



UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO
CENTRO DE TECNOLOGIA E GEOCIÊNCIAS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

LUIZ CARLOS SEKITANI DA SILVA

**ESTUDO DA LIGA DE BASE Cu-Al-Ni-Zn COM MEMÓRIA DE FORMA
CONFORMADA POR LAMINAÇÃO E POR EXTRUSÃO EM CANAL ANGULAR**

Recife
2019

LUIZ CARLOS SEKITANI DA SILVA

**ESTUDO DA LIGA DE BASE Cu-Al-Ni-Zn COM MEMÓRIA DE FORMA
CONFORMADA POR LAMINAÇÃO E POR EXTRUSÃO EM CANAL ANGULAR**

Tese submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Pernambuco como requisito parcial para a obtenção do título de Doutor em Engenharia Mecânica.

Área de concentração: Engenharia de Materiais e Fabricação.

Orientador: Prof^o. Dr. Cezar Henrique Gonzalez.

Recife

2019

Catálogo na fonte
Bibliotecária Margareth Malta, CRB-4 / 1198

S586e Silva, Luiz Carlos Sekitani da.
Estudo da liga de base Cu-Al-Ni-Zn com memória de forma conformada por laminação e por extrusão em canal angular / Luiz Carlos Sekitani da Silva. – 2019.
110 folhas, il., gráfs., tabs.

Orientador: Prof. Dr. Cezar Henrique Gonzalez.

Tese (Doutorado) – Universidade Federal de Pernambuco. CTG.
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, 2019.
Inclui Referências.

1. Engenharia Mecânica. 2. Conformação plástica. 3. Ligas com memória de forma. 4. Ligas a base de cobre. 5. ECAE. 6. Caracterização termoelástica. I. Gonzalez, Cezar Henrique. (Orientador). II. Título.

UFPE

621 CDD (22. ed.)

BCTG/2019-198

LUIZ CARLOS SEKITANI DA SILVA

**ESTUDO DA LIGA DE BASE Cu-Al-Ni-Zn COM MEMÓRIA DE FORMA
CONFORMADA POR LAMINAÇÃO E POR EXTRUSÃO EM CANAL ANGULAR**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Pernambuco, como requisito parcial para a obtenção do título de Doutor em Engenharia Mecânica.

Aprovada em: 12/03/2019.

BANCA EXAMINADORA

Profº. Dr. Cezar Henrique Gonzalez (Orientador)
Universidade Federal de Pernambuco

Profº. Dr. Yogendra Prasad Yadava (Examinador Interno)
Universidade Federal de Pernambuco

Profº. Dr. Oscar Olímpio de Araújo Filho (Examinador Interno)
Universidade Federal de Pernambuco

Profº. Dr. Carlos Augusto do Nascimento Oliveira (Examinador Externo)
Universidade Federal de Pernambuco

Profº. Dr. Edval Gonçalves de Araújo (Examinador Externo)
Instituto Federal de Pernambuco

Dedico esse trabalho a minha esposa, Gláucia Junko, e aos meus filhos, Luiza Hikari e Flávio Kenji, pelo amor incondicional, paciência, carinho e companheirismo durante essa árdua jornada das nossas vidas.

AGRADECIMENTOS

A meus pais, Carlos e Maria Auxiliadora, pela vida e pelo exemplo de trabalho e perseverança. Pelo carinho e incentivo que me fortaleceram durante toda essa jornada.

A Kaa-chan e Too-chan, meus irmãos e cunhados, Fábio Rogério, Suzane Cristina, Ducilvânia Barbosa, Kátia Tomoko, Hamilton Yoshiaki, Laís Harumi, pela amizade e carinho dedicado a nossa família.

A todos os amigos que compartilharam horas de alegrias e tristezas nos trabalhos laboratoriais, que direta ou indiretamente contribuíram para a realização deste trabalho.

Agradeço ao professor Cezar Gonzalez pela amizade, orientação, incentivo e paciência na tentativa de me fazer vencer e atingir o meu objetivo.

Aos técnicos do DEMEC pela colaboração e sempre pronto-atendimento nas demandas analíticas.

Agradeço aos professores do curso de pós-graduação em Engenharia Mecânica da UFPE.

Ao PPGEM através de seus professores, pelos conhecimentos adquiridos e oportunidade concedida de desenvolver o trabalho da melhor forma possível.

Toda a natureza é uma harmonia divina, sinfonia maravilhosa que convida todas as criaturas a que acompanhem sua evolução e progresso.

“Tsai Chung”.

RESUMO

Ligas com efeito memória de forma (LMF) são materiais funcionais que apresentam um grande domínio de aplicações potenciais baseadas em suas propriedades termoelásticas, tais como: efeito memória de forma simples (EMFS), efeito memória de forma reversível (EMFR), Superelasticidade e comportamento tipo borracha. No presente trabalho foram analisadas ligas quaternárias a base de cobre que apresentam o efeito memória de forma. As ligas tiveram suas microestruturas caracterizadas por microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura. Foram realizados testes de microdurezas e utilizou-se a técnica de calorimetria diferencial de varredura (DSC) para determinar as temperaturas críticas de transformação. As ligas foram submetidas a três diferentes tratamentos térmicos que promoveram mudanças nas características das transformações martensíticas termoelástica (temperaturas de transformação, histerese térmica e entalpias de transformação). Nas micrografias das ligas após tratamento térmico é possível observar a característica microestrutural da fase martensítica pela presença das plaquetas de martensita (agulhas) de auto acomodação sobre a matriz de austenita. Uma liga quaternária, selecionada devido suas propriedades termoelástica, foi submetida à conformação mecânica por laminação e deformações plásticas severas por extrusão de canal agular (Equal Channel Angular Extrusion - ECAE) e tratamento térmico posterior as conformações. As técnicas foram usadas para produzir um refino de grãos e conseqüentemente uma melhoria nas propriedades mecânicas da liga a base de cobre com efeito memória de forma. As amostras obtidas da preparação das ligas foram caracterizadas por meio de ensaios de DSC, microdureza, ciclagem termomecânica e microscopia eletrônica de varredura (MEV). O aumento da dureza, redução da deformação termoelástica, e bloqueio das transformações martensíticas foram evidenciados nas amostras extrudadas.

Palavras-chave: Conformação plástica. Ligas com memória de forma. Ligas a base de cobre. ECAE. Caracterização termoelástica.

ABSTRACT

Alloys with shape memory effect (SME) are functional materials that feature a large field of potential applications based on its properties predicts thermoelastic, such as: simple shape memory effect (SSMF), reversible shape memory effect (RSME) and superelasticidade. In this study we analyzed the copper base alloys with shape memory effect. The alloys had their microstructures characterized by optical microscopy and scanning electron microscopy. Microhardness tests were performed and using differential scanning calorimeter (DSC) technique to evaluate the critical temperatures of alloy obtained through transformation of the enthalpies of transformation. The leagues were subjected to three different heat treatments that promoted changes in characteristics of thermoelastic martensitics transformation (transformation temperatures, thermal hysteresis and enthalpies of transformation). The micrographs heat-treated alloys is possible to observe the microstructural feature of martensitic phase by the presence of platelets of martensite (needles) of auto accommodation over the array of austenite. An alloy, selected due to its thermoelastic properties, was subjected to mechanical conformation by lamination and severe plastic deformations by Extrusion of Channel (Equal Channel Angular Extrusion - ECAE) and thermal treatment after the conformations. The techniques were used to produce a grain refining and consequently an improvement in the mechanical properties of the copper base alloy with shape memory effect. The samples obtained from the preparation of the alloys were characterized by DSC, microhardness, thermomechanical cycling, and scanning electron microscopy (SEM) tests. The increase in hardness, reduction of thermoelastic deformation, and blocking of the martensitic transformations of the extruded samples were evidenced.

Keywords: Plastic deformations. Shape memory alloys. Copper-based alloys. ECAE. Thermoelastic characterization.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 –	Esquema da mudança estrutural que ocorre nas LMF.....	22
Figura 2 –	Transformação martensítica termoelástica com as temperaturas críticas (M_s , M_f , A_s e A_f) e da histerese da transformação (H_t) durante um ciclo térmico.....	23
Figura 3 –	Esquema do equilíbrio entre as fases austenítica e martensítica.....	25
Figura 4 –	Esquema do efeito memória de forma simples.....	26
Figura 5 –	Esquema do efeito memória de forma reversível (EMFR).....	27
Figura 6 –	Esquema tensão x deformação do comportamento superelástico LMF.....	28
Figura 7 –	Temperaturas de transformação em função da tensão.....	29
Figura 8 –	Dispositivos biomédicos: (a) Stent; (b) Filtro de Simon; (c) Arcos ortodônticos.....	31
Figura 9 –	Classificação das famílias das ligas a base de cobre.....	32
Figura 10 –	Diagrama binário das fases de equilíbrio do sistema Cu-Zn.....	32
Figura 11 -	Diagrama binário das fases de equilíbrio do sistema Cu-Al.....	33
Figura 12 –	Diagrama binário das fases de equilíbrio do sistema Cu-Sn.....	33

Figura 13 –	Diagrama metaestável superposto ao diagrama do sistema Cu-Al.....	34
Figura 14 –	Arranjos mais comuns de rolos para laminadores. (a) Laminador <i>duo</i> e (b) Laminador <i>duo</i> reversível.....	38
Figura 15 –	Forças atuantes e outros parâmetros de laminação.....	39
Figura 16 –	Deformação no processo de Extrusão em Canal Angular ECAE.....	41
Figura 17 -	Micrografia de MEV da amostra Extrudada Liga Rica em Ni.....	42
Figura 18 -	Micrografia de MEV da amostra Extrudada da Liga Equiatômica.....	43
Figura 19 -	Micrografia de MEV da amostra Extrudada da Liga Rica em Ti.....	43
Figura 20 -	Micrografias de MEV da amostra extrudada e recozida Liga Rica Ni.....	44
Figura 21 –	Micrografia de MEV da amostra extrudada e recozida liga Equiatômica.....	45
Figura 22 -	Micrografia de MEV da amostra extrudada e recozida Liga Rica Ti.....	45
Figura 23 -	Formação de macla.....	46
Figura 24 -	Bandas de deslizamento produzidas por fadiga evidenciando maclas.....	47
Figura 25 -	Efeito da deformação na formação de maclas.....	47
Figura 26 –	Cortadeira de precisão de baixa velocidade Isomet da BUEHLER.....	48
Figura 27 -	Laminador elétrico modelo G3.....	49
Figura 28 -	Preparação da matriz de extrusão através de processos de serramento (a), aplainamento (b), fresagem (c) e furação (d).....	50

Figura 29 –	Matriz para extrusão angular com canal de entrada. Interior da matriz (a) e conjunto montado (b).....	51
Figura 30 –	Estrutura usada para a conformação ECA. Máquina de tração (a) e Matriz com punção preparada para extrusão (b).....	52
Figura 31 –	Esquema dispositivo para ciclagem termomecânica.....	53
Figura 32 –	Curva de deslocamento em função da temperatura obtida durante os ensaios de ciclagem termomecânica em modo de flexão simples.....	54
Figura 33 –	Microscópio Eletrônico de Varredura Hitachi-TM3000 do DEMEC/UFPE.....	56
Figura 34 –	Organograma das etapas do trabalho.....	57
Figura 35 -	Análises de DSC das amostras após tratamento térmico TT25, TT100 e TTAR.....	59
Figura 36 -	Ciclagem térmica da amostra TT25 com 20, 30 e 40 Mpa.....	61
Figura 37 -	Ciclagem térmica da amostra TT100 com 20, 30 e 40 Mpa.....	62
Figura 38 -	Ciclagem térmica da amostra TTAR com 20, 30 e 40 Mpa.....	63
Figura 39 –	Temperaturas de transformação da amostra TT25 em função do ciclo para 20, 30 e 40MPa.....	66
Figura 40 -	Temperaturas de transformação da amostra TT25 em função da carga aplicada.....	67
Figura 41 -	Temperaturas de transformação da amostra TT100 em função do ciclo 20, 30 e 40 MPa.....	68
Figura 42 -	42 – Temperaturas de transformação da amostra TT100 em função da carga aplicada.....	69
Figura 43 -	Temperaturas de transformação da amostra TTAR em função do ciclo para 20 Mpa.....	70
Figura 44 –	Micrografias ópticas: TT25, TT100 e TTAr. Ampliação: 200x.....	71
Figura 45 –	Micrografias eletrônicas de varredura: a) TT25, b) TT100 e c) TTAr. Ampliação: 2500X.....	72

Figura 46 –	Análises de DSC da amostra laminada tratamento térmico TT25 15'.....	74
Figura 47 –	Análises de DSC da amostra laminada tratamento térmico TT25 36h.....	74
Figura 48 –	Micrografias ópticas das amostras laminada sem tratamento térmico: a) 50x e b) 200x.....	76
Figura 49 –	Micrografias ópticas das amostras laminada e tratamento TT25 15 minutos: a) 100x e b) 200x.....	77
Figura 50 –	Micrografias ópticas das amostras laminada e tratamento TT25 36 horas: a) 200x e b) 500x.....	78
Figura 51 –	As análises de DSC da amostra ECAE 120° tratamento térmico TT25 15'.....	80
Figura 52 -	As análises de DSC da amostra ECAE 135° tratamento térmico TT25 15'.....	80
Figura 53 -	As análises de DSC com aquecimento até 450°C das amostras ECAE 120° e 135° tratamento térmico TT25 15'.....	82
Figura 54 -	As análises de DSC com aquecimento até 450°C das amostras ECAE 120° e 135° tratamento térmico TT25 35'.....	83
Figura 55 -	As análises de DSC com aquecimento até 220°C das amostras ECAE 120° e 135° tratamento térmico TT25 60'.....	84
Figura 56 –	Figura 56 - Análises de DSC da amostra ECAE 120° e 135° tratamento térmico TT25 12h.....	85
Figura 57 -	Análises de DSC da amostra ECAE 120° e 135° tratamento térmico TT25 24h.....	86
Figura 58 -	Análises de DSC da amostra ECAE 120° e 135° tratamento térmico TT25 36h.....	87
Figura 59 -	Análises de DSC da amostra ECAE 120° e 135° tratamento térmico TT25 120h.....	88
Figura 60 -	Micrografias ópticas: a) Amostra TT25, b) ECAE 120°e c) ECAE 135°. Ampliação: 200x.....	89
Figura 61 –	Micrografias ópticas da amostra submetida ECAE 120° após 12h tratamento térmico de betatização com magnificação: a) 100x, b) 200x e c) 500x.....	90

Figura 62 –	Micrografias ópticas da amostra submetida ECAE 135° após 12h tratamento térmico betatização com magnificação: a) 100x, b) 200x e c) 500x.....	91
Figura 63 –	Micrografias ópticas da amostra submetida ECAE 120° após 24h tratamento térmico betatização com magnificação: a) 100x, b) 200x e c) 500x.....	92
Figura 64 –	Micrografias ópticas da amostra submetida ECAE 135° após 24h tratamento térmico betatização com magnificação: a) 100x, b) 200x e c) 500x.....	93
Figura 65 –	Micrografias ópticas da amostra submetida ECAE 120° após 36h tratamento térmico betatização com magnificação: a) 100x, b) 200x e c) 500x.....	94
Figura 66 –	Micrografias ópticas da amostra submetida ECAE 135° após 36h tratamento térmico betatização com magnificação: a) 100x, b) 200x e c) 500x.....	95
Figura 67 –	Micrografias ópticas da amostra submetida ECAE 120° após 120h tratamento térmico betatização com magnificação: a) 100x, b) 200x e c) 500x.....	96
Figura 68 –	Micrografias ópticas da amostra submetida ECAE 135° após 120h tratamento térmico betatização com magnificação: a) 100x, b) 200x e c) 500x.....	97

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 –	Característica das martensitas das ligas à base de cobre.....	35
Tabela 2 –	Temperaturas críticas de transformação da LMF prévia as deformações.....	60
Tabela 3 –	Propriedades térmicas obtidas da ciclagem termomecânica 20 Mpa.....	64
Tabela 4 –	Propriedades térmicas obtidas da ciclagem termomecânica 30 Mpa.....	64
Tabela 5 –	Propriedades térmicas obtidas da ciclagem termomecânica 40 Mpa.....	64
Tabela 6 –	Resultados de microdureza.....	72
Tabela 7 –	Propriedades térmicas das ligas laminadas e TT25.....	75
Tabela 8 –	Resultados de microdureza das amostras laminadas.....	79
Tabela 9 –	Resultados de microdureza amostras laminadas, extrudadas e tratadas termicamente	98
Tabela 10 –	Tamanho de grão das amostras laminadas, extrudadas e tratadas termicamente.....	99

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	17
2	OBJETIVOS	20
2.1	OBJETIVO GERAL.....	20
2.2	OBJETIVOS ESPECIFICOS.....	20
3	REVISÃO DA LITERATURA	21
3.1	LIGAS COM MEMÓRIA DE FORMA.....	21
3.1.1	Transformações Martensíticas	21
3.1.2	Temperaturas Críticas da Transformação Martensíticas	22
3.1.3	Transformação Martensíticas tipo Burst	24
3.1.4	Transformação Martensíticas tipo Termoplástica	24
3.1.5	Efeito Memória de Forma Simples (EMFS)	25
3.1.6	Efeito Memória de Forma Reversível (EMFR)	26
3.1.7	Superelasticidade	28
3.1.8	Ligas com Efeito Memória de Forma	30
3.1.9	Ligas à Base de Cobre	31
3.1.10	Tipos de Martensita	34
3.1.11	Ligas Comerciais	35
3.2	PROCESSO DE FABRICAÇÃO DAS LMF.....	36
3.3	PROCESSO DE CONFORMAÇÃO MECÂNICA.....	37
3.3.1	Processo de Laminação	37
3.3.2	Extrusão de Canal Angular	40
3.3.3	Extrusão de Canal Angular Liga de Ti-Ni	42
3.3.4	Formação de Macla	46
4	PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS	48
4.1	PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS.....	48
4.2	LAMINAÇÃO.....	49
4.3	EXTRUSÃO DE CANAL ANGULAR.....	50

4.3.1	Confecção da Matriz de ECAE.....	50
4.3.2	Extrusão de Canal Angular.....	52
4.4	CICLAGEM TERMOMECÂNICA.....	52
4.5	PREPARAÇÃO METALOGRAFICA E MICROSCOPIA.....	55
4.6	ENSAIO DE MICRODUREZA.....	56
5	RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	58
5.1	CARACTERIZAÇÃO DA LMF PRÉVIA A DEFORMAÇÃO PLÁSTICA.	58
5.1.1	Curvas de Calorimetria.....	58
5.1.2	Ciclagem Termomecânica.....	61
5.1.3	Microscopia Ótica e Microscopia Eletrônica de Varredura.....	70
5.1.4	Microdureza Vickers.....	73
5.2	CARACTERIZAÇÃO DA LMF APÓS DEFORMAÇÃO PLÁSTICA.....	73
5.2.1	Caracterização da LMF Laminada.....	73
5.2.2	Caracterização da LMF Extrudada.....	79
6	CONCLUSÕES.....	100
7	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	101
	REFERÊNCIAS	102

1 INTRODUÇÃO

As Ligas com Efeito Memória de Forma (LMF) são materiais funcionais não-convencionais que apresentam uma larga faixa de aplicações potenciais baseadas em suas propriedades termoelásticas. Estas propriedades são classificadas como: efeito memória de forma simples (EMFS), efeito memória de forma reversível (EMFR), pseudoelasticidade que engloba a superelasticidade e o comportamento tipo borracha; e elevada capacidade de amortecimento (OTSUKA, 1998). Estas propriedades são originadas da transformação martensítica termoelástica que é caracterizada por uma transformação sem difusão (primeira ordem), com deformação homogênea da rede cristalina, constituída principalmente por uma tensão de cisalhamento (GONZALEZ, 2004).

A evolução nos estudos da Engenharia de Materiais fez surgir uma classe de novos materiais denominados de Materiais Ativos. Estes apresentam características funcionais importantes, mostrando-se como uma alternativa interessante aos materiais estruturais e sistemas passivos clássicos da Engenharia. Os materiais ativos caracterizam-se por reagirem a impulsos do ambiente externo, tais como temperatura, luz, tensão e/ou corrente elétrica, campo magnético, carga mecânica, entre outros (HUMBEECK, 2003). Dentre esses materiais estão as Ligas com efeito de Memória de Forma (LMF). Internacionalmente conhecidos como Shape Memory Alloys (SMA).

Estes materiais metálicos especiais possuem a capacidade de recuperar uma deformação “aparentemente plástica”(pseudoplasticidade) introduzida a uma baixa temperatura, por intermédio de um aquecimento subsequente acima de uma temperatura crítica. Este fenômeno, designado por Efeito de Memória de Forma (EMF), está intimamente associado a uma transformação de fase do tipo martensítica, cristalograficamente reversível (OTSUKA, 1998). Em baixas temperaturas tem-se a fase martensita, na qual se introduz a deformação, enquanto que, aquecendo-se o material, a fase austenita surge gradualmente, resultando na recuperação da forma previamente estabelecida. Comercialmente, em geral são encontradas algumas dessas ligas metálicas: ligas à base de cobre (Cu-Zn-Al, Cu-Al-Ni, Cu-Al-Mn, Cu-Al-Be, e outras) e ligas à base de Ni-Ti (Ni-Ti, Ni-Ti-Cu, Ni-Ti-Nb, e outras). A faixa de

temperatura para a ocorrência dos fenômenos de memória de forma é bastante ampla, podendo variar de -100°C a 300°C , dependendo principalmente da composição química da LMF. Essa variação também é dependente dos processamentos termomecânicos aos quais os materiais são submetidos (GONZALEZ et. al., 2004), além da adição de elementos nas ligas (MORAKABATI et. al., 2010).

As LMF são consideradas sensores/atuadores inteligentes quando o EMF é ativado através da aplicação de corrente elétrica (efeito Joule). Em contrapartida, se o EMF é ativado diretamente por meio da variação controlada da temperatura, consideram-se como sendo atuadores térmicos. Portanto, uma LMF pode ser considerada intrinsecamente como um atuador eletro-termomecânico, que converte energia térmica em deslocamento acompanhado ou não da produção de um trabalho mecânico. Esta resposta em deslocamento quando do seu simples aquecimento, acima de uma temperatura perfeitamente programável, torna essas ligas metálicas bastante interessantes para o desenvolvimento de aplicações tecnológicas em diversas áreas industriais. Embora as LMF possuam propriedades dinâmicas de absorção de energia mais elevadas que as encontradas em outros materiais, aplicações que requerem maior resistência mecânica, além das propriedades de memória de forma, ainda exigem melhorias nessa característica (LI et. al., 2005; WEI et. al., 2011; LANDA, 2007).

As ligas metálicas com memória de forma que são submetidas a processos de conformação mecânica demonstram uma tendência ao aumento da resistência mecânica devido ao encruamento e redução de tamanho dos grãos, além de apresentarem alterações nas temperaturas de transformação. Os processos de conformação escolhidos para serem estudados nesse trabalho foram a laminação e a extrusão em canal angular, pelo fato de permitir a comparação entre um processo bem consolidado na literatura e outro em desenvolvimento. A extrusão em canal angular, com sigla em inglês ECAE (*Equal Channel Angular Extrusion*), é um processo de deformação desenvolvido por (SEGAL, 1995), que consiste em fazer passar uma amostra de material de uma extremidade à outra de dois canais sequenciais que se interceptam formando entre si um ângulo na faixa entre 90° e 135° (VALIEV, 2006).

No presente trabalho a liga à base de cobre que apresentam efeito memória de forma foi caracterizada, antes dos processos de deformação plástica, em função das suas propriedades termoelásticas. Análises de DSC foram realizadas para determinar as temperaturas críticas de transformação. As ligas foram submetidas a três diferentes tratamentos térmicos que promoveram mudanças nas características das transformações martensíticas. As amostras foram submetidas a ciclagem termomecânica e análises de microdureza para avaliar as propriedades termoelásticas. As microestruturas foram caracterizadas por microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura.

Com a liga já caracterizada, foi realizada a deformação plástica convencional por laminação a frio. Após o processo de laminação as amostras foram caracterizadas por DSC, microscopia ótica e microdureza. Em seguida as amostras foram deformadas por extrusão de canal angular, e caracterizadas por DSC, microscopia ótica e microdureza.

2 OBJETIVOS

Os objetivos são apresentados de forma geral para todo o projeto e em seguidas serão destacados de forma específica.

2.1 OBJETIVO GERAL

O objetivo do trabalho é estudar o efeito memória de forma da liga quaternária Cu - 12%Al - 4%Ni - 1%Zn processada por deformação plástica convencional por laminação e deformação plástica severa por extrusão em canal angular com ângulos Φ (ângulo de interseção entre os canais) de 120° e 135°, para obter refino de grão, gerando assim mudanças nas propriedades termoelásticas da liga em questão.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Os objetivos específicos deste trabalho podem ser resumidos como segue:

- Caracterização da liga quaternária com efeito memória de forma;
- Promover a conformação mecânica por laminação;
- Realizar a deformação plástica severa por extrusão de canal angular;
- Fazer tratamento térmico nas amostras após as conformações mecânicas para obter recuperação dos grãos;
- Realizar caracterizações por DSC, Microdureza, Ciclagem termomecânica, MO (Microscopia ótica) e MEV (Microscopia eletrônica de varredura) das amostras deformadas;

3 REVISÃO DA LITERATURA

Neste capítulo estão às contribuições de diversos autores sobre o tema do projeto abordado para posicionamento e nivelamento da presente tese com os trabalhos realizados globalmente.

3.1 LIGAS COM MEMÓRIA DE FORMA

As ligas com efeito memória de forma são matérias com capacidade de alterar e memorizar sua forma em função das transformações de fase com a temperatura ou aplicação de tensão

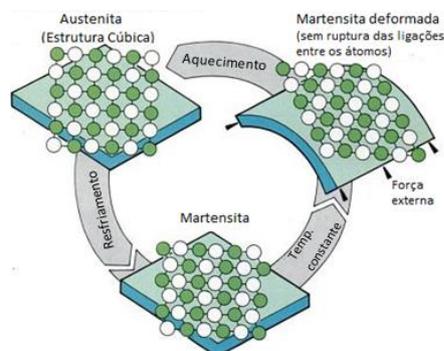
3.1.1 Transformações Martensíticas

As transformações de fase martensíticas termoelástica que são resultado da transformação de fase no estado sólido e sem difusão, os átomos se movem cooperativamente e, geralmente, por um mecanismo de cisalhamento (OTSUKA, 1998). Nesta transformação, a fase de alta temperatura, é a austenita, transforma-se em domínios de estrutura monoclinica, que tem morfologia lenticular ou de plaquetas alongadas.

Da mudança de fase austenita para a fase martensita, ou da matriz para o produto, é o que caracteriza o efeito memória de forma (EMF), que é a capacidade do material em memorizar sua forma após ser deformado pseudoplasticamente. Nas ligas com efeito memória de forma, a transformação martensítica é reversível e termoelástica, levando à recuperação da forma provocada por uma deformação pseudoplástica. Na figura 1 a transformação martensítica termoelástica que ocorre no interior do material durante um ciclo termomecânico de EMF (resfriamento→deformação→aquecimento). Pode-se observar que quando a estrutura austenítica é resfriada, abaixo de uma temperatura crítica, a transformação inicia por um mecanismo de cisalhamento sem uma orientação preferencial. Após ser deformada, a estrutura martensítica apresenta-se sob a forma orientada, de acordo com uma de suas variantes correspondentes (privilegiada pela tensão externa). Durante o aquecimento, a

estrutura martensítica se torna instável, então ocorre a transformação inversa, onde a martensita torna-se estável (OTSUKA, 1998).

Figura 1– Esquema da mudança estrutural que ocorre nas LMF.



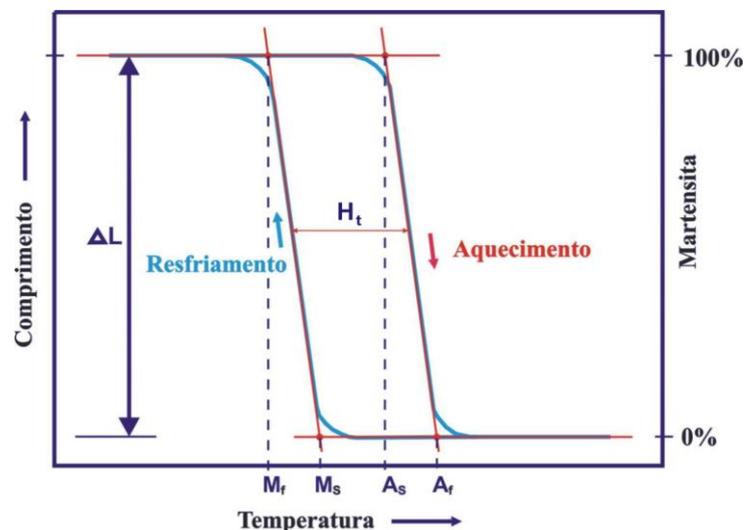
Fonte: Adaptado de Raychem Corp., 2014.

3.1.2 Temperaturas Críticas da Transformação Martensítica

Transformação martensítica termoelástica apresentam parâmetros que tem relação direta, por exemplo: a deformação correspondente ao efeito memória de forma, mudança nas propriedades elétricas do material, a absorção ou liberação de energia. Analisando essas mudanças das características é possível determinar as temperaturas de transformação de fase, deformação termoelástica, capacidade de amortecimento, e histerese em temperatura de uma LMF. Esses fenômenos são exibidos na figura 2, curva típica de variação dimensional (comprimento, por exemplo) em função da temperatura para um material com memória de forma. A transformação direta (austenita – martensita, no resfriamento) e inversa (martensita – austenita, no aquecimento) se dá em um intervalo de temperatura relativamente estreito. Esse comportamento também exhibe uma histerese em temperatura, que é medida a 50% da transformação de fase, conforme ilustra a figura 2. As temperaturas de transformação definidas na figura 2 variam de um sistema de LMF para outro. Em geral, a histerese das transformações martensíticas termoelásticas variam entre 5°C e 50°C dependendo do tipo de LMF e do seu processamento termomecânico. As temperaturas críticas da transformação são:

- M_s : Temperatura de início de transformação martensítica direta;
- M_f : Temperatura de final da transformação martensítica direta;
- A_s : Temperatura de início da transformação martensítica inversa;
- A_f : Temperatura de final da transformação martensítica inversa;
- H_t : Histerese da transformação.

Figura 2 – Transformação martensítica termoelástica com as temperaturas críticas (M_s , M_f , A_s e A_f) e da histerese da transformação (H_t) durante um ciclo térmico.



Fonte: Adaptado de Hodgson, 1990.

Temperaturas de transformação de fase típicas para as LMF em geral se situam num intervalo entre -100°C e 300°C (HODGSON, 1990). As transformações martensíticas em LMF podem ser detectadas a partir de variações de algumas propriedades físicas como resistividade elétrica, dimensões e entalpia. Normalmente são usadas técnicas de análise térmica, como calorimetria diferencial de varredura (DSC), dilatométrica, análise térmica diferencial (DTA) e análise dinâmica mecânica (DMA). As técnicas de análise térmica DSC e DTA detectam tanto a transformação de fase direta (martensítica), que é exotérmica (acompanhada por liberação de calor), quanto

à transformação inversa (austenítica), que é endotérmica (acompanhada por absorção de calor).

3.1.3 Transformação Martensítica tipo Burst

Nesse tipo de transformação o crescimento da fase martensítica ocorre por um processo tipo avalanche. A transformação acontece de forma extremamente rápida e é acompanhada por alguns conjuntos de deformação plástica da austenita. Este conjunto de fatores exhibe condições muito complexas para a transformação inversa, acarretando uma histerese em temperatura muito grande, chegando ao caso de não apresentar reversibilidade (OLIVEIRA, 2010).

3.1.4 Transformação martensítica tipo termoelástica

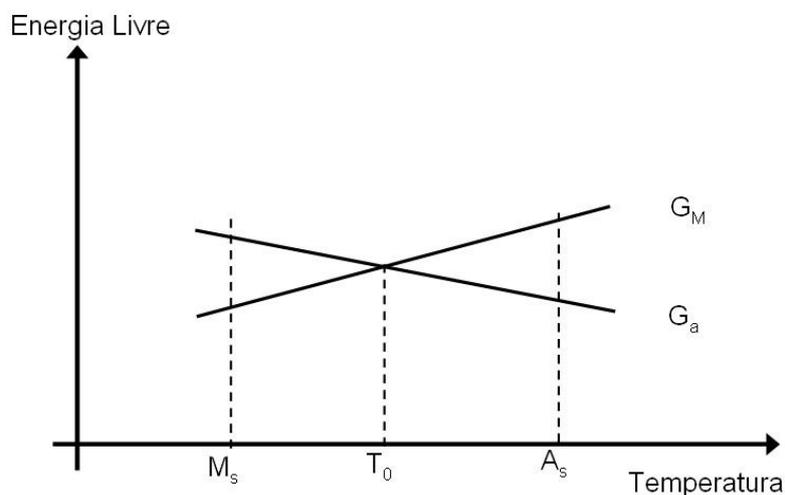
Transformação de fase martensítica a qual da origem ao efeito memória de forma é do tipo termoelástica. Nessa transformação, a interface se movimenta entre a fase matriz e a fase martensítica controlada pelo equilíbrio local entre as forças químicas e não químicas. (OTSUKA, 2001). A força motriz dessa transformação é a energia livre de Gibbs das fases austenita e martensita, e as forças não químicas são a energia de deformação elástica e a dissipação de energia devido às resistências passivas ao movimento da interface. As forças não químicas aparecem quando ocorrem interações entre as imperfeições cristalinas tais como: precipitados, discordâncias e lacunas. Estes defeitos da estrutura cristalina do material podem preexistir na fase matriz, ou podem ainda ser criados ou eliminados durante a transformação como, por exemplo, os defeitos pontuais do tipo lacunas (LIU, 2010).

Analisando as diferentes contribuições de energia na transformação martensítica, dissipação irreversível de energia e armazenamento reversível de energia elástica, as curvas das transformações termoelásticas são caracterizadas por uma histerese de transformação. Em temperaturas menores que M_s , as plaquetas de martensita crescem à medida que a amostra é resfriada. Entretanto, após alcançar certo tamanho, quando a soma do

crescimento na energia livre termoquímica e o aumento na energia livre não química (elástica e resistências passivas) se aproximam de certo valor mínimo, o crescimento é interrompido.

O equilíbrio entre os efeitos térmicos e elásticos é responsável pela denominação “termoelasticidade” e transformação martensítica termoelástica. Uma vez que esse equilíbrio térmico é quebrado, as plaquetas de martensita irão crescer ou contrair. Por conseguinte, a estabilidade das fases apresenta uma forte dependência da temperatura. Se forem tomadas em consideração a energia química livre da fase matriz (G_a) e a da fase martensita (G_m), existe uma temperatura ideal de equilíbrio T_0 em que as forças se equilibram conforme ilustrado na figura 3. A fase estável é a que possui menor energia livre. As transformações martensíticas termoelásticas são cristalograficamente reversíveis, ao contrário das transformações verificadas nos aços comerciais, que geram a decomposição da martensita em uma microestrutura que basicamente se divide em ferrita e cementita (CHIAVERINI, 1996).

Figura 3- Esquema do equilíbrio entre as fases austenítica e martensítica.



