



Universidade Federal da Paraíba
Centro de Tecnologia
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica
– Mestrado – Doutorado

**EFEITO DA LAMINAÇÃO A QUENTE EM LIGAS Cu-Al-Be-Cr
SUPERELASTICAS**

por

Gemerson Valois da Mota Cândido

*Tese de Doutorado apresentada à Universidade Federal da Paraíba
para obtenção do grau de Doutor.*

GEMIERSON VALOIS DA MOTA CÂDIDO

**EFEITO DA LAMINAÇÃO A QUENTE EM LIGAS Cu-Al-Be-Cr
SUPERELASTICAS**

Tese apresentada ao curso de Pós-Graduação
em engenharia mecânica da Universidade
Federal da Paraíba, em cumprimento às
exigências para obtenção do Grau de Doutor.

Orientador: Prof. Dr^a. Danielle Guedes de Lima Cavalcante

Coorientador: Prof. Dr. Dannel Ferreira de Oliveira

C217e Candido, Gemierson Valois da Mota.

EFEITO DA LAMINAÇÃO A QUENTE EM LIGAS Cu-Al-Be-Cr
SUPERELASTICAS / Gemierson Valois da Mota Candido. -
João Pessoa, 2019.

90 f. : il.

Orientação: Danielle Guedes de Lima Cavalcante.

Coorientação: Danniell Ferreira de Oliveira.

Tese (Doutorado) - UFPB/CT.

1. Ligas com Memória de forma. 2. Super-elasticidade.
3. Laminação a quente. 4. Crescimento anormal de grão.

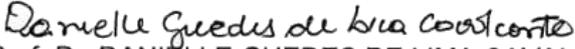
UFPB/BC

**EFEITO DA LAMINAÇÃO A QUENTE EM LIGAS Cu-Al-Be-Cr
SUPERELASTICAS**

por

GEMIERSON VALOIS DA MOTA CÂNDIDO

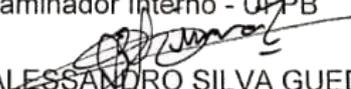
Tese aprovada em 29 de novembro de 2019


Prof. Dr. DANIELLE GUEDES DE LIMA CAVALCANTE
Orientadora – UFPB


Prof. Dr. DANNIEL FERREIRA DE OLIVEIRA
Coorientador - UFPB


Prof. Dr. KELLY CRISTIANE GOMES DA SILVA
Examinadora Interna - UFPB


Prof. Dr. RODINEI MEDEIROS GOMES
Examinador Interno - UFPB


Prof. Dr. BRUNO ALESSANDRO SILVA GUEDES DE LIMA
Examinador Externo - UFPB


Prof. Dr. NILMARIO GALDINO GUEDES
Examinador Externo – IFPB

DEDICATORIA

A minha esposa e filho por compreender que as eventuais dificuldades seriam recompensadas por melhores momentos futuros.

AGRADECIMENTOS

Ao nosso Deus por mais esta oportunidade, aos meus pais que souberam me conduzir para o bem.

A minha amada esposa, pela paciência pelos momentos de estresse, pelo seu amor, companheirismos e apoio.

Ao PPGEM, que forneceu todas as ferramentas necessárias à esta produção acadêmica e ao Laboratório de Solidificação Rápida, LSR, pela concessão do espaço para execução dos trabalhos.

À minha orientadora Danielle Guedes de Lima Cavalcante e ao meu Danniell Ferreira de Oliveira pela paciência, atenção, liberdade, ensinamentos e compreensão.

disponibilidade e paciência para me auxiliar na utilização dos equipamentos e pelas sugestões e conhecimento na solução das minhas dúvidas.

Aos funcionários da oficina mecânica pelo apoio nas atividades de usinagem.

Aos amigos Riccelly, Ricardo, Cassius e todos que embora não mencionados, pela convivência e pelo compartilhamento de informações que contribuíram de forma direta ou indireta para conclusão deste trabalho.

EFEITO DA LAMINAÇÃO A QUENTE EM LIGAS Cu-Al-Be-Cr SUPERELASTICAS

RESUMO

A versatilidade das propriedades das ligas com memória de forma, ocupam um importante espaço no desenvolvimento tecnológico em diversos setores da indústria. Geralmente são produzidas por processos de fundição sendo, posteriormente, homogeneizadas. No entanto, para obtenção de produtos semiacabados em escala industrial, os lingotes oriundos do processo de fundição devem ser trabalhados a quente. Durante o intenso processo, a oxidação da superfície do material e mudanças microestruturais podem ocasionar modificações nas suas propriedades termomecânicas originais. Neste sentido, o presente trabalho tem como objetivo estudar a correlação do comportamento da superelasticidade em ligas Cu-Al-Be-Cr antes e após submeter esta, ao processo termomecânico de laminação a quente. As ligas foram produzidas em forno de resistência sem atmosfera controlada e caracterizadas via microscopia óptica, difração de raios-X, calorimetria diferencial de varredura, as propriedades termomecânicas foram avaliadas através de ensaios de quantificação da superelasticidade e tração. Os resultados obtidos revelaram que as ligas laminadas com redução de 30% apresentaram um crescimento anormal dos grãos. Este crescimento anormal, em relação a ligas não laminadas, provocaram um aumento nas temperaturas de transformação de fase, uma redução nas tensões críticas para indução da martensita e das deformações residuais e um aumento significativo na superelasticidade da liga.

Palavra-Chave: *Ligas com Memória de Forma, Superelasticidade, Laminação a Quente, Crescimento Anormal de Grão.*

EFFECT OF HOT ROLLED IN SUPERELASTIC Cu-Al-Be-Cr ALLOYS

ABSTRACT

The versatility of shape memory alloy properties occupies an important place in technological development in various industry sectors. They are usually produced by casting processes and then homogenized. However, to obtain semifinished products on an industrial scale, the ingots from the casting process must be hot worked. During the intense process, surface oxidation of the material and microstructural changes may cause modifications in its original thermomechanical properties. In this sense, the present work aims to study the correlation of the superelasticity behavior in Cu-Al-Be-Cr alloys before and after subjecting it to the hot rolling thermomechanical process. The alloys were produced in a resistance furnace without controlled atmosphere and characterized by optical microscopy, X-ray diffraction, differential scanning calorimetry, thermomechanical properties were evaluated by quantification and superelasticity tests. The results showed that the 30% reduction rolled alloys showed an abnormal grain growth. This abnormal growth in relation to non-rolled alloys caused an increase in phase transformation temperatures, a reduction in critical stresses for induction of martensite and residual deformations and a significant increase in alloy superelasticity..

Keyword: Shape Memory Alloys, Superelasticity, Hot Rolling, Abnormal Grain Growth.

SUMÁRIO

CAPITULO I

1.1. INTRODUÇÃO.....	1
1.2. OBJETIVO GERAL.....	3
1.2.1. Objetivos Específicos.....	3

CAPITULO II

REVISÃO BIBLIOGRAFICA.....	4
2.1. BREVE HISTORICO.....	4
2.2. LIGAS COM MEMORIA DE FORMA	5
2.3. TRANSFORMAÇÕES MARTENSÍTICAS EM LMF	6
2.4. SUPERELASTICIDADE.....	9
2.5. EFEITO DA ADIÇÃO DE REFINADORES DE GRÃO EM LMF	14
2.6. TAMANHO DE GRÃO E SUPERELASTICIDADE NO COMPORTAMENTO DE UMA LIGA Cu-Al-Be	15
2.7. EFEITOS DA TEMPERATURA NA SUPERELASTICIDADE EM LMF	18
2.8. EFEITO DA LAMINAÇÃO EM LMF	24
2.9. APLICAÇÕES	28

CAPÍTULO III

METODOLOGIA.....	29
3.1. CONFECÇÃO DAS LIGAS, CORPOS DE PROVA E TRATAMENTOS TERMICOS.....	29
3.2. CARACTERIZAÇÃO MACRO E MICROESTRUTURAL POR MICROSCOPIA ÓPTICA E DIFRAÇÃO DE RAIO X	31
3.3. DETERMINAÇÕES DAS TEMPERATURAS DE TRANSFORMAÇÃO DE FASE DAS LIGAS POR DSC	32

3.4. PROPRIEDADES TERMOMECÂNICAS DAS LIGAS ATRAVÉS DOS ENSAIOS DE SUPERELASTICIDADE E TRAÇÃO.....	32
---	----

CAPÍTULO IV

RESULTADOS & DISCURSÕES.....	34
4.1. CARACTERIZAÇÃO MACRO E MICOESTRUTURAL POR MICROSCOPIA ÓTICA E DIFRAÇÃO DE RAIO-X.....	34
4.2. DETERMINAÇÕES DAS TEMPERATURAS DE TRANSFORMAÇÃO DE FASE DAS LIGAS POR DSC	40
4.3. PROPRIEDADES TERMOMECÂNICAS DAS LIGAS ATRAVÉS DOS ENSAIOS DE SUPERELASTICIDADE E TRAÇÃO.....	45
4.3.1. Ensaio de Superelasticidade	45
4.3.2. Ensaio de Tração	57

CAPÍTULO V

CONCLUSÕES.....	61
SUGERSTÕES DE TRABALHOS FUTUROS	63
REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS	64

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Transformação da estrutura cristalina sob variação de temperatura	8
Figura 2 – Transformação da estrutura cristalina sob carregamento mecânico.	9
Figura 3 – Comportamento tensão-deformação de uma LMF superelastica.....	10
Figura 4 – Gráfico mostrando os níveis de tensões obtidos em ensaio de tração numa barra Cu – 11,8%Al – 0,5%Be.	11
Figura 5 – Curvas Tensão/Deformação para o teste cíclico de tração do tipo com aumento de tensão para uma barra Cu-11,8% Al-0,5%Be.....	12
Figura 6 – Curvas Tensão/Deformação para diferentes corpos de prova ensaiados com deformação de 1% a temperatura ambiente.....	13
Figura 7 – Curvas Tensão/Deformação para diferentes corpos de prova ensaiados com deformação de 2% a temperatura ambiente.....	13
Figura 8 – Curvas Tensão/Deformação para diferentes corpos de prova ensaiados com deformação de 4% a temperatura ambiente.....	14
Figura 9 – Curvas de Tensão/Deformação para o número de ciclos de 25.	16
Figura 10 – Curvas Tensão/Deformação para amostras com diferentes tamanhos de grão (0,08, 0,19 e 0,52 mm)	17
Figura 11 – Evolução das curvas tensão-deformação do parafuso superelástico com o aumento da temperatura.....	17
Figura 12 – Curvas Tensão/Deformação dos fios superelásticos de NiTi para diferentes temperaturas.....	20
Figura 13 – Metalografia óptica longitudinal: (a) primeira amostra, (b) amostra com tratamento térmico durante t=20s, resultando em d=63µm, (c) t=30s e 98µm e (d) t=180s e 196µm.	21
Figura 14 – Curvas Tensão/Deformação em testes quase estáticos em diferentes temperaturas para os tamanhos de grão de 80, 105 e 260µm.	22
Figura 15 – Curvas Tensão/Deformação em testes cíclicos submetidas a temperaturas de 6, 25 e 50°C para cada tamanho de grão: 81, 105 e 288µm.	22
Figura 16 – Curvas de Tensão/Deformação para a liga Cu-11.8Al-0.6Be realizada a 243°K com uma taxa de deformação de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	23

Figura 17 – Curvas de Tensão/Deformação para a liga Cu-11.8Al-0.6Be testado a 298°K com uma taxa de deformação de $5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$.	23
Figura 18 – Curvas de Tensão/Deformação após a laminação nas ligas: G0(sem Gd), G1(0,04% wGd), G2 (0,08% wGd) e G3(0,13% wGd)	24
Figura 19 – Curvas de Tensão/Deformação cíclica e micrografias antes e depois de laminação a quente: (a) fundida; (b) HR; (c) 2HR; (d) 2HR+800°C/10min	26
Figura 20 – Curvas de Tensão/Deformação das amostras laminadas a frio com varias reduções após recozimento a 400°C/1h	27
Figura 21 – Fotografia do molde e dos lingotes brutos de fusão	29
Figura 22 – Desenho esquematico do corpo de prova via eletroerosão.	31
Figura 23 – Garras utilizadas no ensaio de superelasticidades	33
Figura 24 – Macroscopia dos corpos de prova: (a) sem laminação, (b) laminada com 85% & (c) 30% de redução	35
Figura 25 – Microscopia dos corpos de prova.	36
Figura 26 – Representação do tamanho de grão em função do % wCr	37
Figura 27 – DRX das ligas sem laminação	38
Figura 28 – DRX das ligas laminadas com 30% de redução	39
Figura 29 – DRX das ligas laminadas com 85% de redução	40
Figura 30 – DSC das ligas sem laminação	41
Figura 31 – DSC das ligas laminadas com 85% de redução	42
Figura 32 – DSC das ligas laminadas com 30% de redução	44
Figura 33 – Comportamento superelastico em diferentes temperaturas das amostras não laminadas: (a) 0,1%; (b) 0,2%, e (c) 0,3% wCr	46
Figura 34 – Comportamento superelastico em diferentes temperaturas das ligas laminadas com 30% de redução: (a) 0,1; (b) 0,2 e (c) 0,3% wCr	48
Figura 35 – Comportamento superelastico em diferentes temperaturas das ligas laminadas com 85% de redução: (a) 0,1; (b) 0,2 e (c) 0,3% wCr	50
Figura 36 – Comportamento das tensões de críticas das ligas com: (a) 0,1; (b) 0,2 e (c) 0,3% wCr	52
Figura 37 – Comportamento das deformações residuais das ligas com: (a) 0,1; (b) 0,2 e (c) 0,3% wCr	54
Figura 38 – Comportamento da superelasticidade das ligas com: (a) 0,1; (b) 0,2 e (c) 0,3% wCr	56

Figura 39 – Ensaio de tração das ligas sem laminação.....	58
Figura 40 – Ensaio de tração das ligas laminadas com 30% de redução.....	59
Figura 41 – Ensaio de tração das ligas laminadas com 85% de redução	60

