X em relação ao plano considerado.

Neste trabalho foi utilizado um difratómetro de raios X *PANalytical*, modelo *X'Pert PRO*, com uma montagem Bragg-Brentano (θ - 2θ). Os ensaios foram realizados de acordo com as condições sumariadas na Tabela 2.7. Os dados recolhidos foram analisados num programa informático da *Philips* que permite a identificação das fases presentes, através da comparação da posição dos picos dos difratogramas de raios X com fichas padrão ICDD⁵ (Anexo A).

Tabela 2.7 – Condições dos ensaios de difração de raios X.

<i>Tensão</i>	<i>Intensidade de corrente</i>	<i>Intervalo de difração (2θ)</i>	<i>Passo</i>	<i>Tempo de passo</i>	<i>Anticátodo</i>
45 kV	40 mA	20° a 80°	0,026°	1 seg	Cobre $\lambda_{K\alpha 1}=0,1540598$ nm

2.2.2. Calorimetria Diferencial de Varrimento

A calorimetria diferencial de varrimento (DSC⁶) é uma técnica de análise térmica que regista o fluxo de energia calorífica associado a transformações de fase de um material quando sujeito a um ciclo térmico pré-definido. A diferença no fornecimento de energia calorífica entre o material a analisar e o de referência é medida em função da temperatura, enquanto ambos são submetidos a um mesmo programa de aquecimento ou arrefecimento, o qual é rigorosamente controlado.

Os ensaios de DSC dos fios de NiTi foram realizados recorrendo a um calorímetro diferencial de varrimento da marca *Netzsch*, modelo *204 F1 Phoenix*. Foi utilizada uma taxa constante de aquecimento e arrefecimento de 10 °C/min. A análise dos fios foi feita numa gama de temperaturas entre -150 °C e 100 °C, de modo a ser possível identificar os picos associados às transformações dos fios em estudo.

⁵ Do inglês, *International Centre for Diffraction Data*

⁶ Do inglês, *Differential Scanning Calorimetry*

2.3. Medição da Resistência Elétrica

Devido à existência de três fases (austenite, martensite e R), cada uma delas com um valor de resistividade elétrica diferente, os resultados de variação da resistividade elétrica de fios NiTi, durante ensaios térmicos ou mecânicos, são difíceis de interpretar [38]. Neste caso, torna-se frequentemente necessário o recurso a modelos de simulação para interpretar de forma adequada os dados da resistividade elétrica [38]. Como tal, neste trabalho optou-se pela medição da resistência elétrica utilizando para o efeito diferentes estratégias.

2.3.1. Miliohmímetro

Os multímetros convencionais não possuem resolução suficiente para avaliar a resistência elétrica dos fios de NiTi em estudo, pelo que numa primeira fase foram efetuadas medidas únicas utilizando um miliohmímetro *Digimess*, modelo *RLC 300*. Nestas medidas foi utilizado o fio com 0,4 mm de diâmetro. Como a camada superficial de óxido dos fios pode influenciar a resistência elétrica, foram utilizados fios *tal qual* e fios polidos.

2.3.2. Sonda de 4 pontos

Para uma medição mais rigorosa, foi montado um sistema experimental para avaliação da resistência através de uma sonda de 4 pontos (Figura 2.3). Para o efeito foi utilizada uma fonte de alimentação com um potenciómetro acoplado e um multímetro de precisão. A corrente fornecida ao sistema variou entre cerca de 5 e 100 A e os valores de diferença de potencial (ΔV) foram registados. É expectável observar uma relação linear entre a diferença de potencial e a intensidade da corrente, correspondendo a resistência elétrica ao declive da reta. A fotografia da montagem bem como o desenho esquemático da mesma encontram-se representados na Figura 2.4.

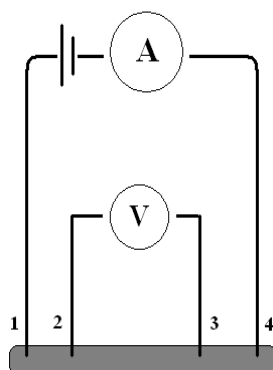


Figura 2.3 – Desenho esquemático do fio de NiTi acoplado à sonda de 4 pontos para medida da resistência elétrica.

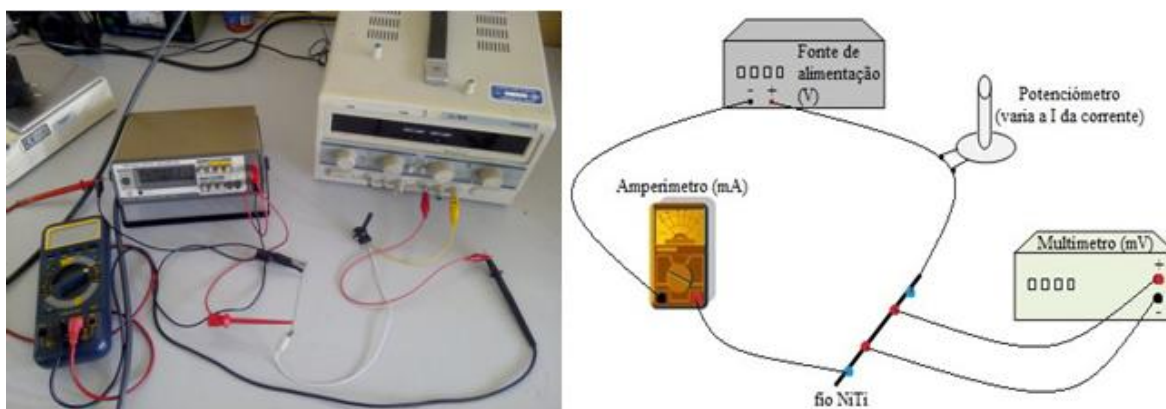


Figura 2.4 – Fotografia da montagem experimental e respetivo desenho esquemático para a medição da diferença de potencial e da intensidade.

Utilizando um sistema “*home made*” do departamento de Física foi possível medir com uma sonda de 4 pontos a variação da resistência elétrica em função da temperatura. Após arrefecimento até cerca de $-250\text{ }^{\circ}\text{C}$, foi medida a variação de resistência elétrica durante o aquecimento até à temperatura ambiente seguido de arrefecimento até à temperatura inicial. O objetivo desta medição é observar a variação da resistência elétrica enquanto ocorrem transformações de fase induzidas por temperatura. Através da análise das curvas de resistência durante o aquecimento e arrefecimento, este ensaio também permite identificar temperaturas de transformação. Nestas medições foi usado o fio com 0,4 mm de diâmetro.

2.3.3. Avaliação indireta utilizando uma resistência adicional

Com vista à medição da variação da resistência de fios NiTi durante os ensaios mecânicos foi utilizada uma resistência conhecida, a qual foi colocada em série com o fio cuja resistência se pretendeu medir. Ao conjunto das resistências foi aplicada uma diferença de potencial (fonte de alimentação de tensão), enquanto a ddp na resistência conhecida foi registada num computador através de uma placa de aquisição de dados. Posteriormente, e com base na *Lei de Ohm* ($V = R \times I$), foi possível calcular o valor da resistência desconhecida. Na figura 2.5 é apresentado um esquema do sistema de medição concebido. O material utilizado na montagem deste sistema experimental foi o seguinte:

- Computador portátil *ASUS K550C* equipado com o programa *LabVIEW 2013TM*;
- Placa de aquisição *USB-NI 6008*;
- Fonte de alimentação de tensão *UniVolt*, modelo *DT305DD*;
- Resistência de precisão (R_p) *NTC* de 1Ω ;
- Fios de cobre;
- Fios equipados com pinças nas extremidades para fazer as ligações;
- Fios NiTi de diâmetros 0,4 e 0,7 mm.

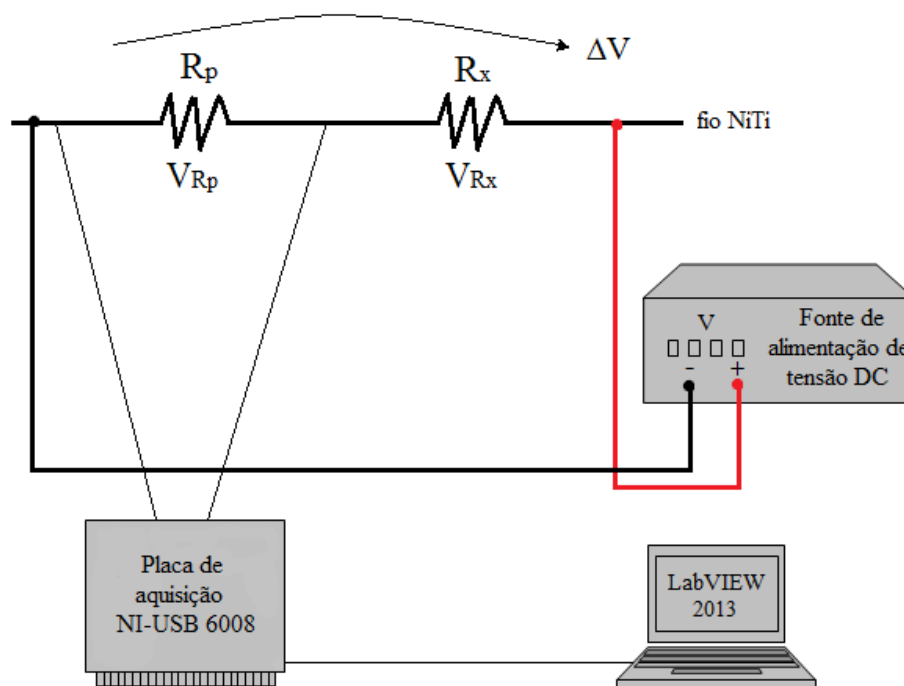


Figura 2.5 - Desenho esquemático do sistema experimental para a medição da diferença de potencial.

Abaixo está listada a metodologia a usar para a realização deste ensaio:

- I. Elaboração do programa de medição no *LabVIEW 2013TM*;
- II. Montagem do sistema experimental;
- III. Ligar a fonte de alimentação entre 200 a 500 mV;
- IV. Registo dos valores da diferença de potencial durante o ensaio mecânico;
- V. Calcular o valor da resistência desconhecida.

2.4. Ensaio Mecânicos

2.4.1. Ensaio de tração

Os ensaios de tração são essenciais para a caracterização do comportamento mecânico dos materiais. Os materiais utilizados foram fios de nitinol.



Os ensaios foram efetuados em duas máquinas de tração diferentes (Tabela 2.8). Em ambos os casos os ensaios foram realizados à temperatura ambiente e sem a utilização de extensómetro, devido ao reduzido diâmetro dos fios que dificulta a sua fixação. A deformação foi determinada através do movimento das amarras.