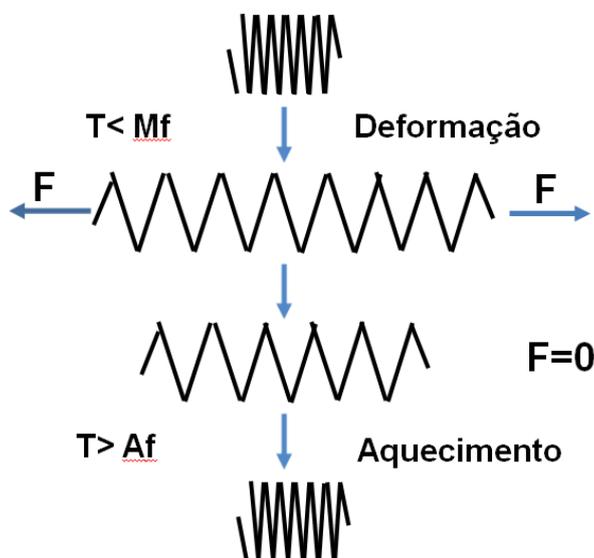
Fonte: Cuellar, 2002.

3.1.5 Efeito Memória de Forma Simples (EMFS)

Efeito memória de forma simples (EMFS) é quando a liga memória de forma está na fase martensítica, com temperatura abaixo de M_f , será

deformado aparentemente de forma permanente ao ser solicitado por uma carga. Permanece deformado após a retirada da tensão, esse fenômeno recebe o nome de pseudoplasticidade, pois pode recuperar a forma inicial, ou seja, antes de ser submetido à carga, após o aquecimento do material até uma temperatura superior ao A_f . A figura 4 apresenta o esquema de funcionamento do EMFS em uma mola helicoidal. Nesta figura visualiza-se a aplicação de uma carga de tração que gera deformação na mola. Esta deformação é recuperada após o aquecimento do material até uma temperatura superior a temperatura de final da transformação austenítica ou transformação reversa.

Figura 4 - Esquema do efeito memória de forma simples.



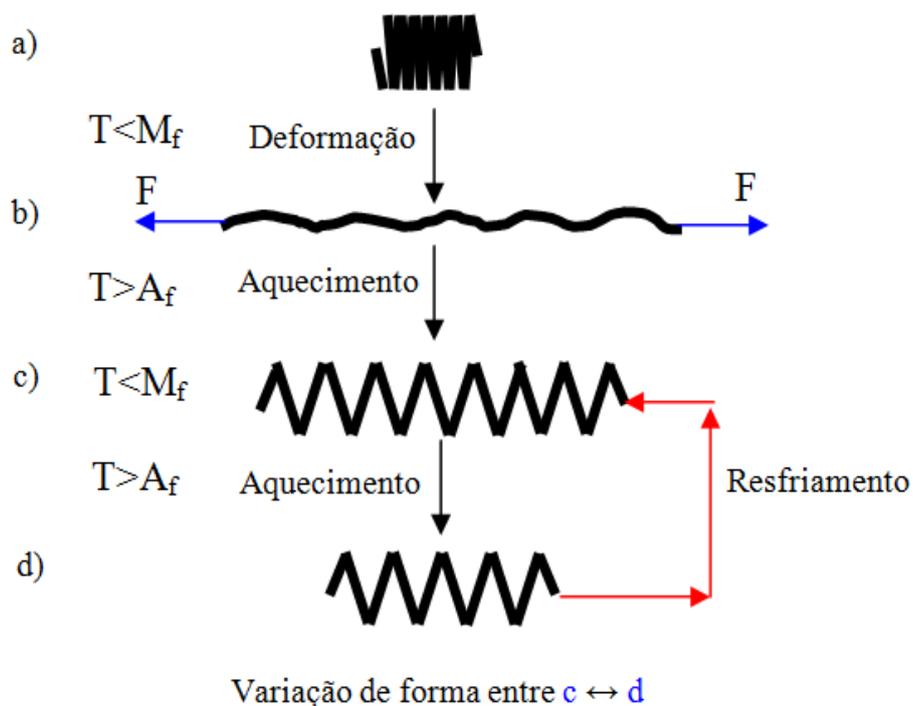
Fonte: Oliveira, 2011.

3.1.6 Efeito Memória de Forma Reversível (EMFR)

Como apresentado, o efeito memória de forma simples EMFS tem somente uma parcela da deformação recuperada, a deformação correspondente a fase matriz. Em algumas circunstâncias especiais, é possível se recuperar as formas das fases austenita e martensita sem aplicação de cargas externas, nesses casos a mudança de forma é promovida pela variação de temperatura. Esse fenômeno é denominado por efeito memória de forma

reversível (EMFR) (OTSUKA e WAYMAN, 1998). Em inglês Two-Way Shape Memory Effect (TWSME) foi usado para designar este efeito espontâneo e reversível durante o resfriamento e aquecimento, que foi observado depois de determinados procedimentos termomecânicos aplicados ao material (DELAEY, et al, 2004). Estes procedimentos foram denominados de educação ou treinamento (STALMANS, 1991). Durante o treinamento pode-se associar uma forma a cada fase, em função de um determinado tratamento termomecânico. A figura 5 apresenta o esquema do efeito memória de forma reversível para o caso de uma mola. Nesta figura, no intervalo (a)-(b) é aplicada uma carga de tração provocando deformação na mola. Em (c) a mola recupera uma parte da deformação imposta após o aquecimento e mantém esta forma após o resfriamento. Submetendo a mola a subsequentes ciclos térmicos sem a aplicação de esforço externo, verifica-se que a forma da mola varia entre (c) e (d). O número de ciclos de treinamento para se obter o efeito memória de forma reversível pode variar de 5 a 30 ciclos (OTSUKA e WAYMAN, 1998).

Figura 5 - Esquema do efeito memória de forma reversível (EMFR).



Fonte: Oliveira, 2011.

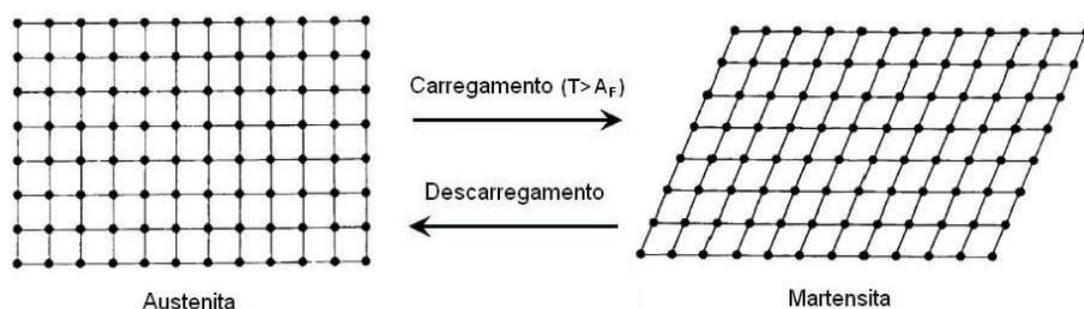
A principal explicação para que a forma em (c) seja memorizada é que as discordâncias são reorganizadas segundo o sentido da aplicação da carga, durante o treinamento, criando um campo de tensões internas que favorece a indução de plaquetas de martensita preferenciais. Estas discordâncias existem mesmo na fase matriz depois da transformação inversa após aquecimento acima da temperatura A_f , e o campo de tensões em torno dessas discordâncias induz deformação nos planos de hábito durante o resfriamento. Além do treinamento por meio de ciclagem térmica, podemos induzir o efeito memória de forma reversível por meio de deformação plástica ou pseudoplástica, processo de envelhecimento, originando precipitados e outros (Datta et al., 2001).

3.1.7 Superelasticidade

Aquecendo-se uma LMF a temperatura superior A_f , o material encontra-se na fase de alta temperatura ou austenítica. É possível produzir mudança de fase, para martensítica nessa mesma temperatura, por carregamento mecânico, em que o material se deforma induzindo a fase martensítica. Ao retirar a carga ocorre a transformação de fase, retornando para austenítica e recuperando a forma inicial. Este fenômeno onde a martensita é induzida por tensão a temperaturas acima do A_f , é conhecido como superelasticidade (DESROCHES et al., 2003).

A figura 6 apresenta esquematicamente a curva tensão versus deformação do comportamento superelástico nas LMF.

Figura 6 - Esquema tensão x deformação do comportamento superelástico LMF.



Fonte: Wayman, 1990.

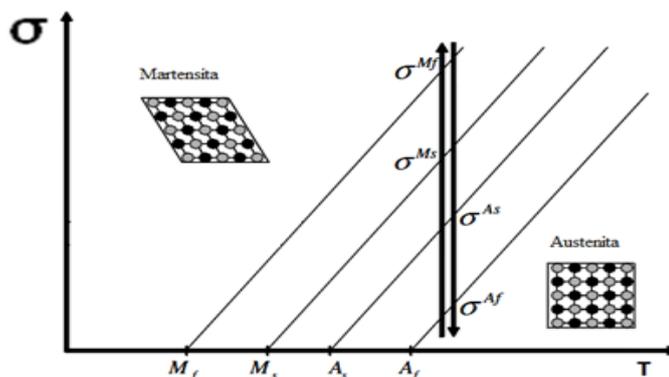
Durante o resfriamento, na ausência de tensão, a martensita começa a se formar na temperatura M_S . Entretanto, no mesmo material, a martensita pode se formar em temperaturas acima de M_S (ou A_F) se uma tensão for aplicada. Esta martensita, assim formada, recebe o nome de martensita induzida por tensão (MIT). A força motriz para a transformação agora é mecânica, e não térmica. Acima de M_S (ou A_F), a tensão crítica para a formação de martensita aumenta com o aumento da temperatura, visto que a fase austenítica é mais estável em temperaturas mais altas. Esse aumento ocorre de forma linear obedecendo a relação de Clausius-Clapeyron:

$$\frac{dy}{dx} = - \frac{\Delta S}{\varepsilon} = - \frac{\Delta H}{\varepsilon T}$$

Onde: σ é uma tensão uniaxial, T é a temperatura, ε é a deformação de transformação, ΔS é a entropia da transformação por unidade de volume e ΔH é a entalpia da transformação por unidade de volume. (OTSUKA e WAYMAN, 1998; WAYMAN e DUERIG, 1990).

A figura 7 ilustra o comportamento da tensão crítica de indução da martensita em função da temperatura do ensaio. As temperaturas de transformação (A_s , A_f , M_s e M_f) são apresentadas através de linhas inclinadas indicando o aumento das tensões críticas em função da temperatura do ensaio. Os símbolos σ_{A_s} , σ_{A_f} , σ_{M_s} e σ_{M_f} são as tensões equivalentes ao início e fim da transformação austenítica e o início e fim da transformação martensítica, respectivamente. Conforme se altera a temperatura de realização do ensaio as tensões σ_{A_s} , σ_{A_f} se deslocam para valores maiores.

Figura 7 - Temperaturas de transformação em função da tensão



Fonte: Lagoudas, 1996.

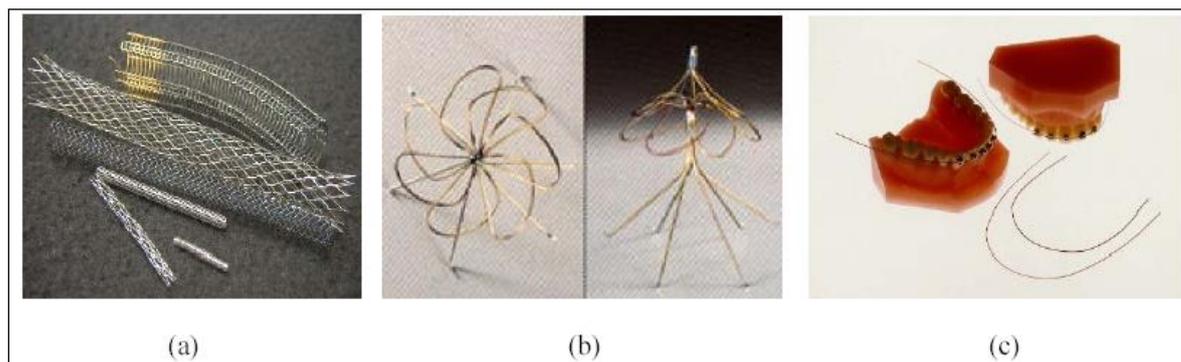
3.1.8 Ligas com Efeito Memória de Forma

As LMF formam um grupo único de ligas que possuem a habilidade de recuperar a forma após sofrerem deformações. Em baixas temperaturas elas podem ser aparentemente deformadas 'plasticamente' como outras ligas metálicas, mas esta deformação pode ser recuperada através do aquecimento acima de uma determinada temperatura crítica (efeito memória de forma). Outras importantes características destes materiais são alta capacidade de amortecimento de vibrações mecânicas e grandes limites elásticos não lineares (superelasticidade) (SHAW e KYRIAKIDES, 1995). Embora, atualmente, uma grande quantidade de LMF seja conhecida, somente aquelas que são capazes de recuperar quantidades apreciáveis de deformação ou que geram força significativa durante a recuperação da forma, são comercialmente viáveis. São estas, algumas ligas à base de cobre, algumas ligas ferrosas e as ligas NiTi (HODGSON et al., 1990).

As LMF são classificadas em relação às composições químicas: base de cobre, base de ferro, Au-Cd, Ag-Cd e Ti-Ni. As ligas a base de Ti-Ni apresentam um grande potencial de aplicação na área médica e odontológica em função de suas propriedades mecânicas, boa estabilidade das propriedades termoelásticas, mecânicas, e sua biocompatibilidade. A figura 8 mostra algumas aplicações das ligas TiNi na medicina, como os dispositivos auto expansivos, também conhecidos como Stent, aplicados em tratamentos cardiovasculares. Estes dispositivos são utilizados para sustentar o diâmetro interno de vasos tubulares como vasos sanguíneos (DURIG et al 1990). Filtro Simon, primeiro dispositivo com memória de forma utilizada em tratamento cardiovascular (JANI, 2014), que tem como função filtrar os coágulos que percorrem a corrente sanguínea. Os aparelhos ortodônticos com memória de forma que exploram a pseudoelasticidade podendo fornecer uma força de restituição uniforme e praticamente constante. As ligas memória de forma apresentam, durante os trechos de transformação de fase, elevados índices de deformação para uma pequena variação de tensão. Assim, o uso das ligas memória de forma em aparelhos ortodônticos elimina a necessidade de

repetidos apertos, acelerando o processo corretivo (MANTOVANI, 2000). As ligas à base de cobre apresentam boas performances em termos de propriedades termoelásticas, possibilidade de serem utilizadas num grande intervalo de temperatura em diversas aplicações tecnológicas. A principal vantagem das ligas à base de cobre é econômica (PINA, 2006).

Figura 8 – Dispositivos biomédicos: (a) Stent; (b) Filtro de Simon; (c) Arcos ortodônticos.



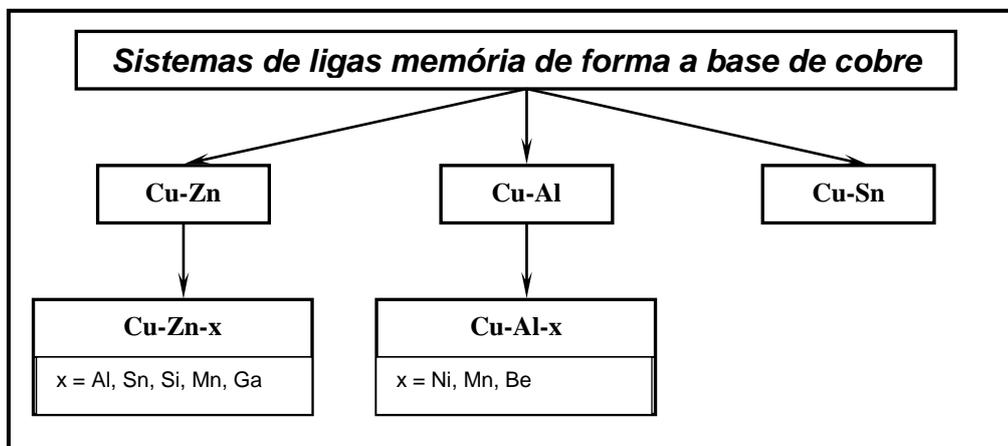
Fonte: Pina, 2006.

3.1.9 Ligas à Base de Cobre

A classificação das famílias das ligas à base de cobre em relação aos sistemas binários para adição de zinco, ou adição de alumínio e ainda com a adição de estanho, representam possibilidades para ligas com efeito memória de forma, está representado na figura 9. As ligas a base de cobre devem ser produzidas com faixas de composições específicas para apresentarem o efeito memória de forma, que são identificadas pelos diagramas de fase, apresentados nas figuras 10, 11 e 12. Estes sistemas apresentam uma fase β à alta temperatura. Uma têmpera a partir desta fase permite obter a fase β metaestável a temperatura ambiente, figura 13. Um subsequente resfriamento resulta na transformação de fase martensítica. A temperatura de transformação M_s e o tipo de martensita dependem da composição química das ligas, como mostra a figura 3.14 para as ligas do sistema Cu-Al. A temperatura de transformação martensítica pode ser modificada com a adição de um terceiro elemento químico. Para o sistema Cu-Zn, esta adição tem por objetivo aumentar a temperatura de transformação, como por exemplo, com a adição

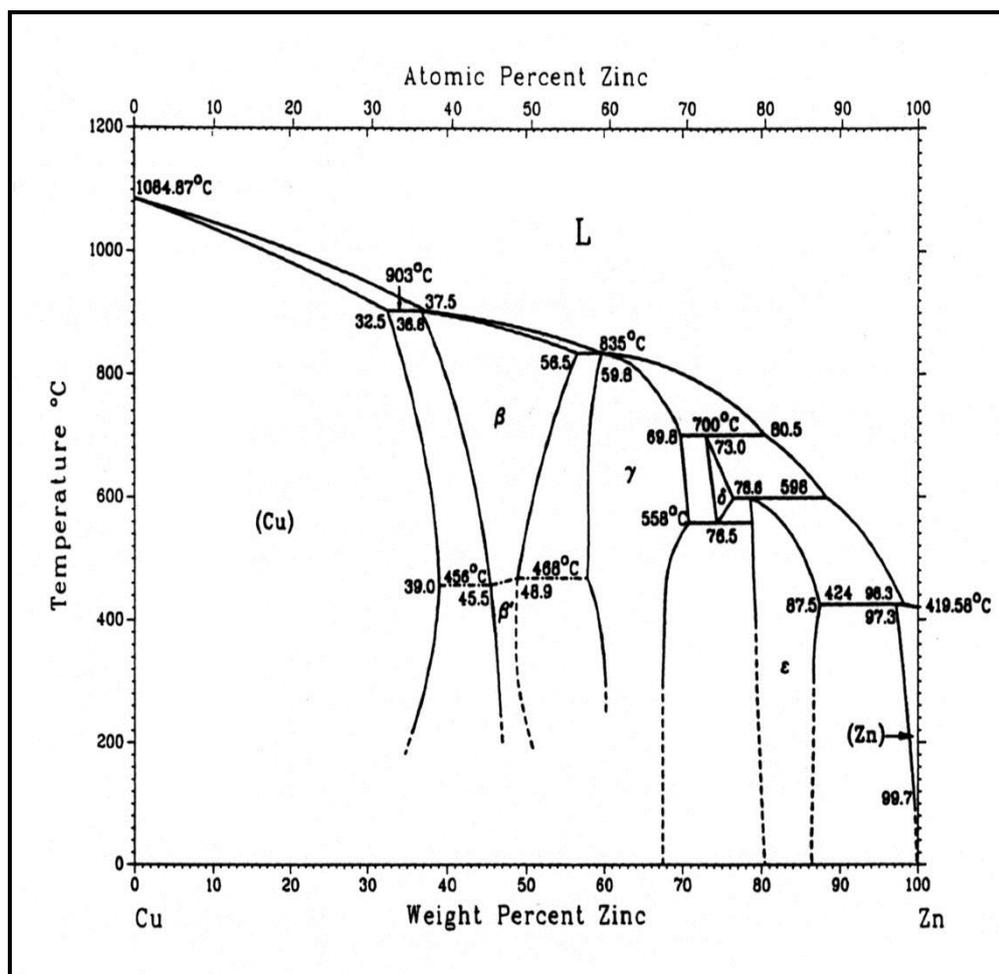
de alumínio. No sistema Cu-Al as temperaturas de transformação são altas e podem ser diminuídas com a adição de manganês.

Figura 9 - Classificação das famílias das ligas a base de cobre.



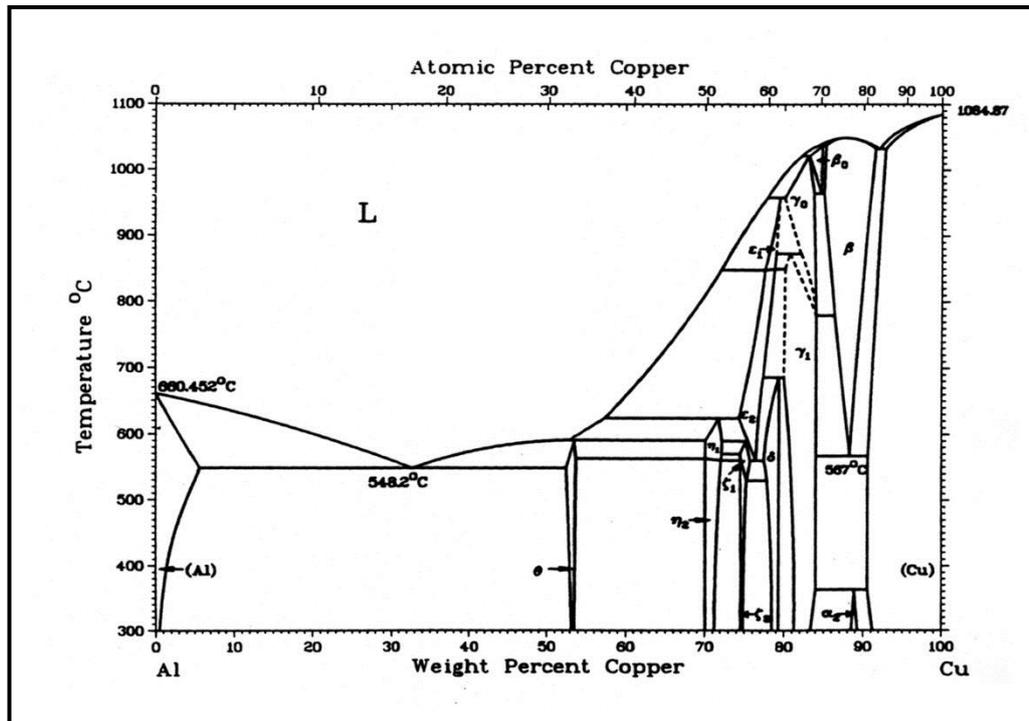
Fonte: Pina, 2006.

Figura 10 - Diagrama binário das fases de equilíbrio do sistema Cu-Zn.



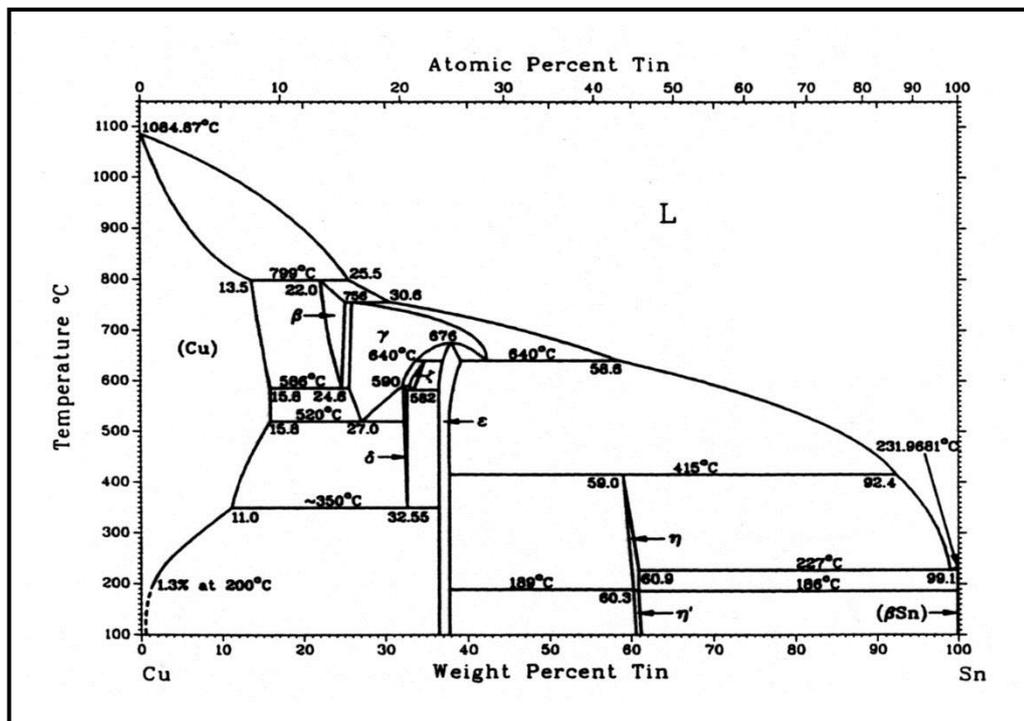
Fonte: Gonzalez, 2002.

Figura 11 - Diagrama binário das fases de equilíbrio do sistema Cu-Al



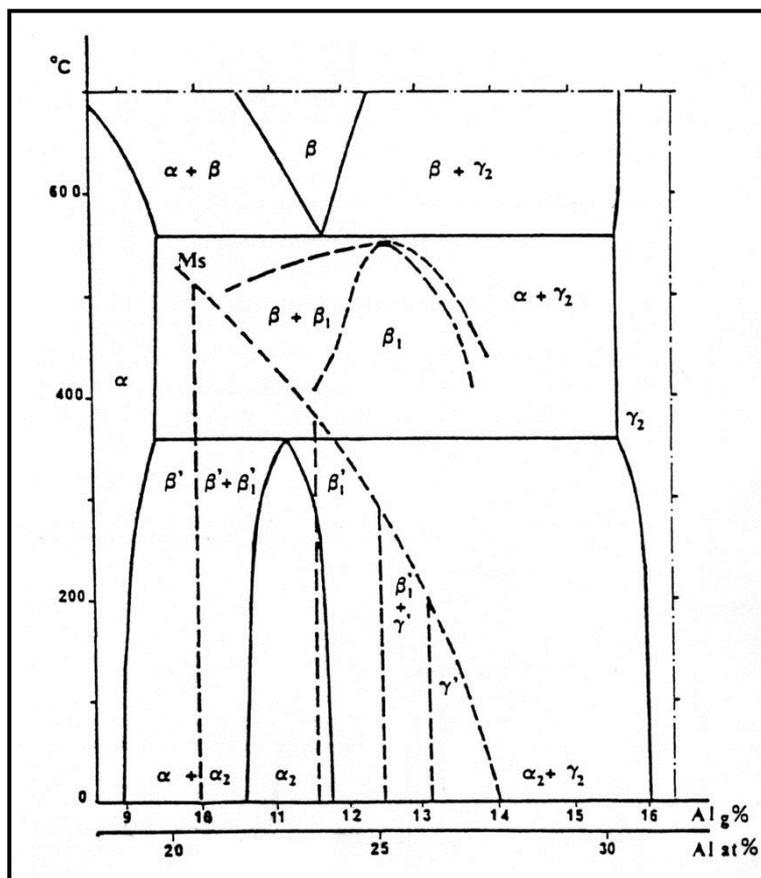
Fonte: Gonzalez, 2002.

Figura 12 - Diagrama binário das fases de equilíbrio do sistema Cu-Sn



Fonte: Gonzalez, 2002.

Figura 13 – Diagrama metaestável superposto ao diagrama do sistema Cu-Al



Fonte: Gonzalez, 2002.

3.1.10 Tipos de Martensita

Nas ligas a base de cobre que apresentam efeito memória de forma, a fase martensítica se apresenta de formas estruturais variadas em função da composição química e o estado herdado da fase austenítica. Todas as estruturas das martensitas das ligas a base de cobre e Ti-Ni podem ser representados por um empilhamento de planos compactos do tipo cúbico de face centrada (cfc). O tipo de empilhamento da martensita depende da concentração eletrônica por átomo (e/a), e o número de planos densos da malha depende da ordem herdada da fase austenítica.

Os diferentes tipos de martensitas são classificados em: α' , β' , e γ' . Suas principais características são apresentadas na tabela 1. A nomenclatura de Ramsdell classifica as martensitas em função da estrutura e da periodicidade

dos planos compactos (exemplo: 3R, 9R). Quando a martensita é transformada a partir da fase β ordenada DO_3 ou $L2_1$, as periodicidades das falhas de empilhamentos das diferentes martensitas são duplas (exemplo: 6R, 18R). As martensitas α' e γ' apresentam uma estrutura maclada internamente. As estruturas β' podem também apresentar uma distorção ortorrômbica de qualquer grau (monoclínico), portanto eles são identificados por M9R ou M18R.

Tabela 1 - Característica das martensitas das ligas à base cobre.

Tipo de Martensita	Composição (e/a)	Estrutura	Fase	Nomenclatura	
		Empilhamento	Mãe	Conv.	Ramsdell
α'	< 1,42	CFC	B2	α'_2	3R
		ABC	DO_3	α'_1	6R
			$L2_1$	α'_3	6R
β'	$1,42 > e/a < 1,50$	Ortorrômbica	B2	β'_2	9R
		ABCBCACAB	DO_3	β'_1	18R
			$L2_1$	β'_3	18R
γ'	>1,50	Hexagonal	B2	γ'_2	2H
		AB	DO_3	γ'_1	4H
			$L2_1$	γ'_3	4H

Fonte: Gonzalez, 2002.

3.1.11 Ligas Comerciais

Atualmente é possível se adquirir algumas ligas com o EMF prontas de forma comercial. Os sistemas Ni-Ti, Cu-Al e Cu-Zn são exemplos dessas ligas comercializadas. Existem empresas que fabricam LMF e fornece ligas Ni-Ti, Cu-Al-Ni, Cu-Al-Zn e Cu-Al-Be policristalinas, além de Cu-Al-Be monocristalinas. Ligas como Cu-Al-Ni têm grande potencial devido a suas altas temperaturas de transformação inversa (A_s), situadas entre 100°C e 300°C.

As LMF de base cobre apresentam boa condutividade térmica, recuperação de forma após deformações da ordem de 15%, têm resistência à corrosão limitada, facilidade de obtenção, possuem alta condutividade elétrica (tendo boa possibilidade de aplicação em conectores elétricos), têm temperaturas de transformação mais altas, oferecendo maiores possibilidades de aplicação, além de serem de relativo baixo custo.

3.2 PROCESSO DE FABRICAÇÃO DAS LMF

Na produção em escala industrial ou em escala laboratorial destes materiais são realizada utilizando diversos processos de fundição, que são: fusão em forno de indução ao ar ambiente, fusão por indução sob vácuo (ZHANG, 2010), fusão a arco com eletrodo consumível e não consumível sob vácuo (XIAO, 2008), fusão por feixe de elétrons (OTUBO et al., 2004), metalurgia do pó (SHAW et al., 2002), solidificação rápida (LIN e WU, 2006) e moagem de alta energia (LI et al., 2006).

O sistema de fundição por indução tem as principais aplicações, no campo metalúrgico: fusão de metais e o tratamento térmico, afim de se obter um material com características mecânicas especiais que não se pode obter em estado bruto de fundição. O forno de indução utilizado no presente trabalho foi um forno de indução de alta freqüência da marca INDUCTOTHERM de 24 KVa.

O processo de fusão a arco elétrico com eletrodo não consumível em atmosfera controlada com gás argônio é preferida em laboratórios porque é aplicável para vários tipos de ligas e mais segura para obtenção da composição desejada (Otsuka & Wayman, 1998). Neste método, os elementos que constituem a liga são colocados em um cadinho de cobre, onde são submetidos à ação de um arco voltaico, gerado por um eletrodo de tungstênio, sob uma atmosfera de argônio.

3.3 PROCESSO DE CONFORMAÇÃO MECÂNICA

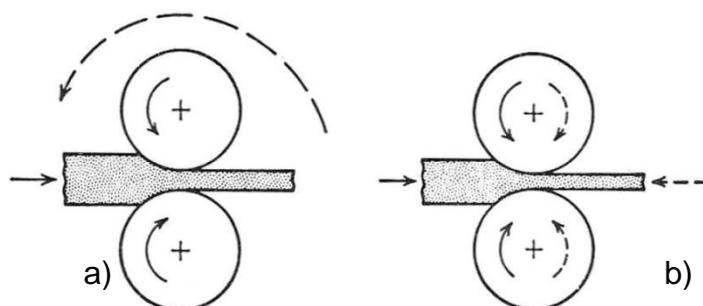
Nas conformações mecânicas o material é submetido a cargas mecânicas, acompanhadas ou não da alteração de sua geometria. Nessas conformações são realizadas por ferramentas que podem apresentar variação de tamanho e geometria conforme as aplicações desejadas. Os processos de conformação mais utilizados na área industrial são forjamento, laminação, trefilação e extrusão. Cada um desses processos fornece características especiais ao material e à peça obtida. Neste trabalho foram realizados dois processos de conformação mecânica, sendo um deles processo de deformação plástica convencional (laminação) e o outro processo de deformação plástica severa (extrusão de canal angular). Os processos de conformação mecânica foram selecionados devido a sua vasta gama de aplicações (laminação) e devido ao grande potencial tecnológico na melhoria das propriedades mecânicas (extrusão de canal angular).

3.3.1 Processo de Laminação

Processo no qual se modifica a geometria/dimensões de um corpo metálico pela passagem entre dois cilindros laminadores. O metal sai com uma velocidade maior que a de entrada. Os cristais são alongados na direção da laminação, podendo manter essa morfologia na laminação a frio ou os cristais iniciam o processo de recristalização na laminação a quente. O material é submetido a elevadas tensões compressivas, e a tensões cisalhantes superficiais, resultantes da ação entre os cilindros. As forças de atrito são também responsáveis pelo ato de puxar o metal. Normalmente, a redução da espessura de lingotes metálicos é feita por meio de laminação a quente que, por sua vez, é acompanhada pelo aumento na largura. Os equipamentos nos quais se realizam a laminação são chamados laminadores, que consistem basicamente de rolos, mancais, uma carcaça chamada de gaiola para fixar essas partes, e um motor para fornecer potência aos rolos e controlar a velocidade de rotação, além de um fuso para o controle da distância entre os rolos e, conseqüentemente, a deformação do material. De forma geral, nas

laminações convencionais se utilizam os tipos mais simples e comuns de laminadores com relação ao arranjo dos rolos, que são os laminadores *duo* e *duo reversível*, conforme ilustra a Figura 14. Nos laminadores do tipo *duo* os rolos têm o mesmo diâmetro e giram em um único sentido, entrada no laminador (Figura 14a) e o material retorna para reduções posteriores por condução manual. Já nos laminadores do tipo *duo reversível* o material pode passar para frente e para trás através dos rolos que invertem o seu sentido de rotação (Figura 14b).

Figura 14 – Arranjos mais comuns de rolos para laminadores. (a) Laminador *duo* e (b) Laminador *duo reversível*.



Fonte: Dieter, 1981.