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Valores médios de temperaturas e deformações residuais com respectivos desvios padrões.....	14
Tabela 2 – Dimensões do corpo de prova, em mm, sugeridos pela norma ABNT NBR-6152/92(MB-4) e as adotadas neste trabalho.	31
Tabela 3 – Temperaturas de transformação das ligas sem laminação.....	42
Tabela 4 – Temperaturas de transformação das ligas laminadas com 85% de redução.....	43
Tabela 5 – Temperaturas de transformação das ligas laminadas com 30% de redução.....	44

LISTAS DE SÍMBOLOS

°C – Grau Celsius;

°C/mim – taxa grau Celsius por minuto;

DO3 – Fase;

2θ – Posição angular;

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas;

A_F – Fim da Transformação da Austenita;

A_S – Início da Transformação da Austenita;

DRX – Difração de raios-X;

DSC – Diferencial Scanner Calorimeter (Calorimetria Diferencial de Varredura);

EMF – Efeito Memória de Forma;

EMFS – Efeito Memória de Forma Simples;

g – Massa em grama;

h – Tempo em hora;

LMF – Ligas com Memória de Forma;

LRT – Limite de resistência à tração;

M_F – Fim da Transformação da Martensita;

mm – Unidade milimétrica;

MPa – Mega Pascal;

M_S – Início da Transformação da Martensita;

NBR – Norma Brasileira Regulamentador

OWSME – One Way Shape Memory Effect

PSPP – Skull push pull;

SE – Superelasticidade;

SIM – Transformação martensítica induzida por tensão;

SMA – Shape Memory Alloy;

TM – Transformações Martensíticas;

TT – Temperaturas de Transformação;

β – Fase cristalina;

μm –Microméto;

σ_{A_F} –Tensão crítica final de transformação austenítica;

σ_{A_S} – Tensão crítica de início de transformação austenítica;

σ_c – Tensão Crítica;

σ_{M_F} – Tensão crítica final de transformação martensítica;

σ_{M_S} – Tensão crítica de início de transformação martensítica;

σ_r – Tensão de Ruptura;

CAPITULO I

1.1. INTRODUÇÃO

O sistema Cu-Al-Be pertence ao grupo de ligas inteligentes também conhecidas como Ligas com Memória de Forma (LMF) ou Shape Memory Alloys (SMA). Estas possuem a característica que, mesmo após serem submetidas a grandes deformações pseudoplásticas, demonstram a habilidade de retornar a sua geometria inicial quando submetidos a uma variação térmica e/ou aplicação através de um campo de tensão. Esta capacidade de recuperar sua geometria original está relacionada com a transformação de fase chamada Transformação Martensítica (TM) que ocorre em materiais no estado sólido e sem difusão atômica (OTSUKA *et al.*,1976).

Estas ligas não convencionais, sejam elas mono ou policristalinas, vem sendo muito estudadas pelas suas excelentes propriedades termomecânicas como o efeito memória de forma (EMF) e a superelasticidade (SE), associadas à alta capacidade de amortecimento, resistência a corrosão e fadiga (CISMASIU, 2010), como também um menor custo de processamento do que as SMAs do sistema Ni-Ti, tornando-as atraentes para aplicações tecnológicas (OLIVEIRA, D.F., *et al.* 2017; NARASIMHA & MURIGENDRAPPA, 2018; OLIVEIRA, J.P., *et al.* 2018,). Além disso as ligas Cu-Al-Be podem ser usada em baixas temperaturas, o que é bastante satisfatória, visto que, é necessária apenas a introdução de 0,1% de berílio (Be) em peso, para reduzir a temperatura de transformação de fase desta liga em aproximadamente 100°C (LANZINI *et al.*, 2008) e quando submetidas a altas temperaturas, estas possuem a fase β ou austenítica como fase estável, porém, pode-se conseguir a estabilização da fase β , à temperatura ambiente, por meio de resfriamento rápido ou têmpera (MONTECINOS; CUNIBERTIA; SEPÚLVEDA, 2008).

Afora estas propriedades, são capazes de funcionar a uma resposta controlada em uma mudança de temperatura no ambiente ou nas condições de operação, sendo assim, excelentes candidatos para atuadores mecânicos (NARENDRANATH *et al.*, 2010). Todas estas características têm incentivado pesquisas em diversos campos da engenharia por

materiais que apresentem maiores taxas de recuperação e elevadas temperaturas de transformação (ISALGUE *et al.*, 2006).

Araya *et al.* (2008) estudaram as propriedades da liga superelástica Cu-11,8wt.%Al- 0,5wt.%Be SMA à temperatura ambiente para avaliar sua aplicação em projetos de resistência sísmica. Foram produzidos fios que foram previamente aquecidos durante diferentes períodos de tempo para estudar o efeito do tamanho do grão, temperatura, taxa de deformação na resistência e amortecimento viscoso equivalente. As ligas foram submetidas em ensaios de tração monotônica e cíclica em diferentes temperaturas (6, 20, 25 e 50°C), frequências (0,03, 0,1 e 1 Hz) e amplitudes de deformação (0,8, 1,5 e 2,2%). Segundo os autores, os testes de tração monotônicos mostraram que a tensão da transformação direta aumentou com o aumento da temperatura e que a tensão de transformação direta e tensão máxima aumentaram à medida que o tamanho do grão diminuiu. Já para os testes de tração cíclica mostrou que as ligas apresentaram comportamento superelástico, que as tensões de transformação direta diminuíram à medida que a temperatura diminuiu e à medida que a amplitude da tensão e o tamanho do grão aumentaram. A influência da frequência nos teste de carga-descarga foram insignificantes. O amortecimento equivalente aumentou para amplitudes de deformação maiores e tamanhos de grãos maiores, e diminuiu para temperaturas mais altas. Para 2,2% de deformações, o amortecimento variou entre 3 e 5%.

O processo de trabalho a quente dos lingotes de ligas SMA, previamente obtidos por fundição e posterior homogeneização, pode ser prejudicial à estabilidade composicional e propriedades termomecânicas. Isto ocorre devido à intensa oxidação e mudanças microestruturais, em decorrência das altas temperaturas necessárias para o processo, especialmente na laminação a quente (KHELFAOUI *et al.*, 2004). Vários estudos buscam sanar ou minimizar este inconveniente.

Narendranath *et al.* (2010) estudaram os efeitos de diferentes tratamentos de temperatura de envelhecimento após laminação a quente sobre o comportamento de transformação de fase martensítica e comportamento mecânico de ligas com memória de forma Ni-Ti. Seus resultados mostraram que a martensita induzida por tensão é mais estável em relação à martensita térmica devido à mudança na morfologia da acomodação variante, desde o auto-acomodação da martensita térmica até o estado orientado da martensita induzida por tensão. A superelasticidade associada à transformação martensítica

induzida por tensão aumenta com o aumento da temperatura de envelhecimento (350°C-550°C) devido ao aumento do Ti₃Ni₄ e, conseqüentemente, às distorções da rede.

Ji-Li *et al.* (2017) investigaram os efeitos da laminação e do tratamento térmico sobre a microestrutura e superelasticidade da liga com memória de forma Cu-Al-Mn. Estas ligas foram processadas via solidificação unidirecional, seguida de laminação e tratamento térmico. A liga apresentou alta trabalhabilidade e boa superelasticidade através do controle de laminação a quente. Na primeira passagem com redução de 80% a liga manteve estrutura grão colunar e uma superelasticidade de 4,5%. Após segunda passagem ocorreu a recristalização diminuindo a superelasticidade para 1,9%, necessitando de um posterior recozimento com resfriamento em água fazendo com que a superelástica chegasse a 5,9%. Já as ligas laminadas a frio, com redução em torno de 50 ~ 70%, apresentaram microestrutura de grãos colunares com duas fases ($\beta_1 + \alpha$). Devido a precipitação da fase α e que após o recozimento a alta temperatura, os grãos sofreram crescimento anormal com mais de 1 cm de diâmetro chegando a uma deformação superelástica de 7%.

Neste sentido, o presente trabalho visa determinar a influência da laminação a quente nas ligas Cu-Al-Be-Cr, e avaliar os parâmetros do processo que maximizam suas propriedades mecânicas.

1.2. OBJETIVO GERAL

Determinar a influência das taxas de redução na laminação a quente e dos percentuais de Cromo em ligas Cu-Al-Be submetidas a diversas temperaturas de ensaio a fim de contribuir para o conhecimento sobre esta liga no seu estado austenítico.

1.2.1. Objetivos Específicos

Os objetivos específicos deste trabalho é verificar o comportamento sobre:

- A morfologia formada;
- As temperaturas de transformação de fase;
- As tensões máximas, tensões críticas para início da transformação da martensita induzida por tensão, deformações residuais através dos ensaios de superelasticidade;

- As tensões críticas e de ruptura por ensaio de tração.

CAPITULO II

REVISÃO BIBLIOGRAFICA

2.1. BREVE HISTORICO

Pesquisadores no século XIX começaram a identificar microestruturas e suas influencias no comportamento mecânico das ligas ferrosas. Em 1895, OSMOND sugeriu homenagear os pioneiros da arte metalográfica com seus nomes, atribuindo as seguintes nomenclaturas às novas microestruturas descobertas: troostita, sorbita e martensita (GONZALEZ, 1993).

As primeiras informações sobre a descoberta do Efeito Memória de Forma (EMF) são da década de trinta. KURDJUAMOV et al utilizou o termo “martensita” para descrever estruturas aciculares formadas em ligas de cobre resfriadas rapidamente. Atualmente, esta terminologia é atribuída a qualquer liga que apresente transformações de fase com características das reações martensíticas idênticas as que ocorrem nos aços.

Em 1932, A. ÖLANDER & SCHIEL descobriram, um surpreendente fenômeno quando trabalhava em uma liga metálica Au-Cd que podia ser deformada em baixa temperatura e quando aquecida, retornava a sua forma original (GONZALEZ, 1993; WAYMAN & HARRISON, 1989), conhecida hoje como o comportamento pseudoelástico. A formação e desaparecimento da fase martensítica, diminuindo e aumentando com a temperatura em uma liga Cu-Zn foi primeiramente observado por Greninger & Mooradian em 1938 (CHRISTIAN, 1969).

Já os pesquisadores CHANG & READ, em 1958, descobriram o mesmo fenômeno na liga metálica de índio-titânio e mostraram a possibilidade de utilizar esse fenômeno para realizar trabalhos mecânicos. No entanto, ambas as ligas se mostraram problemáticas devido ao alto preço do ouro e do índio e a natureza tóxica do cádmio (NASCIMENTO, 2002).

No início dos anos sessenta nos Estados Unidos um grupo de pesquisadores do Naval Ordnance Laboratory – NOL, liderados por BEUHLER e WILEY, descobriram quando utilizaram conectores feitos de uma liga de Ni-Ti com efeito Memória Forma para a soldagem de tubos submetidos à alta pressão, onde observou-se que além das boas propriedades mecânicas comparáveis a outros metais de engenharia, essas ligas também apresentaram uma recuperação de forma, o que foi considerado como o ponto de partida nas pesquisas dentro do campo dos materiais com memória de forma. Esta liga recebeu o nome de Nitinol em homenagem ao Naval Ordnance Laboratory. Desde então, foram feitas muitas investigações para se elucidar os mecanismos de seu comportamento.

Hoje, o EMF continua atraindo a atenção de pesquisadores de todo o mundo pelo emprego destes materiais com o objetivo de criar meios viáveis para aplicação destes materiais em diversos setores industriais.

2.2. LIGAS COM MEMORIA DE FORMA

As ligas com memória de forma (LMF) pertencem a uma classe exclusiva de materiais metálicos multifuncionais que, mesmo após sofrer deformações plásticas, demonstram a habilidade de retornar a sua geometria previamente definida quando submetidos a um processo termomecânico apropriado. Este comportamento está associado a existência da transformação de fase reversível entre as fases austenita e martensita. Estas ligas apresentam duas propriedades únicas:

- Efeito de Memória de Forma (EMF);
- A superelasticidade (SE).

O primeiro está associado a uma transformação de fase induzida termicamente e refere-se à capacidade que a liga apresenta de recuperar sua forma ou dimensão previamente definida quando submetidos a um ciclo termomecânico seguido de aquecimento. Ou seja, quando deformados a uma temperatura relativamente baixa (abaixo de sua temperatura crítica, M_F) e quando aquecidos (acima de sua temperatura crítica, A_F) retornam a geometria inicial. Esta propriedade também é conhecida como Efeito Memória de Forma Simples (EMFS), ou de único sentido, do inglês One Way Shape Memory Effect (OWSME). Já a superelasticidade, é uma transformação de fase induzida por tensão onde deformação e recuperação é obtida durante a carga e descarga, respectivamente, em temperaturas acima de A_F (FUNAKUBO, 1987).

As ligas a base de Cu com EMF, podem apresentar temperaturas de transformação mais elevadas do que as ligas Ti-Ni, bem como uma menor histerese. Por apresentarem um baixo custo e boas propriedades mecânicas as liga Cu-Al-Be estão sendo muito estudadas, onde o berílio em sua composição diminui fortemente as temperaturas de transformação enquanto se mantém uma boa estabilidade térmica em contrapartida ao sobreaquecimento, apresentando uma baixa histerese térmica. Um dos principais inconvenientes técnicos de ligas a base de Cu, em particular de Cu-Al-Be, é a estabilização da martensita durante os tratamentos térmicos necessários ou mesmo durante processos de ciclagem. (IÑAKI *et al*, 2013).

2.3. TRANSFORMAÇÕES MARTENSÍTICAS EM LMF

Transformação martensítica é o nome dado a um tipo de mudança de fase que ocorre no estado sólido por nucleação e crescimento, sem difusão. A fase martensita foi primeiramente observada e identificada nos aços quando estes, eram aquecidos a altas temperaturas situados no campo de fase da austenita de estrutura CFC seguidos por resfriamento rápido em água (Têmpera). Após processo metalográfico constataram via microscópio óptico uma mudança para uma estrutura tetragonal de microestrutura fina cuja morfologia apresentava-se em forma de agulhas (ou placas), a qual foi pela primeira vez denominada “martensite” em homenagem ao metalurgista Alemão Adolf Martens (PETTY, 1970; NISHIYAMA, 1978 e FUNAKUBO, 1987),

As TM são formadas por um movimento cooperativo entre os átomos proveniente de um cisalhamento de planos específicos da matriz, não havendo mudança de composição química nem transporte de matéria devido ao movimento entre os átomos ser consideravelmente pequeno, quando comparado a distâncias interatômicas, ocorre um rearranjo da estrutura cristalina, que pode ser induzido por temperatura ou por tensão, sendo possível observar uma mudança estrutural macroscópica (OTSUKA & WAYMAN, 1998; RODRIGUES, M.C.M, 2016).