Os primeiros ensaios foram feitos numa máquina de tração do IPN⁷. De acordo com a norma *ASTM F 2516-07 – Standard Test Method for Tension Testing of Nickel-Titanium Superelastic Materials* em dois passos: **1)** aplicação de carga até uma deformação de 6 %, seguida de descarga até uma tensão de 7 MPa e **2)** novamente aplicação de carga até à rotura do material.

Posteriormente recorreu-se a ensaios numa máquina de tração com uma célula de carga menor, de modo a conferir um maior rigor ao ensaio já que a carga necessária para induzir a transformação martensítica por tensão nos fios em estudo é inferior a 1 kN. Neste caso, são manifestas duas diferenças relativamente aos ensaios anteriores: apenas um passo em que a carga foi aplicada e a deformação registada até à rotura, e nestes ensaios foi montado o sistema experimental para medir a diferença de potencial numa resistência padrão, como descrito na secção 2.3.3. Para tal, as extremidades dos fios de NiTi foram isoladas eletricamente com material polimérico.

⁷ Instituto Pedro Nunes

Tabela 2.8 - Características dos ensaios de tração efetuados.

<i>Marca e modelo do equipamento</i>	<i>Célula unitária</i>	<i>Velocidade de aplicação de carga</i>	<i>Imagem do equipamento</i>
SHIMADZU AG-IS	100 kN	<p>Fio 0,4 mm 1) 0,04 mm/min por mm de fio 2) 0,40 mm/min por mm de fio</p> <p>Fio 0,7 mm 1) 0,02 mm/min por mm de fio 2) 0,20 mm/min por mm de fio</p>	
SHIMADZU Autograph AG-X ⁸	5 kN	<p>Fio 0,4 mm 0,04 mm/min por mm de fio</p> <p>Fio 0,7 mm 0,02 mm/min por mm de fio</p>	

⁸ Software *Trapezium X*

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1. Caracterização dos fios de NiTi

3.1.1. Estrutura cristalina

Para os fios em estudo poderem servir como sensores de fissuras quando mudam da fase austenítica para a fase martensítica, é necessário que se encontrem na fase austenítica à temperatura ambiente. Isto tem de se verificar pois só quando o fio de NiTi passa para a fase martensítica é que se deforma mais facilmente (pseudoelasticidade). Para tal foram realizadas análises utilizando a técnica de XRD. O difratograma de raios X (Figura 3.1) mostra que a estrutura cristalina dos dois fios de NiTi é cúbica de corpo centrado (CCC) correspondendo à desejada fase austenítica. Deste modo, ambos os fios estão aptos para desempenharem a função principal neste estudo – sensor para deteção de fissuras.

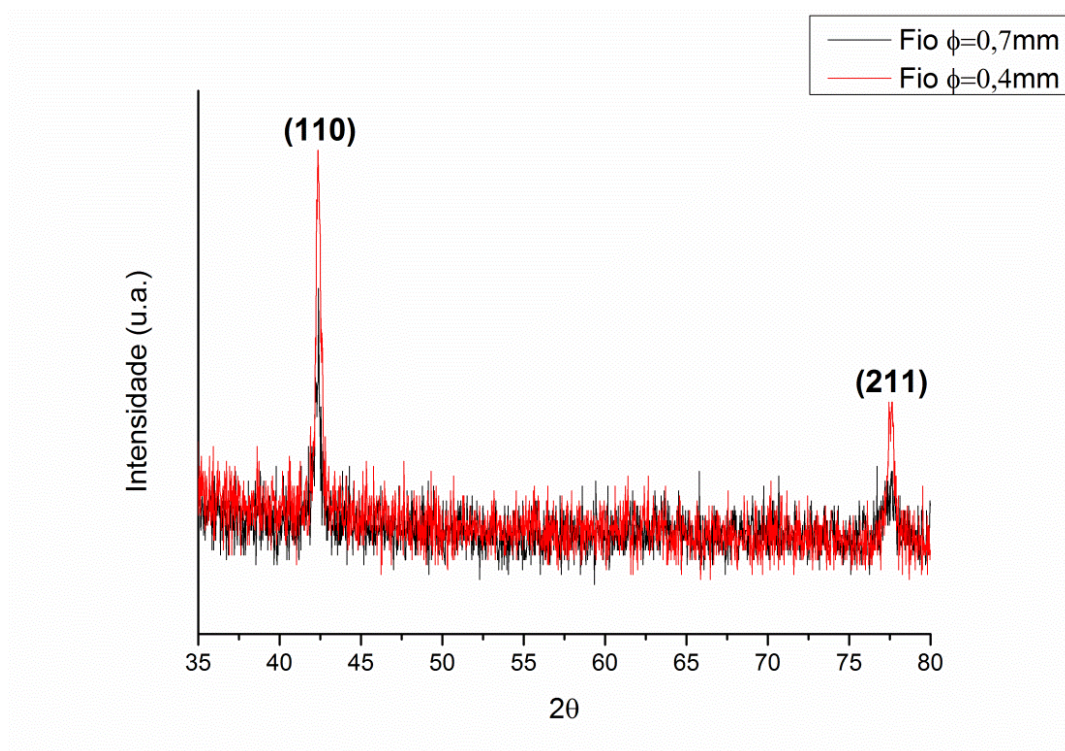


Figura 3.1 – Difratograma de raios X dos fios de $\phi=0,4$ e $0,7$ mm.

3.1.2. Resistividade elétrica

Para avaliar a resistividade elétrica dos fios foram utilizadas montagens experimentais diferentes para medição da resistência elétrica e, posteriormente, foi calculado o valor da resistividade através da equação (1.1).

Conforme foi explicitado no subcapítulo 2.3.1, a resistência elétrica foi medida com miliohmímetro no fio de $\phi=0,4$ mm polido e não polido para avaliar se a camada de óxido existente na superfície dos fios influenciava ou não a resistividade. Na Tabela 3.1 encontram-se os valores das medições efetuadas bem como os valores de resistividade elétrica calculados.

Tabela 3.1 – Resistência e resistividade elétrica do fio NiTi de $\phi=0,4$ mm polido e não polido.

<i>Comprimento de fio utilizado (L)</i>	<i>Fio não polido</i>		<i>Fio polido</i>	
	Resistência (Ω)	Resistividade ($\mu\Omega.cm$)	Resistência (Ω)	Resistividade ($\mu\Omega.cm$)
5 cm	–	–	0,443	111
4 cm	0,408	128	0,359	113
3 cm	0,346	145	0,269	113

Como as medidas foram realizadas a uma temperatura constante, a resistividade elétrica não deveria sofrer variações, tal como observado para o fio polido ($\rho \approx 112 \mu\Omega.cm$). No entanto, pela análise da Tabela 3.1 para o fio não polido os valores são superiores e variáveis, confirmando que a camada de óxido na superfície dos fios influencia as medições de resistividade. Como expectável, a presença de óxidos traduz-se por um aumento da resistividade, mas provavelmente devido a uma distribuição não uniforme ao longo dos fios também dá origem a valores de resistividade diferentes para o mesmo tipo de fio. Em consequência, todo o trabalho passou a ser realizado com os fios NiTi polidos.

Outra forma adotada na determinação da resistividade elétrica foi o uso de uma sonda de 4 pontos (*cf.* subcapítulo 2.3.2). Quando a intensidade da corrente nos fios variou, a diferença de potencial (ddp) foi medida (Tabela 3.2 e Tabela 3.3).

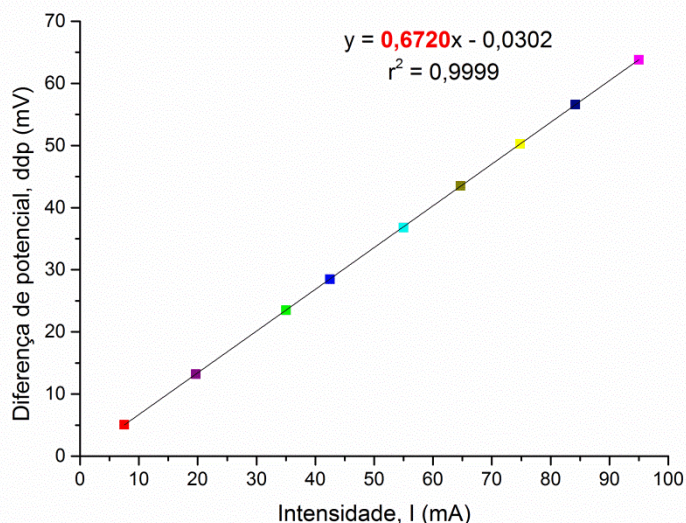
Tabela 3.2 - Valores de corrente e diferença de potencial (fio de $\phi=0,4$ mm).

<i>I</i> (mA)	7,5	19,7	35	42,5	55	64,7	74,8	84,2	95
<i>ddp</i> (mV)	5,08	13,2	23,5	28,46	36,8	43,5	50,29	56,6	63,8

Tabela 3.3 – Valores de corrente e diferença de potencial (fio de $\phi=0,7$ mm).

<i>I</i> (mA)	5,3	12,6	19,3	30,2	39,7	51	60	69
<i>ddp</i> (mV)	1,03	2,49	3,81	5,98	7,86	10,5	12,24	13,66

O gráfico resultante dos valores relativos aos fios de $\phi=0,4$ (Figura 3.2) e 0,7 mm (Figura 3.3) mostra que há uma variação linear crescente. A equação da reta foi determinada através de uma regressão linear feita no programa *OriginPro9*, de onde se retirou o valor do declive correspondente ao valor da resistência elétrica. Sabendo o comprimento dos fios utilizados, foi possível calcular o valor da resistividade elétrica para cada fio. Esses valores encontram-se compilados na Tabela 3.4.

**Figura 3.2** - Diferença de potencial em função da corrente aplicada ao fio de $\phi=0,4$ mm.

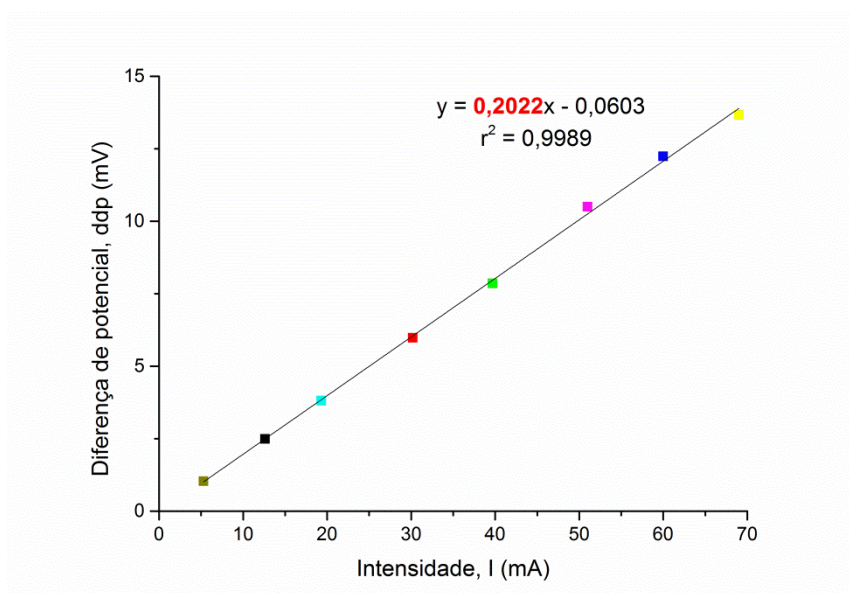


Figura 3.3 - Diferença de potencial em função da corrente aplicada ao fio de $\phi=0,7$ mm.