Os parâmetros de laminação podem ser verificados na Figura 15. A espessura inicial da chapa (h_0), sua velocidade de entrada (v_0), a força de laminação radial (P_r) e tangencial (F), bem como o arco de contato (L_p) do material com os rolos. Após a passagem pelos rolos, observam-se a espessura de saída (h_f) e velocidade de saída (v_f) da chapa laminada. Dessa forma, a fim de que cada elemento vertical na chapa não sofra distorção, a velocidade de saída v_f deve ser muito maior que a velocidade de entrada v_0 , de acordo com a redução da espessura. Ao longo da superfície de contato entre o rolo e a chapa, somente no ponto neutro N a velocidade do rolo é igual a velocidade da chapa.

discordâncias. Estudos envolvendo LMF submetidas ao processo de laminação têm sido realizados, os quais tratando basicamente da evolução das temperaturas de transformação, análise da microestrutura e adição de elementos ternários.

3.3.2 Extrusão em Canal Angular

A conformação plástica severa por extrusão em canal angular (ECAE – *Equal Channel Angular Extrusion*) foi descrito pela primeira vez, em uma tese desenvolvida na Rússia em 1974 (SEGAL, 1995). A ECAE é um processo de deformação plástica severa que provoca a aplicação de tensões críticas de cisalhamento sem modificação da seção transversal do material (KOCKAR et. al., 2007). Para a realização da conformação, a amostra é inserida manualmente na matriz de extrusão, sendo pressionada por uma prensa em contato direto com um punção no canal de entrada da matriz. A deformação promovida pelo punção ocorre pela passagem do material através dos canais de seções transversais constantes e iguais, interligados pelo ângulo de curvatura. Esse processo garante deformações significativas através de cisalhamento, tendo sua geometria inicial mantida, o que possibilita diversos passes do mesmo material na matriz. Os materiais preparados por extrusão de canal angular com múltiplas passagens têm grande potencial para produzir grãos ultrafinos (LI, 2005 e FANG et. al., 2011), conseqüentemente aumento de resistência mecânica, além de permitirem a exploração de diversos aspectos fundamentais de plasticidade, recristalização e formação de textura.

Devido ao crescente interesse em materiais ultra-finos e nano-estruturas, a ECAE tem sido objeto de consideráveis esforços de pesquisa pelo fato de ter como objetivo predominante o refinamento dos grãos de metais deformados severamente. A extrusão angular apresenta algumas vantagens tecnológicas significantes, dentre as quais está o desenvolvimento de tarugos maciços, uniformes e orientados por cisalhamento simples, além do aperfeiçoamento da reversibilidade cíclica nas LMF (KOCKAR et. al., 2007).

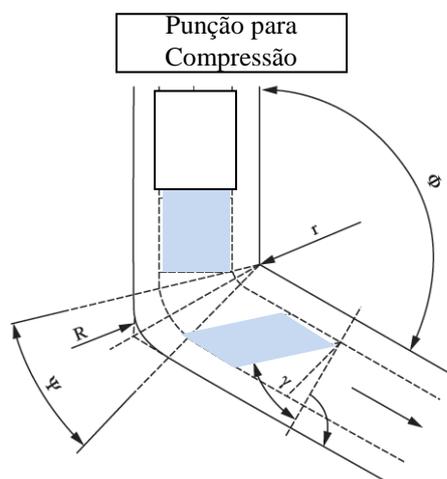
O grau de deformação pelo qual passa um material processado por ECAE pode ser dado em função da deformação equivalente, ϵ_N (IWAHASHI et. al.,

1996). A deformação é dependente dos ângulos Φ e Ψ , cujos parâmetros estão representados na Figura 16. A amostra é inserida manualmente no canal de entrada da matriz e, em seguida, pressionada e deformada enquanto passa através da interseção entre os canais internos da matriz, em que Φ é o ângulo de interseção entre os canais e Ψ o ângulo de curvatura da junção.

O ângulo Ψ demonstra pouca influência na deformação imposta ao material processado (VALIEV E LANGDON, 2006; AIDA et. al., 2001). Para Φ igual ou superior a 90° qualquer valor de Ψ produz uma variação na deformação menor que 5% (AIDA et. al., 2001).

Um estudo dirigido por Yamagushiet al. (2000) demonstrou que os fenômenos de deformação que acontecem durante o processo ECAE são independentes do tamanho da amostra, o que sugere aplicações tecnológicas a materiais com diferentes formas e dimensões.

Figura 16 – Deformação no processo de Extrusão em Canal Angular ECAE.



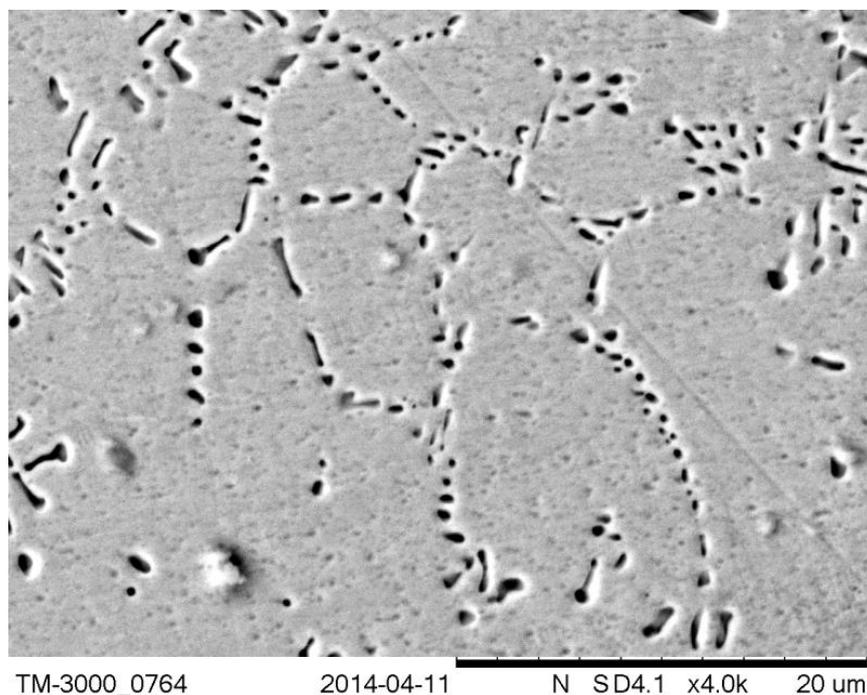
Fonte: Silva, 2014.

3.3.3 Extrusão em Canal Angular da Liga TiNi

Ligas equiatômicas TiNi, ricas em titânio e ricas em níquel foram submetidas a deformação plástica severa por extrusão de canal angular e analisada por microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura (Silva, 2014).

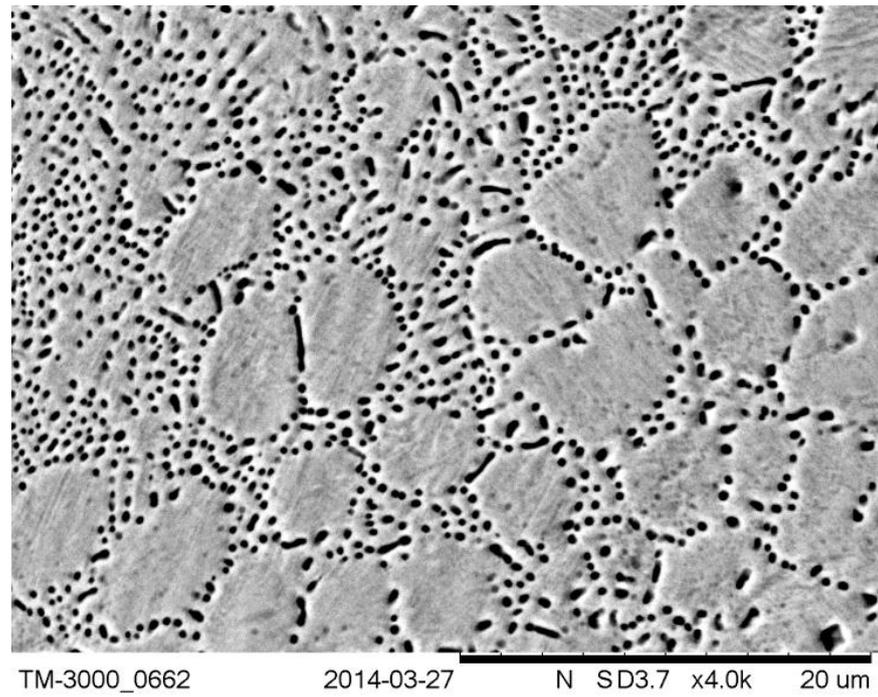
Na tese apresentada por Silva a liga de Ti-Ni foi submetida a extrusão de canal angular para obter mudanças microestruturais e conseqüentemente alterações nas propriedades mecânicas. As amostras foram analisadas por microscopia ótica e por microscopia eletrônica de varredura. As imagens obtidas por MEV das amostras extrudadas podem ser visualizadas nas Figuras 17, 18 e 19. A partir das imagens, percebe-se que, apesar de não se ter uma morfologia com orientação preferencial, é possível a visualização dos contornos e diminuição dos tamanhos de grãos com relação às amostras não extrudadas. Existe a presença de partículas entre os grãos, que sugerem ser precipitados oriundos do estado de tensões provocado pela ECAE.

Figura 17 – Micrografia de MEV da amostra Extrudada Liga Rica em Ni.



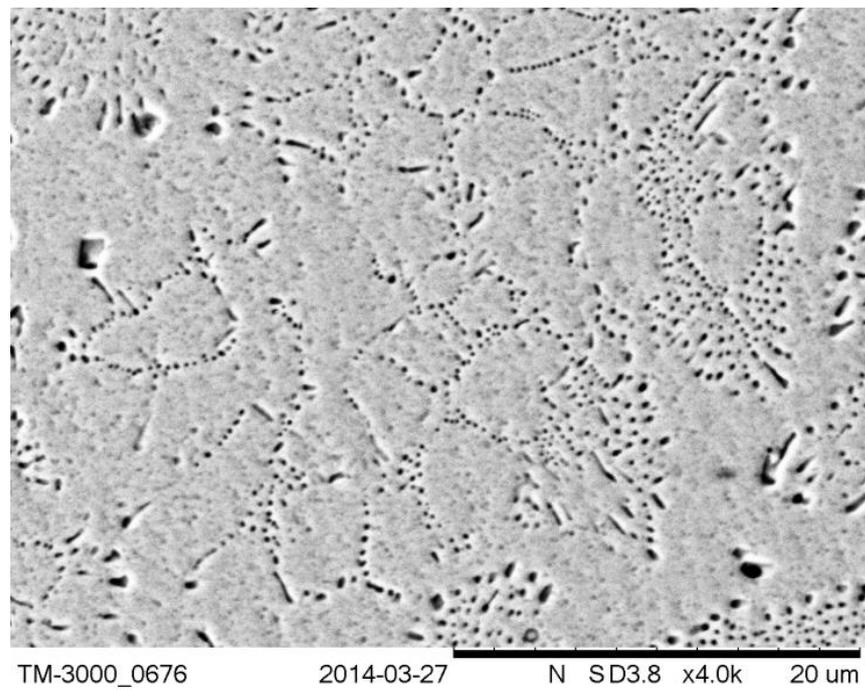
Fonte: Silva, 2014.

Figura 18 – Micrografia de MEV da amostra Extrudada da Liga Equiatômica.



Fonte: Silva, 2014.

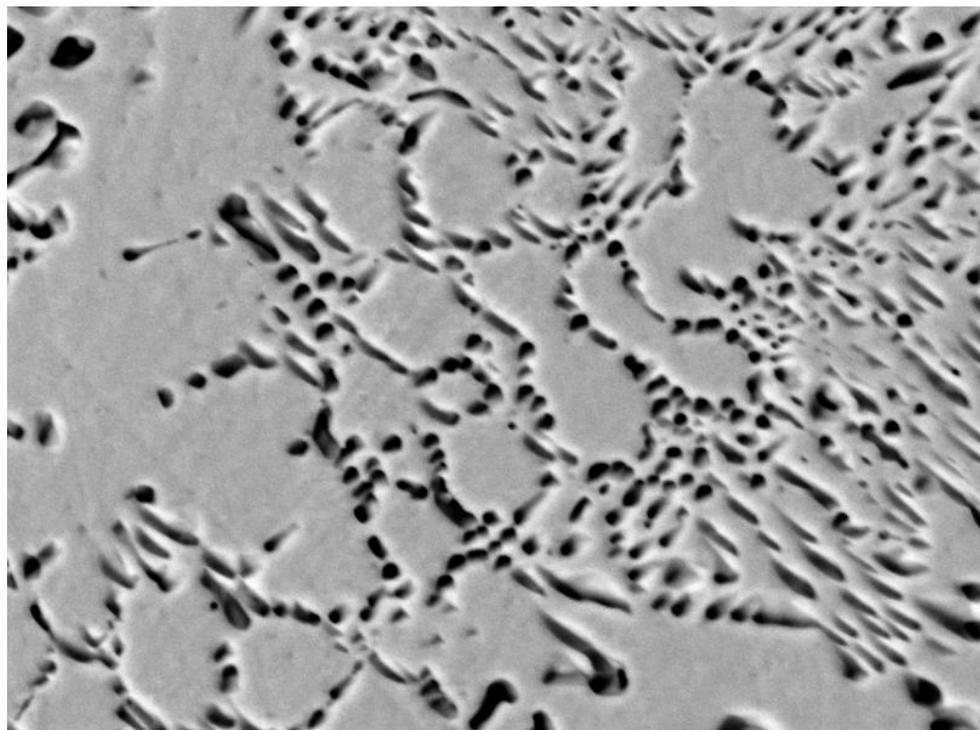
Figura 19 – Micrografia de MEV da amostra Extrudada da Liga Rica em Ti.



Fonte: Silva, 2014.

As Figuras 20, 21 e 22 mostram as imagens de MEV das amostras recozidas após a conformação por extrusão. Não é possível perceber claramente um direcionamento preferencial dos grãos devido ao processo de conformação. Somente a amostra da liga Rica em Ti demonstra um aumento do tamanho médio dos grãos, porém se percebe um alongamento na morfologia em todas as amostras, o que sugere aumento dos contornos de grãos de alto ângulo e bandas de cisalhamento, conforme mencionado por Lucas et al. (2014).

Figura 20 - Micrografias de MEV da amostra extrudada e recozida Liga Rica Ni.



TM-3000_0768

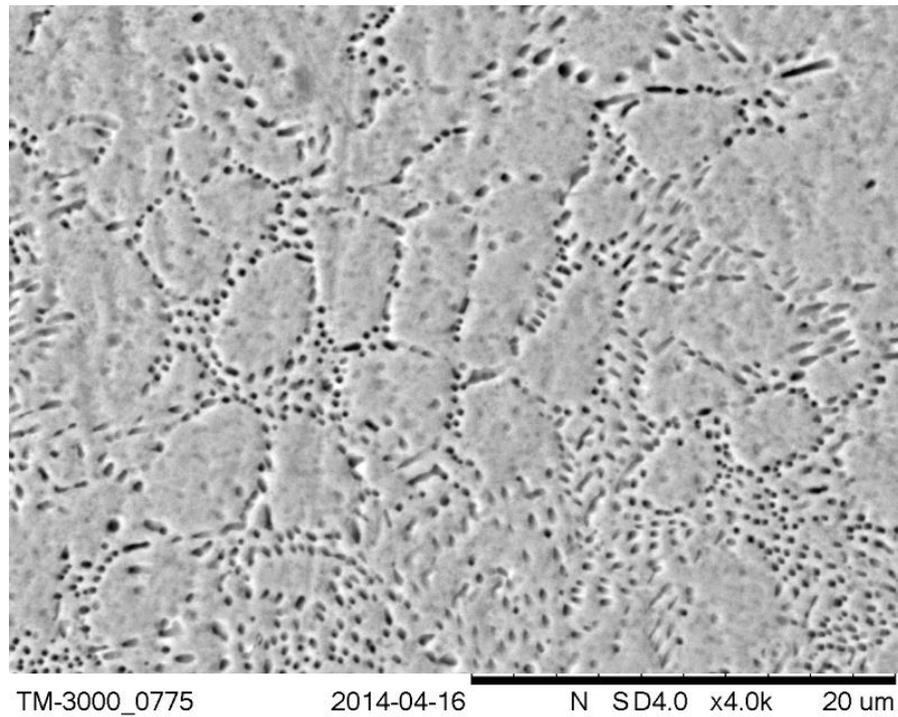
2014-04-16

N SD4.5 x4.0k

20 um

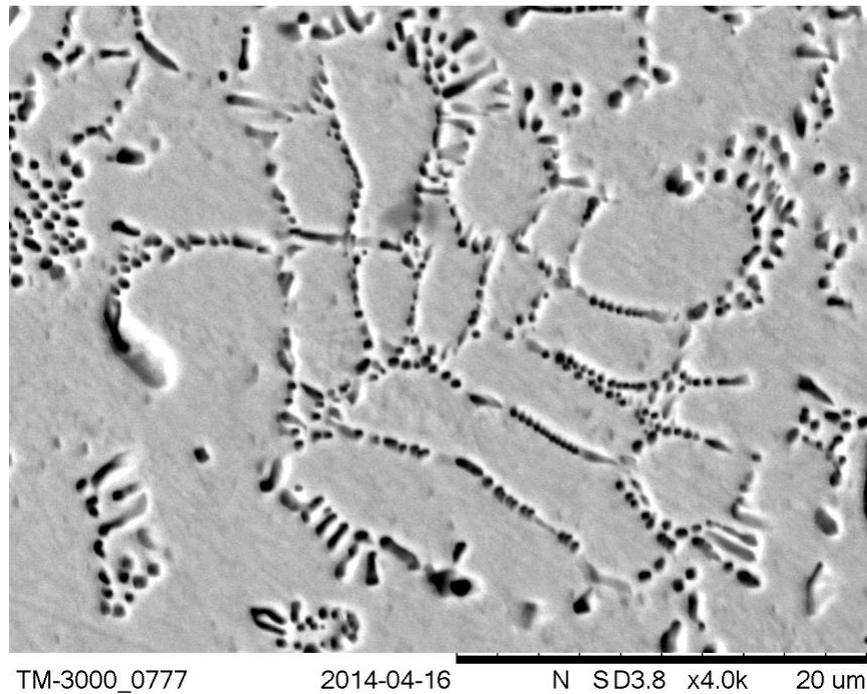
Fonte: Silva, 2014.

Figura 21 – Micrografia de MEV da amostra extrudada e recozida liga Equiatômica.



Fonte: Silva, 2014.

Figura 22 – Micrografia de MEV da amostra extrudada e recozida Liga Rica Ti.

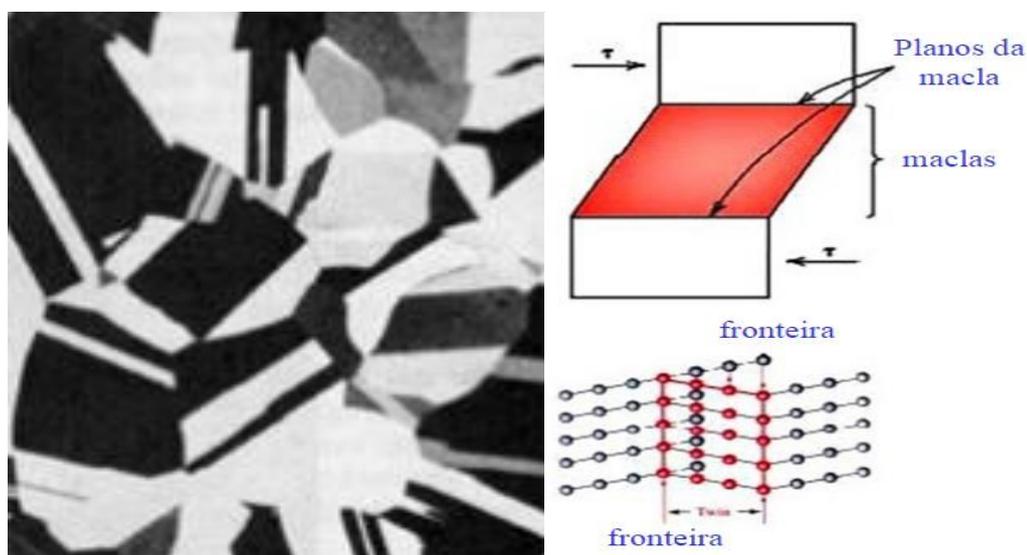


. Fonte: Silva, 2014.

3.3.4 Formação de Macla

Imperfeições superficiais que separam duas orientações cristalográficas que são imagens especulares uma da outra são chamadas contornos de macla. O volume do material cuja orientação é imagem especular da orientação da matriz é chamado macla. As maclas podem originar-se durante o crescimento de um cristal ou durante uma deformação. Cisalhamento paralelo ao contorno da macla pode produzir a macla, como mostrado na figura 23, particularmente se o escorregamento for difícil de iniciar ou propagar nessa direção. O cisalhamento da rede é uniforme, isto é, o afastamento de um ponto da rede na região maclada é diretamente proporcional à sua distância do contorno sendo paralela ao contorno da macla. A cada ponto da rede está associado mais de um átomo, como nos metais HC, depois do cisalhamento de maclação devem ocorrer pequenos reajustes atômicos para que sejam macladas tanto a rede, como a estrutura cristalina. Mecanismo de deformação plástica que ocorre por um cisalhamento da rede cristalina, limitado a um grão, criando uma região espelhada dentro do mesmo (HUMPHREYS, 2005).

Figura 23 – Formação de macla

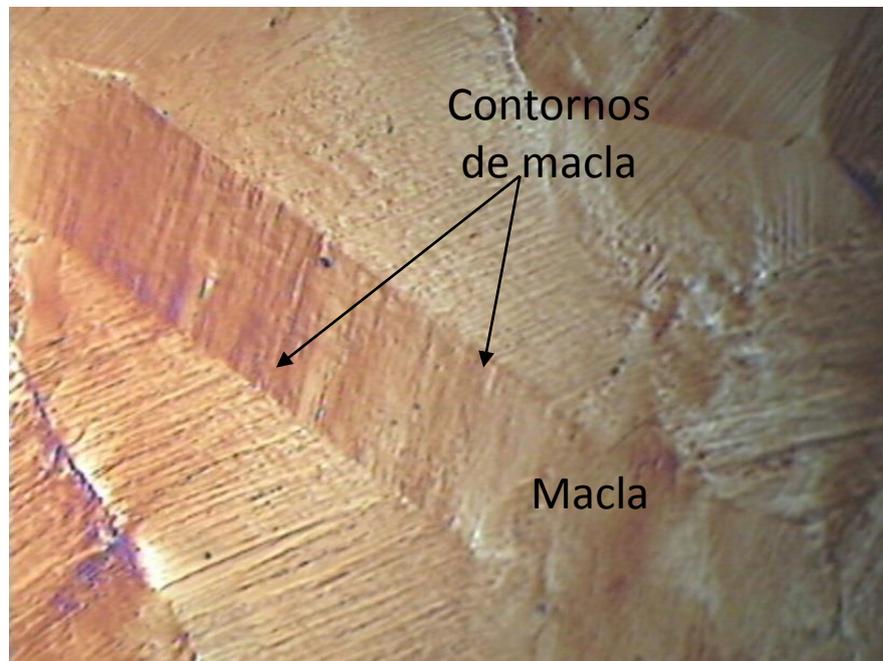


Fonte: Humphreys, 2005.

Ocorre num plano cristalográfico definido, segundo uma direção específica, logo, dependem da estrutura cristalina. A maclagem mecânica ocorre principalmente em metais CCC e HC quando estes estão sujeitos à

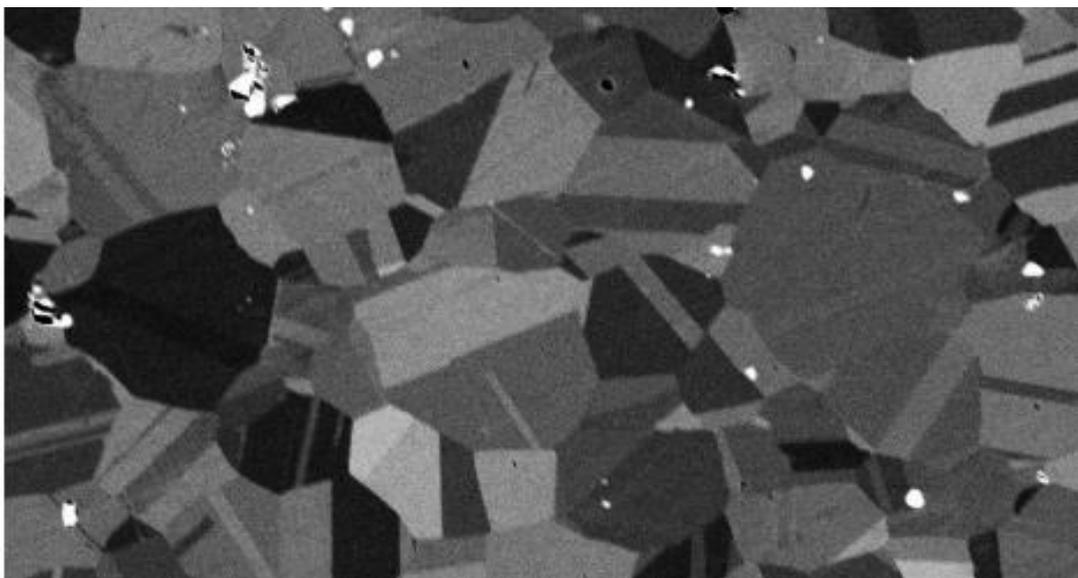
baixas temperaturas e a elevadas taxas de carregamento, deslizamento de discordâncias inibido. (AOTA, 2017). Maclas de deformação são ilustradas nas figuras 24 e 25.

Figura 24 - Bandas de deslizamento produzidas por fadiga evidenciando maclas.



Fonte: Aota, 2017.

Figura 25 – Efeito da deformação na formação de maclas.



Fonte: Rath, 2000.

4 PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

No presente trabalho a liga quaternária com composição nominal Cu-12%Al-4%Ni-1%Zn com efeito memória de forma foi caracterizada com relação ao comportamento das temperaturas de transformação em função dos tratamentos térmicos aplicado. Após a seleção do tratamento térmico adequado, devido as propriedades termomecânicas (boa ductilidade e temperaturas de transformações baixas), a liga foi submetida à conformação mecânica por deformação plástica convencional via laminação e deformação plástica severa por extrusão de canal angular, com o objetivo de obter ligas com grãos reduzidos e conseqüentemente aumentar a resistência mecânica.

4.1 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

A liga quaternária Cu-12%Al-4%Ni-1%Zn foi fundida em um forno de indução do Laboratório de Fusão do Departamento de Engenharia Mecânica na Universidade Federal de Pernambuco pelo grupo de trabalho do LMF. Corte realizado numa cortadeira de precisão com disco diamantado, visando a confecção de amostras em forma de lâmina para ciclagem termomecânica e prismas quadrangulares para a extrusão de canal angular. A máquina de corte de precisão de baixa velocidade utilizada nessa etapa do trabalho foi a Isomet, da marca BUEHLER, a qual é mostrada na Figura 26, composta por disco de corte diamantado parcialmente imerso em óleo lubrificante.

Figura 26 – Cortadeira de precisão de baixa velocidade Isomet da BUEHLER.



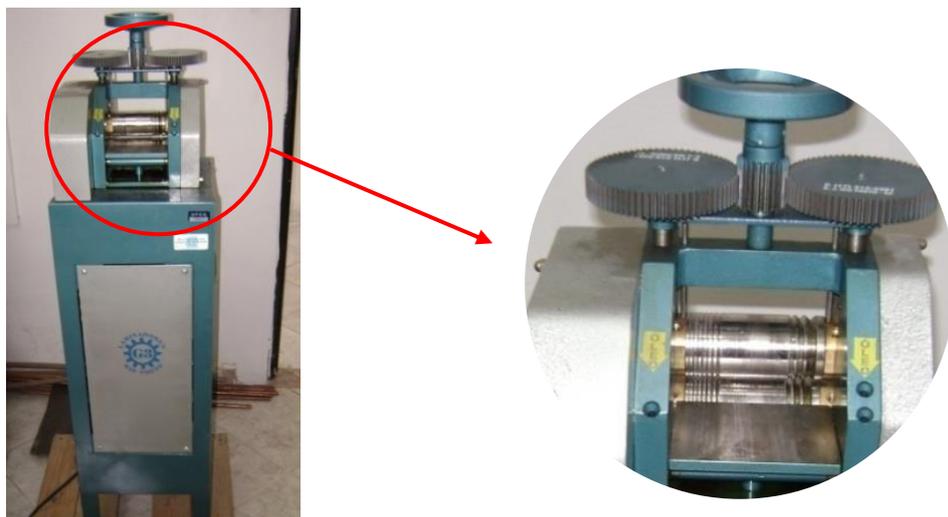
Fonte: Silva, 2014

Cada amostra foi identificada a partir do tratamento térmico a que foi submetida. Antes de cada experiência, as amostras foram homogeneizadas durante 15 minutos a 850°C. A primeira amostra foi temperada em água a 25°C (TT25), a segunda foi arrefecida rapidamente em água a 100°C (TT100) e a terceira foi arrefecida por contato com o ar ambiente (TTAr).

4.2 LAMINAÇÃO

A laminação das amostras foi realizada a frio. Anterior ao processo de laminação as amostras foram aquecidas nos fornos tipo mufla a temperatura de 450°C por 4 horas para homogeneização, formação da fase α (mais dúctil) e redução de tensões. A taxa de laminação foi de 20,3% no laminador elétrico de pequeno porte (laminador de ourives), mostrado na Figura 27. A redução ocorreu por meio de uma única passagem pelo laminador, reduzindo 0,25 mm de deformação plástica no sentido da espessura da amostra. Após o processo de laminação a frio as amostras foram levadas ao forno tipo mufla com temperatura de 850°C, depois foram tratadas conforme citado na secção anterior.

Figura 27 – Laminador elétrico modelo G3.



Fonte: Silva, 2014

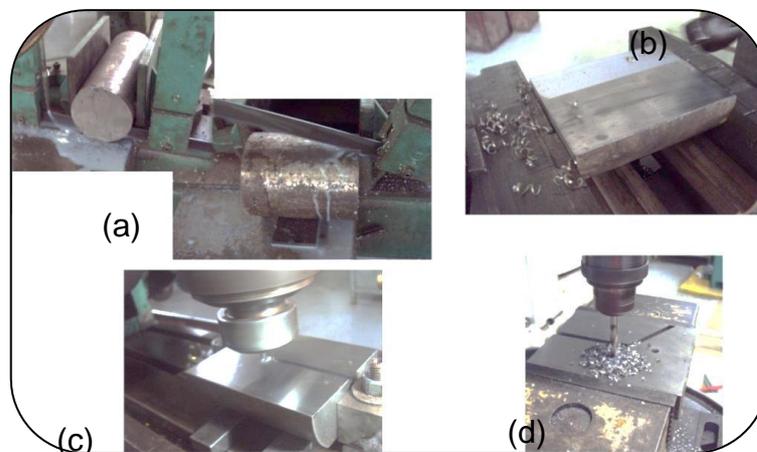
4.3 – EXTRUSÃO DE CANAL ANGULAR

A liga quaternária Cu-12%Al-4%Ni-1%Zn foi deformada plasticamente de forma mais severa por ECAE no Laboratório de Ensaios Mecânicos do Departamento de Engenharia Mecânica na Universidade Federal de Pernambuco.

4.3.1 Confeção da Matriz de ECAE

Foi confeccionada uma matriz com dois canais para extrusão de canal angular de 5mm de lado, a qual utiliza altas deformações impostas pelas tensões de cisalhamento, provocadas pela passagem do material pela curva entre canais de iguais dimensões e inclinados entre si, sendo o primeiro com ângulo interno de 120° e o segundo com ângulo interno de 135°. Devido a dureza do material que se deseja extrudar, o material escolhido para a matriz foi o aço VC 130 (AISI D3), que é um aço de grande estabilidade dimensional, apresentando tenacidade com alta resistência à abrasão, sendo utilizado especialmente para ferramentas. O material foi adquirido em formato cilíndrico e trabalhado através de processos de usinagem para que apresentasse o formato final requerido. Na Figura 28 é possível visualizar algumas das etapas de usinagem pelas quais o material foi submetido, as quais incluíram o serramento, aplainamento, fresagem e furação.

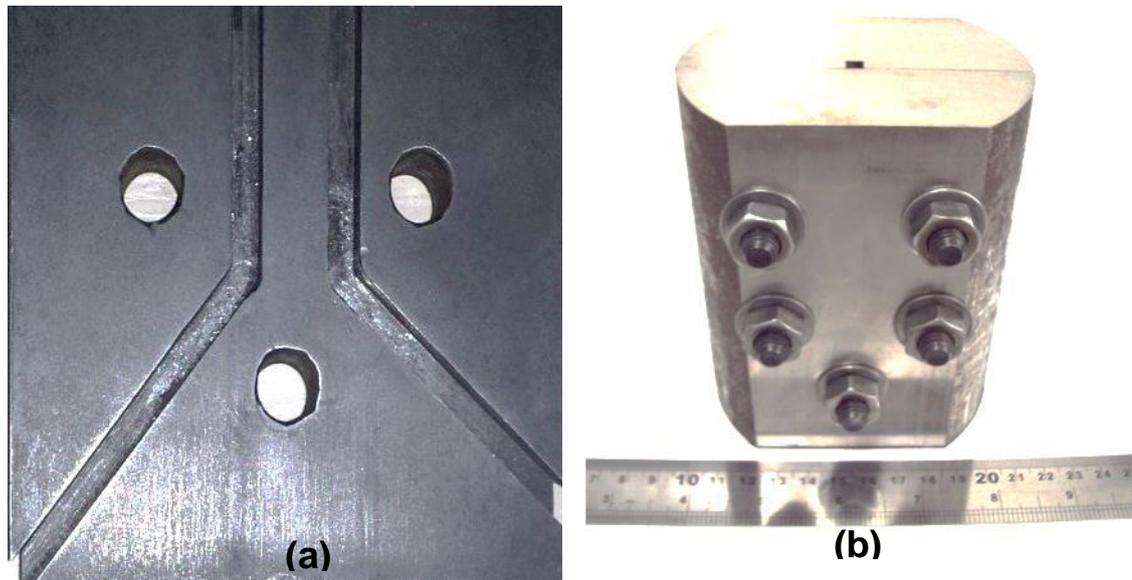
Figura 28 – Preparação da matriz de extrusão através de processos de serramento (a), aplainamento (b), fresagem (c) e furação (d).



Fonte: Silva, 2014.

A Figura 29 mostra a matriz para extrusão angular após a preparação por usinagem e a montagem do conjunto.

Figura 29 – Matriz para extrusão angular com canal de entrada. Interior da matriz (a) e conjunto montado (b).



Fonte: O autor, 2017.

Após a fabricação da matriz, um tratamento térmico de têmpera foi realizado visando o aumento da resistência mecânica do aço. O tratamento térmico foi em um forno do tipo mufla, seguindo as recomendações do fornecedor do aço (Villares Metals). A matriz foi aquecida lentamente até a temperatura de 800°C e levada rapidamente à temperatura de 960°C, a qual foi mantida durante 30 minutos. Após o tempo determinado, a matriz foi removida do forno e esfriada em óleo até aproximadamente 300°C, sendo retirada e resfriada ao ar até a temperatura ambiente. Dessa forma, o material utilizado para a confecção da matriz, que antes apresentava dureza de 24HRC, teve sua dureza superficial elevada para 61HRC após o tratamento térmico (Silva, 2014).