Nas ligas com memória de forma possuem duas fases com estrutura cristalinas e propriedades diferentes, nomeadas de austenita (A) que possui uma estrutura cristalina de alta simetria na forma cúbica presentes a temperaturas altas e martensita (M) com estruturas do tipo tetragonal, romboédrica, ortorrômbica, monoclínica ou triclínica, dependendo da liga (SAIGAL & FONTE, 2011) a baixa temperatura.

A martensita presente nas ligas EMF possui uma resistência mecânica inferior a fase matriz que lhe deu origem, esta apresenta uma fase mais ductil do que a austenita, ao contrário nos aços, em que a martensita é uma fase de maior dureza e resistência mecânica, obtida através do resfriamento rápido a partir da temperatura de austenização (CALLISTER, 2010).

As transformações martensíticas são classificadas em: irreversíveis também chamadas de não termoelásticas e reversíveis ou termoelásticas (VELOSO, 2007). A diferença entre elas situa-se ao nível dos mecanismos de crescimento da martensita.

A transformação martensítica irreversível acontece comumente nas ligas ferrosas ou aços e caracteriza-se pelo não crescimento dos cristais da fase martensítica até um certo ponto, então, é bloqueada, mesmo que o resfriamento tenha prosseguido. Este bloqueio está associado a uma imobilização da interface. A transformação inversa não se produz por movimento de reversão da interface, mas sim por nucleação de austenita no seio das placas de martensitas. Assim, a fase matriz não irá necessariamente reassumir a sua orientação inicial (SILVA JÚNIOR, 2010).

Já na TM termoelástica, os cristais de nucleados de martensita, crescem com a velocidade proporcional a taxa de resfriamento. Com a interrupção do resfriamento, a transformação e o crescimento das plaquetas terminam; com o retorno do resfriamento, o crescimento da martensita é retomado. Durante o aquecimento, a transformação inversa ocorre por reversão das interfaces, sendo a fase matriz totalmente reconstituída.

Segundo Lagoudas (2008), cada plaqueta ou cristal de martensita formado pode ter diferentes orientações, chamadas de variante. Onde cada conjunto de variantes martensíticas pode existir em duas formas: martensita deformável, que é formado por uma combinação de variantes martensíticas "auto acomodadas" as quais ocorrem por indução térmica e a martensita não deformada ou reorientada, em que uma variante específica dominante ocorre por indução de uma tensão.

Na figura 1 temos a representação da mudança estrutura cristalina por indução de térmica. Considerando uma liga com memória de forma sem aplicação de carga e no estado completamente austenítico em uma temperatura indicada por A_F (Figura 1a). Nestas condições a amostra é submetida a um resfriamento, onde se inicia a transformação de fase da austenita para as primeiras martensitas a uma temperatura denominada M_S (Figura 1b). Com a continuação do resfriamento a martensita aumenta, chegando em sua totalidade a temperatura M_F . Neste estágio, a transformação é completa. Similarmente, quando o

material é aquecido, inicia-se o processo de transformação reversa da fase martensítica para a austenítica inicial na temperatura denominada por A_S (Figura 1d), até que toda a fase austenítica final seja formada A_F (Figura 1e).

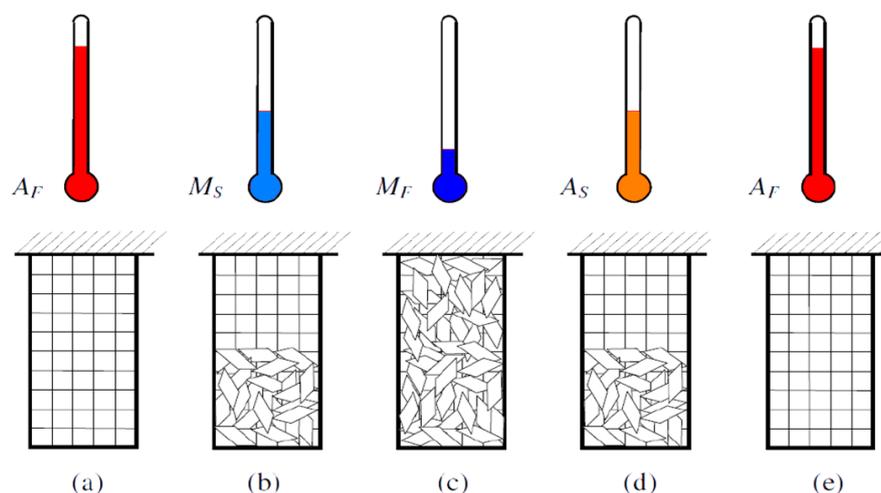


Figura 1 - Transformação da estrutura cristalina sob variação de temperatura (AQUINO, 2011) - Modificado.

Na figura 2 temos a representação da mudança de estrutura por carregamento mecânico. Suponha que um material se encontra na fase martensita maclada ou na temperatura M_F (Figura 2a) e uma carga mecânica for aplicada, ocorrerá o início de uma reorientação da fase martensita através de um certo número de variantes, resultando em uma mudança de forma macroscópica do material (Figura 2b) até sua totalidade, após a retirada da carga aplicada (Figura. 2c) uma deformação permanece. Quando um aquecimento é aplicado a uma temperatura superior ao A_F resultara na transformação reversa de fase martensita-austenita (Figura. 2e) levando o material a sua forma original. Reduzindo sua temperatura abaixo do M_F levará o material a formar a martensita sem mudança de forma observada. Este comportamento também é chamado de efeito memória de forma simples.

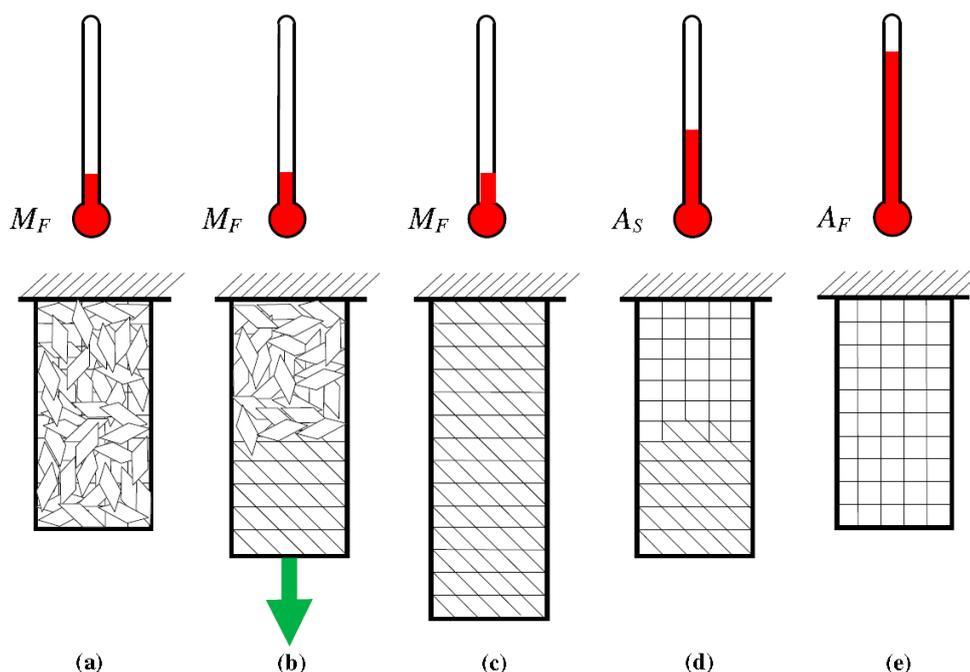


Figura 2 - Transformação da estrutura cristalina sob carregamento mecânico (AQUINO, 2011) - Modificado.

2.4. SUPERELASTICIDADE

A superelasticidade já mencionado anteriormente, é a habilidade que uma LMF tem de recuperar grandes níveis de deformação apenas com a retirada da carga aplicada. Também conhecido como efeito pseudoelástico, esse fenômeno é diretamente associado a transformação martensítica induzida por tensão e ocorre exclusivamente quando a LMF encontra-se acima de sua temperatura crítica final de transformação austenítica (A_F) (OLIVEIRA, H.M.R., 2014).

Na figura 3 temos a sua representação em uma amostra que se encontra no estado austenítico, livre de tensões, ou seja, não apresenta deformação. Quando submetida a um carregamento mecânico nesta fase inicia sua deformação elástica até atingir um nível de tensão mecânica crítico, conhecido como tensão crítica de início de transformação martensítica (σ_{M_S}), onde o patamar superelástico se origina. Após atingir esse patamar a transformação martensítica se completará ao alcançar a tensão crítica final de transformação martensítica (σ_{M_F}), característico da liga. Quando o carregamento é removido, inicia-se a transformação reversa ao atingir a tensão crítica de início de transformação austenítica (σ_{A_S}) finalizando o processo até atingir sua tensão crítica final de transformação austenítica (σ_{A_F}) (OLIVEIRA, H.M.R., 2014). Existe um limite à

recuperação dessas deformações representado pelo limite elástico da fase produto obtida após a transformação, a partir de onde o material passa a se comportar plasticamente e a deformação não mais pode ser recuperada. (PAIVA; SAVI; PACHECO, 2003).

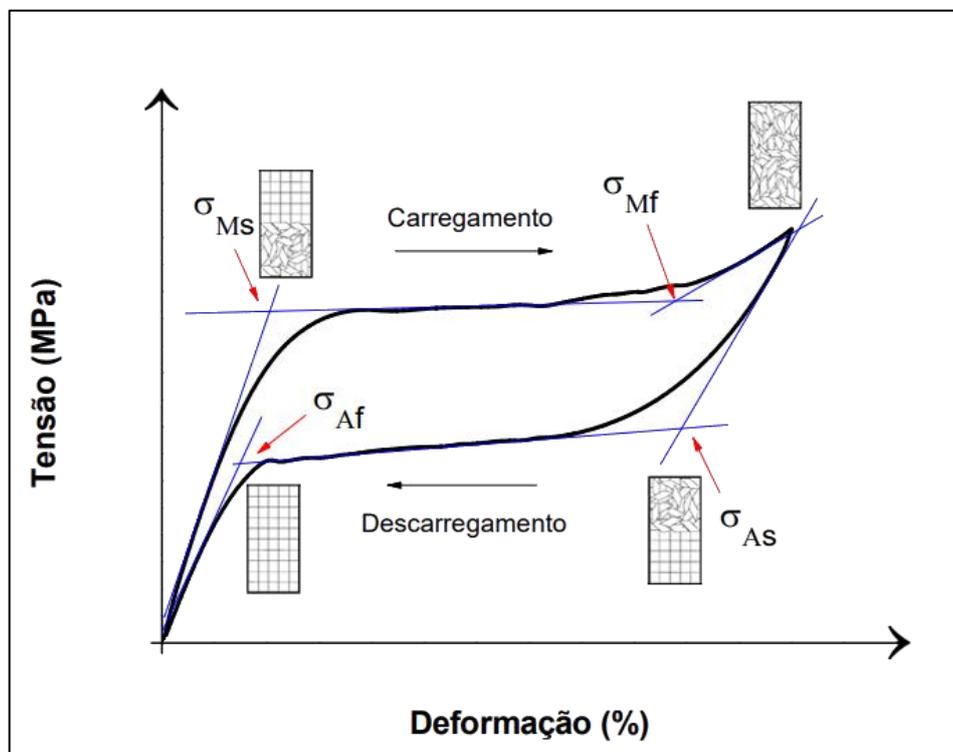


Figura 3 – Comportamento tensão-deformação de uma LMF superelástica (OLIVEIRA, H.M.R., 2014) – Modificado.

Segundo Oliveira, H.M.R. (2014) durante o descarregamento a tensão de início de reversão da fase martensita-austenita é menor do que a tensão necessária para gerar-la, dando origem a uma histerese de tensão mecânica. Fisicamente, essa histerese representa a diferença da energia recebida pelo material para sofrer a deformação, pela energia devolvida ao sistema. Ou seja, o material tem a capacidade de dissipar uma parcela da energia utilizada para realizar o ciclo superelástico. Portanto, quanto maior a histerese apresentada, maior será a energia dissipada para cada ciclo.

As Ligas Cu-Al-Be apresentam o efeito de superelasticidade, um forte efeito de amortecimento, alta resistência mecânica, resistência à corrosão, como também sua adequação para ser usada em baixas temperaturas, o que é bastante satisfatória, visto que, é necessária apenas a introdução de apenas 0,1% de berílio (Be) em peso, para reduzir a

temperatura de transformação de fase desta liga em aproximadamente 100 °C. (LANZINI *et al*, 2008).

Montecinos, Moroni, Sepúlveda, (2006) investigaram os efeitos superelásticos em duas ligas Cu-Al-Be com composições diferentes, onde a composição nominal diferiu em 1% para o Al e 0,1% para o Be. Verificou-se que ambas as ligas apresentaram uma microestrutura austenítica e superelásticidade. Já as temperaturas de transformação de fase diferiram entre si, além das respectivas histereses (quando comparadas as amostras de diferentes composições). Essas diferenças nas propriedades citadas podem ter ocorrido em virtude das diferenças nas composições entre as ligas. Os autores observaram que todas as amostras apresentaram comportamento superelástico a temperatura ambiente, atingido uma deformação de 2,3%.

Na figura 4 e 5 mostra a curva de tensão – deformação para ensaios em corpos de prova onde a deformação máxima obtida foi de 1,97% e composição Cu-11,8% Al -0,5% Be.