Tabela 3.4 – Resistência e resistividade elétrica dos fios NiTi de $\phi=0,4$ e $0,7$ mm medidos com uma sonda de 4 pontos

	Resistência (Ω)	Resistividade ($\mu\Omega.cm$)
Fio $\phi=0,4$ mm; L=95 mm	0,672	89
Fio $\phi=0,7$ mm; L=89 mm	0,202	87

A resistividade elétrica de ambos os fios é idêntica, podendo considerar-se o seu valor da ordem de $90 \mu\Omega.cm$. Estes valores são mais consentâneos com os da literatura (Tabela 3.5) do que os resultantes da avaliação direta da resistividade (Tabela 3.1). No que respeita à martensite, como se pode ver na Tabela 3.5, os valores da resistividade não são todos consensuais, variando conforme as características de cada fio.

Tabela 3.5 – Valores de resistividade de fios de NiTi (publicados por outros autores).

Referências bibliográficas	Resistividade na fase austenítica	Resistividade na fase R	Resistividade na fase martensítica
J. Uchil [16] 2002	$\rho_A = 82 \mu\Omega.cm$	$\rho_R = 98 \mu\Omega.cm$	$\rho_M = 65 \mu\Omega.cm$
F. Gori [5] 2006	$\rho_A = 82 \mu\Omega.cm$	–	$\rho_M = 76 \mu\Omega.cm$
V. Novák [38] 2008	$\rho_A = 87 \mu\Omega.cm$	$\rho_R = 85 \mu\Omega.cm$	$\rho_M = 75 \mu\Omega.cm$
S. J. Furst [27] 2013	$\rho_A = 89 \mu\Omega.cm$	–	$\rho_M = 102 \mu\Omega.cm$

Na Tabela 3.6 encontram-se listados os valores da resistividade elétrica do fio de $\phi=0,4$ mm determinados utilizando diferentes sistemas. No caso do miliohmímetro o fio utilizado para comparação foi o que estava polido.

Tabela 3.6 - Valores da resistividade elétrica do fio NiTi de $\phi=0,4$ mm medidos através de três sistemas diferentes (fase austenítica).

<i>Miliohmímetro</i>	<i>Sonda de 4 pontos</i>	<i>Sonda de 4 pontos (T_{amb})*</i>
112 $\mu\Omega$.cm	89 $\mu\Omega$.cm	92 $\mu\Omega$.cm

*Montagem concebida para medições com variação de temperatura

No que diz respeito à resistividade elétrica, as medições efetuadas com sonda de 4 pontos conduzem a valores idênticos entre si e próximos dos disponíveis na literatura para a austenite. As medidas diretas com miliohmímetro são menos fiáveis e dão origem a valores um pouco superiores.

3.2. Transformação de Fase Induzida por Temperatura

3.2.1. Calorimetria diferencial de varrimento

A fim de avaliar as temperaturas de transformação de fase dos fios, estes foram analisados termicamente através da técnica DSC. O conhecimento destas temperaturas é fundamental quando se pretende utilizar o nitinol como sensor de fissuras em situações onde as temperaturas de serviço podem ser variadas (automóveis, aviões, barcos, dispositivos médicos, etc.). A escolha do material à base de NiTi a utilizar em cada situação é determinada pelas temperaturas de transformação das fases em que este se pode encontrar: austenite, martensite e, nalguns casos, fase R.

Os termogramas dos fios NiTi são apresentados na Figura 3.4 e Figura 3.5 ($\phi=0,4$ mm) e na Figura 3.6 e Figura 3.7 ($\phi=0,7$ mm). Em todas as figuras a linha verde corresponde a um valor de temperatura de 25 °C (temperatura ambiente). O ciclo térmico a que os fios foram sujeitos começou por um aquecimento desde a temperatura ambiente até 100 °C, seguido de arrefecimento até -150 °C, seguido de novo aquecimento até 100 °C.

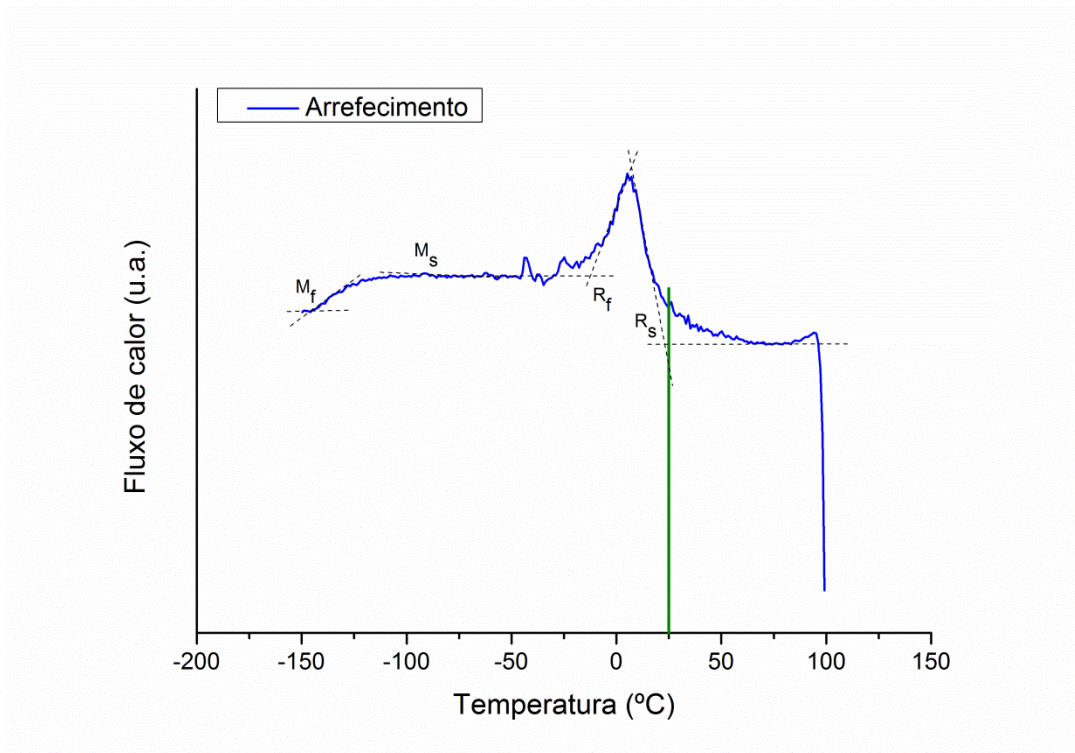


Figura 3.4 - Termograma relativo ao fio de $\phi=0,4$ mm em arrefecimento.

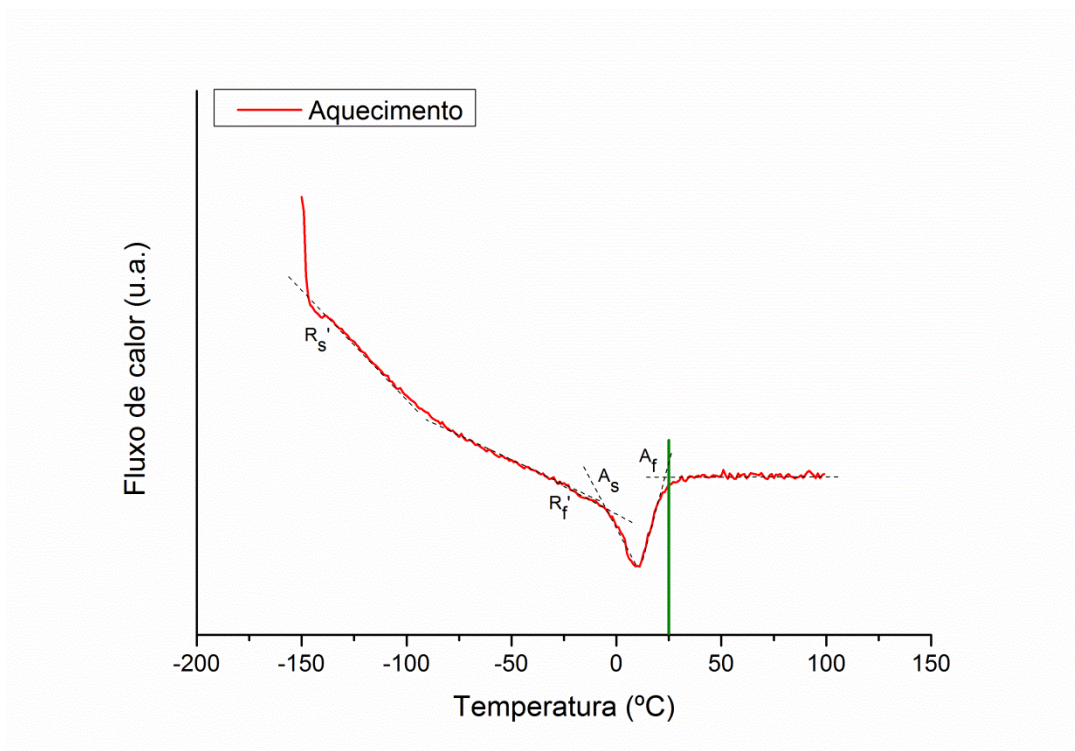


Figura 3.5 - Termograma relativo ao fio de $\phi=0,4$ mm em aquecimento.