4.3.2 Extrusão de Canal Angular

A preparação das amostras para a conformação mecânica de extrusão em canal angular (ECAE) incluiu o corte de tarugos quadrados de $5 \times 5 \text{ mm}^2$ de seção transversal e um tratamento térmico que consistiu no aquecimento das amostras a 350°C por 4 horas e posterior resfriamento lento. As operações de extrusão foram realizadas em uma Máquina de Ensaio da EMIC, preparada para operar em ensaio de compressão. A máquina está instalada no Laboratório de Caracterização Mecânicos do Departamento de Engenharia Mecânica da UFPE. A ECAE foi realizada a partir da compressão de um punção apoiado sobre o tarugo da LMF a uma taxa de $0,5 \text{ mm/min}$. Esse procedimento pode ser visualizado na Figura 30.

Figura 30 – Estrutura usada para a conformação ECA. Máquina de tração (a) e Matriz com punção preparada para extrusão (b).



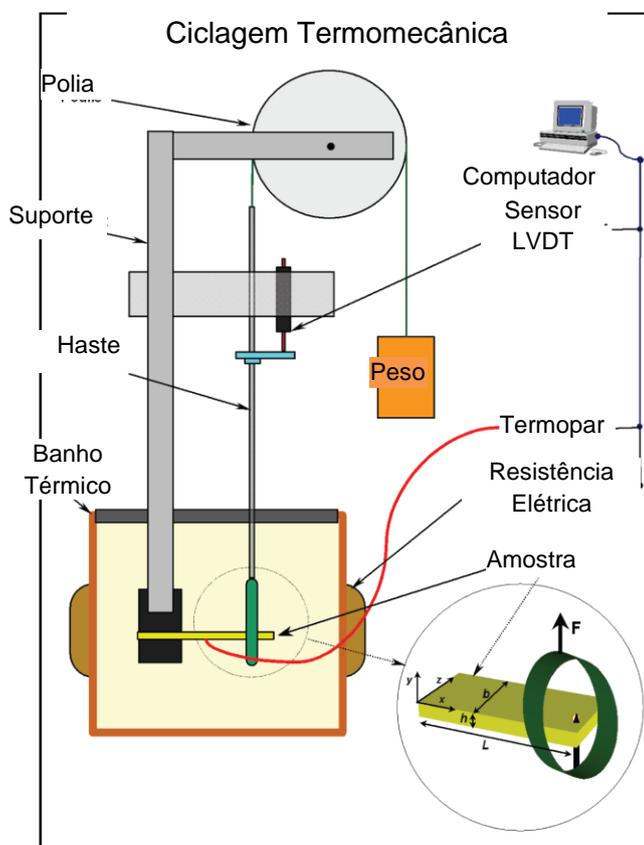
Fonte: O autor, 2016.

4.4 CICLAGEM TERMOMECÂNICA

As amostras forma submetidas a ensaios de ciclagem termomecânica, os quais envolvem uma variação da temperatura em conjunto com à mudança de forma do material sob carregamento mecânico. Neste ensaio, as lâminas de $24,3 \times 5,2 \times 1,3 \text{ mm}$ de dimensões médias, das LMF fabricadas foram submetidas a uma carga constante (peso), tendo sua temperatura controlada através de

um banho térmico programável da marca Cole Parmer. A lâmina é engastada em uma de suas extremidades, sendo sujeita à flexão devido a carga de um peso que está ligado a outra extremidade livre, por meio de uma polia. Esse dispositivo permite a transmissão da força de forma direta para a amostra. A lâmina foi imersa em óleo de silicone, que suporta temperaturas de até 240°C sem que alcance seu ponto de ebulição. O dispositivo, de maneira geral, consta de suporte de fixação para a amostra de lâmina, sistema de polia, fio de Kantal inextensível, haste de transmissão da carga aplicada, sensores de deslocamento LVDT (Linear Variation Displacement Transducer) e sensores de temperatura. A Figura 31 apresenta o esquema do sistema utilizado por Gonzalez (2002) e que serviu de plataforma para a realização dos ensaios com carga constante de flexão. Um dos termopares utilizados é conectado ao controlador de temperatura e tem seu sinal monitorado por um sistema de aquisição de dados. Outro termopar faz o controle dos ciclos de temperatura do banho térmico, permitindo maior precisão na inversão entre o aquecimento e o resfriamento.

Figura 31 – Esquema dispositivo para ciclagem termomecânica.



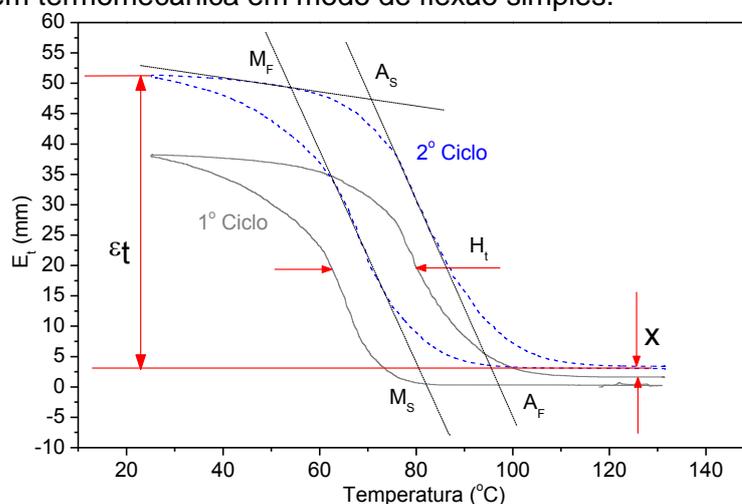
Fonte: Adaptado de Gonzalez, 2002.

O sistema de aquisição de dados utilizado neste ensaio é da marca National Instruments, modelo NI 4351, juntamente com o acessório TBX-68T. Este equipamento é gerenciado por um algoritmo, desenvolvido em Labview, que permite a obtenção de dados de variação de temperatura, deslocamento e número de ciclos executados na amostra durante os ensaios. O deslocamento é obtido através do uso de um sensor do tipo LVDT conectado ao sistema TBX-68T. O intervalo de temperatura utilizada na ciclagem foi de 20°C a 240°C de acordo com as limitações de refrigeração do banho térmico utilizado. As temperaturas de transformação das ligas podem ser modificadas devido à composição e ao processamento termomecânico pelo qual as amostras passam. As amostras foram submetidas as tensões de 20, 30 e 40 MPa para a realização da ciclagem por 5 ciclos.

A ciclagem termomecânica é realizada com o objetivo de verificar o deslocamento gerado pela flexão aplicada à lâmina de LMF e o efeito de memória de forma observado quando da variação da temperatura.

A Figura 32 apresenta a deformação termoelástica, histerese térmica, curvas de deslocamento em função da temperatura para uma mola helicoidal, onde são apresentados os principais parâmetros envolvidos com o estudo realizado. Nesta figura são apresentadas as temperaturas críticas de transformação (A_s , A_f , M_s e M_f), a deformação termoelástica em milímetros (ϵ_t) e a deformação acumulada entre os ciclos (X).

Figura 32 – Curva de deslocamento em função da temperatura obtida durante os ensaios de ciclagem termomecânica em modo de flexão simples.



Fonte: Oliveira, 2011.

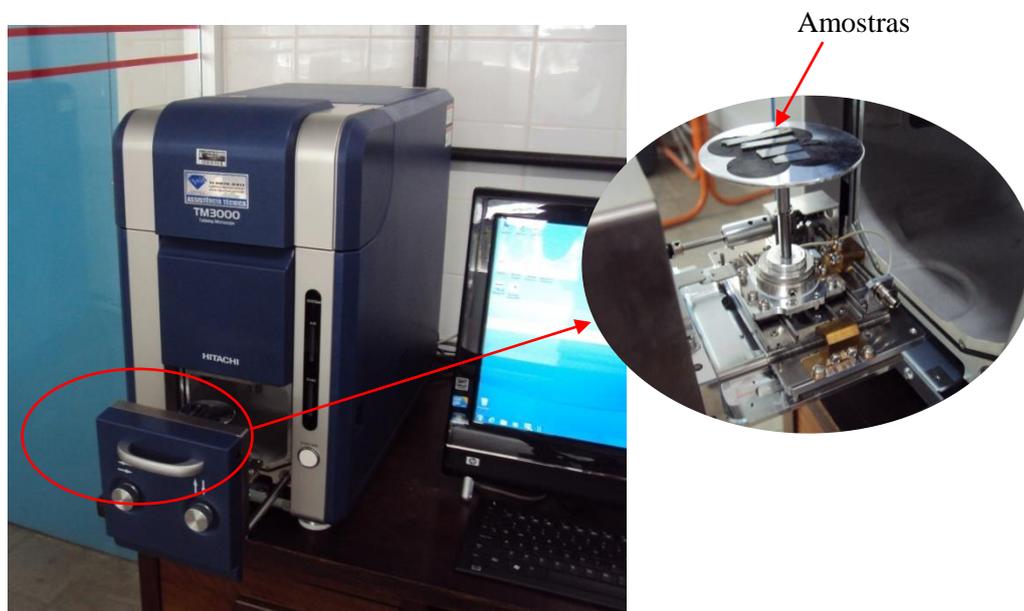
4.5 PREPARAÇÃO METALGRÁFICA E MICROSCOPIA

Os trabalhos de preparação metalográfica das amostras foram realizados no Laboratório de Microscopia do Departamento de Engenharia Mecânica da UFPE.

Essa preparação contou com o embutimento a frio das amostras, bem como o lixamento manual com lixas de granulometria 100, 200, 400, 600 e 1200, respectivamente, sendo seguido de polimento mecânico com pasta de diamante em politriz. Após o polimento, as amostras foram atacadas, por 10 s, com uma solução de 5% de HNO_3 e 10% de HCl em água, conforme indicado na literatura para ligas da família Cu-Al (CHU et. al., 2006; FIGUEIREDO et. al., 2009). Para analisar a microestrutura das amostras, em temperatura ambiente, utilizou-se um microscópio ótico modelo BX51M acoplado ao analisador de imagens analySIS, ambos da marca OLYMPUS.

A Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) foi realizada para visualizar a microestrutura e obter informações quanto à morfologia das amostras da LMF. A utilização da microssonda acoplada ao MEV permitiu a análise, mesmo que de forma semiquantitativa, de espectroscopia por dispersão de energia de raios X (EDS), para verificação da composição química da região selecionada na amostra em observação. As imagens de MEV foram obtidas no microscópio eletrônico TM3000, da Hitachi, instalado no Laboratório de Microscopia do DEMEC/UFPE. As imagens foram capturadas com tensão de aceleração de 15 kV por elétrons retroespalhados, enquanto o EDS detecta a energia associada aos elementos químicos na região selecionada na imagem. O microscópio, assim como a câmara onde são fixadas as amostras, pode ser visualizado na Figura 4.8.

Figura 33 – Microscópio Eletrônico de Varredura Hitachi-TM3000 do DEMEC/UFPE.



Fonte: O autor, 2015.

4.6 - ENSAIO DE MICRODUREZA

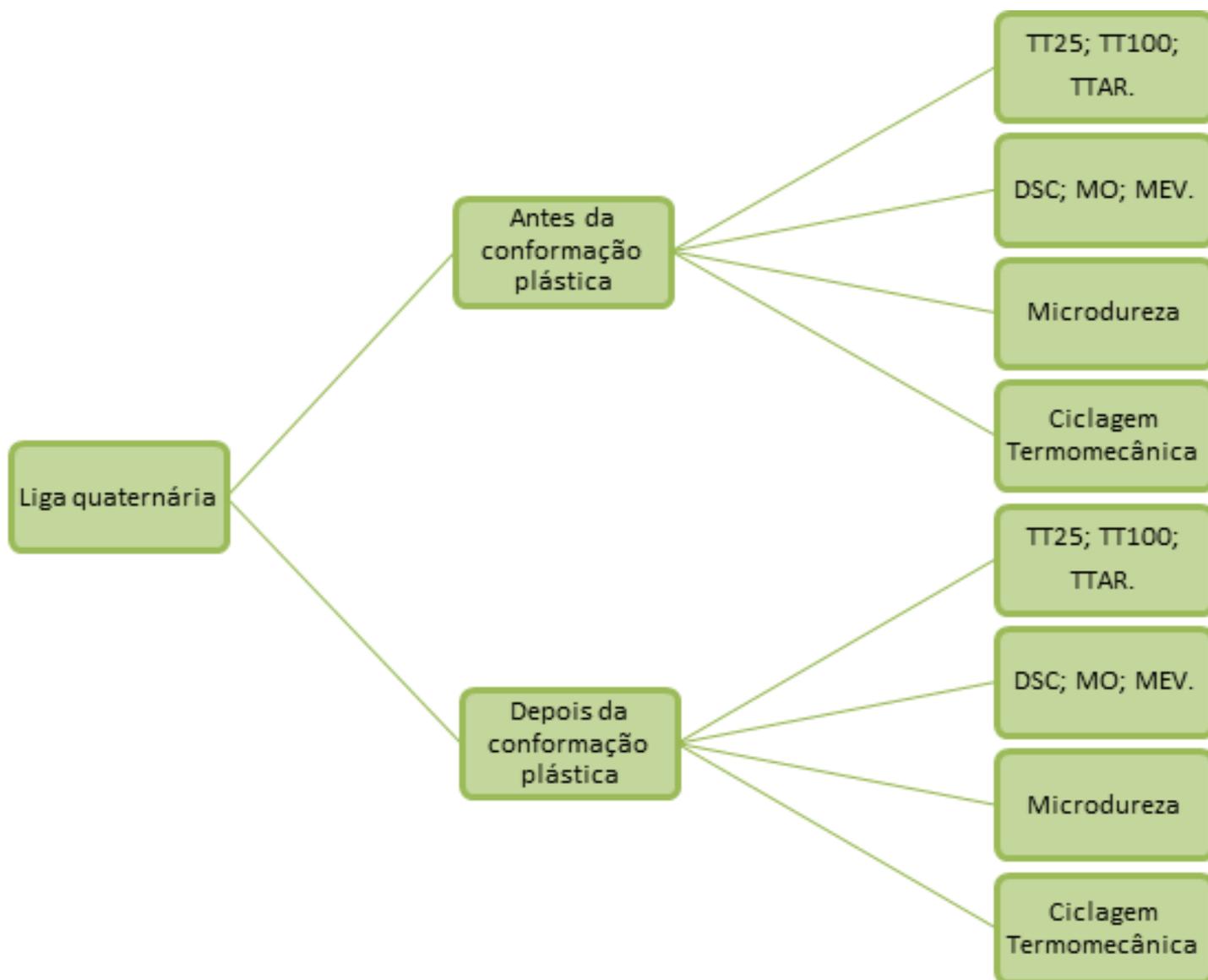
Microdureza Vickers foram medidas nas amostras das LMF por pressão realizada com uma pirâmide com base quadrada e ângulo de 136° contra a superfície polida do material com carga predeterminada. A dureza Vickers é obtida por meio da relação entre a carga aplicada e a área projetada pelo penetrador. Os ensaios de microdureza foram realizados em um microdurômetro marca Future-Tech, modelo FM-700. Os testes foram efetuados à temperatura ambiente sob as condições de carga de 0,3N e tempo de penetração de 15 segundos. Cada amostra foi submetida a 10 indentações em seu sentido longitudinal, com distância de 1 mm entre elas. A dureza Vickers (HV) medida é uma função da carga aplicada (P) sobre a superfície da amostra, sendo avaliada através da média das diagonais (d_1 e d_2) do losango formado pela penetração do indentador, como definido na Equação 2.

$$HV = \frac{1854,4.P}{\left[\frac{(d_1 + d_2)}{2} \right]^2}$$

Esse experimento foi realizado para verificar a influência da conformação mecânica e dos tratamentos térmicos sobre a resistência mecânica superficial do material.

Para melhor entendimento das etapas tomadas nesse trabalho foi adicionado um organograma esquemático apresentado na figura 34.

Figura 34. – Organograma das etapas do trabalho.



Fonte: O autor, 2018.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados obtidos no presente trabalho serão explanados e discutidos em duas etapas: antes das deformações plásticas e após as deformações plásticas.

5.1 CARACTERIZAÇÃO DA LMF PRÉVIA A DEFORMAÇÃO PLÁSTICA

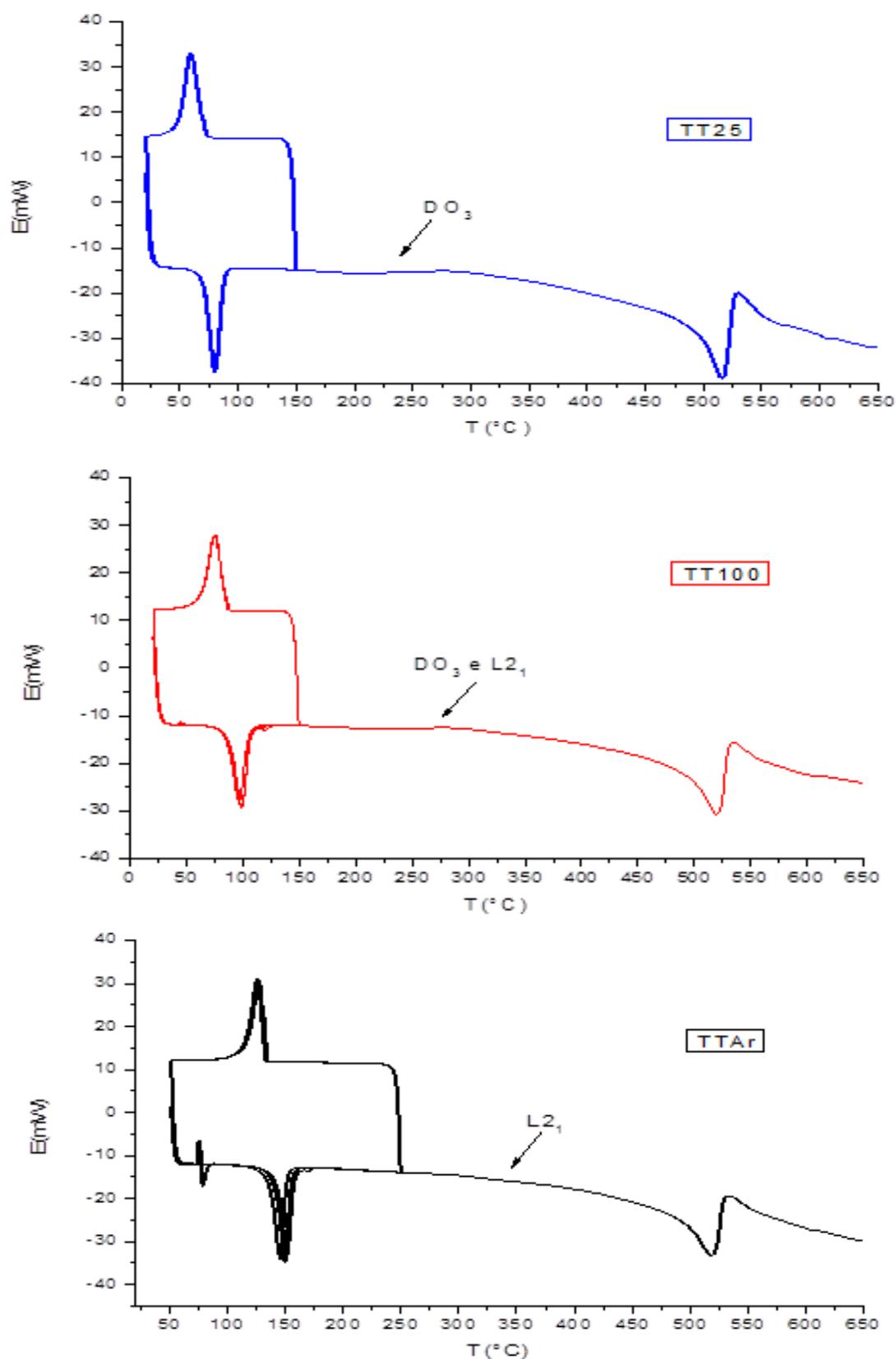
As amostras da liga com EFM foram submetidas a uma caracterização das propriedades termoelásticas, morfologia e microdureza antes de sofrerem deformações plásticas por laminação e extrusão de canal angular.

5.1.1 Curvas de calorimetria

As amostras foram caracterizadas, antes da deformação plástica convencional e da deformação plástica severa, para fixar os parâmetros de comparação e análise. O DSC foi utilizado para determinar as propriedades térmicas e para verificar as alterações promovidas por tratamentos térmicos aplicados. Em cada curva calorimétrica foram realizados inicialmente três ciclos entre 20 e 150°C, em seguida, a amostra foi aquecida a 650°C. Na figura 35 são exibidas curvas calorimétricas para as amostras TT25, TT100 e TTAR, respectivamente. Estas curvas mostram a forte influência dos tratamentos térmicos realizados nas propriedades termoelásticas das LMF. Como exemplo, o início da transformação austenítica (A_s) tem alteração superior a 70°C.

Neste liga quaternária, as curvas de calorimetria das amostras TT25 e TT100 (Figura 35) mostram pontos de inflexões durante o aquecimento até 650°C. O primeiro ponto de inflexão está entre 200 e 350°C e o segundo em torno de 500°C. Este último está relacionado com a mudança de fase β (estrutura A_2). A curva calorimétrica da amostra TT25 apresenta um ponto de inflexão a 200°C que se prolonga até aproximadamente 290°C. Este é o intervalo de temperatura da transição ordem-desordem $L2_1 \rightarrow DO_3$ durante o aquecimento, onde os átomos podem facilmente trocar de posição com o apoio do aumento da concentração de lacunas. Para a curva calorimétrica TT100, o início do ponto de inflexão ocorre depois de 240°C. Para o terceiro tratamento térmico

Figura 35 – Análises de DSC das amostras após tratamento térmico TT25, TT100 e TTAR.



Fonte: O autor, 2014

(TTAr) nesta faixa de inflexão é praticamente imperceptível (GONZALEZ, 2002). A forma das curvas na faixa de temperaturas (200-350°C) e aumento da dureza (na sequência TT25, TT100 e TTAr) sugere que a amostra TT25 deve ter estrutura DO₃ para a fase austenítica. A amostra TT100 pode ter uma percentagem de ordenação parcial DO₃ e L2₁ na sua estrutura austenítica. Finalmente, para a amostra do último tratamento (TTAr) deve apresentar quase cem por cento de estrutura L2₁, porque a sua curva de calorimetria não tem pontos de inflexão na faixa de temperatura examinados.

À medida que a fase martensita herda a ordenação da fase austenítica, tratamentos térmicos influenciam diretamente os comportamentos termoelásticos das amostras. No tratamento TT25, a amostra atinge facilmente a fase martensítica à temperatura ambiente e a ordenação para a fase L2₁ não deve ocorrer. No tratamento TT100, a temperatura do banho é de 100°C, o que é muito próximo à temperatura austenítico de amostra (106°C), como pode ser visto na tabela 1. Assim, a maior percentagem do volume da amostra está em fase austenítica durante a têmpera. Isto permite que ocorra a ordenação da fase austenítica até a transição da fase L2₁. No tratamento TTAr, as transições de ordem-desordem deve ter ocorrido geralmente porque a taxa de resfriamento da temperatura permite que essas transições aconteçam ao fim L2₁. A Tabela 1 mostra os resultados consolidados para as temperaturas críticas de transformação, entalpias de transformação e histerese térmica (T_h) para cada amostra submetida a tratamentos térmicos.

Tabela 2 – Temperaturas críticas de transformação das LMF prévia as deformações.

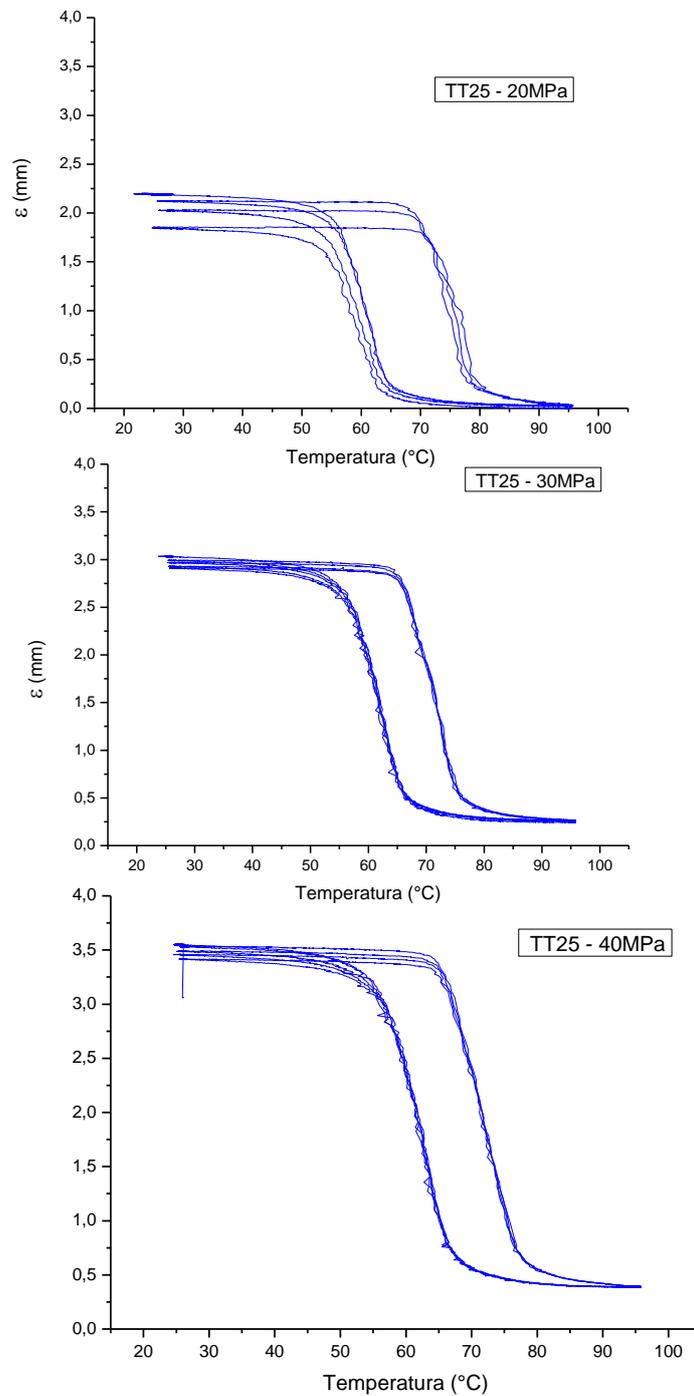
Amostra	Temperatura de transformação (°C)				Entalpia (J/mol)		T _h
	Ms	Mf	As	Af	A	M	
TT25	69,41	49,16	68,78	87,36	9,23	9,20	21
TT100	84,99	63,76	86,60	105,55	9,50	9,28	25
TTAr	134,72	117,20	139,76	153,85	10,61	10,35	25

Fonte: O autor, 2014.

5.1.2 Ciclagem termomecânica

Os dados obtidos das curvas de deformação termoelástica em função da temperatura para a amostra TT25 estão na figura 36.

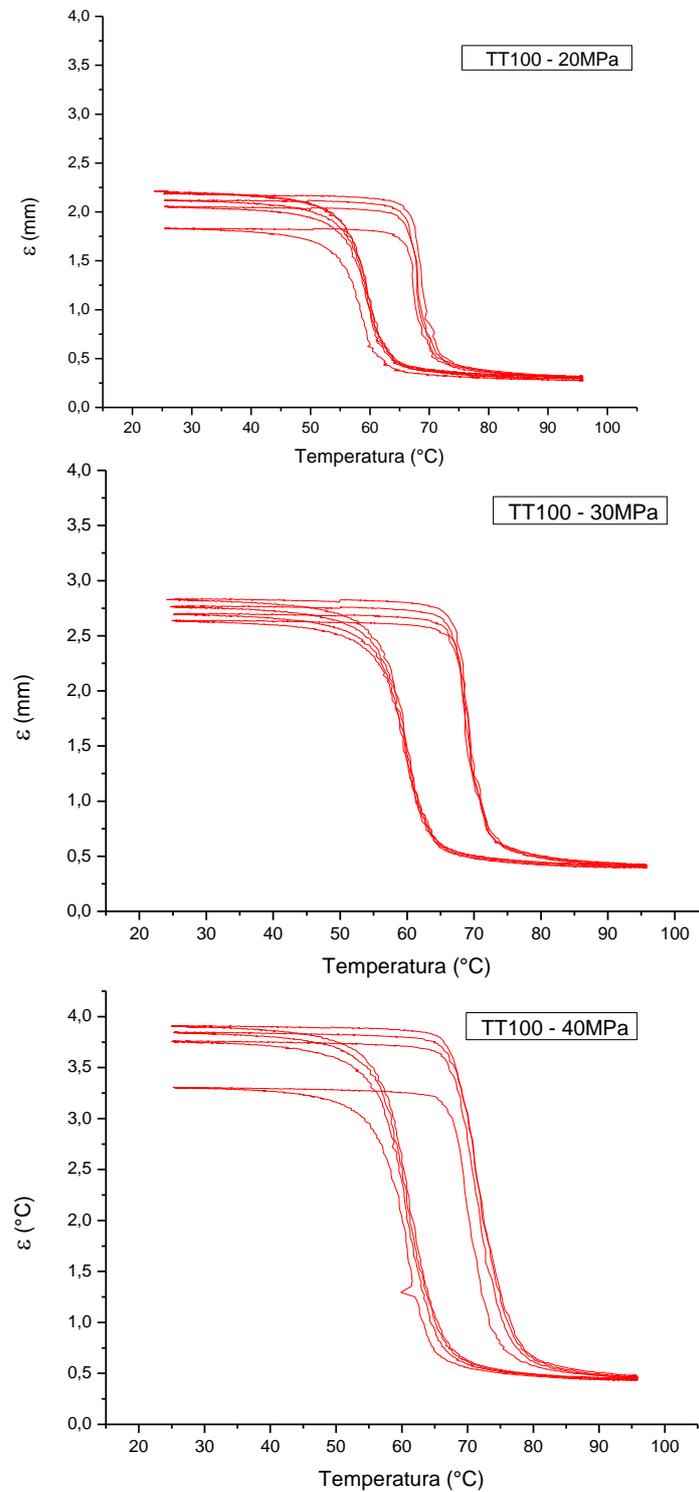
Figura 36 – Ciclagem térmica da amostra TT25 com 20, 30 e 40Mpa.



Fonte: O autor, 2014.

Os dados obtidos das curvas de deformação termoelástica em função da temperatura para a amostra TT100, apresentados na figura 37.

Figura 37 – Ciclagem térmica da amostra TT100 com 20, 30 e 40MPa

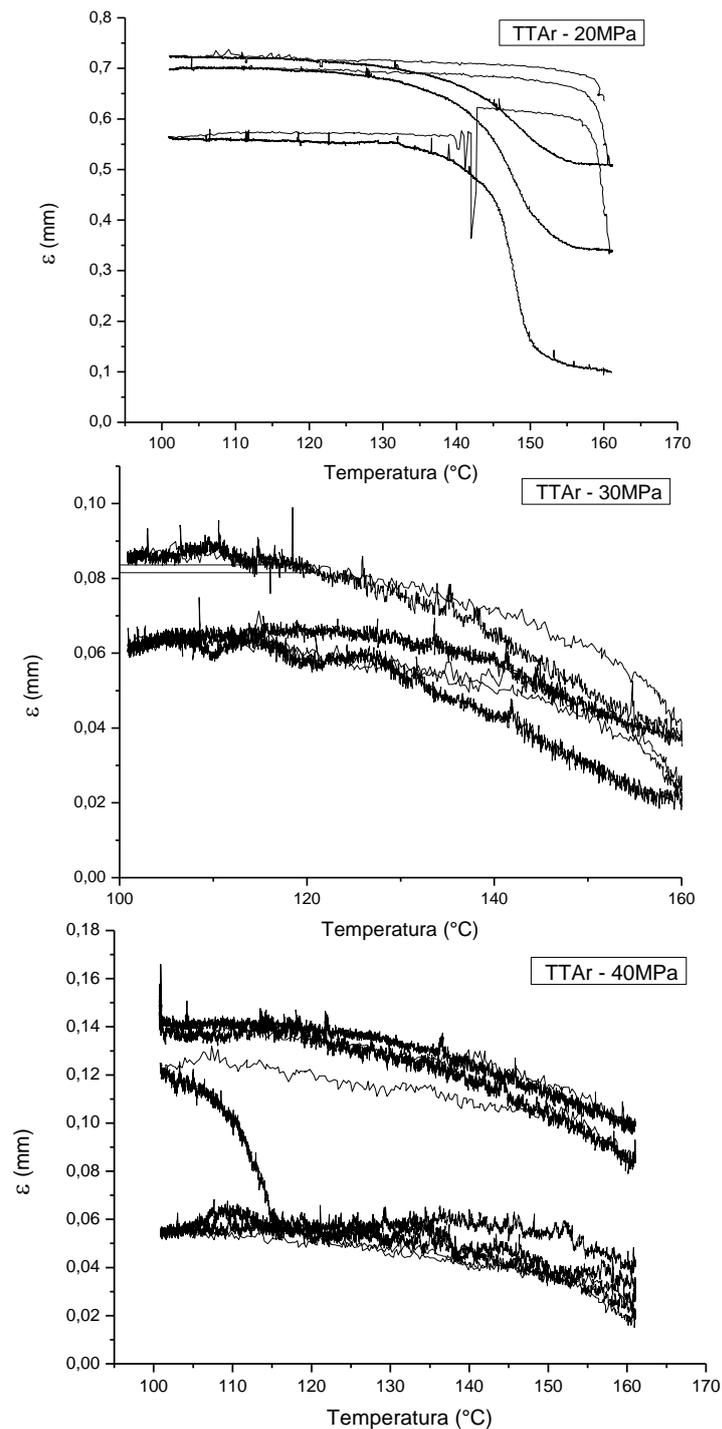


Fonte: O autor, 2014.

Com o aumento da carga aplicada nas ciclagens temos o deslocamento entre as curvas, diminuindo a distância entre elas.

Os dados obtidos das curvas de deformação termoelástica em função da temperatura para a amostra TTAR, figuras 38.

Figura 38 – Ciclagem térmica da amostra TTAR com 20, 30 e 40MPa.



Fonte: O autor, 2014.

Tabela 3 – Propriedades térmicas obtidos da ciclagem termomecânica 20MPa.

	M_s (°C)	M_f (°C)	A_s (°C)	A_f (°C)	ε_t (mm)
TT25	64,24	54,26	71,04	79,98	2,10
TT100	63,39	54,87	66,35	70,57	2,05
TTAR	---	---	---	---	---

Fonte: O autor, 2014.

Tabela 4 – Propriedades térmicas obtidos da ciclagem termomecânica 30MPa.

	M_s (°C)	M_f (°C)	A_s (°C)	A_f (°C)	ε_t (mm)
TT25	66,51	54,92	66,41	76,49	2,63
TT100	63,92	54,60	66,71	70,36	2,52
TTAR	---	---	---	---	---

Fonte: O autor, 2014.

Tabela 5 – Propriedades térmicas obtidos da ciclagem termomecânica 40MPa.

	M_s (°C)	M_f (°C)	A_s (°C)	A_f (°C)	ε_t (mm)
TT25	67,68	54,99	65,98	78,27	3,25
TT100	66,06	55,11	67,59	76,46	3,38
TTAR	---	---	---	---	---

Fonte: O autor, 2014.