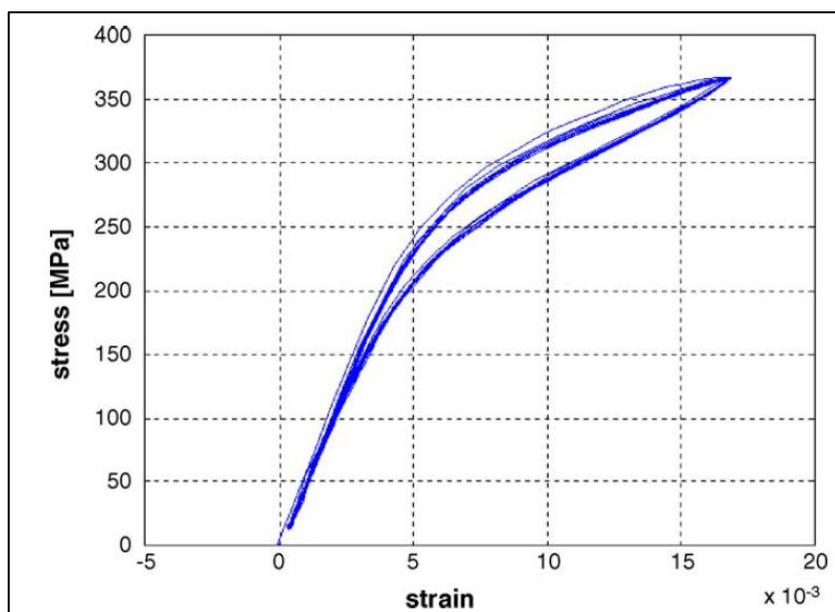


Figura 4 – Gráfico mostrando os níveis de tensões obtidos em ensaio de tração numa barra Cu-11,8%Al-0,5%Be, (MONTECINOS; MORONI; SEPÚLVEDA, 2006).

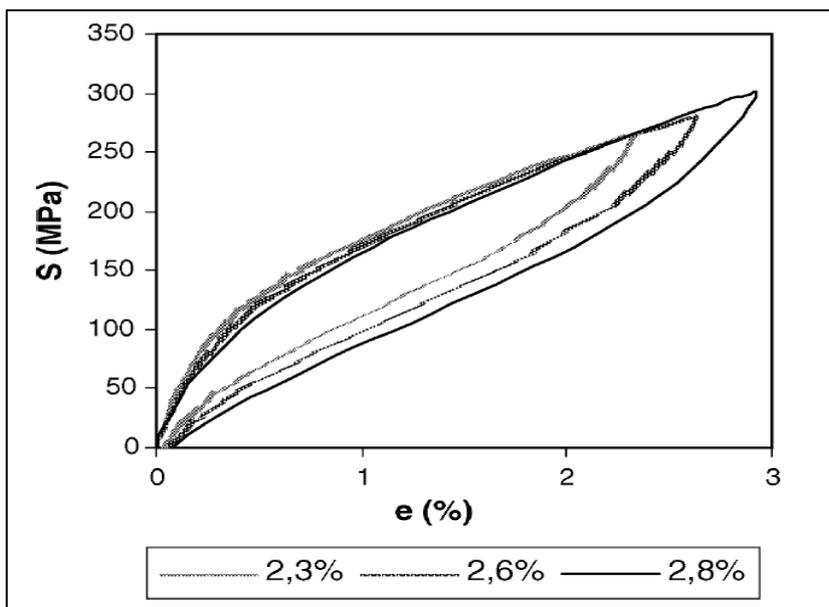


Figura 5 – Curvas de Tensão/Deformação para o teste cíclico de tração do tipo com aumento de tensão para uma barra Cu-11,8% Al-0,5% Be, (MONTECINOS; MORONI, SEPÚLVEDA, 2006).

França (2009) realizou estudos relativo à transformação martensítica induzida por tensão em ligas Cu-Al-Be, após a fusão as ligas foram laminadas a quente á 850°C até a espessura de 1,0mm. O comportamento superelástico da liga foi investigado através de ensaios mecânicos cíclicos, a temperatura ambiente e a 57°C aplicando-se níveis de deformações de 1 a 4,0%. Com isso foi possível observar, que na temperatura ambiente, deformações da ordem de 1,0% (Figura 6) são totalmente recuperáveis e que a partir de 2% (Figura 7) ocorre o aparecimento de uma deformação residual média de 0,035% que se propaga a 0,257% submetida a 4% de deformação (Figura 8) e que a variação da temperatura não provocou nenhuma diferença significativa na deformação residual para esses níveis de deformações aplicadas.

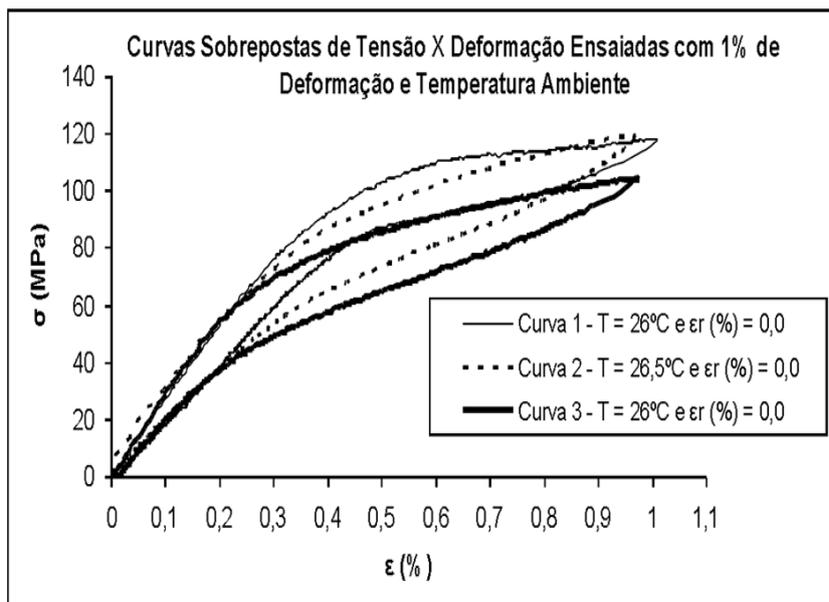


Figura 6 – Curvas Tensão/Deformação para diferentes corpos de prova ensaiados com deformação de 1% a temperatura ambiente, (FRANÇA, 2009).

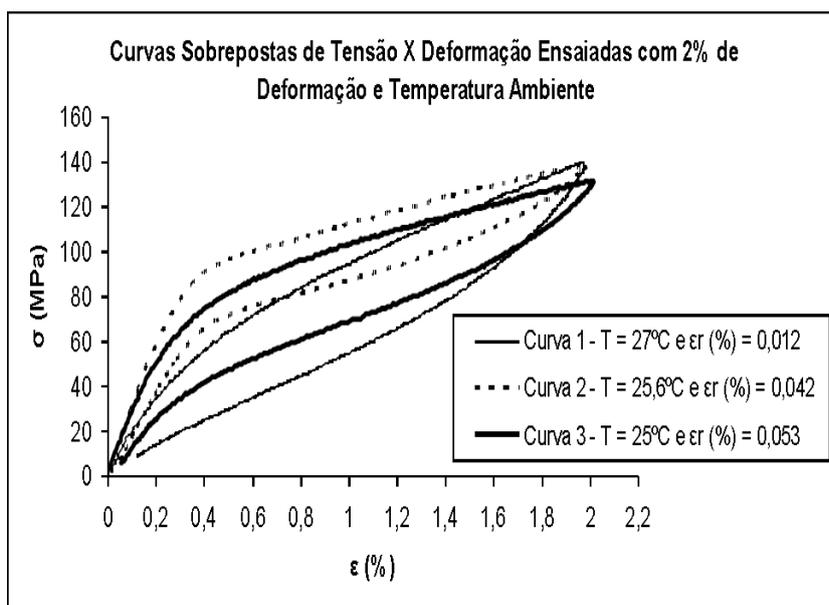


Figura 7 – Curvas Tensão/Deformação para diferentes corpos de prova ensaiados com deformação de 2% a temperatura ambiente, (FRANÇA, 2009).

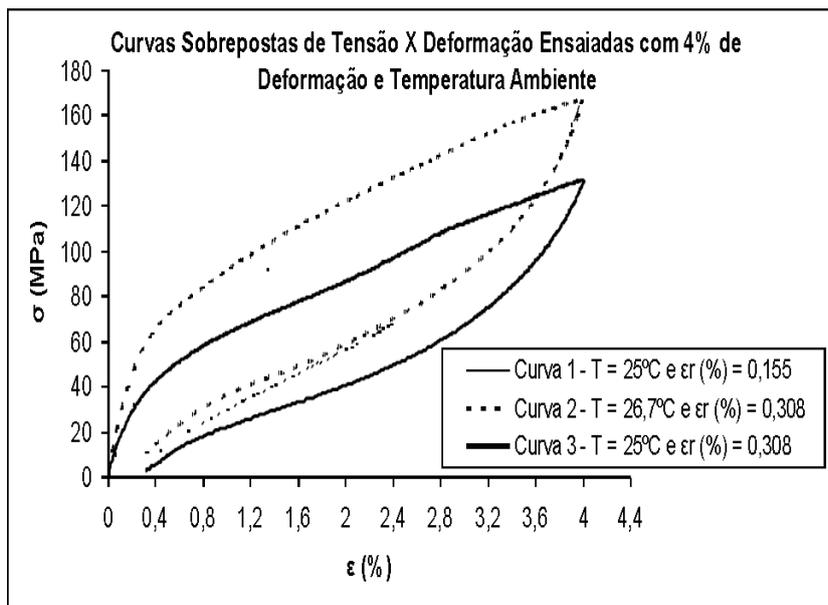


Figura 8 – Curvas Tensão/Deformação para diferentes corpos de prova ensaiados com deformação de 4% a temperatura ambiente, (FRANÇA, 2009).

Tabela 1 – Valores médios de temperatura e deformações residuais e respectivos desvios padrões, (FRANÇA, 2009).

Deformação Aplicada (ϵ_a)	Média de ϵ_r (%)		Desvio Padrão de ϵ_r (%)	
	$T_{\text{média}}=26,16^\circ\text{C}$	$T=57^\circ\text{C}$	$T_{\text{média}}=26,16^\circ\text{C}$	$T=57^\circ\text{C}$
1%	0,0	0,023	0,0	0,008
2%	0,035	0,045	0,021	0,024
3%	0,124	0,122	0,023	0,019
4%	0,257	0,205	0,088	0,132

2.5. EFEITO DA ADIÇÃO DE REFINADORES DE GRÃO EM LMF

O desempenho de um material está diretamente ligado à sua microestrutura, cada grão de uma estrutura cristalina cresce a partir de um único núcleo, logo o tamanho final do grão é determinado pelo número de núcleos estáveis presentes no líquido durante a solidificação, portanto quanto maior o número de núcleos mais grãos serão formados, resultando em um menor tamanho de grão, ou seja, o refino de grão (GRUZLESKI, CLOSSET, 1990).

Pode-se utilizar para um refino de grão o processo de solidificação rápida ou adição de inoculantes (HOSSEINI; SHABESTARI; GHOLIZADEH, 2013).

Inoculante é um elemento adicionado ao metal líquido para agir como catalizador da nucleação, estes podem ser: partículas sólidas em suspensão no líquido, paredes do molde, película de óxido na superfície do líquido (GARCIA, 2008; MÜLLER, 2002).

A adição de inoculantes, é uma prática comum, com a intenção de reduzir os efeitos provocados por grãos grosseiros e minimizar os efeitos da anisotropia elástica, ou seja, grãos grandes e com diversas orientações cristalográficas provocam a fragilização do componente mecânico, uma vez que possuem módulos de elasticidade, tensões de escoamento e ruptura com magnitudes variadas (CALLISTER, 2010).

O processo de refino traz benefícios como o aumento da fluidez do metal líquido, a melhora da dispersão de partículas de segunda fase e porosidade na estrutura, a melhora do acabamento superficial da usinabilidade e das propriedades mecânicas (MURTY; KORI; CHAKRABORTY, 2002).

De acordo com Brito (2012), ligas com efeito memória de forma policristalinas com os tamanhos de grão excessivos são geralmente frágeis e com isso tendem a possuir falhas intergranulares por conta do elevado nível de relação ordem-desordem entre as fases da liga, o que provoca um prejuízo significativo ao sistema como um todo.

Com o objetivo de reduzir estes efeitos, alguns estudos foram realizados por Oliveira, D.F. (2010); Albuquerque (2010); Cândido (2010); Brito (2012); França (2013), em ligas do sistema Cu-Al-Be onde foi possível observar que as propriedades dessa liga foram significativamente melhoradas com a adição de elementos que pudessem refinar os seus grãos. Dentre esses elementos, destacaram-se o Nb-Ni e o Cr, que em estudos distintos comprovaram sua eficácia.

Quando as ligas com EMF são submetidas à ciclos térmicos é observado à formação de pequenas discordâncias, de maneira irreversível, durante a transformação martensítica. Estas discordâncias em grandes quantidades fragilizam o material, incapacitando-o ou inviabilizando-o para a aplicação prática futura devido os riscos de segurança existentes (ZARNETTA *et al.*, 2010).

Pina *et al.*, 2006 observou a presença de precipitados e outras fases oriundas do envelhecimento ou da ciclagem térmica podendo provocar a fragilização do material e até mesmo ocasionar a perda do EMF nas ligas, fenômeno este chamado de amnésia.

2.6. TAMANHO DE GRÃO E SUPERELASTICIDADE NO COMPORTAMENTO DE UMA LIGA Cu-Al-Be

A composição química e o tamanho de grão são dois dos principais fatores que determinam as propriedades em ligas à base de cobre, um tamanho de grão grosseiro

conduzirá a um tamanho de martensita grande e assim a capacidade de memória de forma fica reduzida (SIREDEY & EBERHARDT, 2000; MONTECINOS & CUNIBERTI, 2012).

Casciati & Faravelli (2004), Torra *et al.* (2004), pesquisaram em ligas Cu-11,4%Al-0,5 %Be com EMF para aplicação em estruturas sísmicas resistentes, neste estudo o efeito do tamanho de grão conduziu para uma melhora no comportamento superelástico da liga.