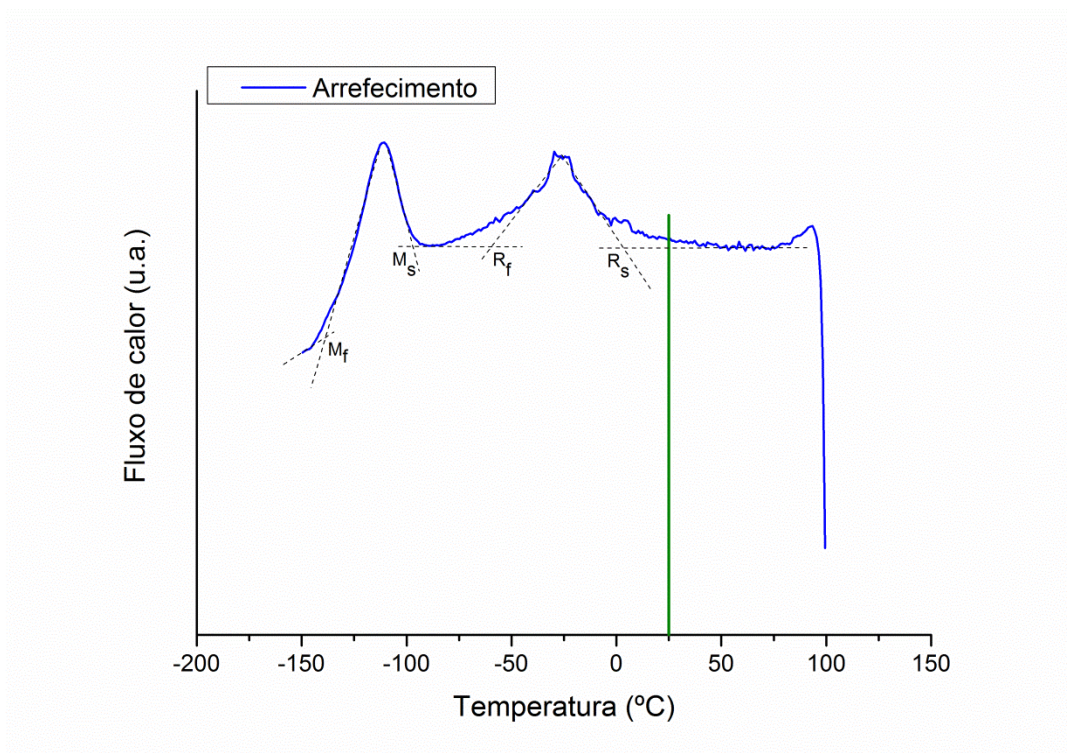


Figura 3.6 - Termograma relativo ao fio de $\phi=0,7$ mm em arrefecimento.

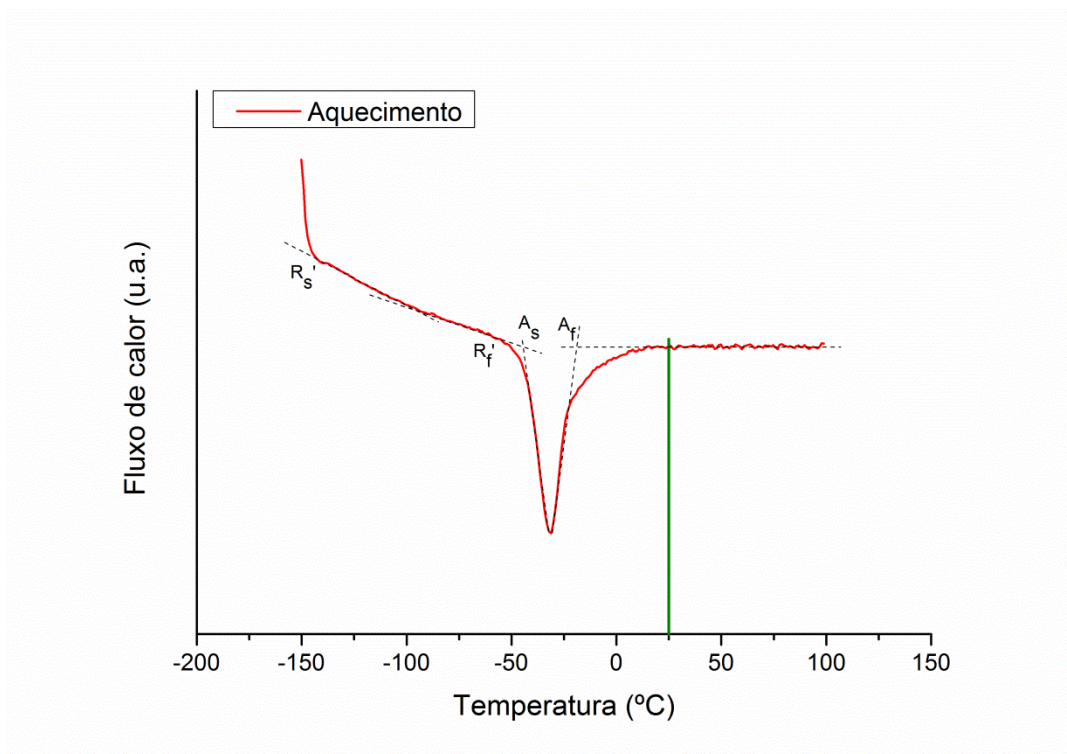


Figura 3.7 - Termograma relativo ao fio de $\phi=0,7$ mm em aquecimento.

As temperaturas de início e fim de transformação de fase foram determinadas através da interseção das tangentes aos picos com as tangentes ao início dos picos observados nas curvas de arrefecimento e aquecimento. Os valores das temperaturas de transformação de fase, poderiam resultar de um ajuste polinomial da linha de base. Tal não se efetuou, pois os valores das temperaturas de transformação de fase eram praticamente iguais aos valores que foram retirados sem o ajuste.

Durante o arrefecimento (Figura 3.4 e Figura 3.6) ocorrem duas transformações exotérmicas que correspondem às transformações $A \rightarrow R$ e $R \rightarrow M$. Após a formação da fase R estar completa, tem início a formação de martensite. As curvas de aquecimento térmico dos fios de $\phi=0,4$ mm e $\phi=0,7$ mm são caracterizadas por uma transformação endotérmica bem definida (Figura 3.5 e Figura 3.7) atribuída à formação da fase austenítica (transformação inversa). Nestas curvas é ainda possível observar um pico bastante alargado correspondente à formação da fase R. O facto do pico correspondente à formação de austenite não ser simétrico significa que há sobreposição das transições $R \rightarrow A$ e $M \rightarrow A$, pelo que a formação de fase R a partir da martensite não é completa.

De notar que os picos relativos à formação de austenite e martensite são bastante mais bem definidos e intensos no caso do fio de $\phi=0,7$ mm, o que indicia um tratamento térmico a uma temperatura mais elevada. Em ambos os fios, a fase R é mais evidente durante o arrefecimento. No aquecimento, a formação da fase R que antecede a formação da austenite é pouco perceptível, tal como observado por outros autores [18]. Nalguns estudos é mesmo referido que a formação de fase R ocorre apenas no arrefecimento [21, 23].

As temperaturas de transformação para os dois fios em estudo estão listadas na Tabela 3.7. Como seria de esperar pelas especificações do fornecedor e pela anterior análise de raios X, ambos os fios se encontram no domínio austenítico à temperatura ambiente ($A_f < T_{amb}$). No caso do fio de $\phi=0,7$ mm as temperaturas A_s e A_f determinadas são próximas das indicadas pelo fornecedor (Tabela 2.3). No entanto, os valores para o fio de menor diâmetro são bastante superiores aos especificados.

Tabela 3.7 – Temperaturas de transformação de fase avaliadas a partir das curvas de DSC.

	<i>Fio $\phi=0,4$ mm</i>	<i>Fio $\phi=0,7$ mm</i>
	<i>Curva de arrefecimento</i>	
M_s	-97 °C	-98 °C
M_f	-146 °C	-139 °C
R_s	22 °C	4 °C
R_f	-13 °C	-60 °C
	<i>Curva de aquecimento</i>	
A_s	-6 °C (-51 °C *)	-44 °C (-51 °C *)
A_f	22 °C (-32 °C *)	-19 °C (-31 °C *)
R_s'	-138 °C	-143 °C
R_f'	-23 °C	-55 °C

* Fornecido pela *Fort Wayne Metals*

A denotação das temperaturas de início (R_s') e fim (R_f') de transformação da fase R em aquecimento serve para as distinguir das temperaturas de transformação determinadas a partir das curvas de arrefecimento. Como referido, durante o aquecimento (Figura 3.5 e Figura 3.7) os picos correspondentes à formação da fase R são ténues, assemelhando-se mais a uma bossa, sendo por isso bastante difícil definir as temperaturas de transformação de fase.

3.2.2. Sonda de 4 pontos

Em complemento da técnica de DSC para avaliação das temperaturas de transformação, foi realizado um ensaio com o fio de NiTi de $\phi=0,4$ mm que consistiu na medida da sua resistência elétrica em função da temperatura através de uma sonda de 4 pontos.

As curvas apresentadas na Figura 3.8 são semelhantes a curvas encontradas por outros autores [39, 40, 41]. De acordo com a literatura, durante a transformação M→A deve ocorrer variação da resistividade elétrica e, caso ocorra formação de fase R, a resistividade deve apresentar um pico máximo, pois esta fase possui resistividade elevada, quando comparada com as fases austenite e martensite [17, 21]. Com base nestes

pressupostos foi possível determinar um valor aproximado para as temperaturas de transformação utilizando o gráfico de variação da resistência em função da temperatura (Figura 3.8). De acordo com a curva de arrefecimento é notório um aumento de resistência até um valor máximo seguido de um decréscimo gradual, não sendo por isso possível distinguir entre R_f e M_s , ao contrário de alguns estudos que apresentam uma curva de arrefecimento em forma de “chapéu” [23, 42]. Durante o aquecimento é possível observar um pico alargado idêntico ao observado no arrefecimento seguido de um pico correspondente à formação de austenite. À semelhança do efetuado por outros autores [40], as temperaturas de transformação foram avaliadas como indicado na Figura 3.8. Os valores das temperaturas de transformação bem como as respetivas resistências e resistividades elétricas estão compilados na Tabela 3.8.