A evolução dos loops de aquecimento e resfriamento ocorre porque durante o processo de ciclagem termomecânica há uma reconfiguração das discordâncias e, conseqüentemente, favorecimento de uma das variantes martensíticas (GONZALEZ, 2012). Nas Figuras 36 e 37 se verifica que as curvas obtidas por meio da ciclagem são características da deformação termoelástica das ligas com memória de forma. Dessa forma, as temperaturas de transformação podem ser identificadas a partir da utilização da regra das

tangentes. Outro dado obtido nas curvas foi a deformação termoelástica (ϵ) que a amostra apresentou quando da variação da temperatura no banho térmico. Um aspecto também constatado nas curvas foi a estabilização da termoelasticidade com a progressão das cargas, que pode ser explicada pelo processo de alinhamento das discordâncias e redução dos campos de tensões com a sucessão dos ciclos térmicos (OLIVEIRA, 2011).

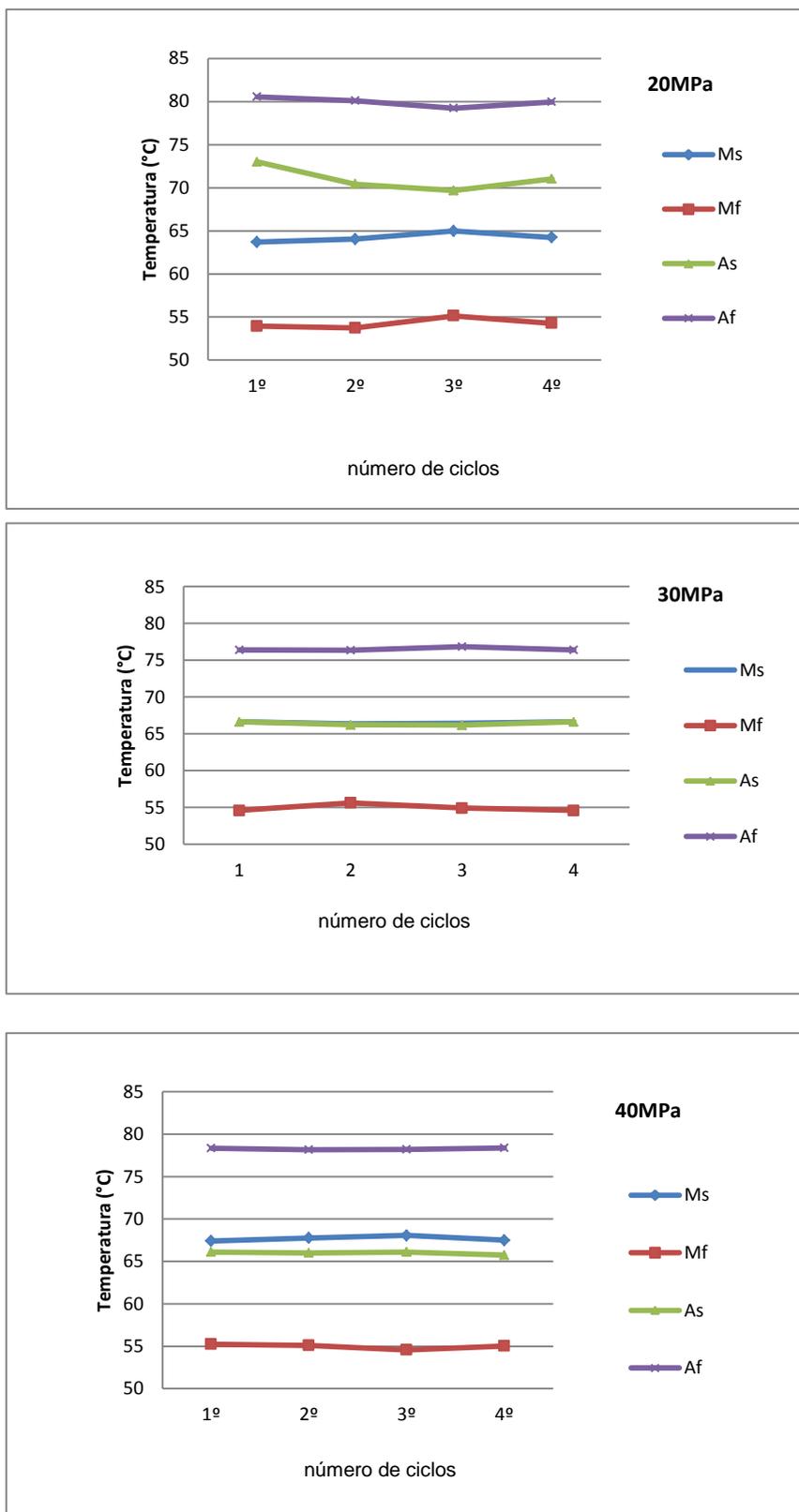
No aumento da carga fica evidenciado o aumento da deformação para a amostra TT25 e TT100. É possível notar uma diminuição na histerese térmica dessas amostras.

A amostra TTAR não apresenta uma curva característica de ligas memória de forma submetida aos ciclos termomecânicos devido à ocorrência e evolução de trincas. Isto ocorre devido ao aumento da dureza das mesmas provocadas pela transição ordem-desordem que a amostra sofre com este tratamento térmico.

O aumento de cargas aplicadas durante deformação termoelástica promove variações nas temperaturas críticas de transformação. Observa-se que quanto maior a carga aplicada maior a tendência à diminuição dos intervalos críticos de transformação. Com o acúmulo de 30 e 40 MPa nos ciclos térmicos aplicados, as temperaturas críticas de transformação tendem a um estágio quase constante, que pode ser verificado na histerese térmica das transformações .

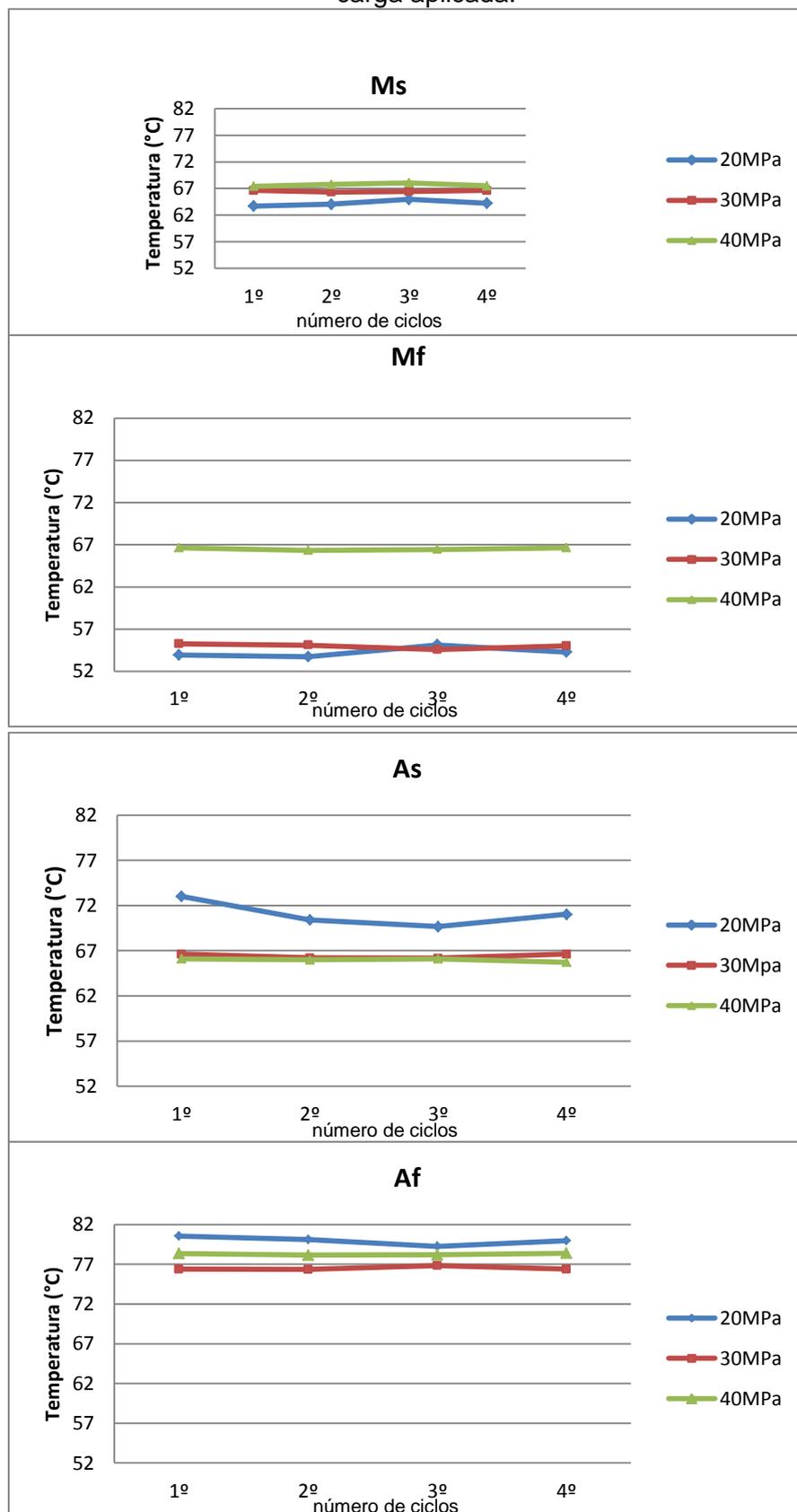
Na figura 39 podemos notar a evolução das temperaturas críticas de transformação em função da carga. O Valor de A_s e M_s apresentam uma diferença de aproximadamente 10°C em relação à carga de 20 MPa, com o aumento para 30 MPa temos uma perfeita sobreposição desses valores, e com o acúmulo de carga para 40MPa eles apresentam uma pequena diferença e sofrem inversão de valores em relação as temperaturas.

Figura 39 – Temperaturas de transformação da amostra TT25 em função do ciclo para 20, 30 e 40MPa.



Fonte: O autor, 2014.

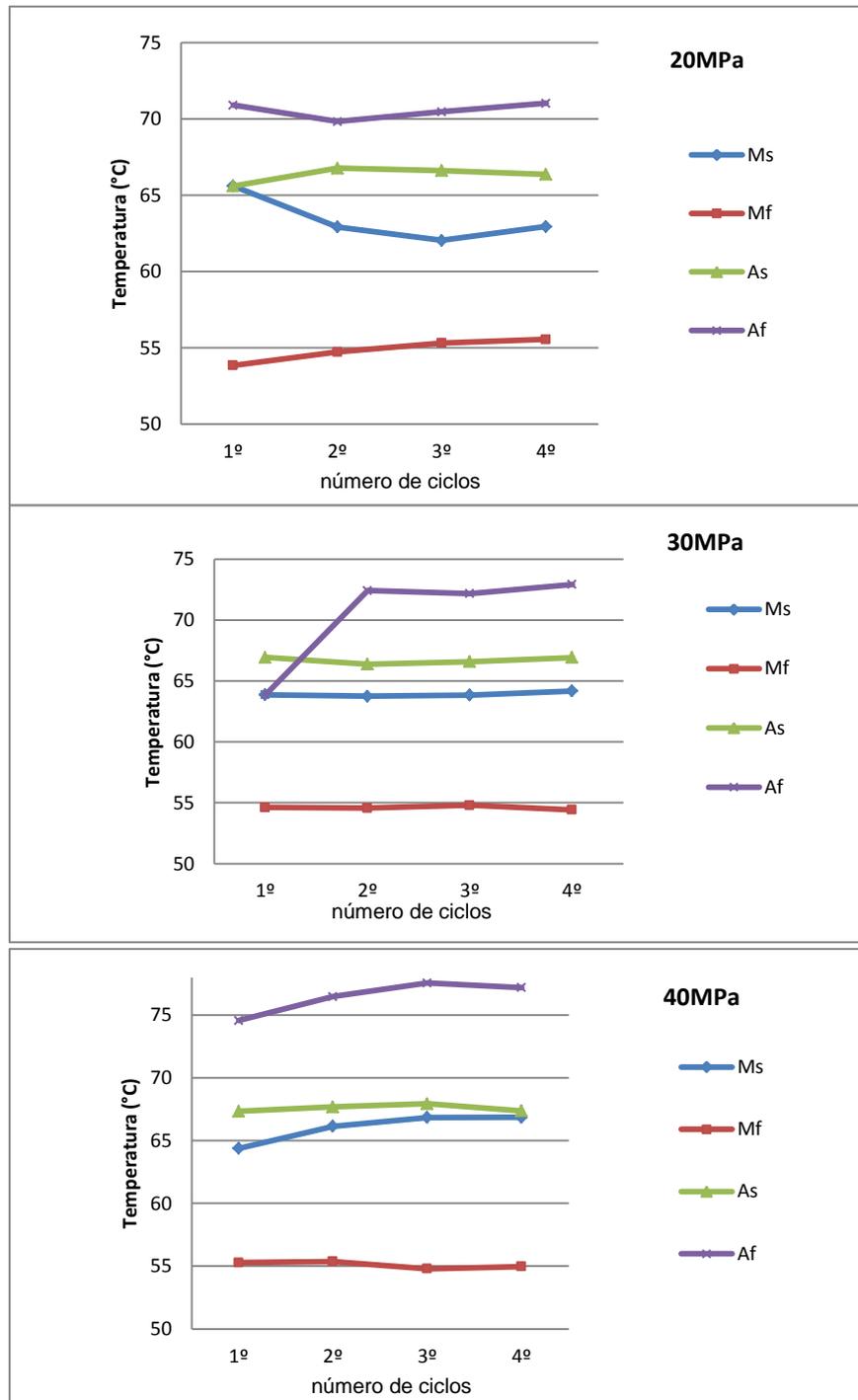
Figura 40 – Temperaturas de transformação da amostra TT25 em função da carga aplicada.



Fonte: O autor, 2014.

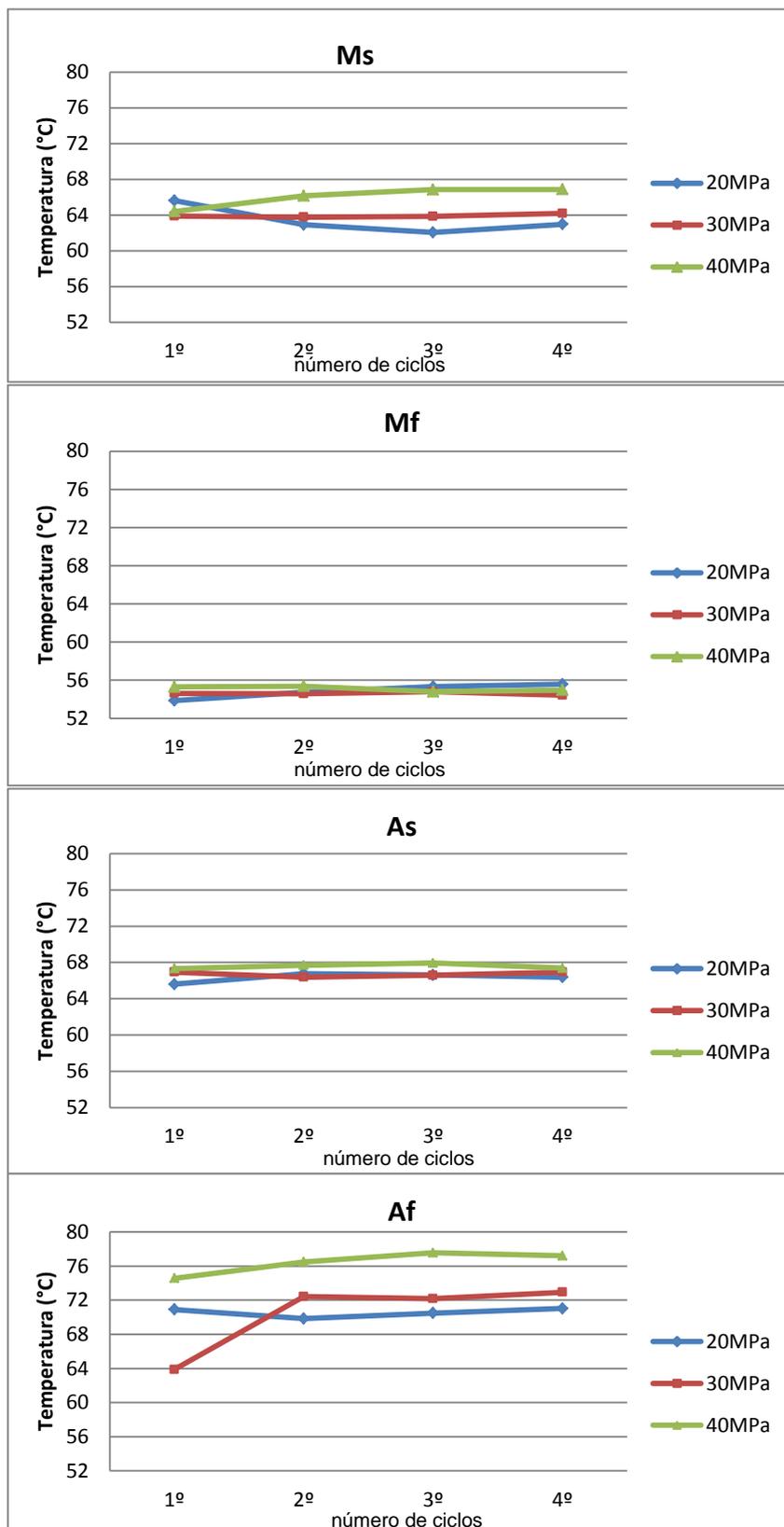
Os dados referentes às propriedades termoelásticas em função da carga aplicada para a amostra TT100, figuras 41 e 42.

Figura 41 – Temperaturas de transformação da amostra TT100 em função do ciclo 20, 30 e 40 MPa.



Fonte: O autor, 2014.

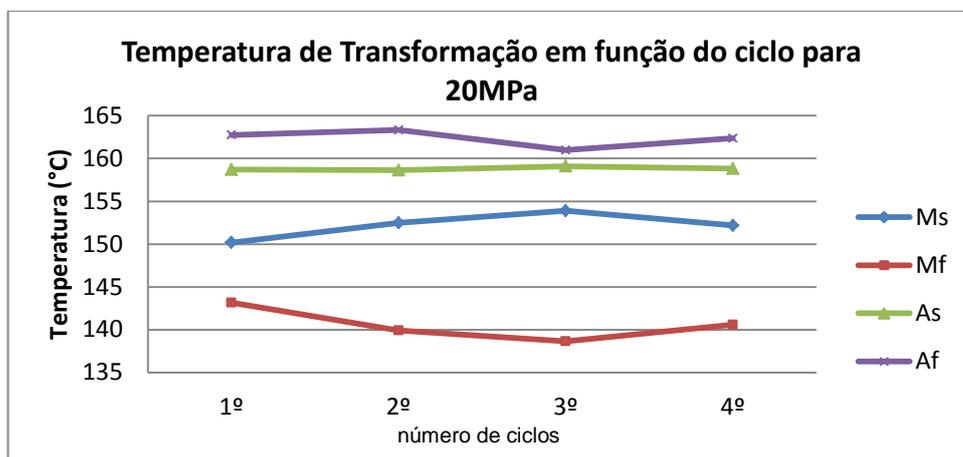
Figura 42 – Temperaturas de transformação da amostra TT100 em função da carga aplicada.



Fonte: O autor, 2014.

Os dados referentes às propriedades termoelásticas em função da carga aplicada para a amostra TTAR está apresentado na figura 43.

Figura 43 – Temperaturas de transformação da amostra TTAR em função do ciclo para 20 MPa.



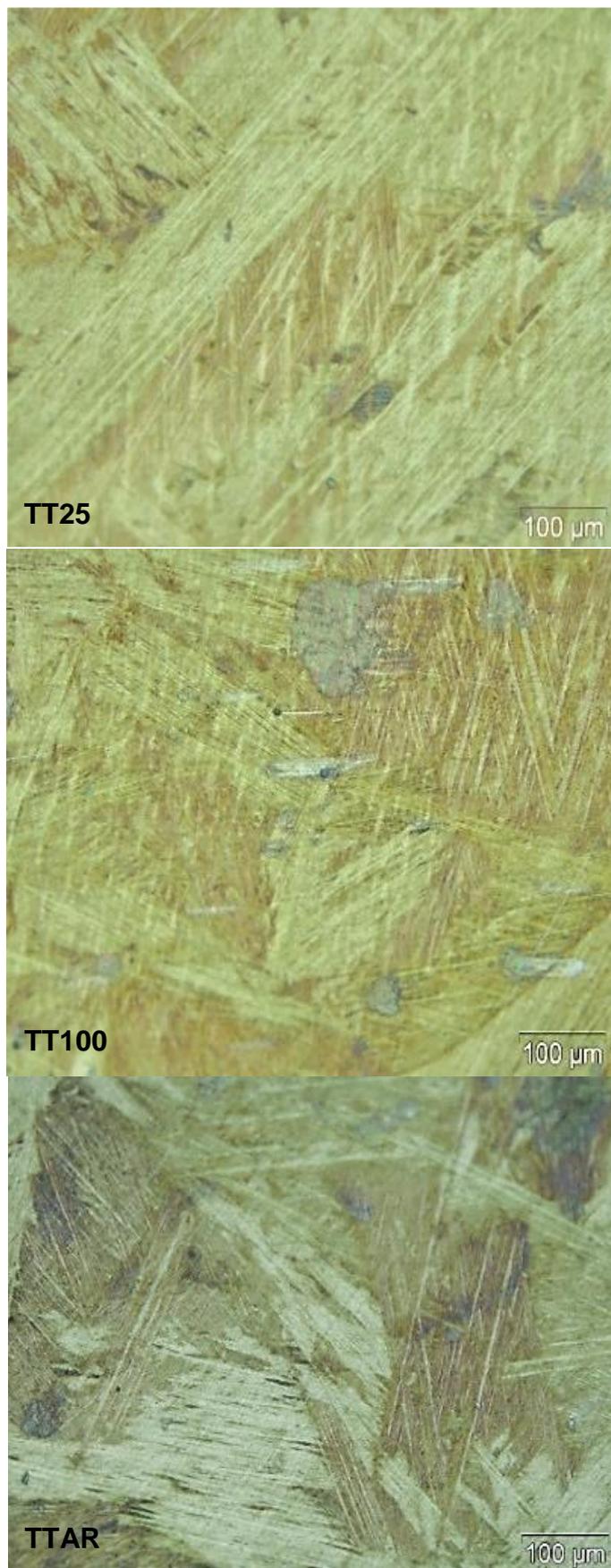
Fonte: O autor, 2014.

5.1.3 Microscopia Ótica e Microscopia Eletrônica de Varredura

Micrografias óticas das amostras tratadas termicamente são apresentadas na Figura 44. As imagens mostram a morfologia das agulhas da fase martensítica. Aparentemente, a amostra submetida a tratamento TTAR apresenta aumento de tamanho de grão.

Na Figura 45 são apresentadas micrografias tiradas por microscopia eletrônica de varredura. As micrografias eletrônicas de varredura evidenciaram a presença de precipitados nas amostras, principalmente na amostra TTAr. Há também a presença de poros foram produzidos durante o processo de fundição. Fica evidente a morfologia da fase martensítica (plaquetas ou agulhas). A análise química dos componentes de liga utilizados neste trabalho foi determinada semiquantitativamente por EDS acoplado ao microscópio eletrônico. As análises efetuadas em vários pontos das amostras indicam que a composição da liga quaternária é Cu-11,8%Al-4,3%Ni-1,1%Zn.

Figura 44 - Micrografias ópticas: TT25, TT100 e TTAr. Ampliação: 200x.

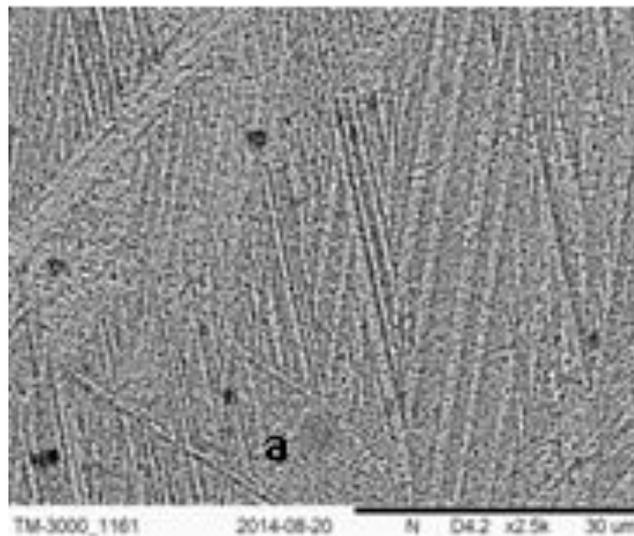


Fonte: O autor, 2015.

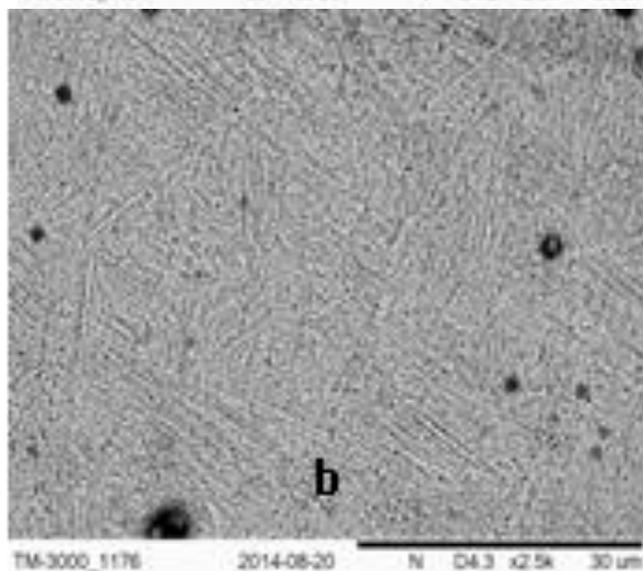
Figura 45 - Micrografias eletrônicas de varredura: a) TT25, b) TT100 e c) TTAr.

Ampliação: 2500X

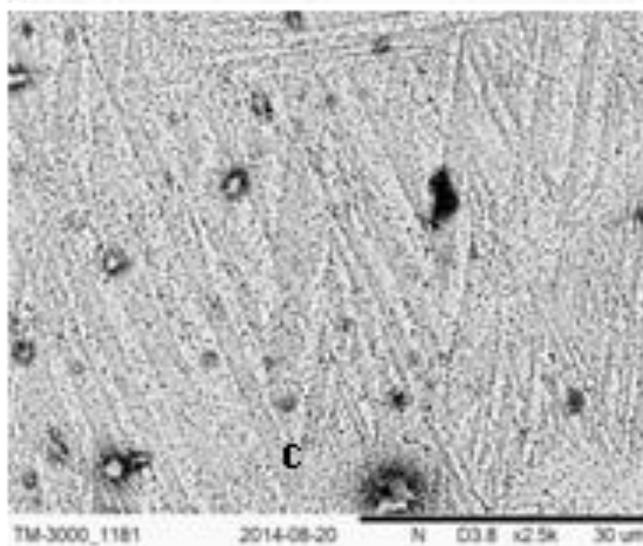
TT25



TT100



TTAR



Fonte: O autor, 2015.

5.1.4 Microdureza Vickers

As amostras foram testadas quanto a microdureza Vickers para identificar alterações nesta propriedade devido aos tratamentos térmicos utilizados. Os resultados médios com seus respectivos desvios padrão são mostrados na Tabela 5. Todas as amostras foram testadas à temperatura ambiente na fase martensítica. A dureza da liga foi afetada pelos tratamentos térmicos empregados, cujo maior valor encontrado foi de dureza da amostra temperada a ar (TTAR).

Tabela 6 - Resultados de microdureza

Amostra	Microdureza (HV)
TT25	286±15
TT100	347±13
TTAr	378±15

Fonte: O autor, 2015.

Quanto maior a quantidade da fase L2₁, maior a dureza da amostra (GONZALES, 2012).

5.2 CARACTERIZAÇÃO DA LMF APÓS DEFORMAÇÃO PLÁSTICA

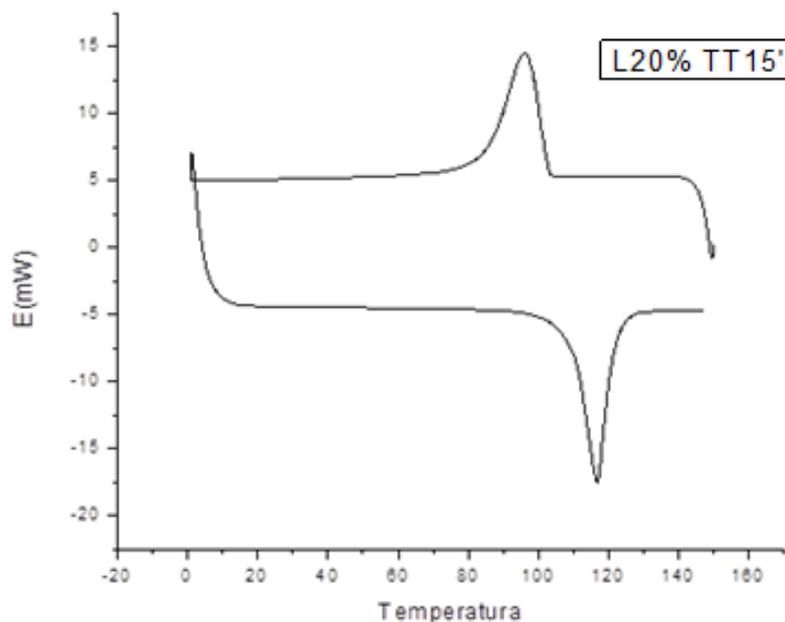
As amostras da LMF foram submetidas a deformação plástica convencional por laminação e deformação plástica severa por extrusão de canal angular. Foram analisadas após cada processo.

5.2.1 Caracterização das LMF Laminadas.

As LMF foram deformadas plasticamente por processo de laminação a frio. Após a laminação a amostra foi caracterizada em função do tempo de tratamento térmico. Análises de DSC, microscopia ótica e microdureza vickers

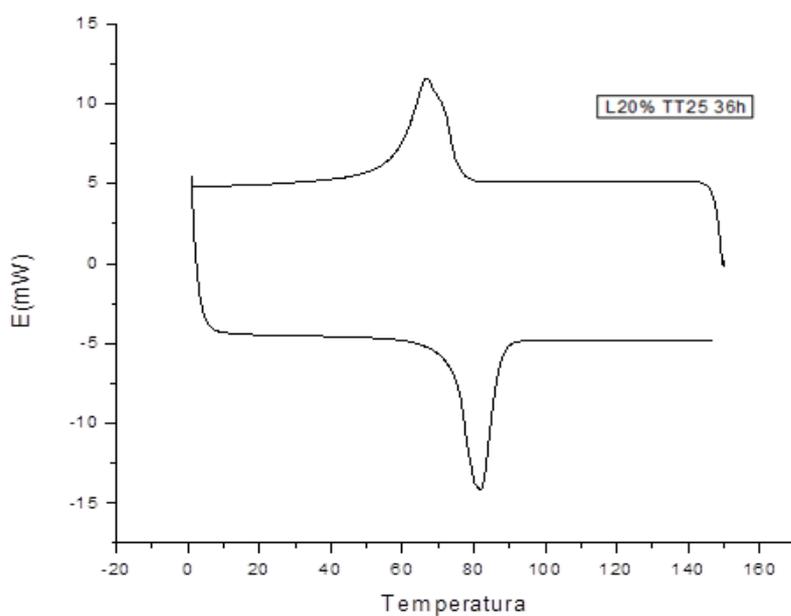
foram realizadas. A análise foi limitada a apenas ao tratamento térmico que resultou nas propriedades termoplásticas selecionadas (maior ductilidade e menores temperaturas de transformações), sendo: TT25 e tempos de 15 minutos e 36 horas para comparar com os resultados das amostras extrudadas. Os resultados do DSC são apresentados nas figuras 46 e 47.

Figura 46 - Análises de DSC da amostra laminada tratamento térmico TT25 15'



Fonte: O autor, 2018.

Figura 47 - Análises de DSC da amostra laminada tratamento térmico TT25 36h.



Fonte: O autor, 2018.

As temperaturas de transformação das amostras laminadas e da amostra TT25 sem deformação são apresentadas na tabela 6.

TABELA 7 – Propriedades térmicas das ligas laminadas e TT25

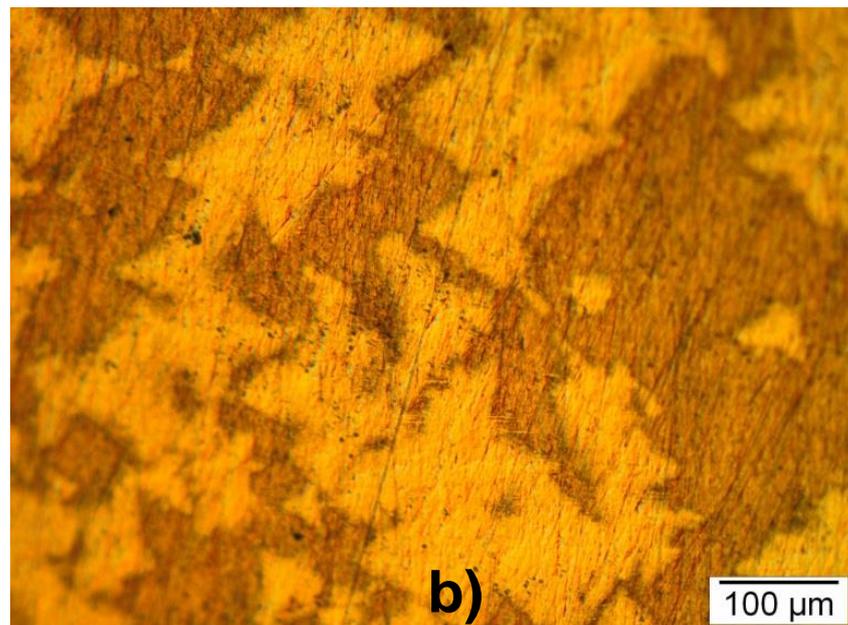
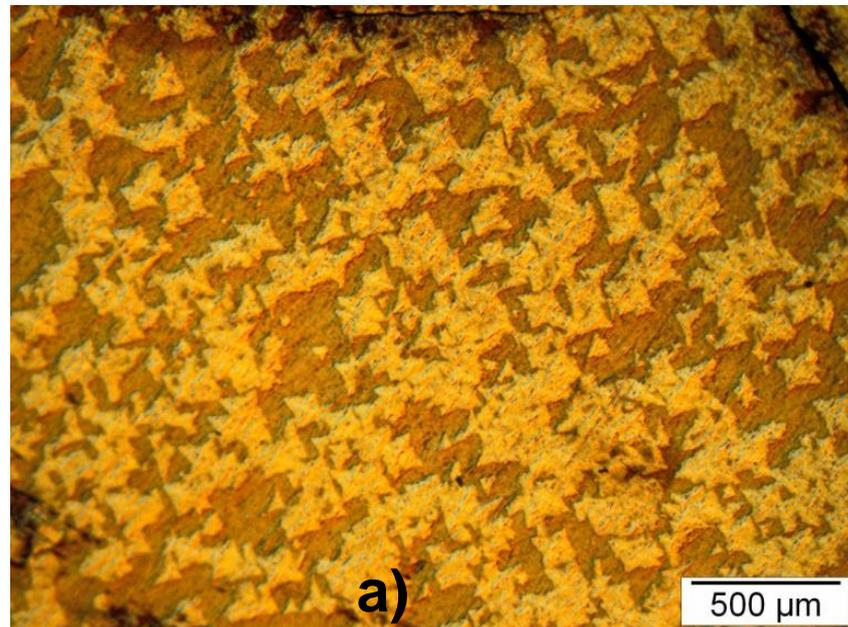
Amostra	Temperatura de transformação (° C)				Entalpia (J/mol)		Th
	Ms	Mf	As	Af	A	M	
L20% TT25 15'	102,45	96,13	109,33	116,95	9,39	9,61	21
L20% TT25 36h	75,60	57,66	74,15	87,40	8,47	8,58	25
TT25	69,41	49,16	68,78	87,36	9,23	9,20	21

Fonte: O autor, 2018.