Com o aumento no tamanho de grão a tensão de início da transformação martensítica (σ_s) e o regime superelástico se inclinam e as curvas de histerese de tensão diminuem. As ligas Cu-Al-Be apresentam uma tensão mais forte no início da transformação martensita do que em outras ligas com memória de forma, porém o comportamento pseudoelástico é mais fraco (KUSTOV *et al* 2004).

Quando submetidas a cargas cíclicas as ligas com EMF, podem apresentar tensões residuais cumulativas segundo citação em Saint-Sulpice *et al*, 2009. Nesta investigação (Figura 9), realizada em ligas Cu-Al-Be a temperatura ambiente, sugeriram um modelo macroscópico que leva em consideração tensões cíclicas, onde incluem também a superelasticidade e outros parâmetros. Após o primeiro ciclo de uma sequência de 25 ciclos, o material já apresentou uma tensão residual ϵ^r que cresce com o número de ciclos, a Figura 8 mostra os ensaios cíclicos de tensão-deformação para 25 ciclos.

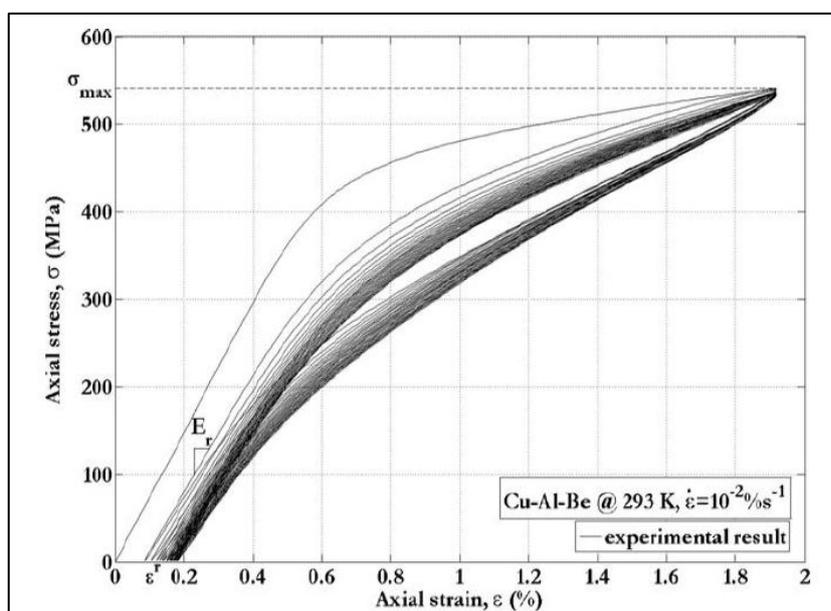


Figura 9 – Curvas de tensão x deformação para o número de ciclos de 25 (SAINT-SULPICE, *et al.* 2009).

Montecinos; Cunibertia; Sepúlveda (2008) investigou o efeito do tamanho de grão no comportamento superelástica de uma liga Cu-11,4%Al-0,5%Be com memória de forma. Neste estudo utilizaram corpos de prova cilíndricos com 3 mm de diâmetro e 10mm de comprimento. Para obtenção de tamanhos de grãos diferentes, as amostras foram recozidas à temperatura de 800°C em tempos distintos, levando o crescimento de grãos com um expoente cinético em torno de 0,5. Portanto, eles concluíram que a tensão inicial para a indução da martensita, a pseudoelasticidade e a histerese de tensão (diferença entre tensões de carregamento e descarregamento) diminui com o aumento do tamanho do grão.

Na Figura 10 exibe as curvas tensão-deformação obtida na temperatura ambiente ($T_{M_s} \approx 46^\circ\text{C}$) para as amostras com diferentes tamanhos de grãos. No carregamento, as curvas são caracterizadas por uma primeira região linear, seguida de uma suave mudança em sua inclinação, então um novo regime quase linear é alcançado à medida que prossegue a deformação. Quando a carga é retirada um ciclo de histerese é formado, e a tensão está quase totalmente recuperada levando ao comportamento Pseudo-elástico.

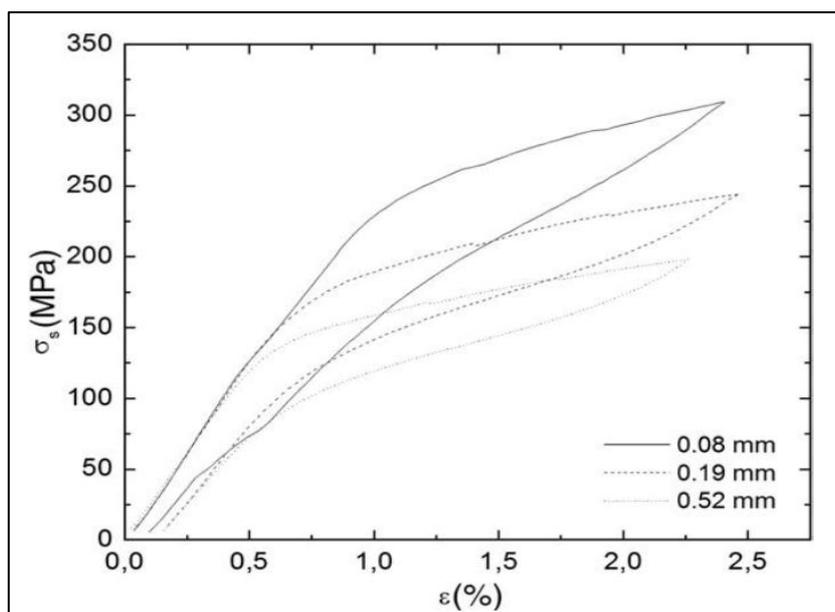


Figura 10 – Curvas tensão-deformação para amostras com diferentes tamanhos de grão: 0,08, 0,19 e 0,52 mm (MONTECINOS; CUNIBERTI; SEPÚLVEDA, 2008).

A parte linear da curva corresponde ao regime elástico da fase β enquanto o desvio linear está associado com o início da fase β para transformação martensita. Segundo estes autores o aumento do grão ocasionou uma diminuição de tensão de indução e a deformação

retida foi de aproximadamente 0,2% (MONTECINOS; CUNIBERTI; SEPÚLVEDA, 2008).

2.7. EFEITO DA TEMPERATURA NA SUPERELASTICIDADE EM LMF

As ligas com memória de forma que apresentam as propriedades de SE não são apenas fortemente dependentes da composição do material e do tratamento termomecânico, mas também às mudanças de temperatura. Esse comportamento implica em um aumento das tensões de indução diretamente proporcional ao aumento da temperatura. Ou seja, quanto maior a temperatura aplicada ao material, maior será a energia necessária para induzir a transformação de fase por tensão, com isso, maiores níveis de tensões críticas de transformação serão alcançados (OLIVEIRA, H.M.R., 2014). Esta relação de proporcionalidade entre a temperatura e as tensões de transformação de fase, que resulta em uma relação linear crescente, é prevista pela Lei de Clausius Clapeyron em LMF (OTSUKA & WAYMAN, 1998).

Rodrigues; Travassos; Araújo (2011) produziram parafusos da liga Cu-Al-Ni-Mn-Ti com memória de forma usadas na fixação de juntas flangeadas em tubulações utilizadas no transporte de óleo e gás. Suas amostras foram produzidas utilizando a técnica de fusão e conformação plasma skull push pull (PSPP), para avaliar o comportamento superelástico variando as temperaturas, partindo da temperatura de 35°C, com incrementos de 5°C, até a temperatura final de 90°C. Na figura 11 verifica-se um aumento gradativo da tensão máxima, como também da recuperação superelástica do parafuso com o aumento da temperatura de ensaio.

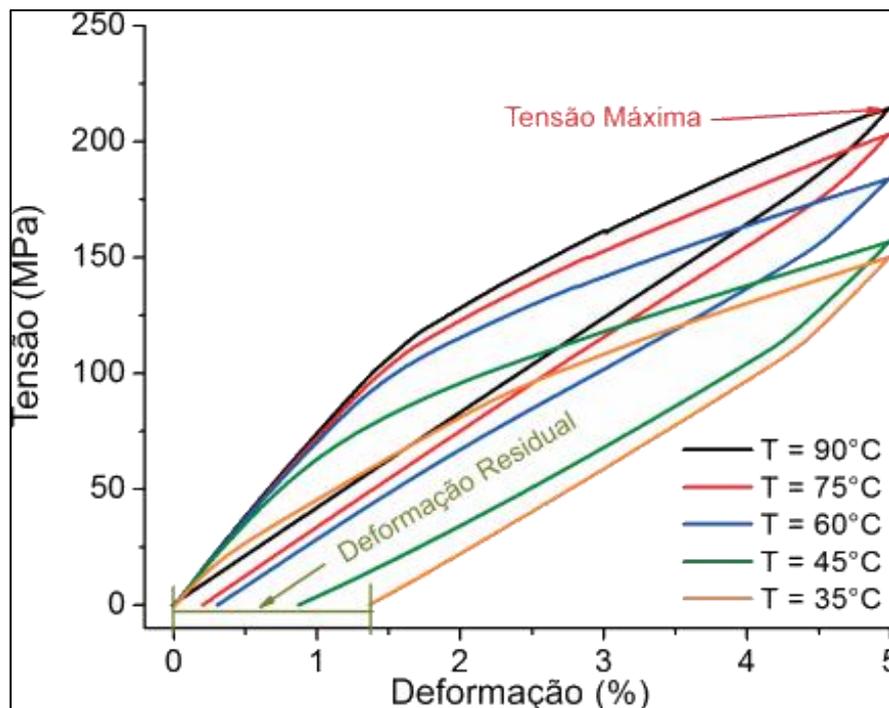


Figura 11 – Evolução das curvas tensão-deformação do parafuso superelástico com o aumento da temperatura (RODRIGUES; TRAVASSOS; ARAÚJO, 2011).

Pesquisa realizada por Oliveira, H.M.R. (2014) observou o comportamento mecânico superelástico em fios de uma liga Ni-Ti variando as temperaturas entre 30°C e 100°C (Fig. 12). Seus resultados mostraram que a tensão necessária para gerar 6% de deformação aumenta de 350 MPa (30°C), para aproximadamente 850 MPa quando o material se encontra a 100°C. Esse fenômeno ocorre devido ao fato da estrutura austenítica encontrar-se estável a altas temperaturas e para induzir a transformação martensítica é necessário a aplicação de energia mecânica ao sistema. Dessa forma, quanto maior a temperatura que o material é submetido maior será a energia mecânica (tensão aplicada) necessária para induzir essa transformação.

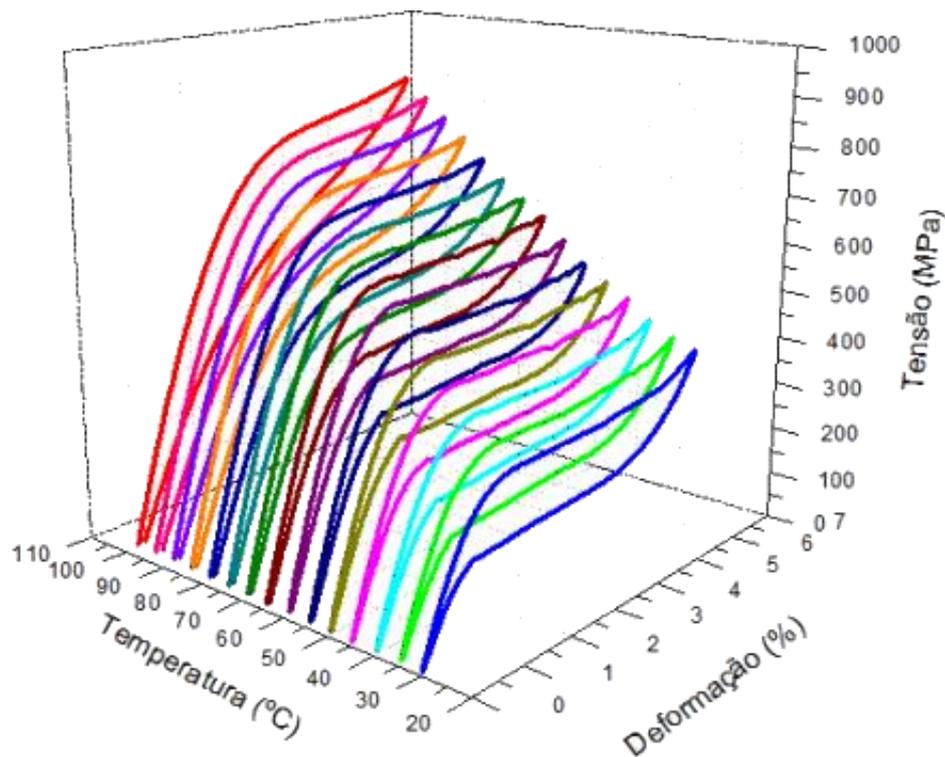


Figura 12 – Curvas tensão-deformação dos fios superelásticos de NiTi para diferentes temperaturas OLIVEIRA, H.M.R. (2014).

Ozbulut *et al.* (2007) realizaram testes de carga-descarga em fios de Cu-Al-Be submetidas a diferentes temperaturas (0, 25 e 50°C). Eles descobriram as tensões críticas de transformação de fase, o módulo de elasticidade e a rigidez aumentam com o aumento da temperatura, porém com uma diminuição no amortecimento viscoso.

Araya *et al.* (2008) em seus estudos avaliou as propriedades de uma liga Cu-Al-Be superelástica sob carga cíclica para aplicações em projeto de resistência sísmica. Foram produzidos fios de ϕ 0,5mm previamente aquecidos durante diferentes períodos de tempo, sendo testados para avaliar o efeito do tamanho de grão nas propriedades termomecânicas das ligas. Os fios foram submetidos a testes de carga/descarga estáticos e dinâmicos nas temperaturas (6, 20, 25 e 50°C).

A primeira microestrutura mostrou grãos alongados e alta reatividade com o ataque metalográfico Figura 13 (a), estes grãos alongados podem estar associados a uma severa deformação longitudinal, obtida devido ao trabalho a frio. Esta amostra foi submetida posteriormente a um tratamento térmico a 700°C, sob diversos períodos de tempo com resfriamento em água gelada e envelhecimento durante 24 horas a 100°C, conseguindo desta forma diferentes tamanhos de grãos. A Figura 13 (b→d) temos a metalografia dos

fiões aquecidos por: $t = 20\text{s}$ ($d = 63\mu\text{m}$), $t = 30\text{s}$, ($d = 98\mu\text{m}$) e $t = 180\text{s}$ ($d = 196\mu\text{m}$), respectivamente. Conforme análise da microscopia óptica feita no sentido longitudinal e transversal, destas ligas após o tratamento térmico os grãos apareceram basicamente como equiaxiais.