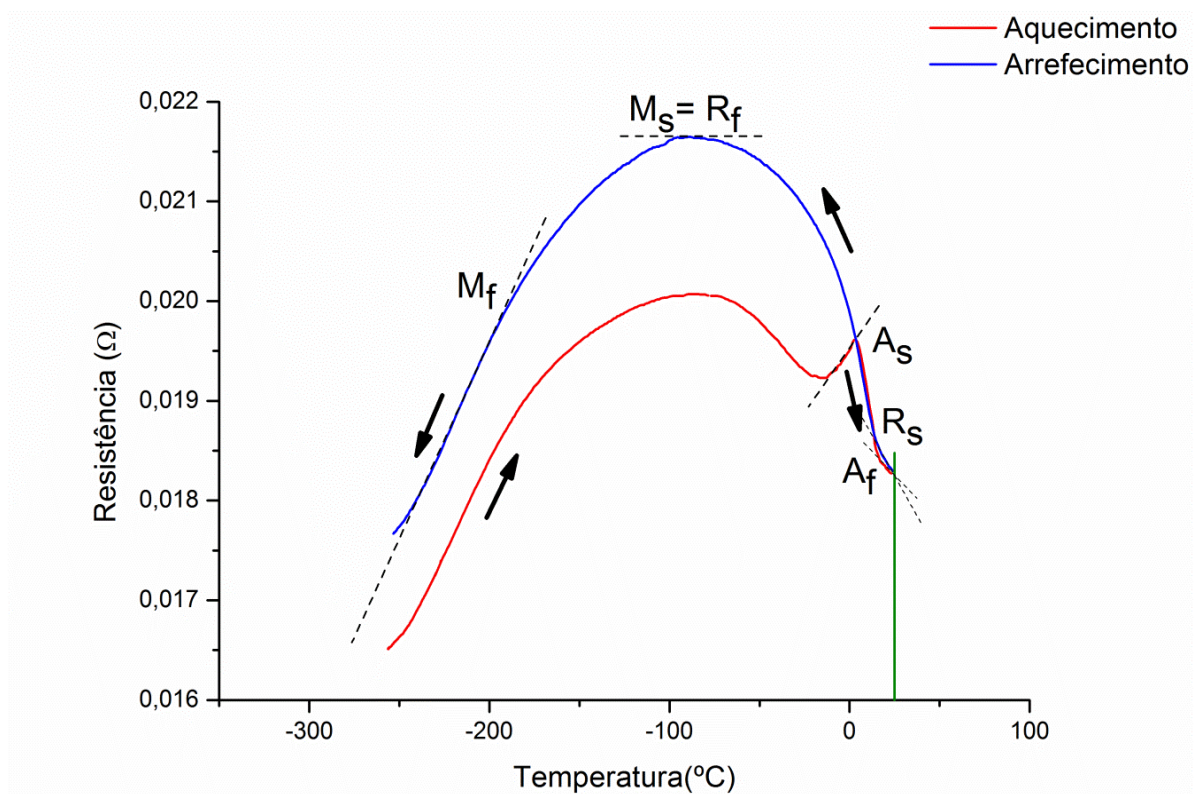


Figura 3.8 - Curva da resistência elétrica em função da temperatura do fio de $\phi=0,4$ mm.

Tabela 3.8 – Temperaturas de transformação de fase do fio de $\phi=0,4$ mm e respetivas resistências a partir dos dados de resistência elétrica em função da temperatura.

	A_s	A_f	R_s	R_f	M_s	M_f
Temperatura (°C)	3	17	15	-90	-90	-195
Resistência (Ω)	0,0196	0,0184	0,0186	0,0216	0,0216	0,0198
Resistividade ($\mu\Omega.cm$)*	—	92	—	109	—	100

* calculada através da equação (1.1)

Mais uma vez se confirma que a temperatura A_f é inferior a 25°C, mas o valor é bastante superior ao especificado pelo fornecedor. Relativamente aos valores de resistividade é possível constatar, como esperado, que a resistividade da fase R é a mais elevada. Contudo, ao contrário do que é geralmente assumido, a resistividade associada à austenite é inferior à da fase martensítica. Resultado idêntico foi reportado por V. Antonucci et al. [23] para um fio NiTi com diâmetro de 0,5 mm e composição química idêntica à dos fios em estudo. Também da Tabela 3.5 consta um trabalho recente em que a resistividade da austenite é inferior à da martensite [27].

Comparando os valores das temperaturas de transformação retirados das curvas dos termogramas de DSC com os valores das temperaturas de transformação retirados do ensaio com a sonda de 4 pontos variando a temperatura, pode ser constatado que os valores não são significativamente discrepantes. Para uma melhor comparação desses valores, estes são apresentados na Tabela 3.9.

Tabela 3.9 – Valores das temperaturas de transformação de fase do fio de $\phi=0,4$ mm avaliadas por DSC e a partir de dados de resistência elétrica.

Temperaturas de transformação	DSC	Resistência elétrica
A_s	-6 °C	3 °C
A_f	22 °C	17 °C
R_s	22 °C	15 °C
R_f	-13 °C	-90 °C
M_s	-97 °C	-90 °C
M_f	-146 °C	-195 °C

Como se pode observar, as temperaturas de transformações de fase avaliadas pelas duas técnicas não apresentam variações muito significativas, à exceção da temperatura R_f e M_f .

3.3. Transformação de Fase Induzida por Tensão

3.3.1. Ensaios de tração

Os primeiros ensaios de tração realizados foram sem medida da resistência elétrica, interessando saber os valores da tensão de início (σ^{Ms}) e fim (σ^{Mf}) da formação da martensite e os patamares superior e inferior de tensão (UPS⁹ e LPS¹⁰, respetivamente). De acordo com a norma *ASTM F 2516-07* para os ensaios de tração de fios NiTi, o UPS corresponde ao valor da tensão para 3 % de deformação durante o carregamento, enquanto LPS corresponde ao valor da tensão para 2,5 % de deformação durante a descarga após carregamento até 6 % de deformação. Os testes foram realizados à temperatura ambiente tal como descrito no capítulo 2. As curvas de tensão-deformação resultantes são apresentadas na Figura 3.9 e Figura 3.10. No início do ensaio, os fios apresentam um comportamento linear elástico normal neste tipo de teste. Quando a tensão σ^{Ms} é atingida, tem início a transformação de fase da austenite para a martensite. A martensite é uma fase mais dúctil do que a austenite, o que permite um aumento da deformação dando origem ao patamar superior das curvas σ - ϵ . Uma vez completa a transformação da austenite para a martensite (σ^{Mf} , $\epsilon \approx 6$ %) a carga aplicada aos fios foi retirada, ocorrendo a transformação de fase inversa enquanto a deformação é recuperada. Na descarga é possível identificar os valores das tensões de início (σ^{As}) e fim (σ^{Af}) da transformação de fase. Pela análise das curvas do ensaio de tração (Figura 3.9 e Figura 3.10) é possível constatar que os fios de NiTi apresentam ambos um comportamento superelástico (Anexo B), ou seja, a transformação martensítica permite deformações significativas as quais são recuperadas após remoção da carga com a conseqüente transformação inversa (martensite \rightarrow austenite). O efeito superelástico constitui uma das propriedades fundamentais das ligas com memória de forma à base de nitinol e é frequentemente observado em ligas ricas em níquel [43]. Por fim, depois do ciclo de histerese (passo 1) dos ensaios de tração), os fios foram tracionados

⁹ Do inglês, *Upper Plateau Strength*

¹⁰ Do inglês, *Lower Plateau Strength*

até à rotura (passo 2)). Os valores das tensões σ^{Ms} , σ^{Mf} , σ^{As} , σ^{Af} , UPS e LPS estão compilados na Tabela 3.10.

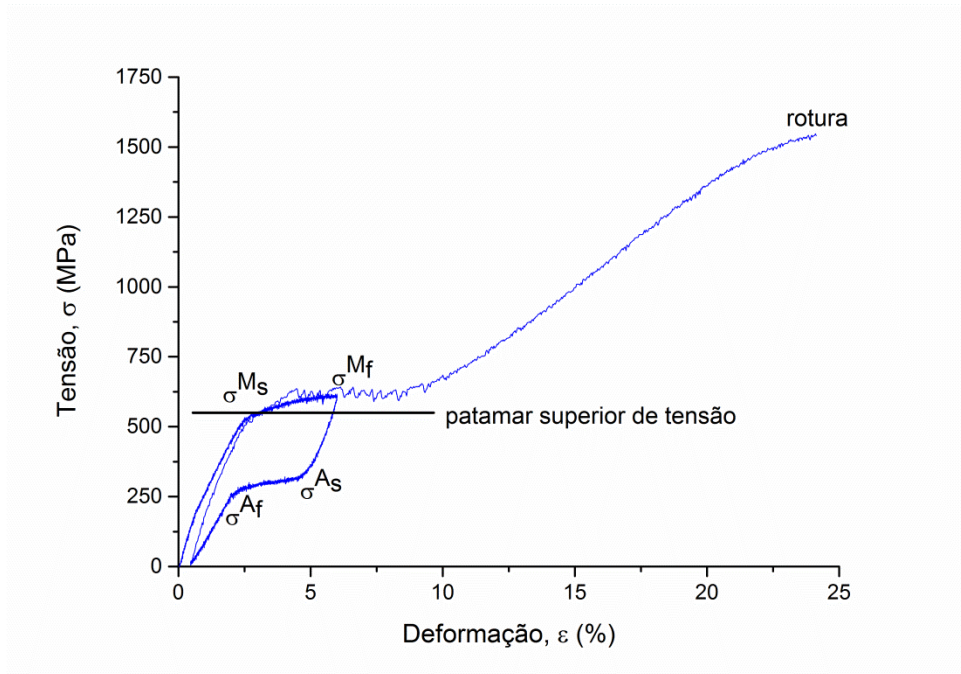


Figura 3.9 - Curva tensão-deformação do fio de $\phi=0,4$ mm.

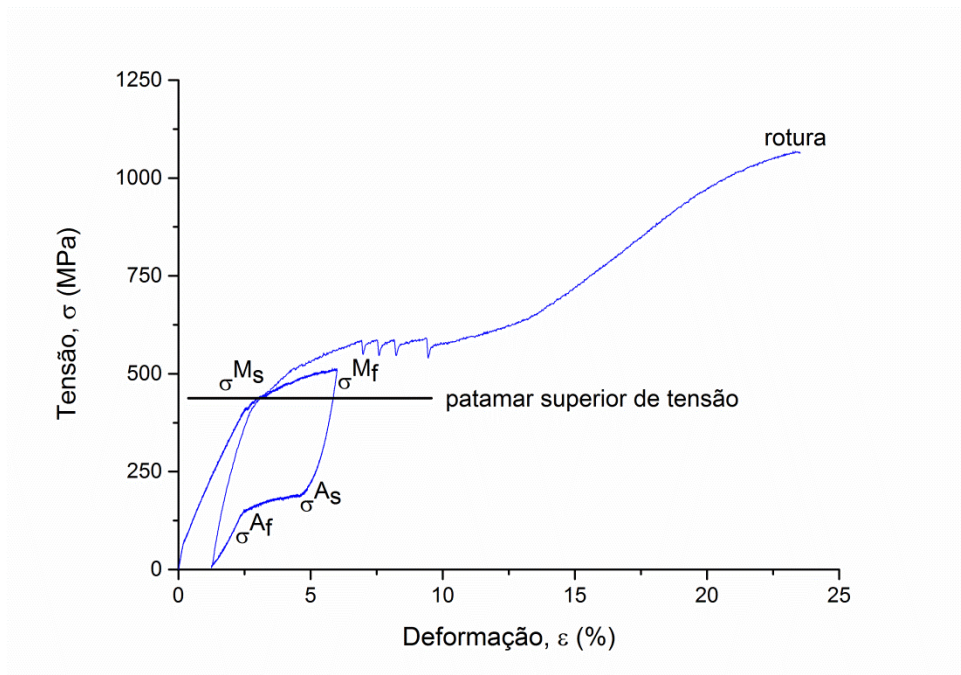


Figura 3.10 - Curva tensão-deformação do fio de $\phi=0,7$ mm.