As curvas características do efeito memória de forma das ligas laminadas a frio apresentam uma pequena variação nas temperaturas de transformação, os valores aumentam em cerca de 36°C para amostras que passaram por TT25 15' em relação a amostra não deformada, e em 5°C para as amostras que sofrem TT25 por 36 horas. Mesmos sofrendo efeitos da deformação plástica a frio, as amostras preservaram as propriedades memória de forma, esses dados estão de acordo com (SILVA, 2014) que submeteu as ligas com efeito memória de forma de ligas Ti-Ni ao processo de laminação.

As amostras laminadas e submetidas a TT25 por 36 horas apresentam características de efeito memória de forma muito similares as amostras não deformadas TT25, ou seja, preservam as propriedades termoelásticas previamente selecionadas. As micrografias óticas das amostras laminadas são mostrada na figura 48.

Figura 48 - Micrografias ópticas das amostras laminada sem tratamento térmico:
a) 50x e b) 200x.

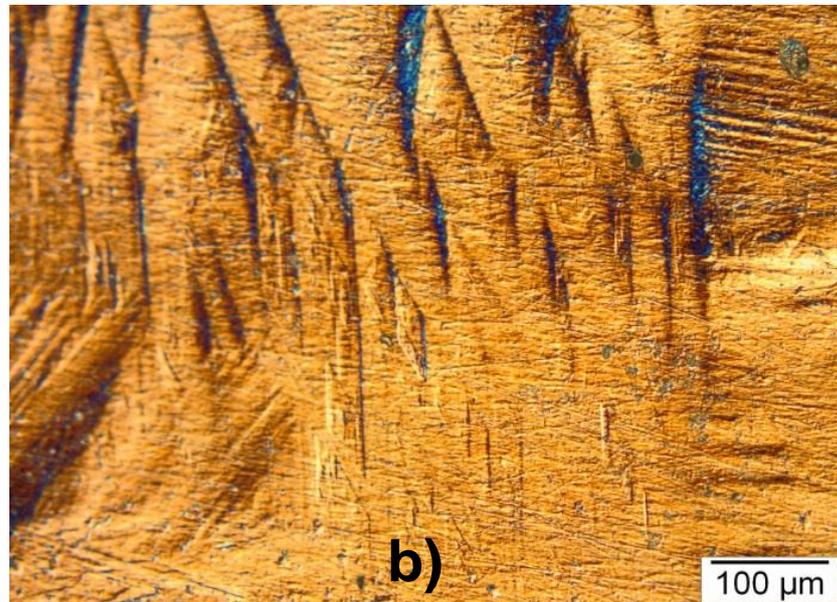
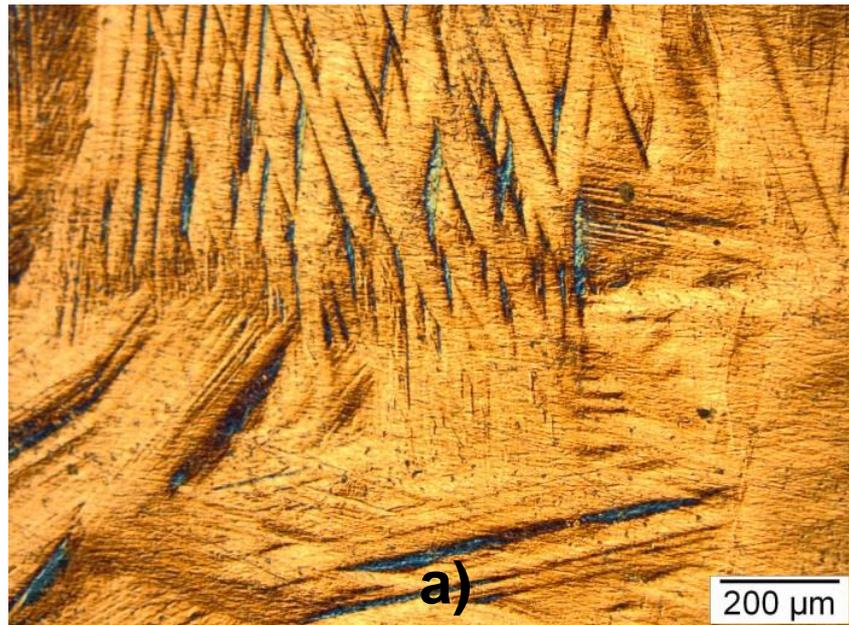


Fonte: O autor, 2018.

As microscopias óticas das amostras laminadas evidenciam a direção preferencial dos grãos que estão em formas poligonais e com dimensões bem reduzidas em relação a amostra não laminada, devido aos efeitos da deformação.

As imagens das amostras submetidas à laminação e tratadas termicamente são exibidas nas figuras 49 para TT25 15 minutos e figuras 50 TT25 36 horas.

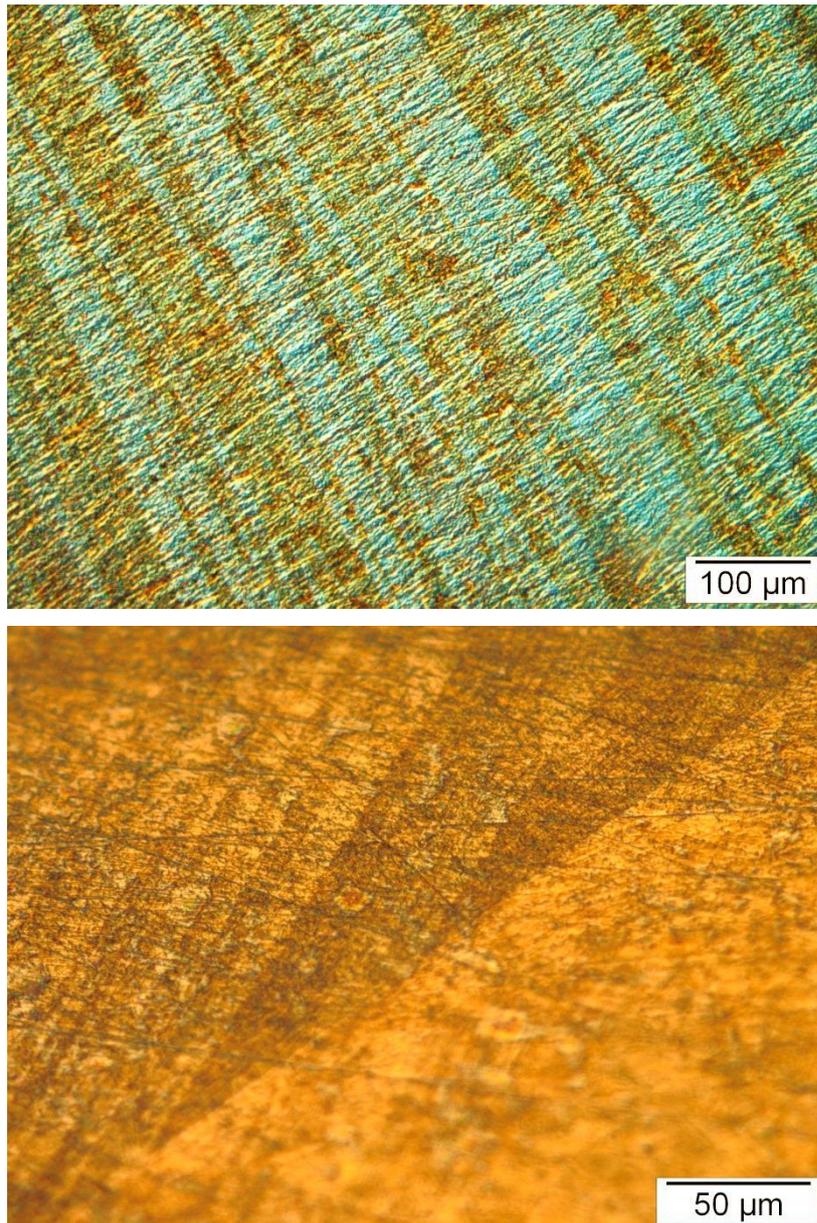
Figura 49 - Micrografias ópticas das amostras laminada e tratamento TT25 15 minutos: a) 100x e b) 200x.



Fonte: O autor, 2018.

Nas micrografias óticas das amostras laminadas e submetidas a TT25 por 15 minutos são mostradas plaquetas de martensita alinhadas no sentido da laminação.

Figura 50 - Micrografias óticas das amostras laminada e tratamento TT25 36 horas: a) 200x e b) 500x.



Fonte: O autor, 2018.

As amostras laminadas submetidas a TT25 por 36h apresentam uma maior quantidade de agulhas de martensitas, aumento considerável do tamanho de grão, uma grande densidade de defeitos do tipo poros e de precipitados.

Para identificar se as propriedades mecânicas da liga foram alteradas as amostras foram testadas quanto à microdureza Vickers. Os resultados são mostrados na Tabela 7. Todas as amostras foram testadas à temperatura ambiente na fase martensítica. A dureza da liga foi afetada pelo processo de laminação e os tratamentos térmicos empregados, cujo maior valor encontrado foi de dureza da amostra laminada sem tratamento térmico.

Tabela 8 - Resultados de microdureza das amostras laminadas.

Amostra	Microdureza (HV)
L20% sem TT	377±20
L20% TT25 15'	275±16
L20% TT25 36h	267±12
TT25	286±15

Fonte: O autor, 2018.

As amostras laminadas sem tratamento térmico e as laminadas e tratadas termicamente por 15 minutos e 36 horas tem basicamente as mesmas propriedades mecânicas, que estão similares a amostra TT25 sem deformação plástica, ou seja, as tensões geradas no cristal devido às cargas da deformação são aliviadas com pequeno tempo de tratamento térmico.

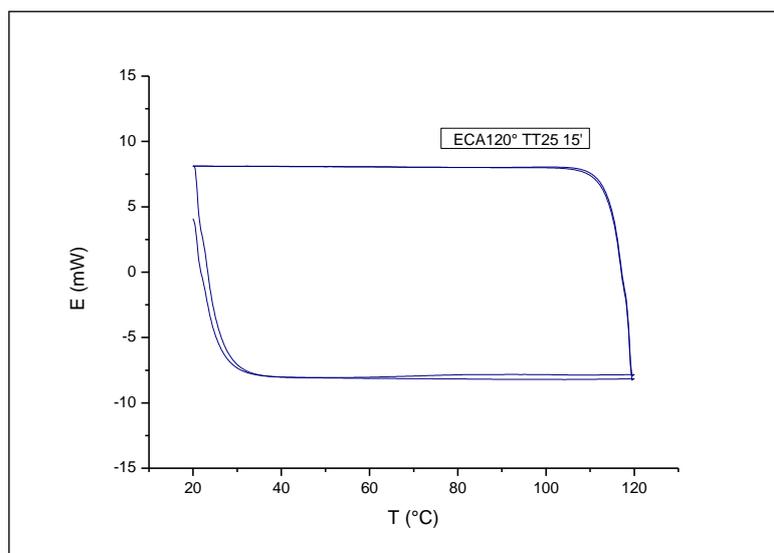
5.2.2 Caracterização das LMF Extrudadas.

As amostras foram submetidas à extrusão de canal angular (ECAE) em diferentes canais com ângulos Φ de 120° e 135°. Para analisar a eficácia do

processo as amostras foram analisadas por DSC para determinar as propriedades térmicas e para verificar as alterações promovidas.

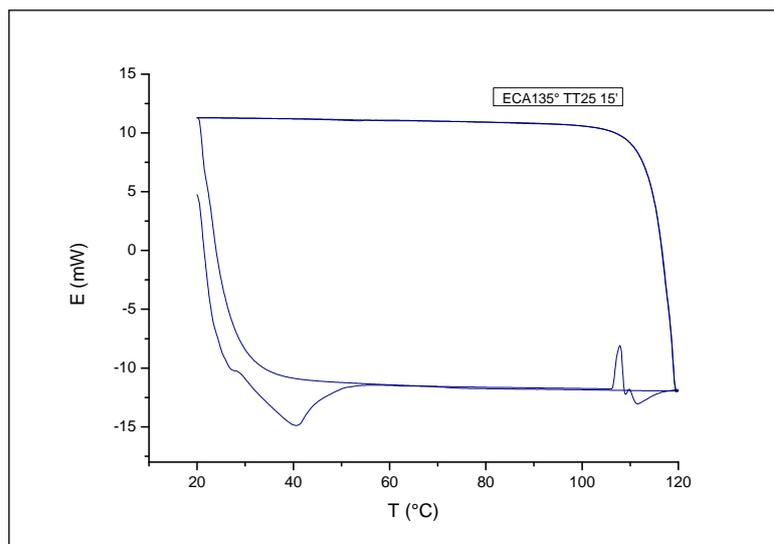
Análises por DSC foram feitas nas amostras submetidas a extrusão por canal angular com 120° e 135° com tratamento térmico TT25 por 15 minutos apresentados nas figuras 51 e 52.

Figura 51 - As análises de DSC da amostra ECAE 120° tratamento térmico TT25 15'.



Fonte: O autor, 2017.

Figura 52 - As análises de DSC da amostra ECAE 135° tratamento térmico TT25 15'.



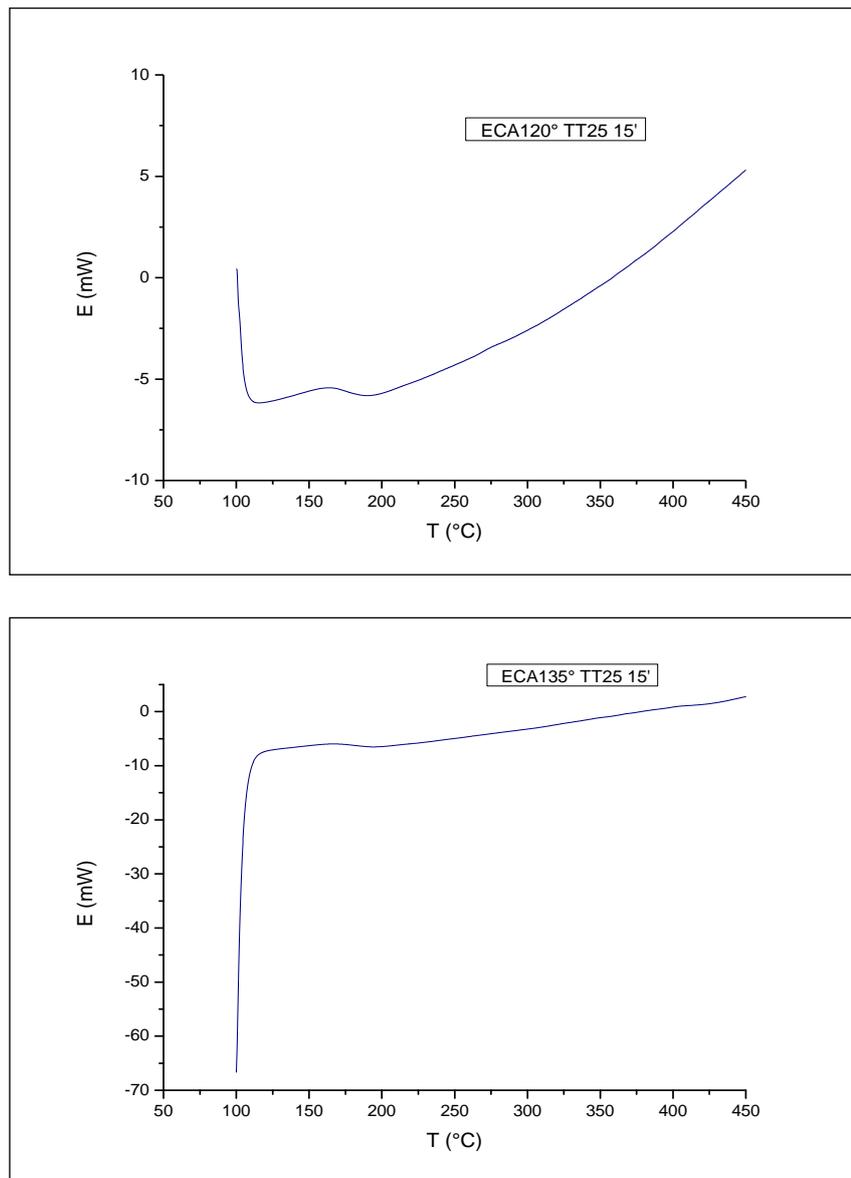
Fonte: O autor, 2017.

A deformação plástica severa realizada por extrusão de canal angular foi muito intensa e bloqueou as transformações de fase da liga com efeito memória de forma nessa faixa de temperatura. Dependendo da intensidade das deformações impostas nas ligas que apresentam os fenômenos de memória de forma, pode ocorrer a inibição da transformação de fase devido à introdução excessiva de defeitos no material (FIGUEIREDO, 2006). Esse fenômeno é diferente do que ocorre nas ligas Ti-Ni que foram submetidas a extrusão de canal angular (SILVA, 2014). Durante o resfriamento a amostra Rica em Ti extrudada apresentou entalpia de 21,9 J/g, enquanto a amostra laminada demonstrou entalpia de 19,80 J/g para a integralização da transformação martensítica inversa.

A amostra (rica em Ni), que anteriormente à conformação já apresentava temperaturas de transformação baixas, não exibiu as curvas características de transformação de fase durante o ciclo térmico de aquecimento e resfriamento na faixa de temperaturas limitada pelo DSC. Isto pode estar relacionado à inibição da transformação martensítica, induzida pelo encruamento provocado pela conformação mecânica, como identificado no trabalho realizado por (FIGUEIREDO et. al. 2009), ou à redução mais acentuada das temperaturas de transformação, ficando situadas abaixo de -60°C . A amostra da liga equiatômica apresentou a transformação martensítica direta ocorrendo em duas etapas.

Na liga quaternária Cu-12%Al-4Ni-1%Zn isso ocorre devido a geração do emaranhado de discordâncias e formação de maclas de deformação. Para avaliar o possível deslocamento das transformações foi realizado um DSC com aquecimento até 450°C das amostras que sofreram ECAE 120° e 135° , figura 53.

Figura 53 - As análises de DSC com aquecimento até 450°C das amostras ECAE 120° e 135° tratamento térmico TT25 15'.

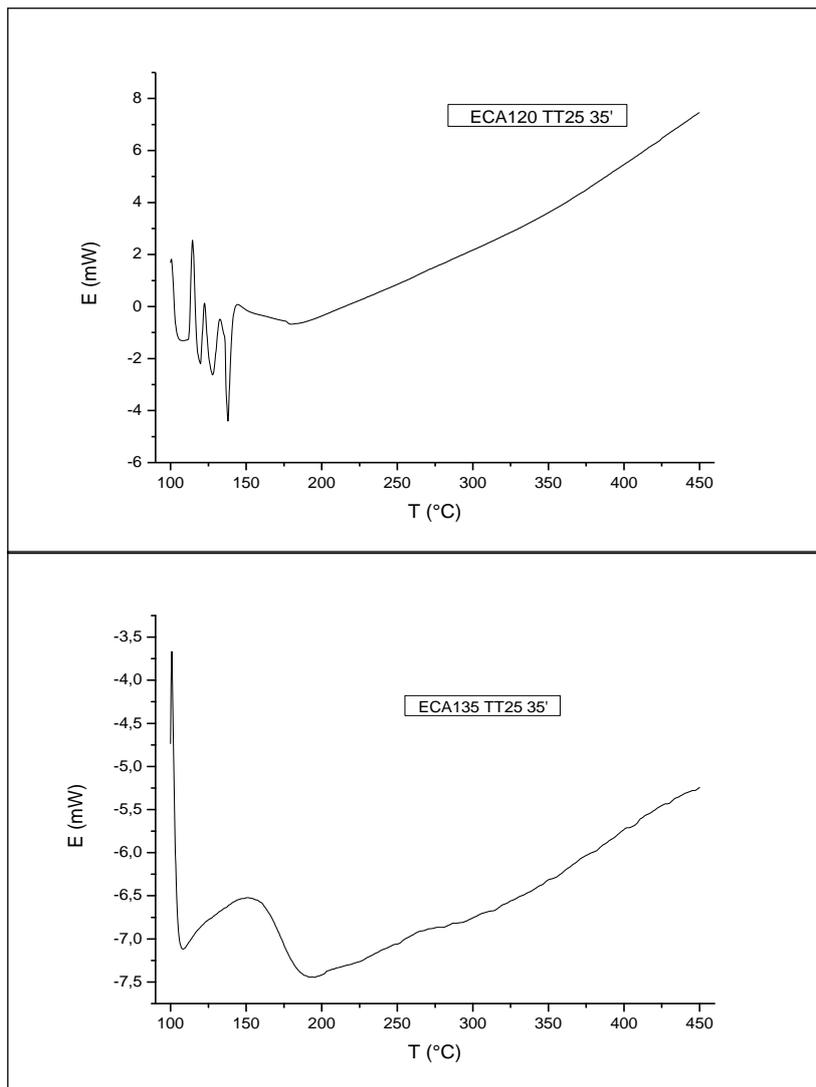


Fonte: O autor, 2017.

Nessa faixa de temperatura, as transformações de fase permanecem bloqueadas devido as altas taxas de deformação.

Na tentativa de desbloquear essas transformações foi aumentado o tempo de tratamento térmico. A temperatura de aquecimento permaneceu constante em 850°C e o tempo foi aumentado para 35 minutos, figura 54.

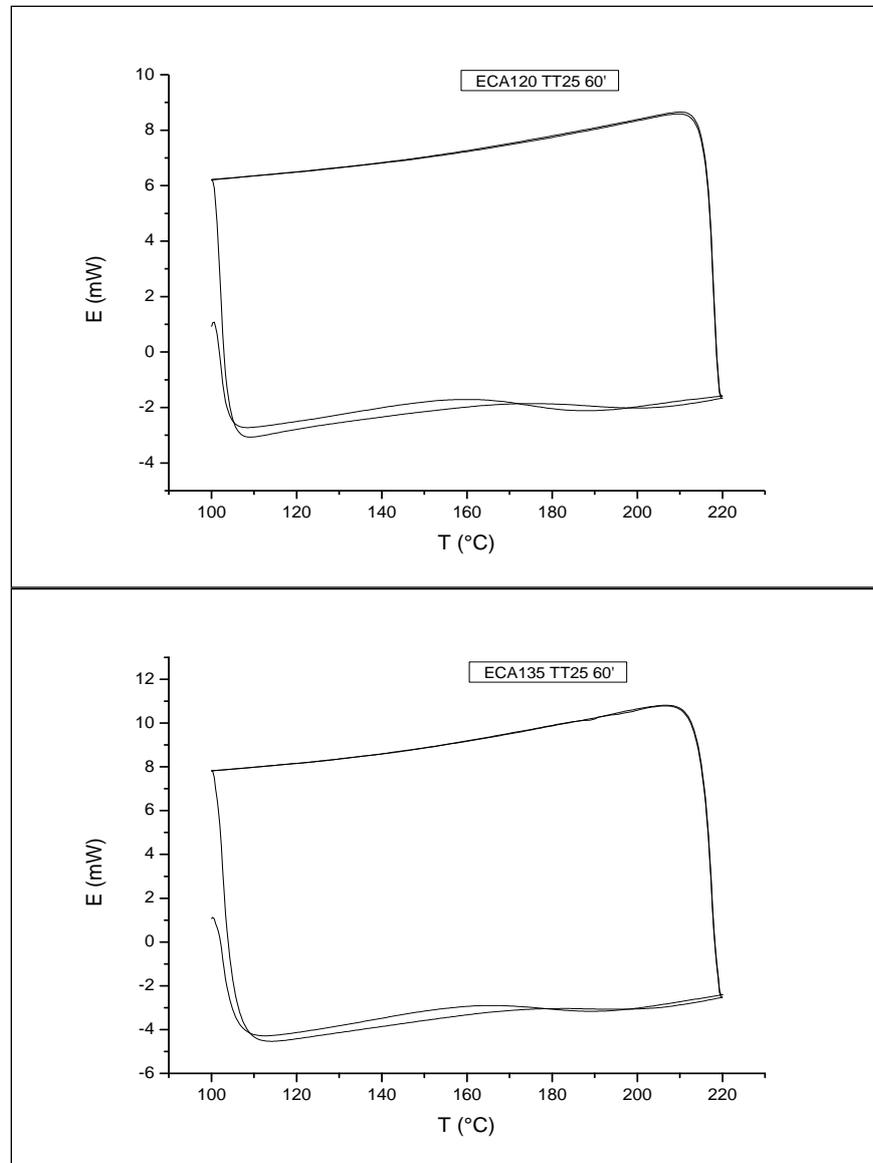
Figura 54 - As análises de DSC com aquecimento até 450°C das amostras ECAE 120° e 135° tratamento térmico TT25 35'.



Fonte: O autor, 2017

As transformações martensíticas ainda permanecem bloqueadas. O tratamento térmico foi repetido com o aumento do tempo para 60 minutos, figura 55.

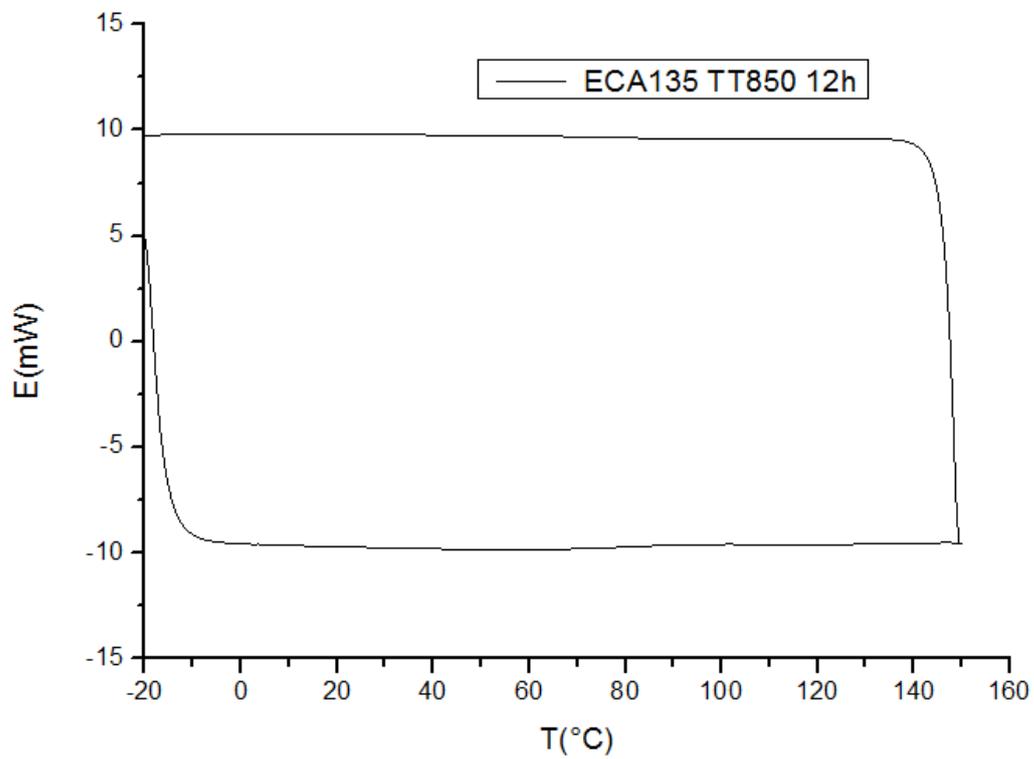
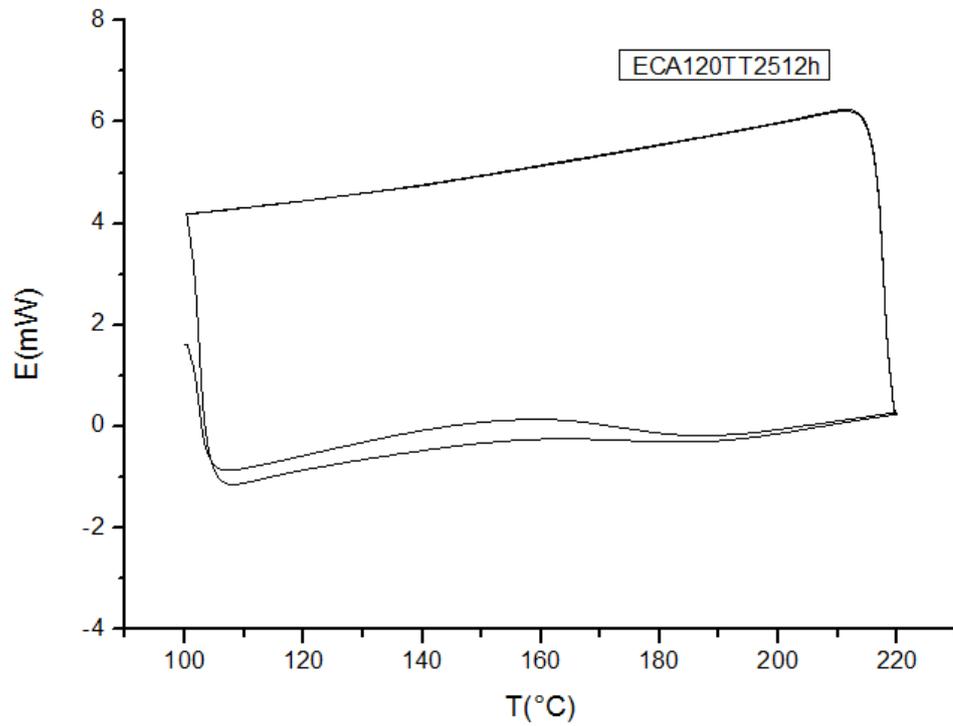
Figura 55 - As análises de DSC com aquecimento até 220°C das amostras ECAE 120° e 135° tratamento térmico TT25 60'.



Fonte: O autor, 2017.

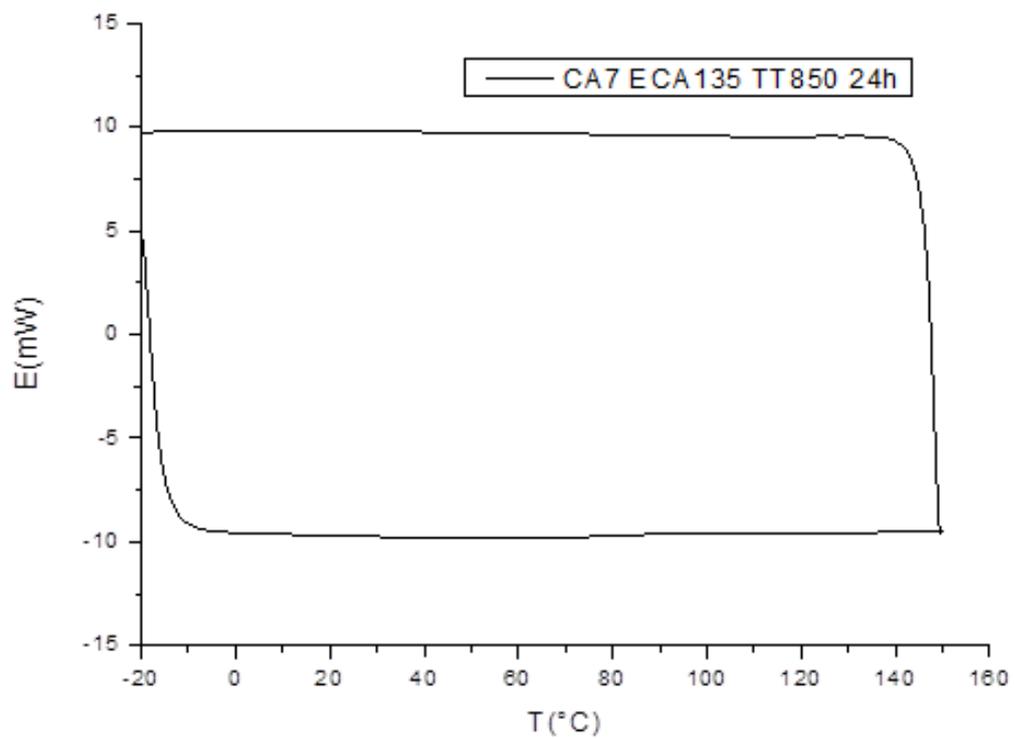
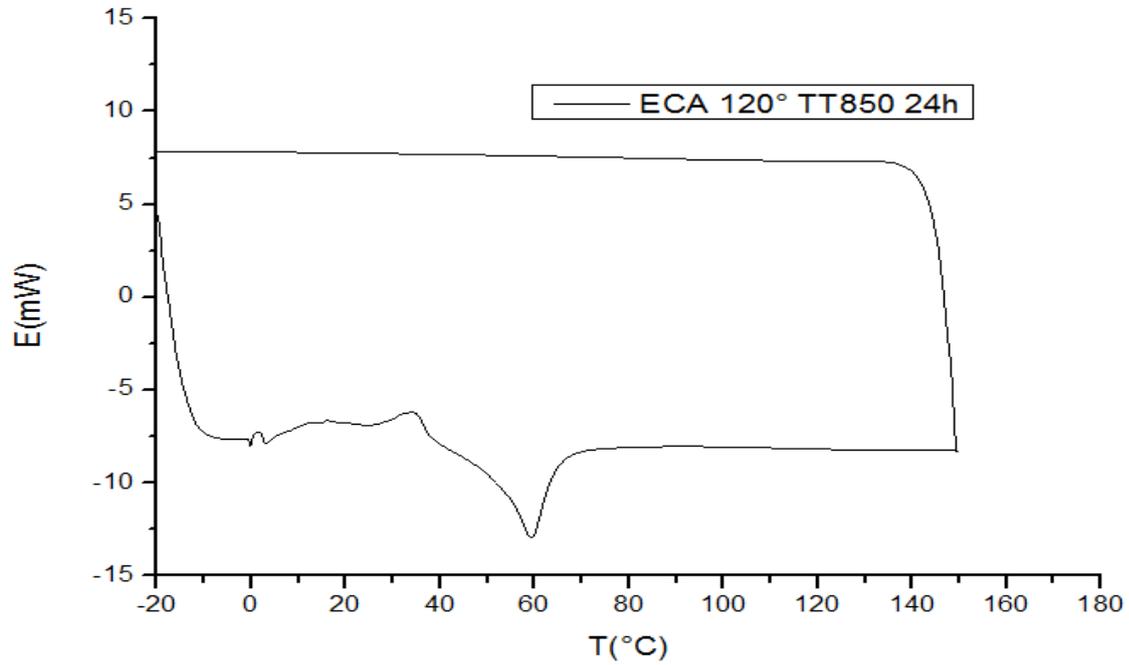
Após análise dos DSC's realizados com TT25 por 60 minutos, sem desbloqueio das transformações de fase, foi determinado um aumento mais expressivo de tratamento térmico (TT25). Foram realizados TT25 com tempos de 12 horas, 24 horas, 36 horas e 120 horas, figuras 56 a 59.