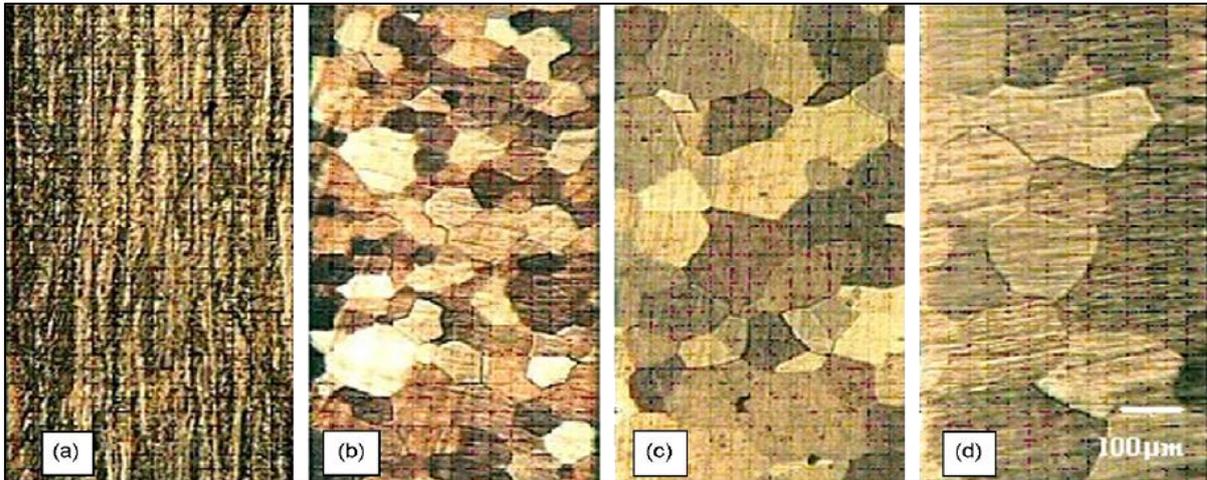


Figura 13 – Metalografia óptica longitudinal: (a) primeira amostra, (b) amostra com tratamento térmico durante $t = 20\text{ s}$, resultando em $d = 63\mu\text{m}$, (c) $t = 30\text{ s}$ e $98\mu\text{m}$ e (d) $t = 180\text{ s}$ e $196\mu\text{m}$. (ARAYA *et al*, 2008).

Na Figura 14 temos as curvas tensão x deformação em testes quase-estáticos até a fratura das amostras para três tamanhos de grão submetidos a temperaturas de 6, 20 e 50°C. Estas curvas são muito semelhantes a outros modelos de material superelásticos, (MONTECINOS; MORONI; SEPÚLVEDA, 2006) (a) a primeira corresponde a região linear da deformação elástica da austenítica, (b) em seguida, uma segunda região, correspondente ao comportamento superelástico, apresentando uma degradação de rigidez seguida por uma relação linear tensão deformação e (c) uma outra linear, com uma inclinação um pouco mais elevada do que a região superelástica anterior, até o ponto de fratura.

Com estes resultados, os autores observaram que com o aumento da temperatura e diminuição do tamanho de grão houve aumento na pós-tensão de transformação, tensão máxima e a máxima deformação.

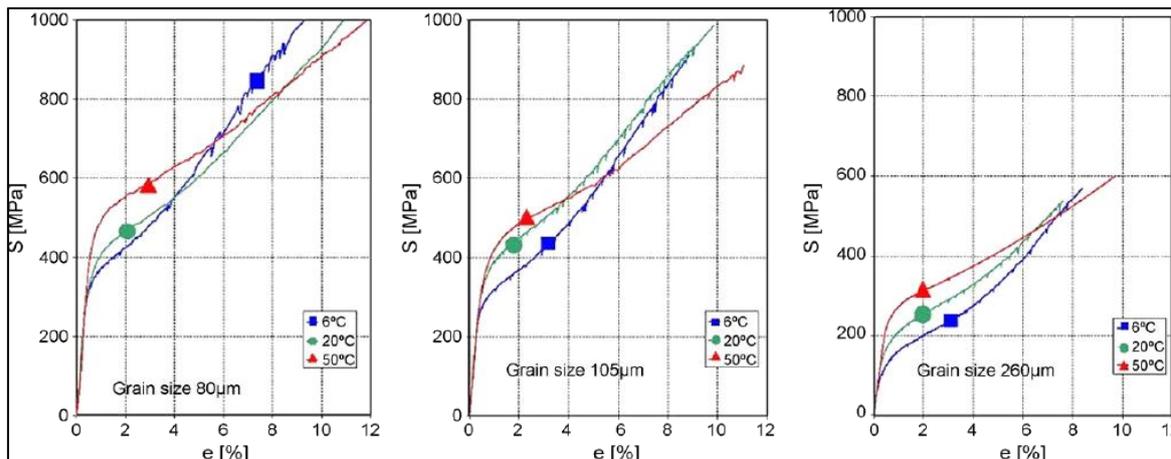


Figura 14 – Curvas Tensão/Deformação em testes quase estáticos em diferentes temperaturas para os tamanhos de grão de 80, 105 e 260μm (ARAYA *et al.*, 2008).

A figura 15 mostra as curvas tensão/deformação em testes cíclicos, para diferentes tamanhos de grão e temperaturas, para cada amostra foram impostas séries de 20 ciclos. Os autores averiguaram que as amostras apresentaram comportamento superelástico, as tensões de transformação diminuíram à medida que a temperatura diminuiu, enquanto que a amplitude da deformação e o tamanho de grão aumentaram. Além do amortecimento equivalente apresentar um aumento para maiores amplitudes de deformação e tamanhos de grão maiores estes diminuírem para temperaturas mais elevadas.

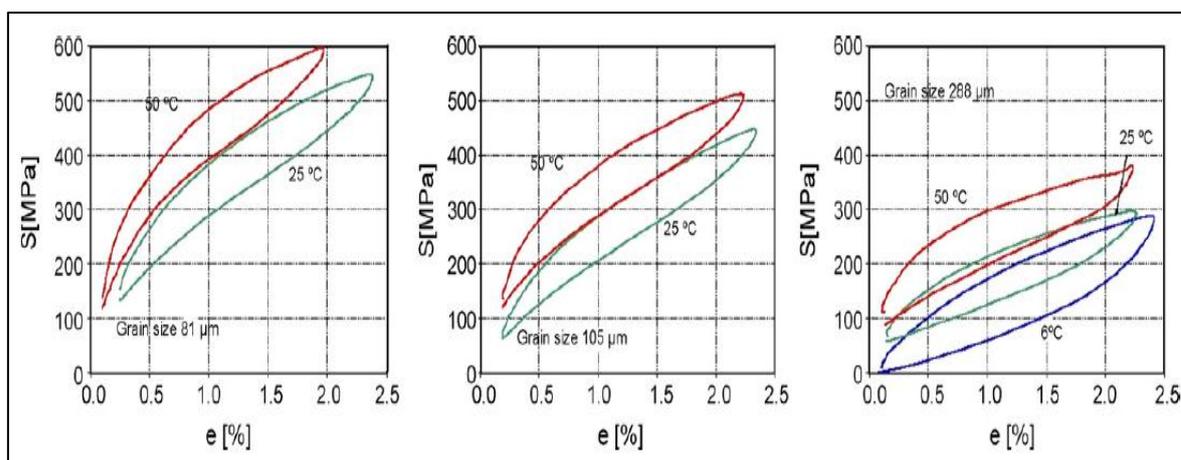


Figura 15 – Curvas Tensão/Deformação em testes cíclicos submetidas a temperaturas de 6, 25 e 50°C para cada tamanho de grão: 81, 105 e 288μm ARAYA, *et al.* (2008).

Oliveira, D.F. *et al.* (2017), estudaram o efeito da variação das temperaturas nos ensaios de carga e descarga nas ligas Cu-Al-Be-Nb e constataram uma forte influência

destas temperaturas nas propriedades termomecânicas da liga, como pode ser verificado nas Figuras 16 e 17.

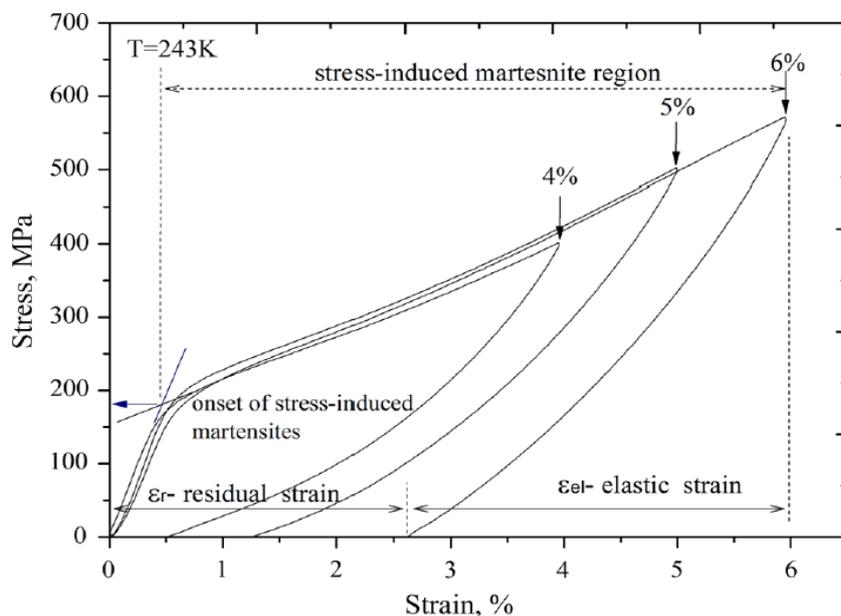


Figura 16 - Curvas de Tensão/Deformação para a liga Cu-11.8Al-0.6Be realizada a 243°K com uma taxa de deformação de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ (OLIVEIRA, D.F. *et al.*, 2017).

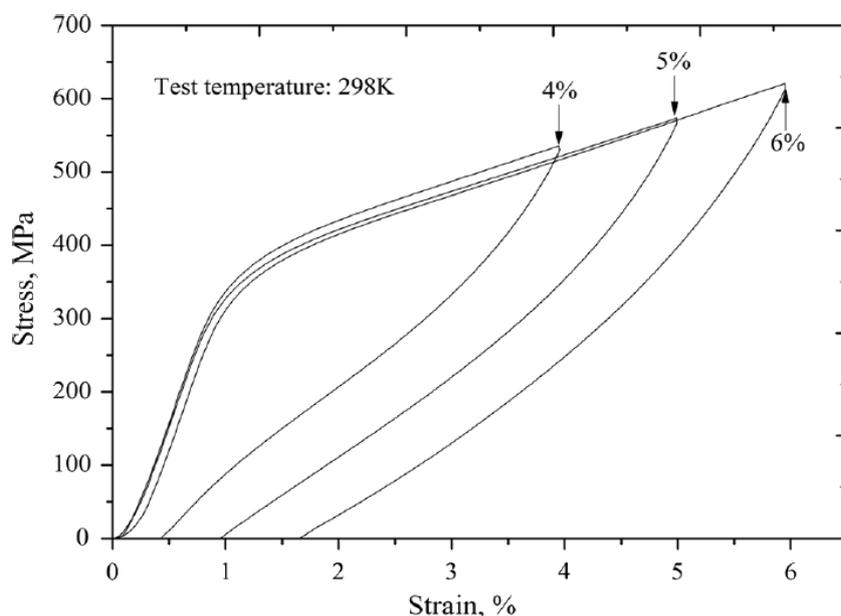


Figura 17 - Curvas de Tensão/Deformação para liga Cu-11.8Al-0.6Be testado a 298°K com taxa de deformação de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ (OLIVEIRA, D.F. *et al.*, 2017).

Os resultados mostraram que a tensão crítica para início da transformação martensítica aumenta com o aumento da temperatura, onde a tensão necessária para induzir a fase martensítica é de 190 MPa para a amostra submetida à 243°K (-30°C) e de 380 MPa para a

amostra a 298°K (25°C). Os autores também verificaram que a deformação residual aumenta com a redução da temperatura, ou seja, quanto mais próxima a temperatura de ensaio for da temperatura do M_S da liga maior será a deformação residual.

2.8. EFEITO DA LAMINAÇÃO EM LMF

Pesquisa realizada por Bala Narasimha & Murigendrappa (2018) sobre a influência do gadolínio (Gd) em ligas Cu-Al-Be antes e após a laminação. Seus resultados mostraram que Gd atua como refinador de grãos eficaz para melhorar as propriedades mecânicas nas ligas Cu-Al-Be em torno de 463,45 para 81,80 μm uma redução correspondente a 82,34%. As temperaturas de transformação de fase M_F aumentam até 0,13% wGd, enquanto as temp. do M_S diminuem até 0,08% wGd e depois aumentam. Após a laminação tanto as temperaturas de transformação de M_S e M_F diminuem até 0,08% wGd e depois aumentam. Após a laminação a resistência à tração aumentou de 398,93 para 581,42 MPa com melhoria na ductilidade de 10,05% para 23,72% a 0,08% wGd. A taxa de recuperação diminuem de 97% para 65% com o aumento do gadolínio devido a sua insolubilidade na matriz e pela formação de precipitados e intermetálicos, que impedem a mobilidade de variantes de martensita.