Tabela 3.10 – Valores de tensão e deformação de início e fim de transformação de fase, bem como de UPS e LPS, retirados dos ensaios de tração.

	<i>Fio $\phi=0,4\text{mm}$</i>		<i>Fio $\phi=0,7\text{mm}$</i>	
	σ (MPa)	ϵ (%)	σ (MPa)	ϵ (%)
M_s	521	2,5	411	2,5
M_f	605	6	510	6
A_s	318	4,7	188	4,6
A_f	260	2,1	149	2,5
UPS	542	3	439	3
LPS	286	2,5	145	2,5

Para o fio de menor diâmetro os valores de tensão tabelados são superiores. Como a tensão é o quociente entre a força aplicada no fio e a sua área, é de esperar que as tensões necessárias para induzir a transformação martensítica e inversa no fio de $\phi=0,4$ mm sejam superiores às do fio de $\phi=0,7\text{mm}$, bem como os respetivos UPS e LPS. Os valores de σ^{Ms} são inferiores aos previstos atendendo aos valores da Tabela 2.2. De notar, que a célula de carga utilizada não era a mais indicada tendo em conta as cargas aplicadas durante os ensaios de tração. No entanto, em ambos os casos os valores de σ^{Ms} encontram-se dentro da gama de valores reportada na literatura [43]. Com efeito, a transformação martensítica induzida por tensão tem início entre 400 e 600 MPa, dependendo da temperatura de transformação A_f [43]. O aumento (decrécimo) da tensão com o aumento (decrécimo) da deformação durante o patamar superior (inferior) é expectável atendendo ao carácter exotérmico (endotérmico) da transformação martensítica (inversa), pois o aumento de temperatura conduz a um aumento da tensão (tipicamente 5-6 MPa/°C [43]).

O passo 2) dos ensaios de tração permitiu identificar a tensão de rotura (σ_{rot}) bem como a deformação máxima (ϵ_{max}) ocorrida para cada um dos fios (Tabela 3.11). Para efeitos comparativos, na Tabela 3.11 são incluídos valores especificados pelo fornecedor. No que respeita à ϵ_{max} , os valores diferem dos indicados pelo fornecedor, sendo para cada um dos fios a deformação máxima bastante maior que a indicada na respetiva ficha. Mais uma vez, as condições em que os ensaios foram realizados poderão ter influenciado os valores encontrados, nomeadamente a não utilização de um extensómetro na determinação das deformações. Quanto à tensão de rotura, os valores são um pouco superiores à

resistência à tração dos fios, sendo a diferença entre os dois fios consentânea com a diferença de diâmetro.

Tabela 3.11 – Tensão de rotura (σ_{rot}) e deformação máxima (ϵ_{max}) dos fios de $\phi=0,4$ e $0,7$ mm.

	<i>Ensaio de tração</i>		<i>Fort Wayne Metals</i>	
	σ_{rot} (MPa)	ϵ_{max} (%)	σ_{rot} (MPa)	ϵ_{max} (%)
<i>Fio $\phi=0,4$ mm</i>	1544	24	1617	15,4
<i>Fio $\phi=0,7$ mm</i>	1064	23,5	1118	13,8

3.4. Fios NiTi como Sensores (Testes preliminares)

De modo a constatar a possibilidade de detetar fissuras utilizando como sensores os fios em estudo, foram realizados ensaios de tração, desta vez acoplados com um sistema para medição da variação da resistência elétrica durante o ensaio. O sistema concebido para o efeito é explicado na secção 2.3.3. deste trabalho, e está apresentado na Figura 3.11. A interface do programa elaborado em *LabView 2013TM* para registo dos valores da diferença de potencial (ddp) consta do Apêndice A.

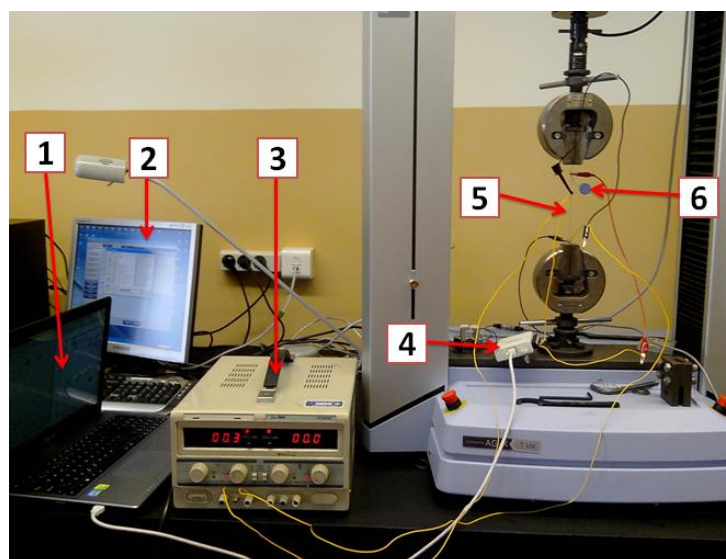


Figura 3.11 – Montagem experimental para a medição da variação da ddp durante o ensaio de tração: **1)** PC equipado com o programa *LabVIEW 2013TM*; **2)** Computador com ligação à máquina de tração equipado com o programa *TRAPEZIUM X*; **3)** Fonte de alimentação de tensão; **4)** Placa de aquisição *USB-NI 6008*; **5)** Fio NiTi; **6)** Resistência de precisão *NTC* de 1Ω .

Na Figura 3.12 encontra-se representada a curva de tensão-deformação do ensaio de tração do fio de $\phi=0,4$ mm, sobreposta com a variação de potencial registada. Relativamente à curva σ - ϵ é possível mais uma vez observar o comportamento elástico inicial seguido do patamar relativo à transformação martensítica induzida por tensão. Neste ensaio foi utilizada uma célula de carga mais adequada, mas o sistema de fixação não foi o mais apropriado para os fios em estudo, o que deu origem a pequenos escorregamentos traduzidos por pequenos picos na curva σ - ϵ . No que respeita à voltagem, foi observado um decréscimo que confirma a sensibilidade do sistema a alterações decorrentes do ensaio de tração. Utilizando os valores de d_{pp} foi calculada a variação de resistência, o que permitiu a construção do gráfico apresentado na Figura 3.13.

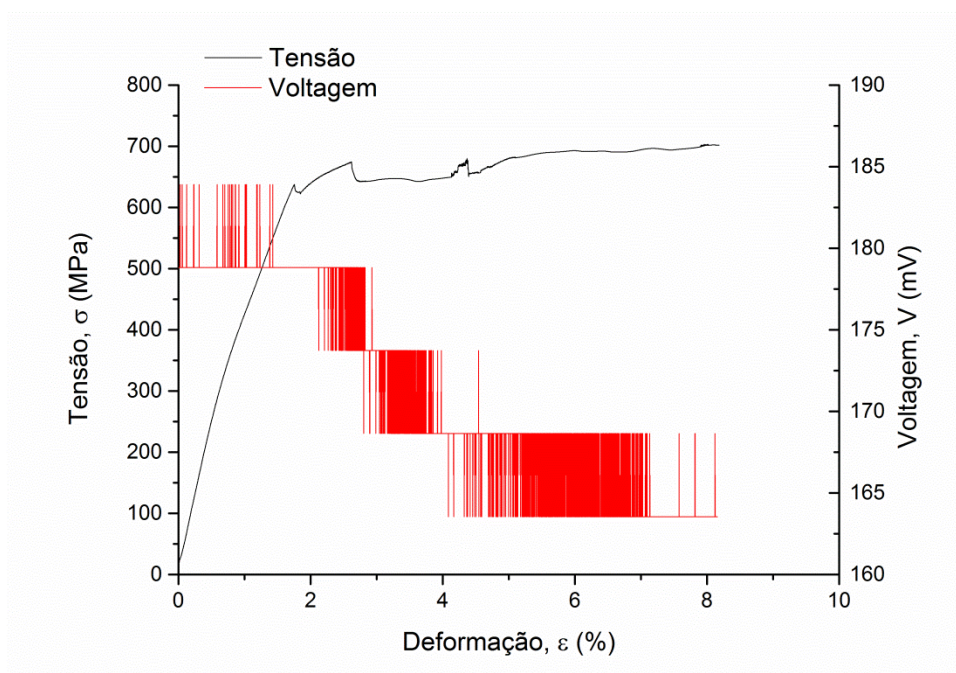


Figura 3.12 – Tensão e voltagem em função da deformação do fio de $\phi=0,4$ mm.

Durante o ensaio de tração do fio de $\phi=0,4$ mm a resistência elétrica aumenta na zona correspondente à transformação de fase $A \rightarrow M$. De acordo com os valores apresentados no subcapítulo 3.2 a resistividade dos fios na fase martensítica é superior à da austenite, pelo que a resistência elétrica deverá aumentar como observado na Figura 3.13. Nas zonas correspondentes aos domínios monofásicos austenítico e martensítico não

ocorrem variações significativas da resistência elétrica, ainda que ao deformar, o fio aumente de comprimento com o conseqüente decréscimo de diâmetro.

A variação da resistência elétrica no decurso do ensaio de tração do fio de $\phi=0,7$ mm está representada na Figura 3.14. Também neste caso o sistema se mostrou sensível às alterações durante o ensaio de tração. No entanto, a variação da resistência apresenta um comportamento distinto do observado para o fio de $\phi=0,4$ mm.

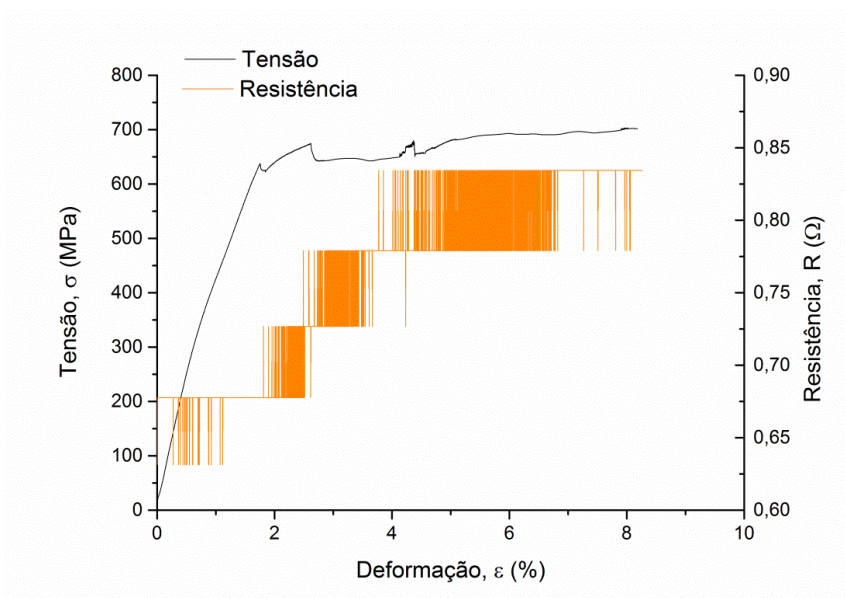


Figura 3.13 – Tensão e resistência em função da deformação do fio de $\phi=0,4$ mm.