Figura 56 - Análises de DSC da amostra ECAE 120° e 135° tratamento térmico TT25
12h.



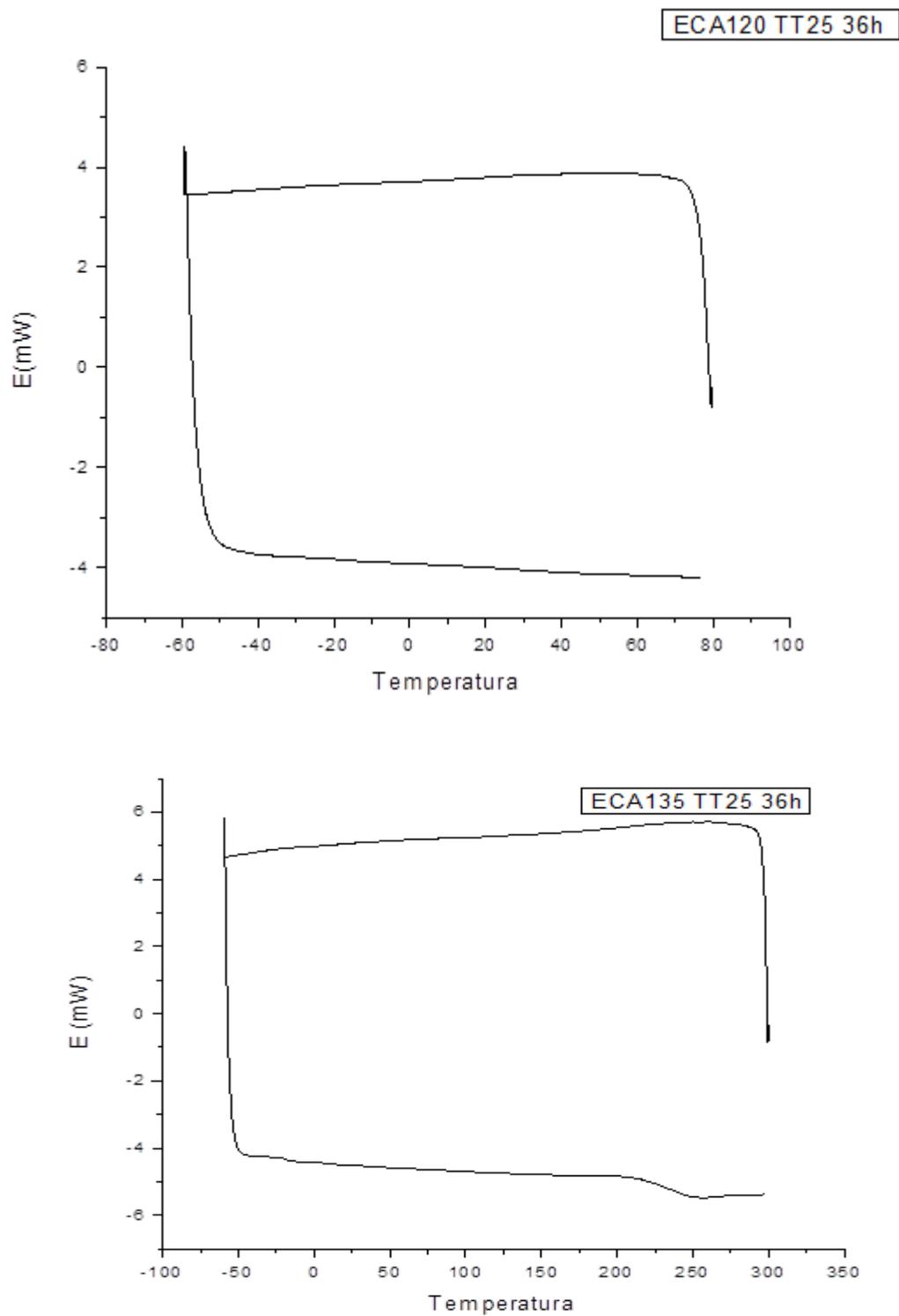
Fonte: O autor, 2017.

Figura 57 - Análises de DSC da amostra ECAE 120° e 135° tratamento térmico TT25 24h.



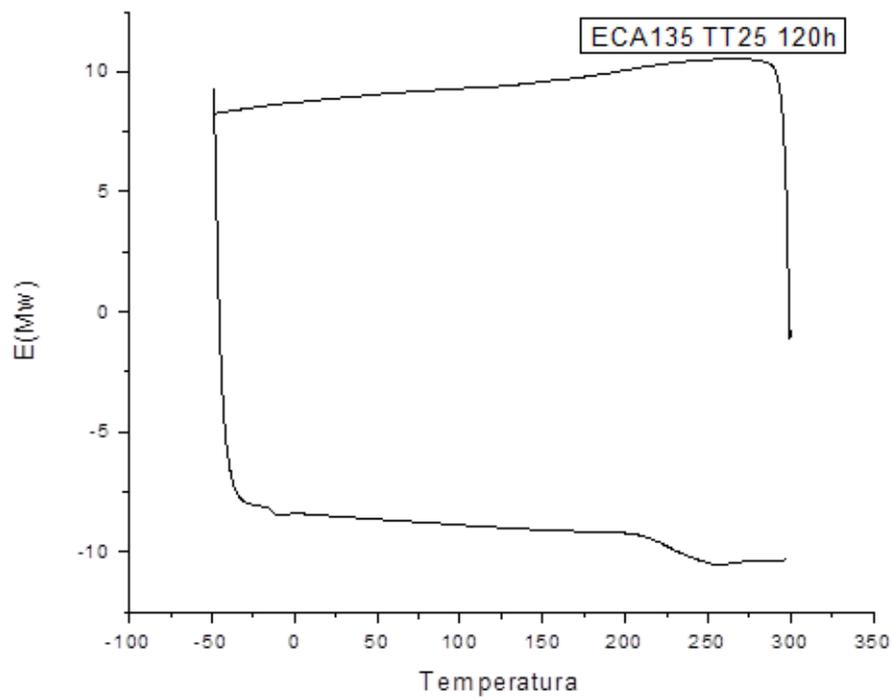
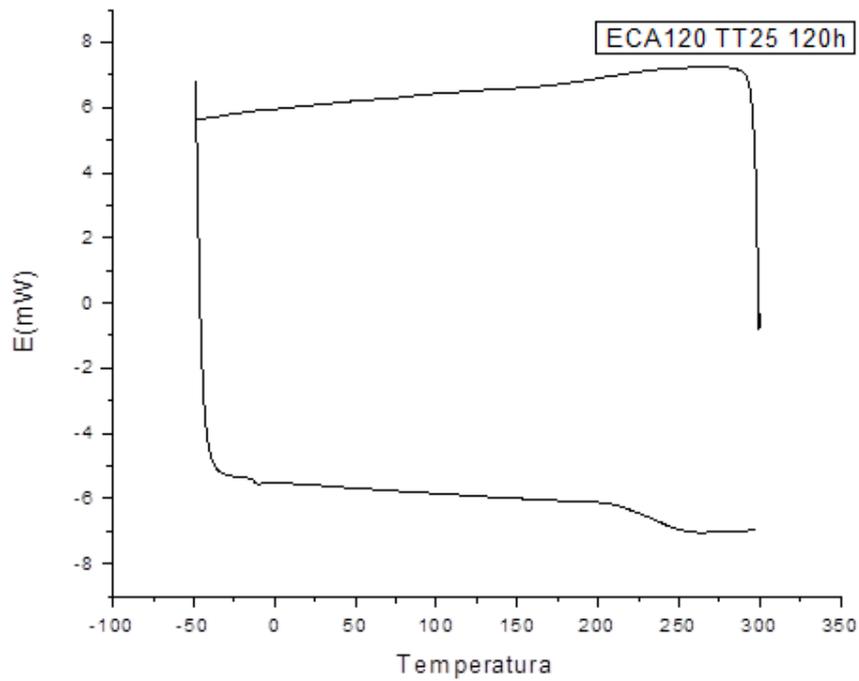
Fonte: O autor, 2017.

Figura 58 - Análises de DSC da amostra ECAE 120° e 135° tratamento térmico TT25 36h



Fonte: O autor, 2018.

Figura 59 - Análises de DSC da amostra ECAE 120° e 135° tratamento térmico TT25 120h.

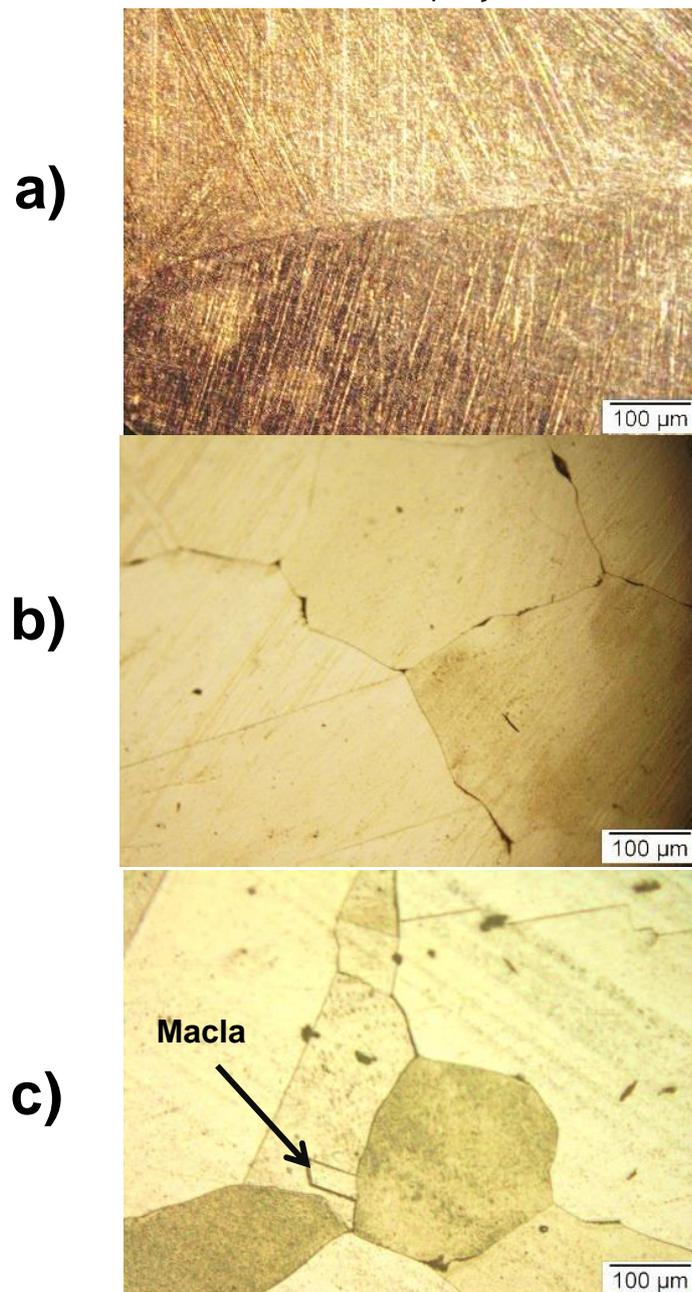


Fonte: O autor, 2018.

Os tratamentos térmicos foram conduzidos até 120h, e mesmo com toda essa energia aplicada, não foi possível desbloquear as transformações de fase invariante que são responsáveis pelo efeito memória de forma.

Foram realizadas microscopias óticas das amostras extrudadas por canal angular sem tratamento térmico para identificar variações nas microtexturas das amostras após o processo de extrusão de canal angular, figura 60.

Figura 60 - Micrografias óticas: a) Amostra TT25, b) ECAE 120° e c) ECAE 135°. Ampliação: 200x.

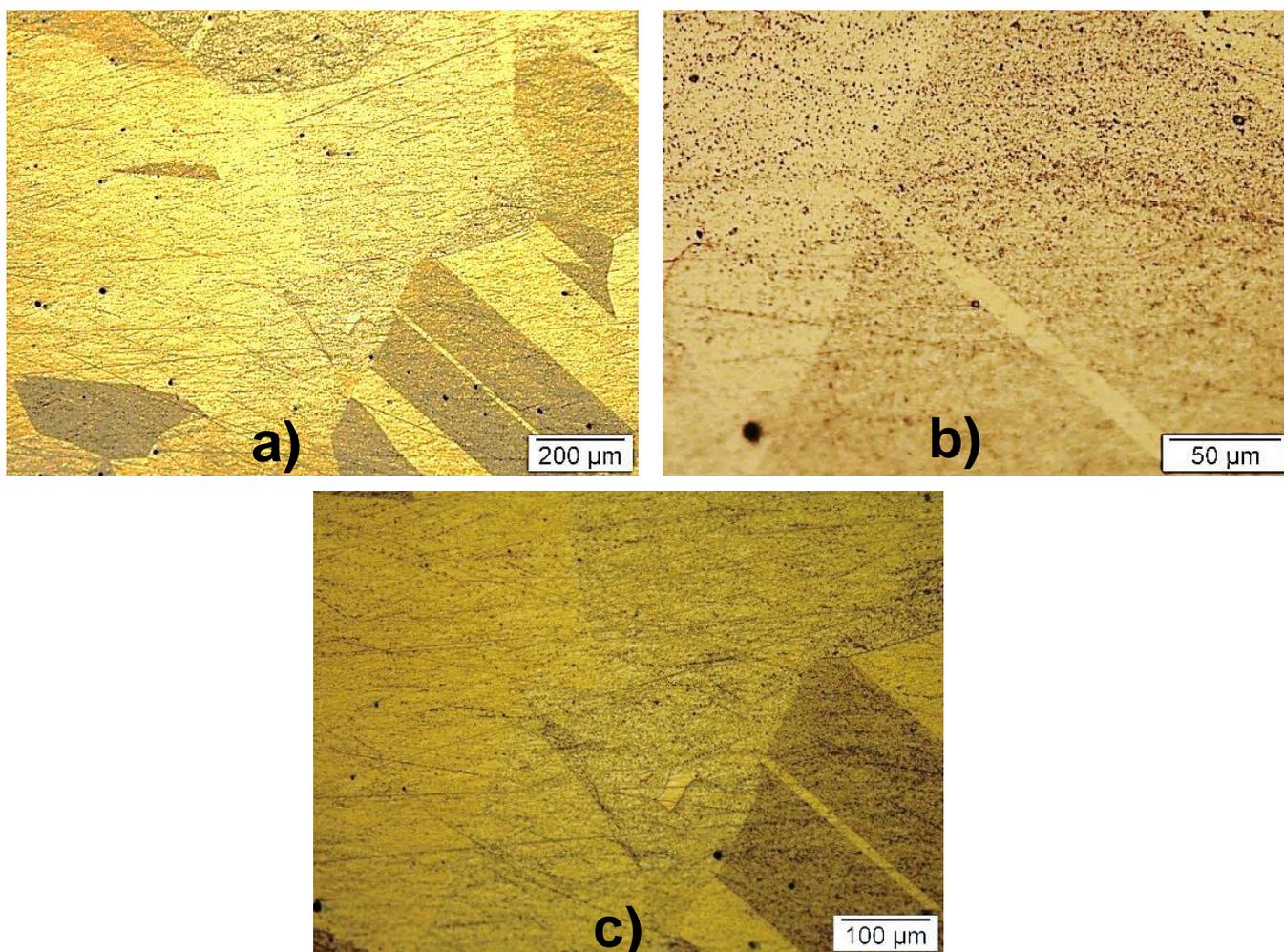


Fonte: O autor, 2018.

Nas micrografias óticas fica evidente uma redução do tamanho dos grãos das amostras que foram processadas por ECAE, em especial com canal de 135°. Esse fato, em conjunto com a acumulo de discordâncias e formação das maclas de deformação, explicam bloqueio das transformações martensíticas da liga com efeito memória de forma. A existência de poros é também evidenciada e conforme já mencionado, foram produzidos durante o processo de fundição. Pode-se ver claramente a morfologia da fase martensítica (plaquetas ou agulhas) na amostra TT25 sem deformação plástica severa.

Foram feitas micrografias óticas das amostras TT25 com tempos de 12 horas, 24 horas, 36 horas e 120 horas, mostrados nas figuras 61 a 68.

Figura 61 - Micrografias óticas da amostra submetida ECAE 120° após 12h tratamento térmico de betatização com magnificação: a) 100x, b) 200x e c) 500x.

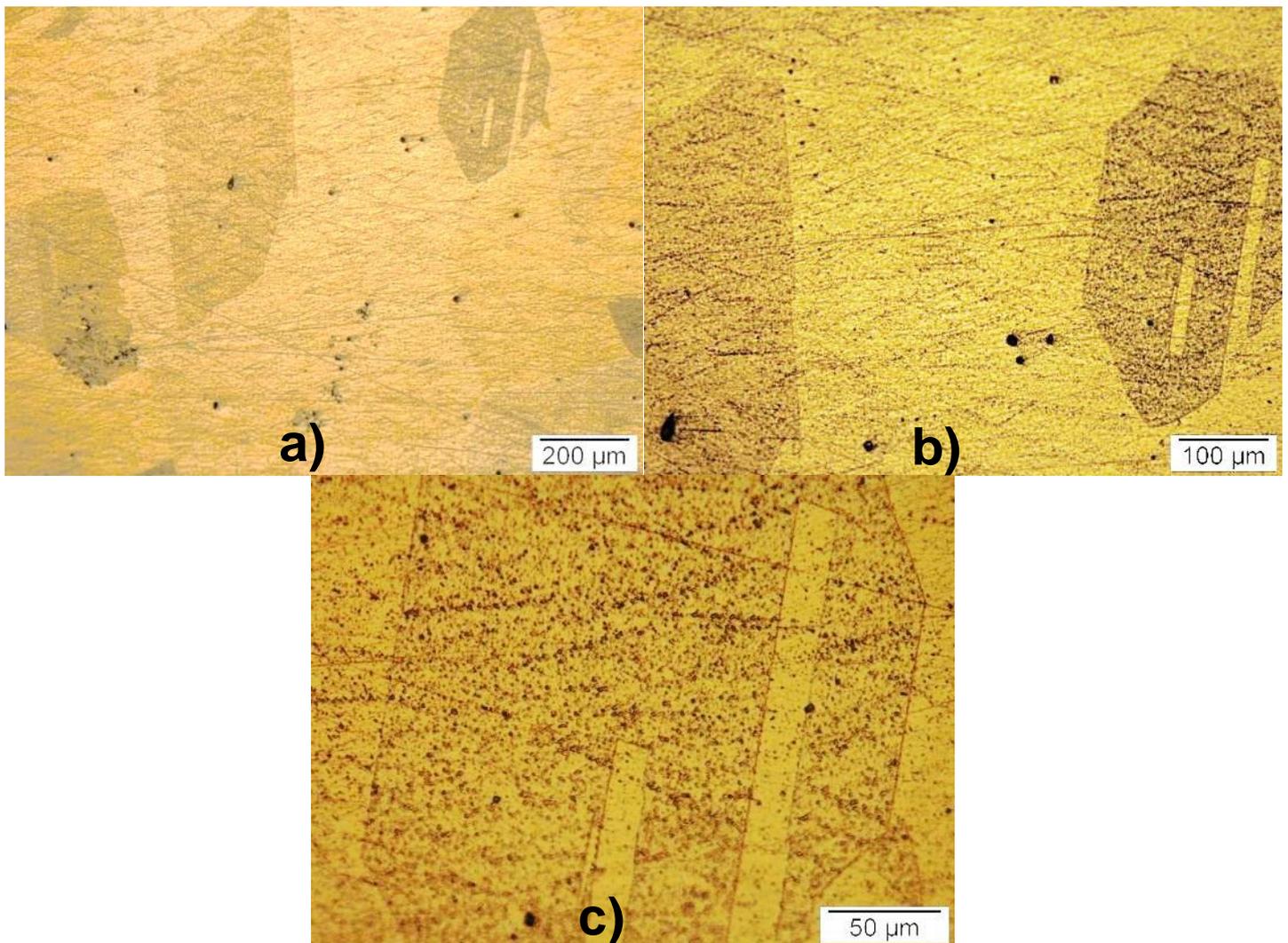


Fonte: O autor, 2018.

As amostras permanecem com as transformações bloqueadas. O surgimento das maclas de deformação é evidente nas figuras 61 a 63.

Após 12h de tratamento térmico de betatização as amostras foram analisadas.

Figura 62 - Micrografias ópticas da amostra submetida ECAE 135° após 12h tratamento térmico betatização com magnificação: a) 100x, b) 200x e c) 500x.

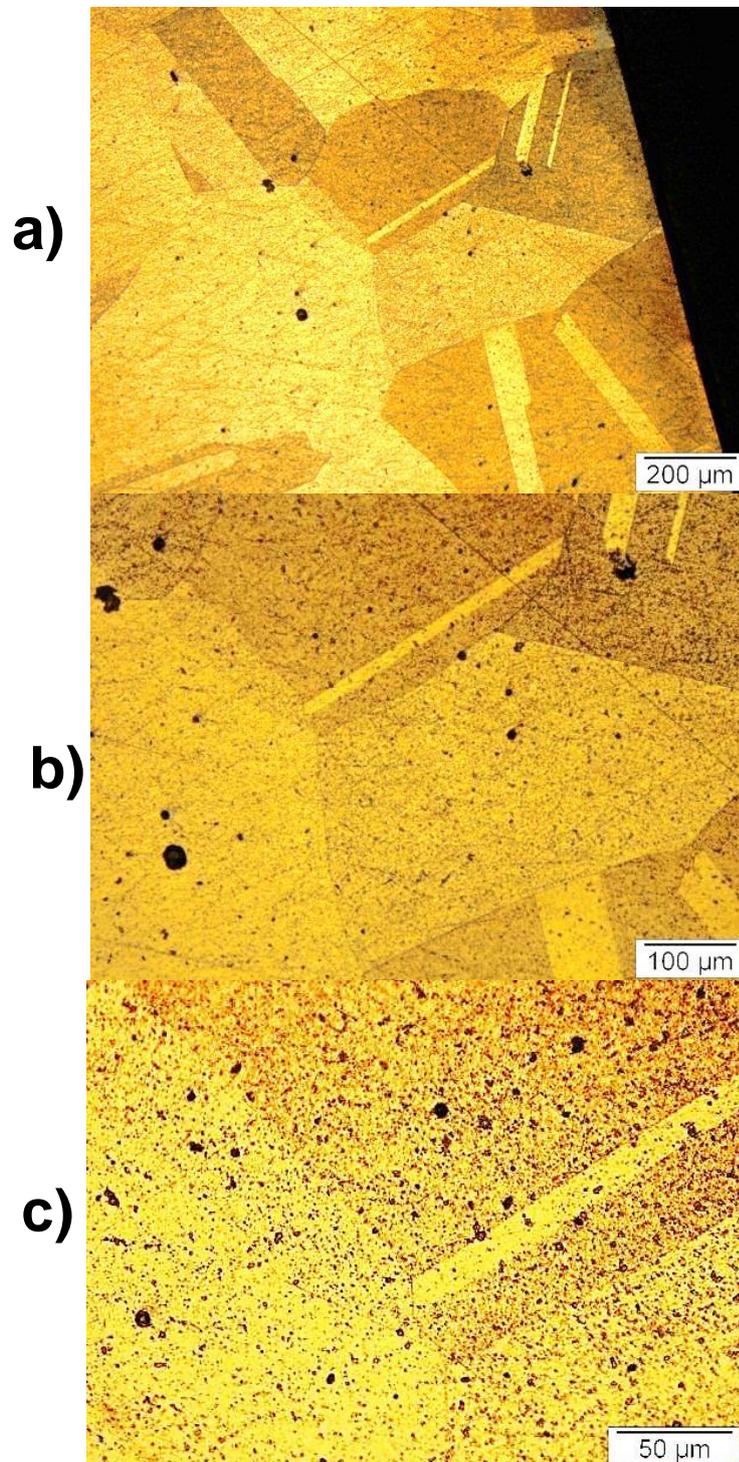


Fonte: O autor, 2018

As amostras permanecem com as transformações bloqueadas e nas micrografias ópticas temos evidencia da formação de maclas, esse fenômeno é devido as altas tensões aplicadas (AOTA, 2017). Após 24h de tratamento

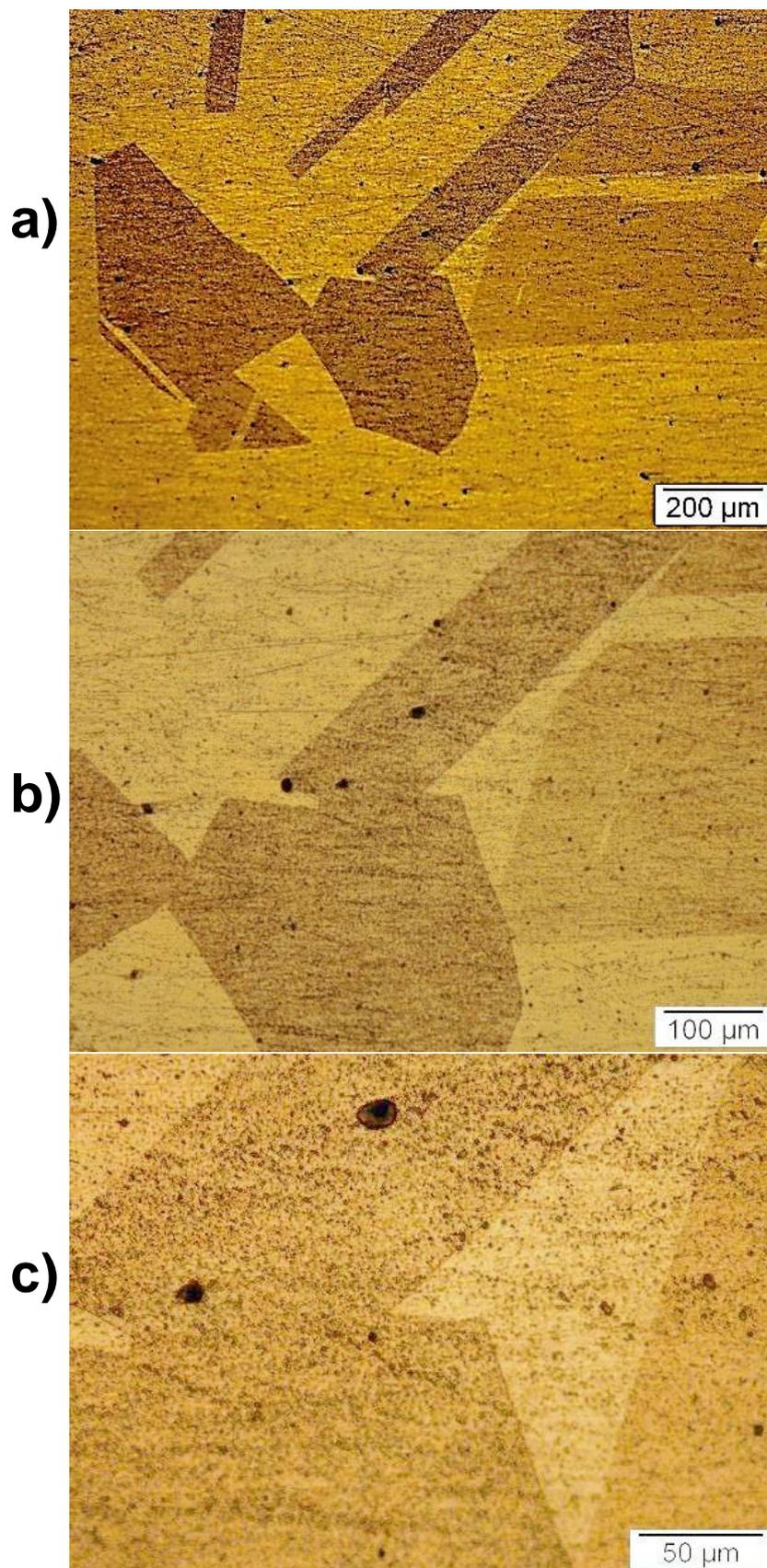
térmico de betatização as amostras extrudadas no canal de 120° e 135° foram analisadas.

Figura 63 - Micrografias ópticas da amostra submetida ECAE 120° após 24h tratamento térmico betatização com magnificação: a) 100x, b) 200x e c) 500x.



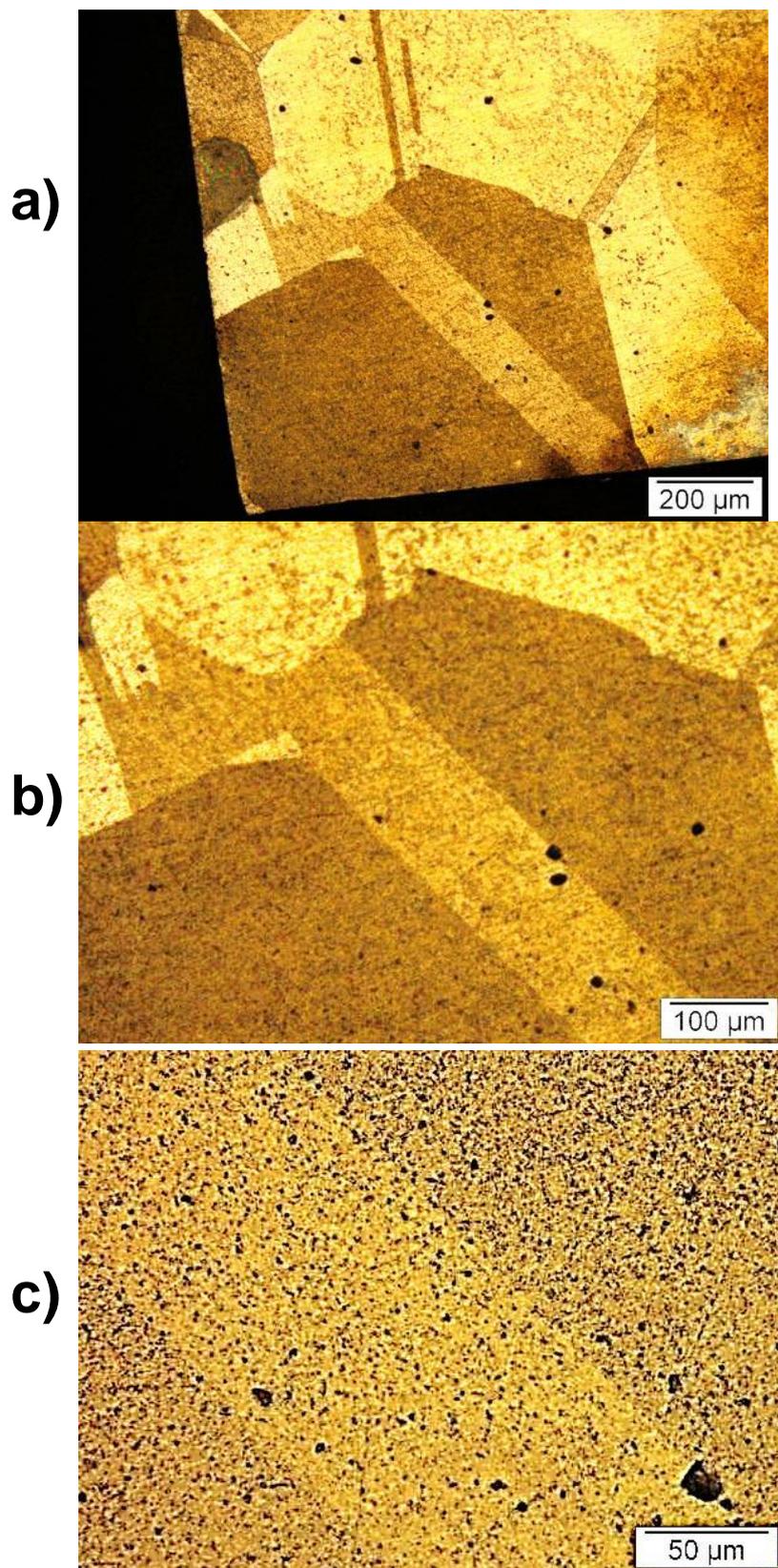
Fonte: O autor, 2018.

Figura 64 - Micrografias ópticas da amostra submetida ECAE 135° após 24h tratamento térmico betatização com magnificação: a) 100x, b) 200x e c) 500x



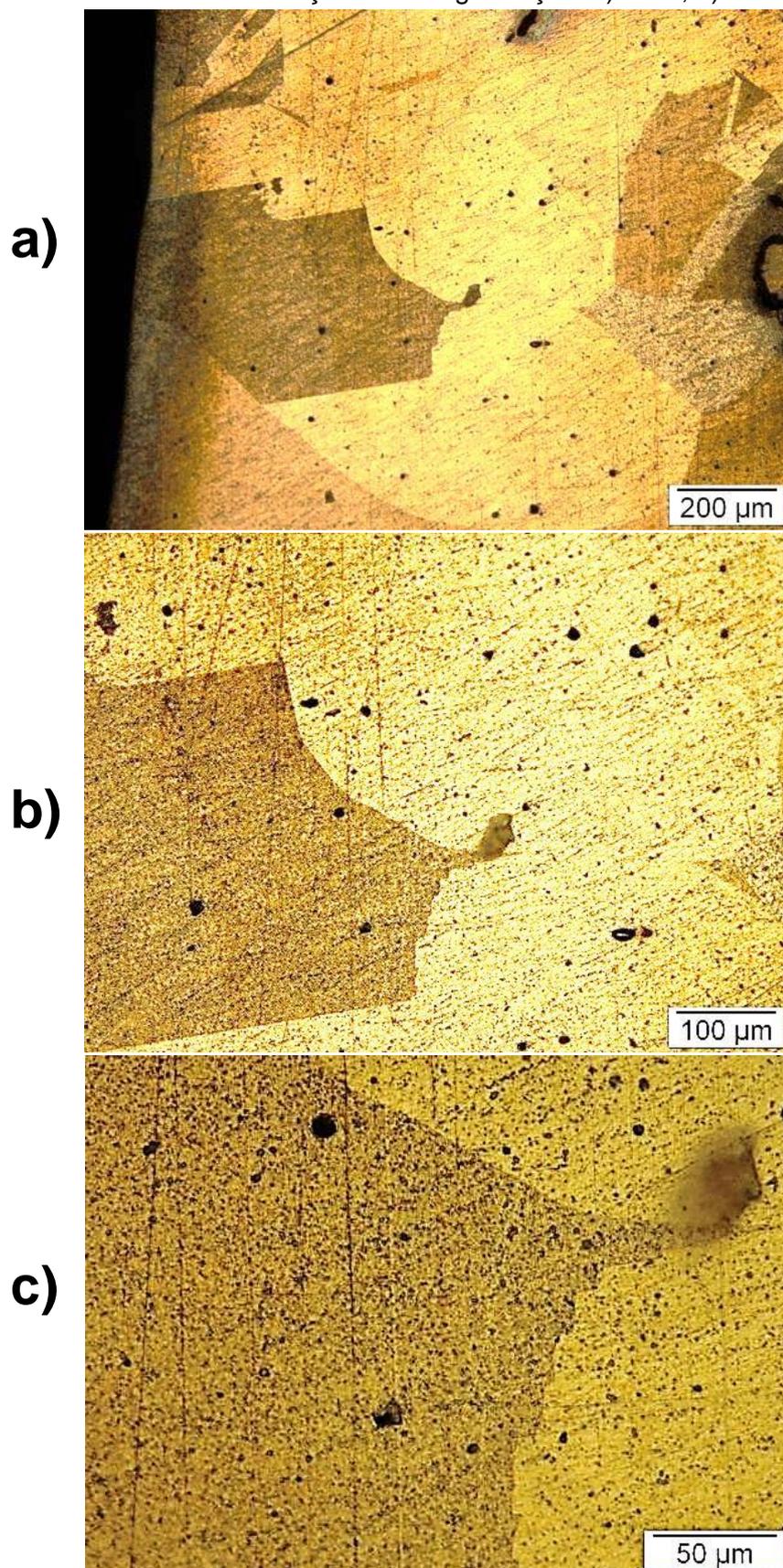
Fonte: O autor, 2018.