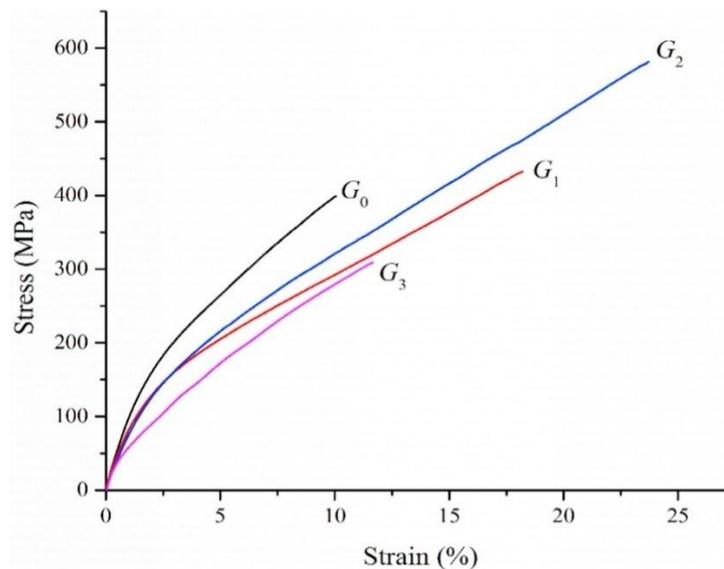


Figura 18 - Curvas de Tensão/Deformação após a laminação nas ligas: G0(sem Gd), G1(0,04% wGd), G2 (0,08% wGd) e G3(0,13% wGd), (NARASIMHA & MURIGENDRAPP, 2018).

Pesquisa realizada por Ji-Li *et al.* (2017) investigou os efeitos da laminação e do tratamento térmico sobre a microestrutura e superelasticidade da liga com memória de forma Cu-Al-Mn, através da técnica de solidificação unidirecional, seguida de laminação na direção de solidificação dos grãos colunares e tratamento térmico. A liga apresentou boa trabalhabilidade e boa superelasticidade através do controle da laminação a quente.

Na Figura 19a indicam que as amostras fundidas compostas de grãos colunares exibiram superelásticidade maior que 10%. Após a primeira passagem a 800°C com taxa de redução de 80%, não houve recristalização, ou seja, a estrutura de grão colunar permaneceu após a laminação (Fig. 19b), porém a superelasticidade diminuiu para 4,5%. No entanto, na segunda passagem ocorreu a recristalização (Fig.19c). A estrutura mudou de grãos colunares para grãos equiaxiais apresentando uma diminuição acentuada da superelasticidade para 1,9% devido à recristalização e ao aumento das bandas de deformação. Para evitar o efeito de bandas de deformação foi necessário fazer um recozimento a 800°C/1min com resfriamento em água fazendo com que a microestrutura da amostra fosse transferida para uma microestrutura regularmente equiaxial (Fig. 19d).

O teste de carga-descarga indicou que sua tensão superelástica atingiu 5,9%, embora tenha sofrido recristalização. Essa mesma liga, laminada a frio à temperatura ambiente, apresentou taxa de redução em torno de 50 ~ 70%, mantendo microestrutura de grãos colunares com duas fases ($\beta_1 + \alpha$). Devido a precipitação da fase α e da alta temperatura do recozimento, os grãos podem sofrer crescimento anormal, com diâmetros que podem variar desde centenas μm a mais de 1 cm de diâmetro. A taxa anormal de crescimento de grãos é maior que a da liga policristalina comum, e sua deformação superelástica pode chegar a cerca de 7%.

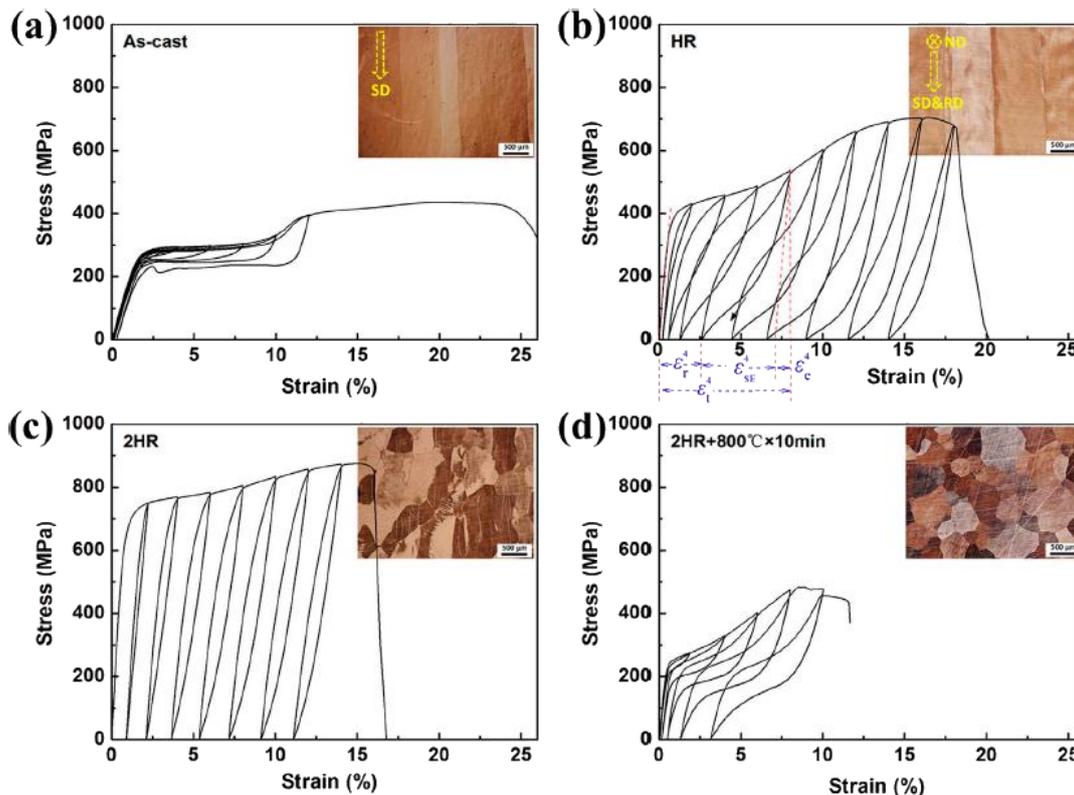


Figura 19 – Curvas de Tensão/Deformação cíclica e micrografias antes e depois de laminação a quente: (a) fundida; (b) HR; (c) 2HR; (d) 2HR+800°C/10min (JI-LI *et al*, 2017).

Mohammad Sharifi & Kermanpur (2018) estudaram os efeitos da laminação a frio e do recozimento na microestrutura e no comportamento superelástico da liga com memória de forma Ni-Ti. As amostras foram produzidas por indução a vácuo, os lingotes foram homogeneizados a 900°C/4h num forno a vácuo seguido de têmpera em água fria. Após homogeneização, os lingotes foram laminados a quente a 900°C até a espessura de 2,5 mm e depois recozidos a 900°C/1h seguido de têmpera com água, depois laminados a frio entre 20 a 70% de redução a temperatura ambiente seguido de o recozimento pós-deformação foi realizado a 400°C durante 1h sob vácuo. A microestrutura homogeneizada era composta por grãos grosseiros com tamanho médio de 50 μm . A laminação com redução de 70% apresentou menor tamanho de grão em comparação com a amostra com 40% de redução.

Nos resultados dos ensaios de carga-descarga é perceptível o aumento da região do platô correspondente à transformação martensítica induzida por tensão (SIM) quando se aumenta a taxa de redução durante a laminação a frio (Figura 20). A amostra com 70% de redução, apresentou o maior valor do SIM em torno de 610 MPa e 12% de deformação recuperável em relação a liga Ni-Ti de granulação grossa. Esta melhoria no

comportamento superelástico da liga de Ni-Ti pode ser atribuída ao aumento do estresse de escorregamento causado por deslocamento crítico como resultado da redução do tamanho de grão e da formação da estrutura nanocristalina.

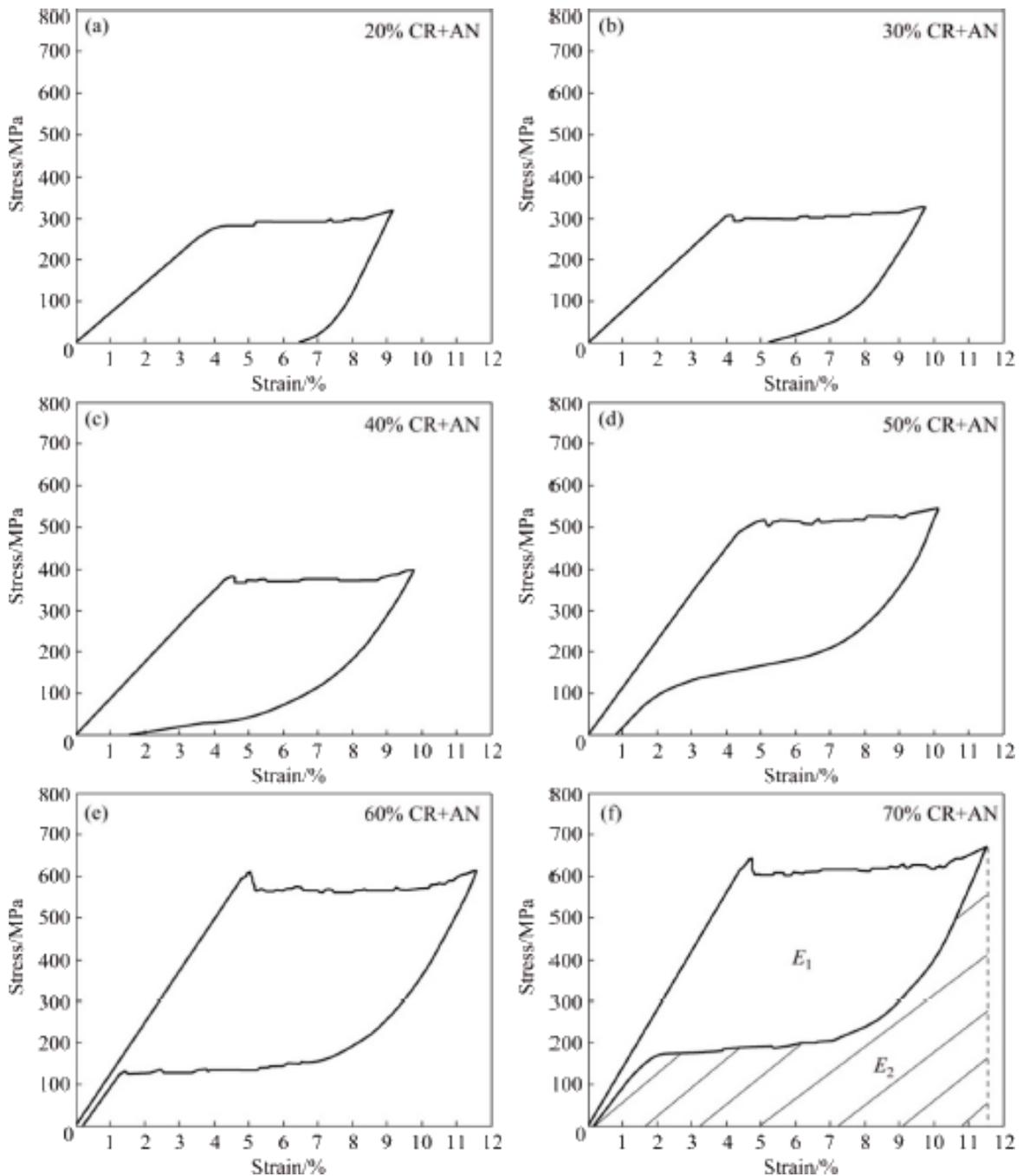


Figura 20 – Curvas de tensão/deformação das amostras laminadas a frio com várias reduções após recozimento a 400°C/1h (MOHAMMAD SHARIFI & KERMANPUR, 2018).

2.9. APLICAÇÕES

Devido às suas propriedades, as LMF têm sido objeto de interesse de diversos estudos na área de Engenharia, devido a sua gama de aplicações, sendo uma, objeto deste estudo em atuadores mecânicos.

O conceito de atuadores de LMF abriu novos horizontes em termos de atuação, fabricação compactas e poder de miniaturização. Onde seus mecanismos de atuação são simples, podendo ser dispositivos totalmente elétricos, com pouco ou nenhum hardware adicional. O sistema é silencioso, reduzindo drasticamente o ruído do sistema, e possui baixa tensão de condução (COURA, 2016). Os atuadores tradicionais são diversos, podendo ser pneumáticos, hidráulicos ou eletromecânicos, sendo que estes possuem elevado peso devido ao grande número de componentes que são necessários para acioná-los, como motores, bombas, sensores, etc.

Para confecção de atuadores mecânicos, estas ligas, apresentam grandes atrativos substituindo os atuadores convencionais, elas trabalham em uma faixa de temperatura as quais são responsáveis pela sua recuperação, onde, o principal aspecto responsável para um bom desempenho do sistema reside na estabilidade das temperaturas de transformação características da liga.

Outros candidatos a serem aplicados como atuadores em sistemas mecânicos são, os materiais piezoelétricos, os polímeros com memória de forma, as ligas com memória de forma magnética, os materiais magneto-strictivos e os fluidos eletroreológicos (BANDEIRA, *et al*, 2006; CHOPRA, 2002; MADDEN, *et al*, 2004; MAESTA, 2012; SCHLÜTER, HOLZ, RAATZ, 2012).

Ligas Cu-Al-Be são bastante atrativas do ponto de vista comercial e possuem temperaturas de transformação baixas, sendo assim, atrativas para diversas aplicações. Entretanto, a estabilidade das fases é ainda tema de diversas investigações.

CAPÍTULO III

METODOLOGIA

3.1. CONFECCÃO DAS LIGAS, CORPOS DE PROVA E TRATAMENTOS TERMICOS

Foram confeccionadas as ligas Cu-11,8wt%Al-0,6wt%Be-XCr, previamente pesadas na proporção relativa das seguintes composições para o Cromo: X = 0,1; 0,2 e 0,3(% em peso).

No processo de fundição foram realizadas três fusões no forno elétrico do tipo mufla da *JUNG* sem controle de atmosfera, em um cadinho de grafite numa quantidade aproximada de 700g de Cu-Al-Be-Cr. A carga da liga era composta por Al e Cu comercialmente puros e das ligas mãe 90 wt%Cu e 10wt%Be e 80 wt%Al-20 wt%Cr (em %peso). Após a fusão, as ligas foram vazadas em um molde de secção retangular 120x22x40 mm (Figura 21). A contaminação por oxidação ou inclusão de impurezas foi mínima, como também não foram observadas reações entre o material e o cadinho.