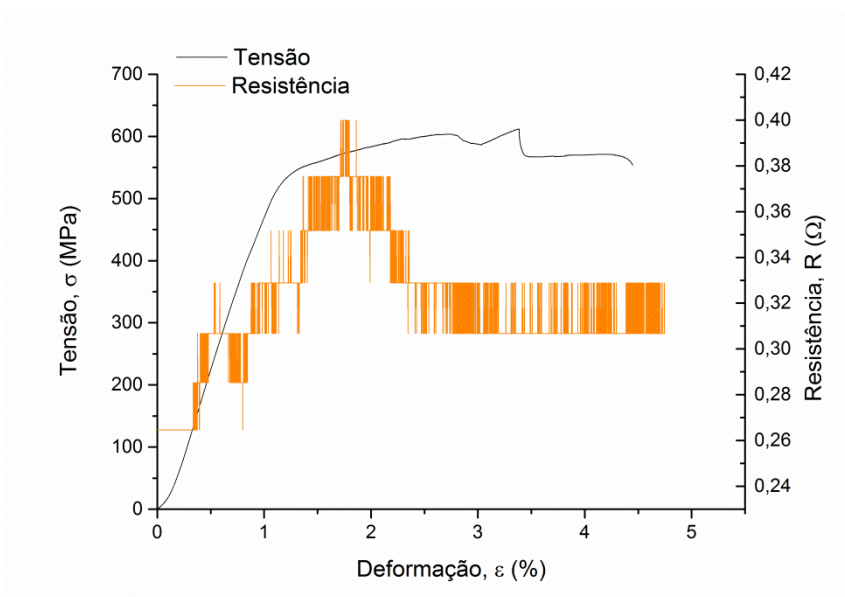


Figura 3.14 - Tensão e resistência em função da deformação do fio de $\phi=0,7$ mm.

Na fase inicial do ensaio de tração que corresponde à deformação elástica da austenite, a resistência elétrica aumenta devido às variações dimensionais do fio (\nearrow comprimento; \swarrow diâmetro). Assim, a resistência elétrica apresenta um valor máximo até ao início da transformação martensítica, após o que decresce até estabilizar para deformações da ordem de 2,4 %. Este comportamento pode ser explicado se para este fio a resistividade for menor na fase martensítica: no início da transformação martensítica a diminuição da resistência elétrica como consequência da formação de martensite sobrepõe-se ao aumento causado pela deformação do fio, o que se traduz por um decréscimo na resistência; posteriormente, a formação de martensite abranda e a diminuição de resistência é compensada pelo seu aumento devido às variações dimensionais, dando origem a um patamar de resistência.

Os ensaios de tração com medição da ddp demonstram que os fios NiTi parecem ser capazes de sinalizar a transformação martensítica, mesmo não tendo sido otimizadas as condições experimentais. Assim, desde que as tensões geradas sejam suficientes para induzir a transformação martensítica, os fios NiTi devem poder ser utilizados na deteção de fissuras. Atendendo ao acréscimo de tensão, que é tanto maior quanto maior o tamanho da fissura e menor o raio de curvatura na extremidade da fissura, num teste de propagação de fissuras as tensões geradas são elevadas e o pressuposto anterior deverá estar assegurado. Durante este teste a variação da resistência elétrica de um fio de NiTi que atravessa o provete de fadiga pode ser medida, à semelhança do efetuado nos testes de tração. Como o fio não está sujeito a um esforço mecânico intencional, não ocorrem variações dimensionais às quais possam ser atribuídas variações de resistência elétrica. Neste caso, a ocorrerem variações de resistência elétrica serão exclusivamente devido a mudanças de fase do NiTi.

CONCLUSÕES

Após uma análise cuidada do trabalho desenvolvido, é possível enumerar as seguintes conclusões:

- ❖ Os fios de nitinol em estudo são austeníticos à temperatura ambiente, sendo possível induzir a transformação martensítica por decréscimo de temperatura ou por aumento de tensão.
- ❖ A resistividade elétrica dos fios foi avaliada utilizando uma sonda de 4 pontos e os valores encontrados são similares aos reportados na literatura para a austenite.
- ❖ O arrefecimento promoveu a transformação martensítica. No entanto, há formação da fase R, e só posteriormente é que se forma a martensite. A existência de fase R nos fios é pouco perceptível durante o aquecimento.
- ❖ A medida da variação da resistência elétrica com a temperatura corroborou os resultados de análise térmica, nomeadamente a presença da fase R. De acordo com o ensaio realizado com o fio de $\phi=0,4$ mm a resistividade da fase martensítica é superior à da austenite. Este comportamento terá de ser aprofundado.
- ❖ Os ensaios de tração realizados de acordo com a norma *ASTM F 2516-07*, confirmam que os fios de NiTi apresentam um comportamento superelástico.
- ❖ O sistema experimental concebido neste estudo permitiu registar a variação de resistência elétrica dos fios NiTi quando testados à tração. Os testes realizados comprovam que há variações de resistência elétrica como esperado. No entanto, há ainda que demonstrar sustentadamente que é possível detetar a transformação de fase.
- ❖ A composição química do fio NiTi utilizado deve ser tal para a presença da fase R ser minimizada.

Após confirmar a capacidade dos fios NiTi como sensores da transformação $A \rightarrow M$, é proposto como trabalho futuro realizar ensaios de propagação de fissuras com um fio de NiTi inserido no provete de fadiga. O objetivo é medir a variação da resistência elétrica no fio e assim detetar a aproximação da fissura, pois as tensões geradas deverão induzir a transformação martensítica e conseqüentemente dar origem a variações de resistência elétrica. Em resumo, o presente estudo, ainda que preliminar, permitiu perspetivar a utilização futura de fios de nitinol como sensores de fissuras.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] J. M. Jani, M. Leary, A. Subic e M. A. Gibson, “A review of shape memory alloy research, applications and opportunities,” *Materials and Design*, vol. 56, pp. 1078-1113, 2014.
- [2] S. J. Furst e S. Seelecke, “Modeling and experimental characterization of the stress, strain, and resistance of shape memory alloy actuator wires with controlled power input,” *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, vol. 23, pp. 1233-1247, 2012.
- [3] T. W. Choon, A. S. Salleh, S. Jamian e M. I. Ghazali, “Phase Transformation Temperatures for Shape Memory Alloy Wire,” *Proceedings of World Academy of Science, Engineering and Technology*, vol. 19, pp. 304-307, 2007.
- [4] K. Otsuka e X. Ren, “Physical metallurgy of Ti-Ni based shape memory alloys,” *Progress in Materials Science*, vol. 50, pp. 511-678, 2005.
- [5] F. Gori, D. Carnevale, A. D. Altan, S. Nicosia e E. Pennestri, “A New Hysteric Behavior in the Electrical Resistivity of Flexinol Shape Memory Alloys Versus Temperature,” *International Journal of Thermophysics*, vol. 27, pp. 866-879, 2006.
- [6] A. J. M. Wood, “Indentation of Shape Memory Materials,” 2005.
- [7] S. Miyazaki, Y. Qing Fu e W. Min Huang, “Martensitic transformation in TiNi alloys,” em *Thin Film Shape Memory Alloys*, 2009, pp. 73-87.
- [8] U. o. C. DoITPoMS, “Superelasticity and Shape Memory Alloys,” 2009. [Online]. Available: <http://www.doitpoms.ac.uk/tlplib/superelasticity/index.php>. [Acedido em 23 Maio 2014].
- [9] H. N. Bhargaw, M. Ahmed e P. Sinha, “Thermo-electric behaviour of NiTi shape memory alloy,” *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, vol. 23, pp. 2329-2335, 2013.
- [10] C. Chatwaranon, S. Wongsas, T. Buasri e A. Khantachawana, “Investigation of Small Electrical Resistance of NiTi Shape Memory Alloys in the Application of Damage Detection,” em *10th International Conference on Electrical Engineering/Electronics, Telecommunications and Information Technology (ECTI-CON)*, 2013.
- [11] J. Fercec, I. Anzel e R. Rudolf, “Stress dependent electrical resistivity of orthodontic wire from the shape memory alloy NiTi,” *Materials and Design*, vol. 55, pp. 699-706, 2014.
- [12] Z.-x. Qiu, X.-t. Yao, J. Yuan e C. Soutis, “Experimental research on strain monitoring in composite plates using embedded SMA wires,” *Smart Materials and Structures*, vol. 15, pp. 1047-1053, 2006.
- [13] G. B. Kauffman e I. Mayo, “The Story of Nitinol: The Serendipitous Discovery of the Memory Metal and Its Applications,” *The Chemical Educator*, vol. 2, n.º 2, pp. 1-21, 1997.
- [14] L. Zorko e R. Rudolf, “Metallographic Sample Preparation of Orthodontic Ni-Ti wire,” *Association of Metallurgical Engineers of Serbia*, vol. 15, pp. 267-274, 2009.