Figura 65 - Micrografias ópticas da amostra submetida ECAE 120° após 36h tratamento térmico betatização com magnificação: a) 100x, b) 200x e c) 500x.



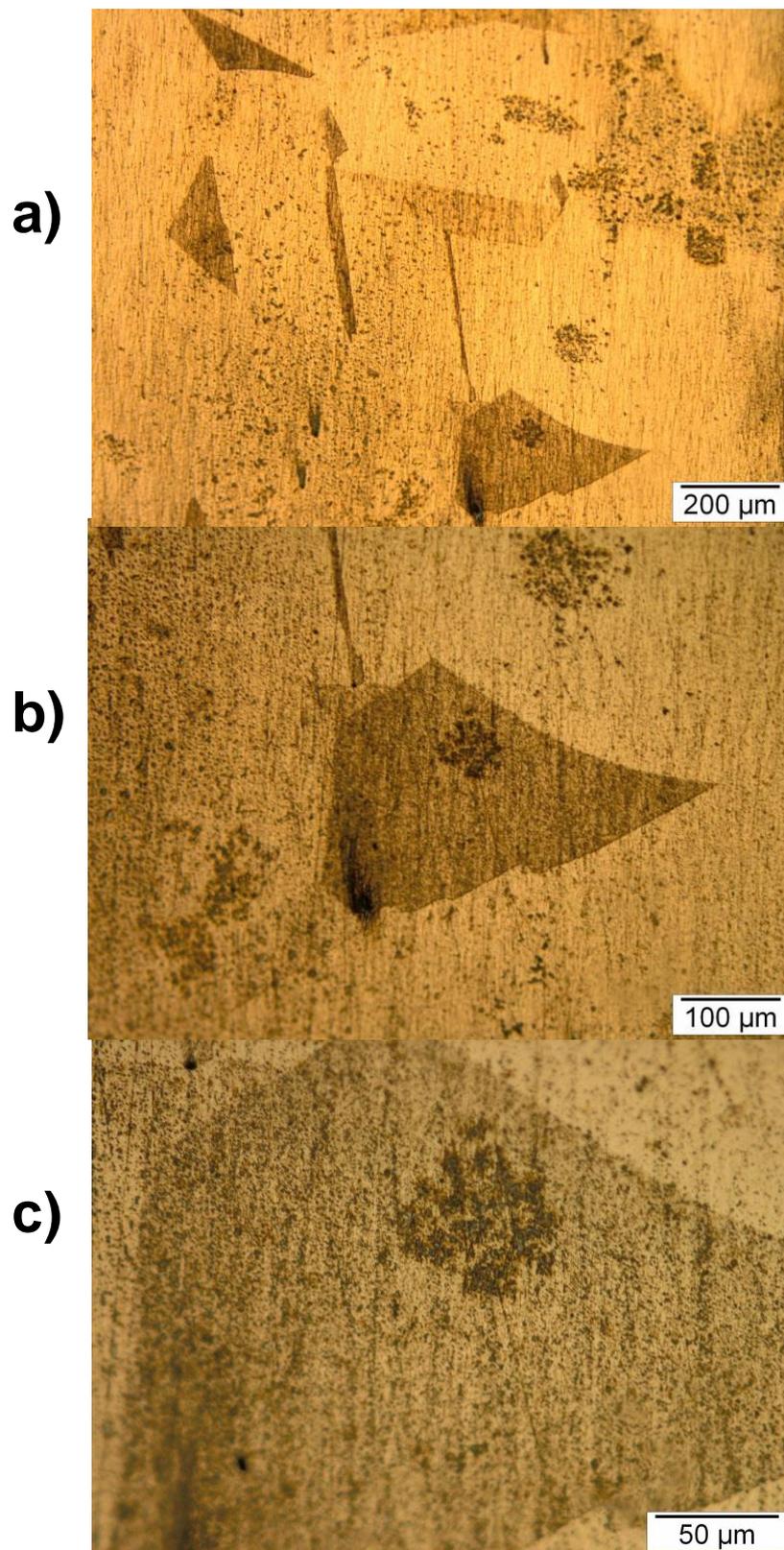
Fonte: O autor, 2018.

Figura 66 - Micrografias ópticas da amostra submetida ECAE 135° após 36h tratamento térmico betatização com magnificação: a) 100x, b) 200x e c) 500x.



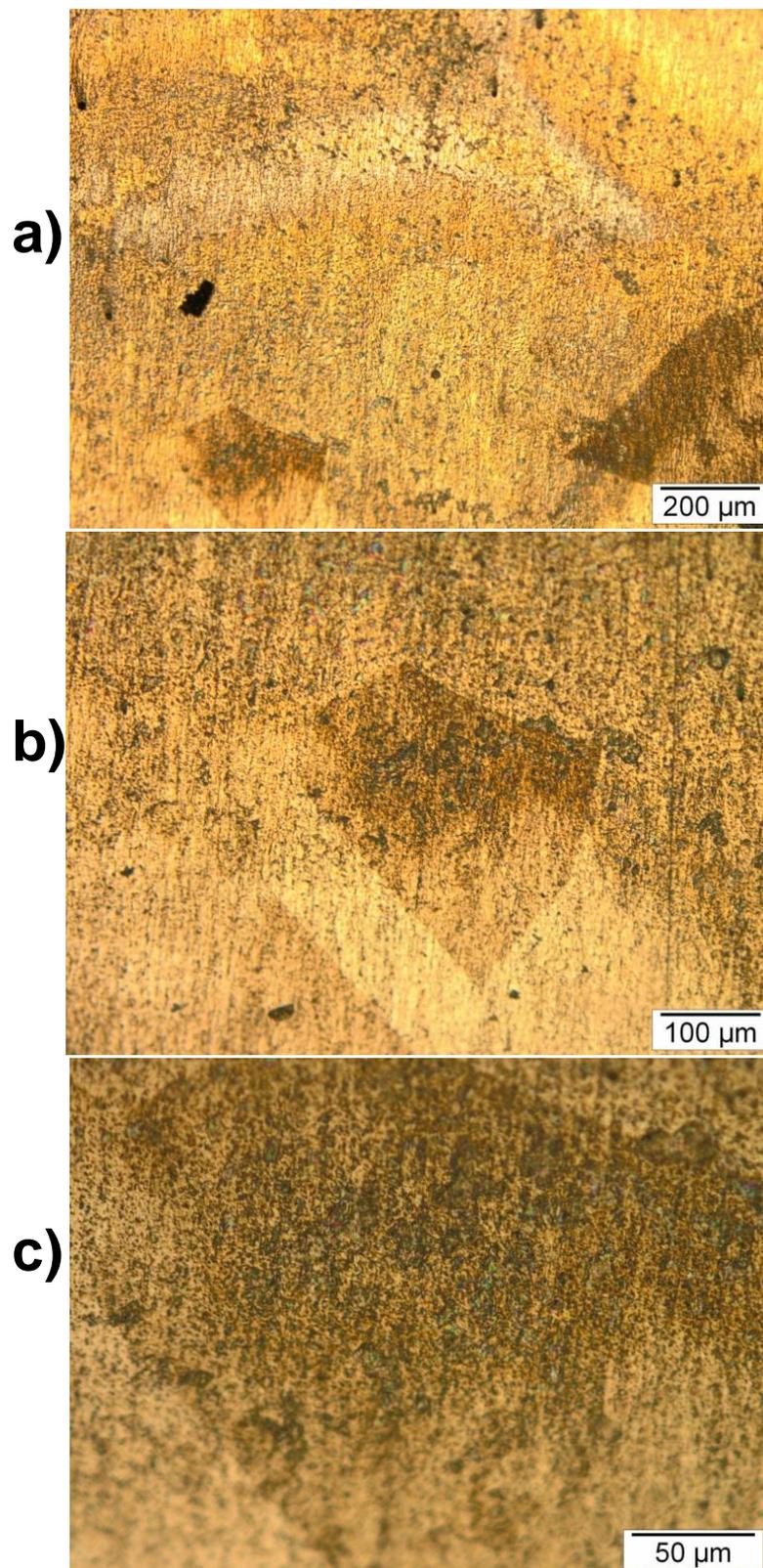
Fonte: O autor, 2018.

Figura 67 - Micrografias ópticas da amostra submetida ECAE 120° após 120h tratamento térmico betatização com magnificação: a) 100x, b) 200x e c) 500x.



Fonte: O autor, 2019.

Figura 68 - Micrografias ópticas da amostra submetida ECAE 135° após 120h tratamento térmico betatização com magnificação: a) 100x, b) 200x e c) 500x.



Fonte: O autor, 2019.

Nas micrografias das amostras extrudadas e tratadas termicamente TT25 por 12 horas, 24 horas e 36 horas, fica evidente a formação de maclas devido a deformação plástica severa. Em função do tratamento térmico TT25 com tempo mais elevado, as maclas foram dissolvidas na rede cristalina da liga. Os grãos sofreram aumento de tamanho e mudança na sua geometria. Apesar de todas as mudanças microestruturais da amostra, as transformações de fase permanecem bloqueadas.

Para identificar se as propriedades mecânicas da liga foram alteradas as amostras foram testadas quanto a microdureza Vickers. Os resultados são mostrados na Tabela 9. Todas as amostras foram testadas à temperatura ambiente na fase martensítica. A dureza da liga foi afetada pelo processo de laminação, extremamente aumentada pelo processo de extrusão e relaxada em função dos tratamentos de calor empregados, cujo maior valor encontrado foi de dureza da amostra extrudada com canal de 135° com tratamento térmico TT25 por 35 minutos.

TABELA 9 - Resultados de microdureza amostras laminadas, extrudadas e tratadas termicamente.

Amostra	Microdureza (HV)	
	ECA 120°	ECA135°
TT25 35'	869±15	878±19
TT25 12h	843±17	868±13
TT25 24h	835±15	825±17
TT25 36h	766±16	758±13
TT25 120h	183±12	168±15
L20% sem TT	377±20	
L20% TT25 15'	275±16	
L20% TT25 36h	267±12	
TT25	286±15	

Fonte: O autor, 2019.

Os dados referente ao tamanho de grão das amostras deformadas plasticamente por laminação e extrusão são apresentados na tabela 10.

TABELA 10 – Tamanho de grão das amostras laminadas, extrudadas e tratadas termicamente.

Amostra	Tamanho de Grão (μm)	
	ECA 120°	ECA135°
TT25 35'	344±91	279±88
TT25 12h	554±123	410±104
TT25 24h	520±119	420±136
TT25 36h	577±190	489±179
TT25 120h	868±210	712±193
L20% sem TT	235±64	
L20% TT25 15'	956±81	
L20% TT25 36h	982±73	
TT25	394±96	

Fonte: O autor, 2019.

Os processos de deformação plástica convencional (laminação) e severa (extrusão de canal angular) foram eficientes no refino do grão. As amostras com maior redução do tamanho de grão foram as amostras laminadas a frio sem tratamento térmico e a amostra extrudada com canal de 135° com TT25 por 35 minutos. Os tamanhos de grãos são basicamente os mesmos quando considerado os valores médios com seus respectivos desvios padrão. O tamanho de grão da amostra laminada e tratada termicamente TT25 por 15 minutos e 36 horas são em torno de 4 vezes maiores que o tamanho de grão da amostra laminada sem tratamento térmico, que está coerente com a dureza dessas amostras, as quais diferenças significativas. As amostras extrudadas e tratadas termicamente por 120 horas apresentam um aumento muito expressivo de tamanho de grão, em torno de 3 vezes maior do que a amostra referência (TT25), (ARAYA et. al. 2001). Esse aumento de grão gera uma diminuição muito significativa da microdureza.

6 CONCLUSÕES

Neste trabalho foi realizado um estudo do efeito da conformação mecânica em uma liga quaternária Cu-12%Al-4%Zn-1%Ni. A partir dos resultados apresentados, as seguintes conclusões podem ser estabelecidas:

O processo de fabricação da liga quaternária foi considerado adequado, mas adicionou ao material de estudo uma quantidade significativa de defeitos, tais como poros de fundição;

As temperaturas de transformação da amostra laminada sofreu um pequeno aumento em relação a amostra homogeneizada, enquanto a amostra que sofreu extrusão permaneceu com as transformações bloqueadas até tratamento térmico de 850°C por 120h devido ao aumento significativo das tensões internas. As amostras extrudadas foram as que apresentaram alteração mais significativa, indicando um estado de deformação plástica mais severa durante o ECAE, inclusive com o surgimento de maclas de deformação;

O ensaio de microdureza demonstrou aumento dessa propriedade nas ligas quando submetidas aos processos de conformação mecânica. As amostras apresentaram um grande aumento da dureza, melhorando suas propriedades mecânicas, verificado na ciclagem termomecânica;

Nas imagens de MO e MEV foram visualizados o alinhamento preferencial dos grãos na direção da laminação para as amostras submetidas ao tratamento térmico e, para as amostras recozidas após a extrusão, morfologias poligonais, com formação de maclas. Constatou-se que o arranjo interno na estrutura das amostras extrudadas não favoreceu os fenômenos de memória de forma, conforme os resultados obtidos nesta condição;

A LMF utilizada no presente trabalho, quando submetida a processos de conformação por laminação a frio apresenta alterações de características fundamentais para sua utilização em aplicações que requerem maior resistência mecânica aliada à eficácia dos fenômenos de memória de forma.

7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Para trabalhos posteriores, sugere-se:

Projeto de matrizes de extrusão angular com diferentes inclinações entre os canais e comparativo dos resultados entre conformações;

Estudar outras ligas à base de cobre, como Cu-Zn, submetidas a deformação plástica convencional e deformação plástica severa.

Analisar as ligas deformadas plasticamente com ensaios de tensão;

Analisar eficácia de diferentes tempos para tratamentos térmicos;

Verificar o efeito do processo de ECAE no comportamento da fadiga do material utilizando máquina construída recentemente por Rocha (2014).

REFERÊNCIAS

ADIGUZEL, O. Ageing dependence and martensite stabilization in copper based shape memory alloys. *IOP Conf. Series, Materials Science and Engineering*, 60-2014.

AHLERS, M. Martensite and equilibrium phases in Cu-Zn and Cu-Zn-Al alloys. *Progress in Materials Science*, vol. 30, pp 135-186, 1986.

AIDA, T.; MATSUKI, K.; HORITA, Z.; LANGDON, T.G. Estimating the equivalent strain in equal channel angular pressing. *Scripta Materialia*, Vol. 44, pp. 575-579, 2001.

ARAUJO, C. J. Comportement cyclique de filsenalliage à mémoire de forme Ti-Ni-Cu: analyse electro-thermomécanique, dégradation et fatigue par cyclagethermique sous contrainte. *Thèse de Doctorat*. INSA de Lyon, France, pp 176, 1999.

ASEGUINOLAZA; J. R.; et all. Kinetic effects in the mixed b to b03 p c03 martensitic transformation in a Cu–Al–Ni shape memory alloy. *Acta Materialia* 58 (2010) 692–701.

AYDOGDU, A.; AYDOGDU, Y; ADIGUZEL, O. The influence of ageing in martensite ordering and stabilization in shape memory Cu-Al-Ni alloys. *Materials Research Bulletin*, vol. 32, pp 507- 513, 1997.

BALO, S. N; CEYLAN, M.; AKSOY, M. Effects of deformation on the microstructure of a Cu–Al–Be shape memory alloy. *Materials Science and Engineering A311* (2001) 151–156.

BALO, S. N; CEYLAN, M. Effect of Be content on some characteristics of Cu–Al–Be shape memory alloys. *Journal of Materials Processing Technology* 124 (2002) 200–208.

BENCHIHEUB, M.; BELKAHLA, S.; GUENIN, G. Etude de la stabilisation sous contrainte d'un alliage ternaire à mémoire de forme type Cu-Zn-Al. *La Revue de Métallurgie*, Décembre 2000, pp. 1471-1479, 2000.

BOGUE, R. Smart materials: a review of capabilities and applications. *Assembly Automation*, Vol. 34 Iss 1 pp. 16 - 22; (2014).

BOUCHARD, M.; THOMAS, G. Phase Transions and Modulated Structures in Ordered (Cu- Mn)3Al Alloys. *Acta metallurgica*, vol.23, pp 1485 – 1500, 1975.

CAI, W; et. All. Interface structure and mobility in martensitic shape memory alloys. *Materials Science and Engineering A* 438–440 (2006) 900–904.

CALLISTER JR., W. D. *Materials Science for Engineering, an Introduction*, John Williams & Sons, Inc. Fourth Ed. New York. 1996.

CARDONE, D.; GESUALDI, G. Design, testing and implementation of a Cu-SMA-based device for improving the thermal behavior of steel tie-rods. *Engineering Structures* 65 (2014) 42–51.

COMAS, A. G.; MAÑOSA, L.L. Planes, A.; Morin, M.. Anharmonicity of Cu-based Shape Memory Alloys in The Vicinity of Their Martensitic Transions. *Physical ReviewB*, vol. 59, pp. 246 – 250, 1999.

CHIAVERINI, V. *Metalurgia do pó: Técnica e produtos*. 4ed. São Paulo: ABM, 2001.

CUELLAR, E. L. *Uma Introdução as Ligas com Memória de Forma*. 16. Ed. [S.1.] *Facultad de Ingeniería Mecánica e Eléctrica UANL*, v. V, 2002.

DATTA, S.; BHUNYA, A.; BANERJEE, M. K. Two Way Shape Memory Loss in Cu-Zn-Al Alloy. *Materials Science and Engineerin*, 300(1-2), p.291-298. 2001.

DELAEY, L.; KRISHNAN, R. V.; TAS, H.; WARLIMONT, H. Thermoelasticity, pseudoelasticity and the memory effects associated with martensitic transformations. *Journal of Materials Science*, 1521-1535, 2004.

DESROCHES, R.; SMITH, B. Shape memory Alloys in Seismic Resistant Design and Retrofit: a Critical Review of the State of the Art, Potential and Limitations. *Journal of Earthquake Engineering, Engineering Structures*, 7(3): 1-15, April, 2003.

DIETER, G.E., *Metalurgia Mecânica*, 2ª Edição, Guanabara Dois, Rio de Janeiro, 1981.

DUAN, Y.L.; et all; Microstructure and properties of the novel Cu–0.30Mg–0.05Ce alloy processed by equal channel angular pressing; *Materials Science & Engineering A* 648 (2015) 252–259.

DUERIG, T. W.; MELTON, K. N.; PROFT, J. L. Wide hysteresis shape memory alloys. In: DUERIG, T. W.; MELTON, K. N.; STÖCKEL, D.; WAYMAN, C. M. *Engineering Aspects of Shape Memory Alloys*. ButterworthHeinemann Ltd, 499p., 1990.

DUNNE, D.; MORIN, M.; GUENIN, G. The effect of quenching treatment on the reversible martensitic transformation in Cu-Al-Be alloys, *Materials Science and Engineering*, vol.A378, pp 257-262, 2004.

DUTKIEWICZ, J.; CESARI, E.; PONS, J. Influence of grain size and ordering on the two way shape memory alloys, *Journal de Physique IV*, vol.5, pp 955-960, 1995.

FANG, D. R. ; et. all. Effects of equal channel angular pressing on the strength and toughness of Al-Cu alloys; *J Mater Sci* (2011) 46:5002–5008 DOI 10.1007/s10853-011-5419-6.

FARSHIDI, M.H.; KAZEMINEZHAD M.; MIYAMOTO, M. Microstructure and mechanical properties of an Al-Mg-Si tube processed by severe plastic deformation and subsequent annealing; *Materials Science & Engineering A* 640 (2015) 42–50.

FILHO, A. A. M.; PRADOS, E. F.; VALIO, G. T.; RUBERT, J. B.; SORDI, V. L.; FERRANTE, M. Severe Plastic Deformation by Equal Channel Angular Pressing: Product Quality and Operational Details. *Materials Research*, Vol. 14, pp. 335-339, 2011.

FREITAS, N. F.; GONZALEZ, C. H.; OLIVEIRA, C. S.; SANGUINETTI, F.R. A.; URTIGA, F. S. L. As Transformações Martensíticas de Fase nas Ligas β – CuZnSn e β – CuZnAl Com Efeito Memória de Forma, II Congresso Internacional de Tecnologia Metalúrgica e de Materiais, São Paulo, 1997.

FUNAKUBO, H. Shape Memory alloys. London: Gordon and Breach Science Publishers, 1987.pp 270, ISBN 2-88124-136-0.

GOJIC´, M.; et all. Electrochemical and microstructural study of Cu-Al-Ni shape memory alloy; *Journal of Alloys and Compounds* 509 (2011) 9782–9790.

GONZALEZ, C. H. Etude des Comportements Electro-thermomécanique set de la Stabilization Martensitique D’alliages Monocristallins à Mémoire de Forme Base Cuivre. :Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, Villerbonne, France, 2002, p.20 – 24, 40 – 141(*Doutorado – INSA Lyon*).

GONZALEZ, C. H.; ARAÚJO, C. J.; QUADROS, N. F.; GUÉNIN, G.; MORIN, M. Study of martensite stabilisation under stress in Cu-Al-Be shape memory alloy single crystal, *Materials Science and Engineering*, vol. A378, pp 253-256, 2004.

GONZALEZ, C. H.; GUÉNIN, G.; MORIN, M. Effects of martensite stabilization in Cu-Al-Be shape memory alloys, *EDP Sciences*, Les Ulis, IV France 112, pp 561-564, 2003.

GONZALEZ, C. H. Obtenção e Caracterização das Ligas B-CuSn B- CuZnSn com Efeito Memória de Forma. João Pessoa, dez.1993, p.4 – 57. (*Mestrado – UFPB*)

GUI, J.; et al. X-ray diffraction study of the reverse martensitic transformation cu-al-ni-mn-ti shape memory alloy; *Scripta Materialia*, Vol. 35, No. 3, pp. 435-440, 1996.

HODGSON, D.E.; WU, M.H.; BIERMANN, R.J. Shape memory alloys. ASM Handbook: *ASM International*, 897–902, 1990.

HUANG, W. On the selection of shape memory alloys for actuators. *Mater Des*, 23, 11–9, 2002.

HUANG, W. Shape Memory Alloys and their Application to Actuators for Deployable Structures; University of Cambridge; March 1998; (*PhD*).

HUMPHREYS, F.J.; HATHERLY, M. Recrystallization and Related Annealing Phenomena. London: *Elsevier*, 2005.

HURLEY, P. J., HODGSON, P. D. Formation of ultra-fine ferrite in hot rolled strip: potential mechanisms for grain refinement. *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 302, pp. 206-214, 2001.

IWAHASHI, Y.; et. all. Principle of equal-channel angular pressing for the processing of ultra-fine grained materials. *Scripta Materialia*, Vol. 35, pp. 143-146, 1996.

JANI, J. M.; LEARY, M.; SUBIC, A.; GIBSON, M.A. A review of shape memory alloy research, applications and opportunities, *Materials & Design*, 1078–1113, 2014.

GÓMEZ-CORTÉS, J.F.; SAN JUAN, J.; LÓPEZ, M.L. Synthesis and characterization of Cu–Al–Ni shape memory alloy multilayer thin films; *Thin Solid Films* 544 (2013) 588–592.

KAINUMA, R.; SATOH, N.; LIU, X. J.; OHNUMA, L.; ISHIDA, K. Phase equilibria and Heusler phase stability in the Cu-rich portion of Cu-Al-Mn system, *Journal of Alloys and Compounds*, vol.266, pp 191-200, 1998.

KOCKAR, B.; KARAMAN, I.; KULKARNI, A.; CHUMLYAKOV, Y.; KIRIEVA, I. V. Effect of severe ausforming via equal channel angular extrusion on the shape memory response of a NiTi alloy. *Journal of Nuclear Materials*, Vol. 361, pp. 298-305, 2007.

KTARI; H.H. Orientation imaging- ASTAR investigation of the grain and precipitate morphology in AlCuMg alloy processed by Equal Channel Angular Pressing; *Journal of Alloys and Compounds* 647 (2015) 152 e 158.

LAGOUDAS, D.; BO, Z.; QIDWAI, A. A unified thermodynamic constitutive model for SMA and finite element analysis of active metal matrix composites. *Mechanics of Composite Materials and Struct*, 4: p.153-179. 1996

LANDA, M. Temperature dependence of elastic properties of cubic and orthorhombic phases in Cu–Al–Ni shape memory alloy near their stability limits; *Materials Science and Engineering A* 462 (2007) 320–324.

LANDAZABAL, J.I.P.; et all. Study of the stability and decomposition process of the phase in Cu–Al–Ni shape memory alloys, *Materials Science and Engineering A* 438–440 (2006) 734–737.

LI, Z.; CHENG, X.; GUAN, Q. S. Effect of heat treatment and ECAE process on transformation behaviors of TiNi shape memory alloy. *Materials Letters*, Vol. 59, pp. 705–709, 2005.

LI, Z.; et. all. Cu–Al–Ni–Mn shape memory alloy processed by mechanical alloying and powder metallurgy. *Materials Science and Engineering A*, Vol. 417, pp. 225–229, 2006.

LIU, C; UM, H.W. Martensitic transformation and shape memory recovery property of Cu₇₂Al_{26.5}Nb_{1.5} high temperature shape memory alloy; *Journal of Alloys and Compounds* 508 (2010) 329–332.

LOPEZ, C.; MELLOR, B. G.; BLÁSQUEZ, M. L.; GÓMEZ, C. The influence of composition and grain size on the martensite transformation temperature of Cu-Al-Mn shape memory alloy, *Scripta Metallurgica*, vol.21, pp 1711-1716, 1987.

LU, L.; LAI, M.O.; LIM, A.S. Mechanical fatigue of cu-based shape memory alloy after different heat treatment; *Scripta Materialia*, Vol. 34, No. 1, pp. 157-162, 1996.

LUCAS, F. L. C.; GUIDO, V.; KAUFER, K. A.; BERNARDI, H. H.; OTUBO, J. ECAE Processed NiTi Shape Memory Alloy. *Materials Research*, pp.0-0., 2014.

MANTOVANI, D. Shape Memory Alloys: properties and Biomedical Applications. *Journal of the Metals & Materials Society*, 52 (10): pp. 36-44, 2000.

MEYERS, M.A.; MURR, L. A model for the formation of annealing twins in f.c.c. metals and alloys. *Acta Metallurgica*. v.26, p.951-962. 1978.

MESCHEL, S.V.; PAVLU, J.; NASH, P. The thermochemical behavior of some binary shape memory alloys by high temperature direct synthesis calorimetry; *Journal of Alloys and Compounds* 509 (2011) 5256–5262.

NIENDORF, T.; et. all. Martensite aging – Avenue to new high temperature shape memory alloys; *Acta Materialia* 89 (2015) 298–304.

OBRADÓ, E.; MAÑOSA, L. - Planes A.; Romero, R.; Somosa, A. - Quenching effects in Cu-Al-Mn shape memory alloy, *Materials Science and Engineering*, vol. A273-275, pp 586-589, 1999.

OLIVEIRA, C. A. N.; GONZALEZ, C. H.; PINA, E. A. C.; URTIGA, F. S. L.; FILHO, O. O. A.; ARAÚJO, C. J. Precipitates formation in Ti-Ni equiatomic alloys due to annealing heat treatment. *Materials Science Forum*. 643: p.49 - 54, 2010.

OLIVEIRA, C. A. N.; GONZALEZ, C. H.; ARAÚJO, C. J.; URTIGA, F. S. L.; FILHO, O. O. A. Thermoelastic Properties on Cu-Zn-Al Shape Memory Springs. *Material Research*, 13(2), 2010.

OLIVEIRA, C. A. N.; GONZALEZ, C. H.; PINA, E. A. C.; URTIGA, F.O.S. L.; FILHO, O. O. A.; ARAÚJO, C. J. Heat Treatments and Thermomechanical Cycling Influences on the R-Phase in Ti-Ni Shape Memory Alloys. *Materials Research*. São Carlos, 13(3):2010.

OLIVEIRA, C.A.N. Caracterização Termoelástica de Atuadores Helicoidais da liga Cu-Zn-Al com Memória de Forma. UFPE. Brasil, 2007. (*Mestrado*).

OLIVEIRA, C.A.N. Estudo mecano-metalúrgico de fios de ti-ni para aplicação em atuadores de válvulas de fluxo; Recife; Abril de 2011 (*Doutorado*).

OLIVEIRA, C. S. Obtenção e Caracterização das ligas Cu-Zn-Al e Cu-Zn, Com Efeito de Memória de Forma. João Pessoa, dez.1994. p. 3 – 49 (*Mestrado – UFPB*).

OTSUKA K.; REN, X. The Role of Softening in Elastic Constant sub 44 in Martensitic Transformation. *Scripta Materialia*. 38(11): may, 1998.

OTSUKA K.; REN X. Mechanism of martensite aging effects and new aspects; *Materials Science and Engineering A312* (2001) 207–218.
OTSUKA, K.; WAYMAN, C. M. - Shape Memory Materials. Cambridge University Press, Cambridge, UK 1998, p.1 – 131.

OTUBO, J.; RIGO, O. D.; MOURA NETO, C.; KAUFMAN, M. J.; MEI, P. R., Low carbon content Ni-Ti shape memory alloy produced by electron beam melting. *Materials Research*, Vol. 7, Nº. 2, pp. 263-267, 2004.

PEREIRA, E.C. Influência de tratamentos termo-cíclicos sem e sob cargas na estrutura e propriedades da liga monocristalina à base de cu-al-ni com efeitos não elásticos; Campos dos Goytakazes, fevereiro 2006 (*Mestrado UENFDR*)

PETRINI, L.; MIGLIAVACCA, F. Biomedical Applications of Shape Memory Alloys. *Journal of Metallurgy*, Vol. 2011, 15 pág., 2011.

PINA, E. A. C; GONZALEZ, C. H.; QUADROS, N. F. Stabilization of Cooper Based Shape Memory Alloys, *IV Encontro da Sociedade Brasileira de Pesquisas em Materiais*, Recife, Cd-Room pp. D-759, 2005.

PINA, E. A. C. Estudo da estabilização na liga cu-al-mn com memória de forma; Recife; Março de 2006 (*Mestrado*).

RATH, B.B.; IMAM, M.A.; PANDE, C.S. Nucleation and grain growth of twin interfaces in fcc metals and alloys. *Mater. Phys. Mech.* v.1, p.61-66, 2000.

RECARTE, V; et all. High temperature phase decomposition process in a Cu–Al–Ni shape memory alloy, *Materials Science and Engineering A* 378 (2004) 238–242.

ROCHA, J. O. S. Desenvolvimento e fabricação de dispositivos para estudo da fadiga mecânica e dos fenômenos de memória de forma. Tese de *Doutorado*, Universidade Federal de Pernambuco, Recife-PE, Brasil, pp. 101, 2014.

SEGAL, V.M. Materials processing by simple shear. *Materials Science and Engineering*, Vol. A197, pp. 157-164, 1995.

SHAW, J. A.; GREMILLET, A.; GRUMMON, D. S. The manufacture of Ni-Ti foams. Proceedings of 2002 ASME *International Mechanical Engineering Congress and Exposition*, New Orleans, LA, USA, pp. 1 – 10, 2002.

SHAW, J. A.; KYRIAKIDES, S. Thermomechanical aspects of Ni-Ti. *Journal of Mechanics and Physics of Solids*, v.43, n.8, p.1243-1281, 1995.

SICILIANO JR., F.; PADILHA, A. F. Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura. *ABM, São Paulo*, pp. 86-93, 1995.

SILVA, L.C.S.; GONZALEZ, C.H.; OLIVEIRA, C.A., SILVA, K.C.A. Influência dos tratamentos térmicos nas transformações martensíticas em ligas a base de cobre com memória de forma; *21º CBECIMAT - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais* 09 a 13 de Novembro de 2014, Cuiabá, MT, Brasil.

SILVA, N.J. Estudo de ligas com memória de forma ni-ti processadas por laminação e extrusão angular; Recife, Março 2014 (*Doutorado*) UFPE.

SILVÉRIO, V. A. Estudo da evolução do tamanho de grão na laminação a quente de barras de aço médio carbono microligado ao vanádio – 38MnSiV5. Dissertação de *mestrado* - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, pp. 86, 2008.

SOLTYS, J. Order-desorder phase transitions in ternary alloys $\text{Cu}_{3-x}\text{Mn}_x\text{Al}$ - *Phys. Stat. Sol. (a)*, vol. 63, p. 401-406, 1981.

STALMANS, R; VAN HUMBEECK, J; DELAEY, L. Training and The Two Way Memory Effect in Copper Based Shape memory Alloys. *Journal de Physique IV*. Supplément au *Journal de Physique III*, EUROMAT, 4: p. 403-408. 1991.

NIEN-Ti TSOU, N.T.; et. all. Classification and analysis of trigonal martensite laminate twins in shape memory alloys; *Acta Materialia* 89 (2015) 193–204.

VAN HUMBEECK, J. Damping capacity of thermoelastic martensite in shape memory alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 355, pp. 58-64, 2003.

VALIEV, R. Z.; LANGDON, T. G. Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement. *Progress in Materials Science*, Vol. 51, pp. 881-981, 2006.

YAMAGUSHI, D.; HORITA, Z.; FUJINAMI, T.; NEMOTO, M.; LANGDON, T.G. Factors affecting grain refinement in equal-channel angular pressing. *Materials Science Forum*, Vol. 331-337, pp. 607- 612, 2000.

XIAO, Z.; et all. Effect of processing of mechanical alloying and powder metallurgy on microstructure and properties of Cu–Al–Ni–Mn alloy; *Materials Science and Engineering A* 488 (2008) 266–272.

ZHENHUA, L., CHENG, X., GUAN, Q. S. Effect of heat treatment and ECAE process on transformation behaviors of Ni-Ti shape memory alloy. *Materials Letters*, Vol. 59, pp. 705–709, 2005.

ZHANG, M.R.; et all. Effects of additions of small amounts of fourth elements on structure, crystal structure and shape recovery of cu-zn-al shape memory alloys; *Scripta Materialia*, Vol. 36, No. 2, pp. 247-252, 1997.

ZHANG, P.; et all. Microstructural evolution and mechanical response of Cu–Al–Be–B shape memory alloy processed by repetitive equal channel angular pressing. *Journal of Alloys and Compounds* 497 (2010) 210–214.

WANG, J.; SEHITOGLU, H. - Twinning stress in shape memory alloys: Theory and experiments; *Acta Materialia* 61 (2013) 6790–6801.

WANG, J.; SEHITOGLU, H; MAIER, H.J. - Dislocation slip stress prediction in shape memory alloys; *International Journal of Plasticity* 54 (2014) 247–266.

WEI, K.X; et all.; Microstructure, mechanical properties and electrical conductivity of industrial Cu–0.5%Cr alloy processed by severe plastic deformation. *Materials Science and Engineering A* 528 (2011) 1478–1484.