- [15] Z. He, K. R. Gall e L. C. Brinson, "Use of Electrical Resistance Testing to Redefine the Transformation Kinetics and Phase Diagram for Shape-Memory Alloys," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 37A, pp. 579-587, 2006.
- [16] J. Uchil, "Shape memory alloys - characterization techniques," *PRAMANA - Journal of Physics*, vol. 58, pp. 1131-1139, 2002.
- [17] J. Uchil, K. P. Mohanchandra, K. Ganesh Kumara e K. K. Mahesh, "Study of critical dependence of stable phases in Nitinol on heat treatment using electrical resistivity probe," *Materials Science and Engineering A 251*, pp. 58-63, 1998.
- [18] J. M. d. Cruz, "Caracterização de Fios para Aplicação em Ortodontia com Comportamento Superelástico," 2013.
- [19] E. L. Cuéllar, G. Guénin e M. Morin, "Behaviour of strain-resistivity coupled measurements of Ti-Ni-Cu wires during thermal cycling under constant stress," *Materials Science and Engineering A 378*, pp. 115-118, 2004.
- [20] S. H. Nahm, Y. I. Kim, J. M. Kim e D. J. Yoon, "A Study on the Application of Ni-Ti Shape Memory Alloy as a Sensor," *Materials Science Forum*, pp. 2043-2046, 2005.
- [21] H. Nagai e R. Oishi, "Shape memory alloys as strain sensors in composites," *Smart Materials and Structures*, vol. 15, pp. 493-498, 2006.
- [22] A. Sivaraj, "Comparison of Superelasticity of Nickel Titanium Orthodontic Arch wires using Mechanical Tensile Testing and Correlating with Electrical Resistivity," *Journal of International Oral Health*, vol. 5, pp. 1-12.
- [23] V. Antonucci, G. Faiella, M. Giordano, F. Mennella e L. Nicolais, "Electrical resistivity study and characterization during NiTi phase transformations," *Thermochimica Acta*, vol. 462, pp. 64-69, 2007.
- [24] S. A. Egorov, M. E. Evard e A. E. Volkov, "Peculiarities of strain and resistivity variations in TiNi," *Computational Materials Science*, vol. 19, pp. 77-80, 2000.
- [25] D. Cui, G. Song e H. Li, "Modeling of the electrical resistance of shape memory alloy wires," *Smart Materials and Structures*, 2010.
- [26] M. Pozzi e G. Airoidi, "The electrical transport properties of shape memory alloys," *Materials Science and Engineering A*, Vols. %1 de %2273, 274 e 275, pp. 300-304, 1999.
- [27] S. J. Furst, J. H. Crews e S. Seelecke, "Stress, Strain, and Resistance Behavior of Two Opposing SMA Actuator Wires for Resistance-Based Self-Sensing Applications," *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, vol. 24, pp. 1951-1968, 2013.
- [28] C. A. G. d. M. Branco, *Mecânica dos Materiais*, 4ª ed., Fundação Calouste Gulbenkian, 2006.
- [29] P. Wray, "A method to defeat damage propagation autonomously in self-healing materials," 2010. [Online]. Available: <http://ceramics.org/ceramic-tech-today/a-method-to-defeat-damage-propagation-autonomously-in-self-healing-materials>. [Acedido em 23 Junho 2014].
- [30] L. F. P. Borrego, "Propagação de fendas de fadiga a amplitude de carga variável em ligas de alumínio AlMgSi," 2002.
- [31] J. W. D. Callister, "Principle of Fracture Mechanics," em *Materials Science and Engineering - An Introduction*, 7 ed., John Wiley & Sons, Inc., pp. 215-219.

- [32] R. Frei, R. McWilliam, B. Derrick, A. Purvis, A. Tiwari e G. D. M. Serugendo, "Self-healing and self-repairing technologies," *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 69, pp. 1033-1061, 2013.
- [33] L. Faravelli e A. Marzi, "Coupling shape-memory alloy and embedded informatics toward a metallic self-healing material," *Smart Structures and Systems*, vol. 6, pp. 1041-1056, 2010.
- [34] M. D. Hager, P. Greil, C. Leyens, S. v. d. Zwaag e U. S. Schubert, "Self-Healing Materials," *Advanced Materials*, vol. 22, pp. 5424-5430, 2010.
- [35] E. L. Kirkby, J. D. Rule, V. J. Michaud, N. R. Sottos, S. R. White e J.-A. E. Manson, "Embedded Shape-Memory Alloy Wires for Improved Performance of Self-Healing Polymers," *Advanced Functional Materials*, vol. 18, pp. 2253-2260, 2008.
- [36] M. V. Manuel e G. B. Olson, "Biomimetics Self-Healing Metals," *Proceedings of the First International Conference on Self Healing Materials*, pp. 1-8, 2007.
- [37] J. B. Ferguson, B. F. Schultz e P. K. Rohatgi, "Self-Healing Metals and Metal Matrix Composites," *The Minerals, Metals & Materials Society*, vol. 66, pp. 866-871, 2014.
- [38] V. Novák, P. Sittner, G. N. Dayananda, F. M. Braz-Fernandes e K. K. Mahesh, "Electrical resistance variation of NiTi shape memory alloy wires in thermomechanical tests: Experiments and Simulation," *Materials Science and Engineering A*, Vols. %1 de %2481-482, pp. 127-133, 2008.
- [39] G. Airoidi, T. Ranucci e G. Riva, "Mechanical and Electrical Properties of a NiTi Shape Memory Alloy," *Journal de Physique IV*, vol. 1, pp. 439-444, 1991.
- [40] D. Wan e K. Komvopoulos, "Thickness effect on thermally induced phase transformations in sputtered titanium-nickel shape-memory films," *Journal of Materials Research*, vol. 20, pp. 1606-1612, 2005.
- [41] X.-G. Ma e K. Komvopoulos, "In situ transmission electron microscopy and nanoindentation studies of phase transformation and pseudoelasticity of shape-memory titanium-nickel films," *Journal of Materials Research*, vol. 20, pp. 1808-1813, 2005.
- [42] J. Uchil, K. P. Mohanchandra, K. K. Mahesh e K. G. Kumara, "Thermal and electrical characterization of R-phase dependence on heat-treat temperature in Nitinol," *Physica B*, vol. 253, pp. 83-89, 1998.
- [43] R. Johe, "Tensile Testing of Nitinol Tubes and Wires with Higher Strain Rates," *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 18, pp. 836-842, 2009.

ANEXO A – FICHAS ICDD

❖ Fase austenítica do NiTi:

18-0899 Wavelength= 1.54184


NiTi	2 θ	Int	h	k	l
Nickel Titanium	42.839	100	1	1	0
	62.038	40	2	0	0
	78.228	60	2	1	1
	93.433	10	2	2	0
	108.821	30	3	1	0
	126.058	20	2	2	2
	148.395	70	3	2	1

Rad.: CuK α λ : 1.54050 Filter: Ni Beta d-sp: Debye-S. 114.6
 Cut off: Int.: I/lor.:
 Ref: Dwight, Private Communication, (1965)

Sys.: Cubic S.G.: Pm3m (221)
 a: 2.998 b: c: A: C:
 α : β : γ : Z: 1 mp:
 Ref: Dwight, Trans. Am. Inst. Min. Eng., 215, 283 (1959)

Dx: 6.569 Dm: SS/FOM: F γ = 5(0.104 , 13)

Suprlattice lines were not detected. Cl Cs type. PSC: cP2. Mwt: 106.60. Volume[CD]: 26.95.

 © 2000 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved
 PCPDFWIN v. 2.1

❖ Fase martensítica do NiTi:

35-1281 Wavelength= 1.54184 i


NiTi	2 θ	Int	h	k	l
Nickel Titanium	19.338	6	0	1	0
	29.126	1	0	1	1
	31.219	<1	1	0	0
	34.911	13	1	1	0
	38.267	11	1	0	1
	38.973	2	1	1	0
	39.256	54	0	2	0
	41.400	100	1	1	1
	43.954	54	0	0	2
	44.965	94	1	1	1
	45.225	26	0	2	1
	47.769	1	1	2	0
	48.445	<1	0	1	2
	52.992	8	1	2	1
	54.072	<1	1	2	0
	54.878	<1	1	0	2
	57.335	5	1	1	2
	58.899	<1	1	2	1
	60.165	1	1	1	2
	60.382	26	0	2	2
	60.513	1	0	3	0

Rad.: CuK α λ : 1.54178 Filter: d-sp: Diff.
 Cut off: Int.: Diffract. I/lor.:
 Ref: Michal, G., Sinclair, Acta Crystallogr., Sec. B, 37, 1803 (1981)

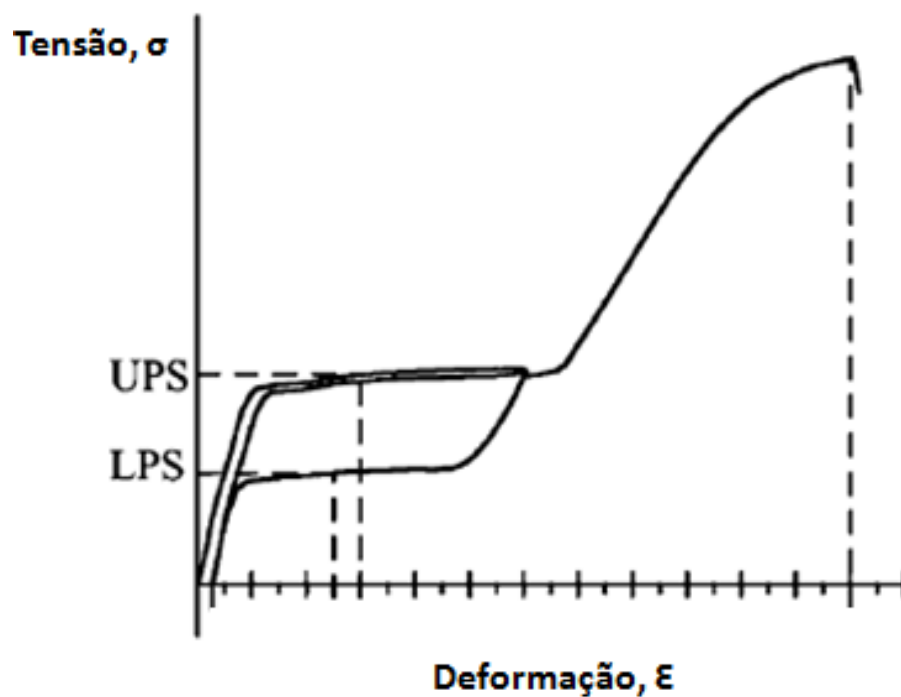
Sys.: Monoclinic S.G.: P2₁/m (11)
 a: 2.885(4) b: 4.622(5) c: 4.120(5) A: 0.6242 C: 0.8914
 α : β : γ : 96.8(1) Z: 2 mp:
 Ref: Ibid.

Dx: 6.490 Dm: SS/FOM: F₂₁ = 115(.0087 , 21)

Obtained from alloy of composition 50.0(1) atomic % Ni balance Ti, hot rolled and annealed at 973 K for 41 hours. Ni Ti type. C.D.
 Cell: a=4.622, b=4.120, c=2.885, β =96.80, a/b=1.1218, c/b=0.7002, S.G.=P2₁/m(11). PSC: mP4. Mwt: 106.60.
 Volume[CD]: 54.55.

 © 2000 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved
 PCPDFWIN v. 2.1

ANEXO B – DIAGRAMA TÍPICO DA TENSÃO – DEFORMAÇÃO DO NITINOL SUPERLÁSTICO [43]



APÊNDICE A – PROGRAMA EM LABVIEW2013™