Figura 21 – Fotografia do molde e dos lingotes brutos de fusão.

Os lingotes foram nomeados da seguinte forma:

Lingote 1: L1 com Cu-11,8wt%Al-0,6wt%0,1wt%Cr

Lingote 2: L2 com Cu-11,8wt%Al-0,6wt%0,2wt%Cr

Lingote 3: L3 com Cu-11,8wt%Al-0,6wt%0,3wt%Cr

Para melhorar a dissolução dos elementos de liga, os lingotes, foram submetidos ao tratamento térmico de homogeneização à 850°C durante 12 horas (720 min.) em um forno elétrico do tipo mufla, modelo LF0912 da JUNG sem controle de atmosfera e resfriados dentro do próprio forno. Após a homogeneização, cada lingote foi seccionado em 3 partes através do processo de eletroerosão a fio, em duas secções de ≈ 10 mm e uma terceira com ≈ 15 mm de altura.

Para efetuar o processo de laminação foi utilizado um laminador elétrico da marca Máquinas Coelho, modelo LE200, com potência de 5 Hp e passo de 0,6mm/volta.

Então procedeu-se a laminação com redução de 30% na amostra com 15mm, mas antes de iniciar o procedimento o lingote foi mantido dentro do forno a 850°C até que fosse alcançado o equilíbrio térmico, em seguida era feito $\frac{1}{4}$ de volta na laminadora, após isso a amostra era retornada para o forno. Por padronização, adotou-se um tempo de 5 minutos de permanência no forno após cada passe, foram dados em torno de ≈ 31 passes no laminador até o termino da respectiva taxa de redução.

Na amostra com 10mm de altura foi submetido uma redução de 85% até que se chegasse em $\approx 1,5$ mm de espessura, foram dados 67 passes no laminador.

Para confecção dos corpos de prova foi empregado neste trabalho o mesmo método realizado por Brito (2012), que reduziu as dimensões padronizadas de acordo com a norma ABNT NBR-6152/92 (MB-4), conforme observado na tabela 2 e figura 22, com o intuito de diminuir a quantidade de material utilizado e melhorar a confiabilidade para que não ocorra o escorregamento no decorrer dos ensaios de carga/descarga. Neste processo foi utilizado o equipamento de eletroerosão a fio do fabricante BENER, modelo electrocut AR1300.

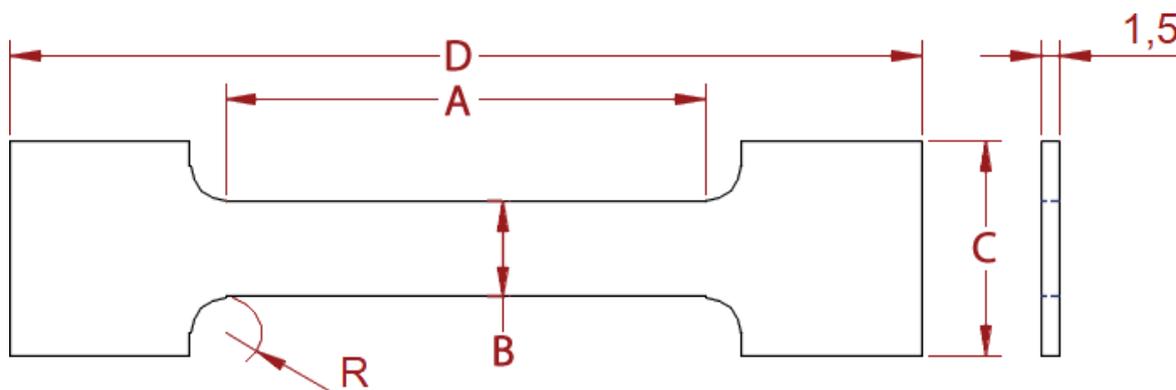


Figura 22 – Desenho esquemático do corpo de prova via eletroerosão.

Tabela 2 – Dimensões em mm do corpo de prova, sugeridos pela norma ABNT NBR-6152/92(MB-4) e as adotadas neste trabalho.

	A	B	C	D	R
ABNT	75	12,5	20	200	20
CP corrigido	40	8	18	76	3

Em seguida, os corpos de prova foram submetidos a um tratamento térmico de têmpera à 850°C durante 30 minutos e resfriados bruscamente em água à temperatura ambiente, com o objetivo de obter o efeito memória de forma. Este tratamento foi realizado em um forno tipo mufla, modelo 0912 fabricado pela empresa JUNG.

3.2. CARACTERIZAÇÃO MACRO E MICROESTRUTURAL POR MICROSCOPIA ÓPTICA E DIFRAÇÃO DE RAIOS X

Uma vez concluído o processo metalográfico dos corpos de prova, a análise microestrutural foi realizada com o auxílio de um microscópio óptico de luz refletida *Cral zeiss, Axiotech 30*, em temperatura ambiente, permitindo a visualização do tamanho do grão, bem como a fase presente. O registro das imagens foi feito utilizando a interface do programa *Shortcut to Analysis* em computador acoplado ao microscópio.

Para determinação do tamanho de grão foi utilizado a norma NBR 11568 através do método de Interceptos Lineares (Processo de Heyn). Na micrografia foram traçados 50 segmentos de reta com 2,5mm (2500µm) de comprimento tanto na direção longitudinal quanto na transversal. Para cada um deles, contaram-se quantos grãos foram interceptados pelos respectivos segmentos para cada liga estudada.

Para a identificação das fases presentes em cada liga as amostras foram submetidas a análises em um difratômetro de raios – X, fabricado pela Bruker, modelo D2 Phaser, com

uma taxa de aquisição de dados de 0,02/4 (graus/s) e uma faixa de análise de $10^\circ < 2\theta < 100^\circ$. As fases foram determinadas através do software HighScore Plus.

3.3. DETERMINAÇÕES DAS TEMPERATURAS DE TRANSFORMAÇÃO DE FASE DAS LIGAS POR DSC

Análises de DSC foram realizadas para se averiguar as temperaturas de transformação das fases austenita e martensita. Para esta análise as amostras foram confeccionadas via eletroerosão a fio com dimensões em torno de $\varnothing 4,92 \times 1,43$ mm e massa variando em $\approx 188,8$ mg. As amostras foram colocadas em um cadinho de cobre sem tampa e um cadinho de cobre vazio foi usado como referência. As análises realizadas, foram conduzidas em atmosfera de nitrogênio, a uma taxa de resfriamento e aquecimento de $10^\circ\text{C}/\text{min}$, de acordo com a norma ASTM F 2004-05, a uma faixa de temperatura de -120°C a 50°C . Foi utilizado o equipamento de Calorimetria Diferencial de Varredura, modelo DSC 60 fabricado pela SHIMADZU. Através de um software TA 60, disponível no equipamento permitiu obter os valores das temperaturas, empregando, o método de intercepto das tangentes.

3.4. PROPRIEDADES TERMOMECÂNICAS DAS LIGAS ATRAVÉS DOS ENSAIOS DE SUPERELASTICIDADE E TRAÇÃO

Para analisar as propriedades termomecânicas, realizou-se ensaios de superelasticidade e de tração em uma máquina modelo servo pulser EHF da Shimadzu com celular de carga de 50KN e câmara de aquecimento e resfriamento acoplado ao equipamento. As garras utilizadas para os testes foram projetadas para acomodar as cabeças dos corpos de prova (Figura 23), evitando qualquer possibilidade de escorregamento durante sua execução.

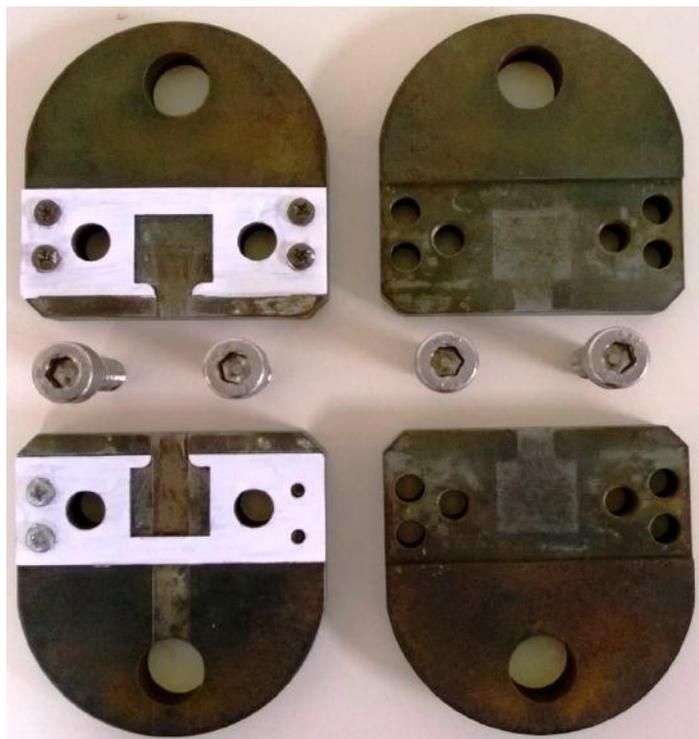


Figura 23 – Garras utilizadas no ensaio de superelasticidade (BRITO, 2015).

Os ensaios de superelasticidade foram realizados em temperaturas controladas variando de 25, 50, 75 e 100°C, onde os corpos de prova eram mantidos a temperatura de teste por 5 minutos para garantir o equilíbrio térmico.

Após os ensaios de superelasticidade, os corpos de prova foram rompidos para fornecer dados relativos, as tensões de transformação martensítica inicial, o limite de resistência à tração (LRT) e a deformação. Os ensaios, foram realizados à temperatura ambiente (~25°C).

CAPÍTULO IV

RESULTADOS & DISCURSÕES

4.1. CARACTERIZAÇÃO MACRO E MICROESTRUTURAL POR MICROSCOPIA ÓPTICA E DIFRAÇÃO DE RAIOS X

A determinação do tamanho de grão foi realizada para as amostras antes e depois da laminação a quente, cuja as macros e microestruturas são comparadas nas Figuras 24 e 25 para os percentuais de cromo 0,1, 0,2 e 0,3% em peso. Na Figura 24 pode-se observar alterações significativas na estrutura, as amostras não laminadas possuem grãos muito maiores em relação às amostras que passaram pelo processo de laminação a quente, principalmente as amostras laminadas com 30% de redução as quais apresentaram crescimento anormal dos grãos.

Este crescimento anormal dos grãos tem sido observado em LMF submetidas a tratamentos térmicos cíclicos (OMORI *et al.*, 2013, 2016). De acordo com Kusama *et al.* (2017) o mecanismo responsável pelo crescimento anormal dos grãos consiste na migração dos contornos de grãos que consomem os sub-grãos formados e que a taxa de crescimento aumenta com o aumento da desorientação dos sub-grãos.

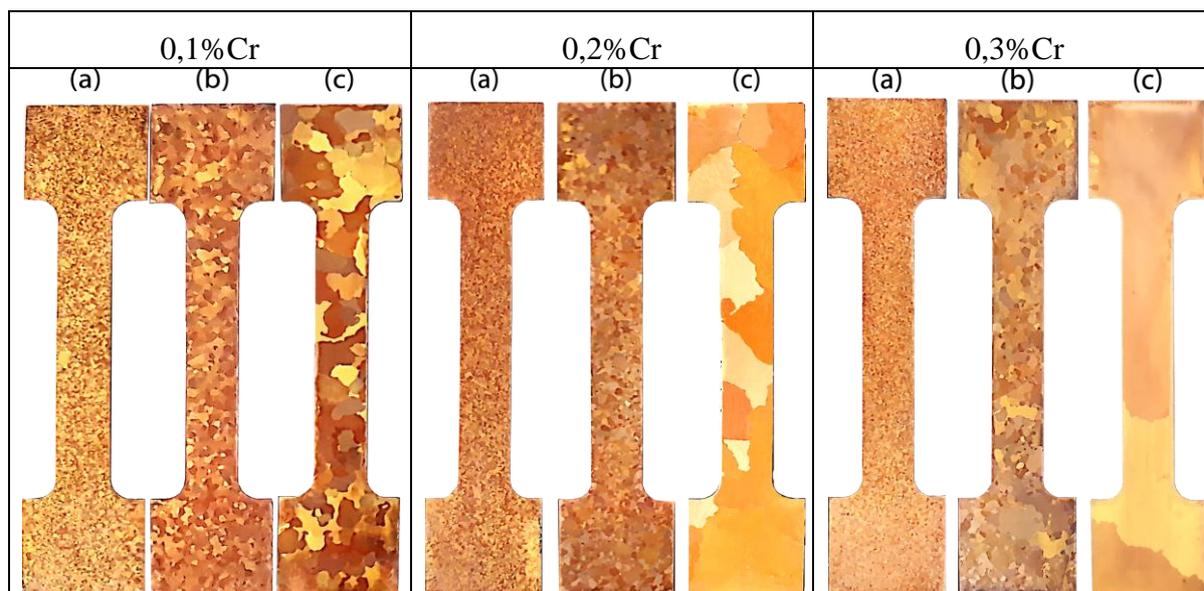


Figura 24 – Macroscopia dos corpos de prova: (a) sem laminação, (b) laminadas com 85% & (c) 30% de redução.

Na figura 25 é possível observar com mais detalhes que a fase predominante em todas as micrografias é a austenita a temperatura ambiente.

Nota-se que para as ligas sem laminação as micrografias apresentaram uma microestrutura equiaxial, com redução no tamanho médio dos grãos com o aumento do percentual de Cromo, em torno de $\approx 279,94\mu\text{m}$ para a liga com 0,1%Cr, de $\approx 226,67\mu\text{m}$ quando o Cromo passa para 0,2% e de $\approx 212,85\mu\text{m}$ para liga com 0,3%Cr. Porém, esta redução não foi muito significativa em relação aos trabalhos efetuados por Candido *et al.* (2012), e Shashidhara, Mallikarjun, Shivasiddaramaiah (2018), onde a variação do Cr provocou a redução expressiva no tamanho médio dos grãos na liga.

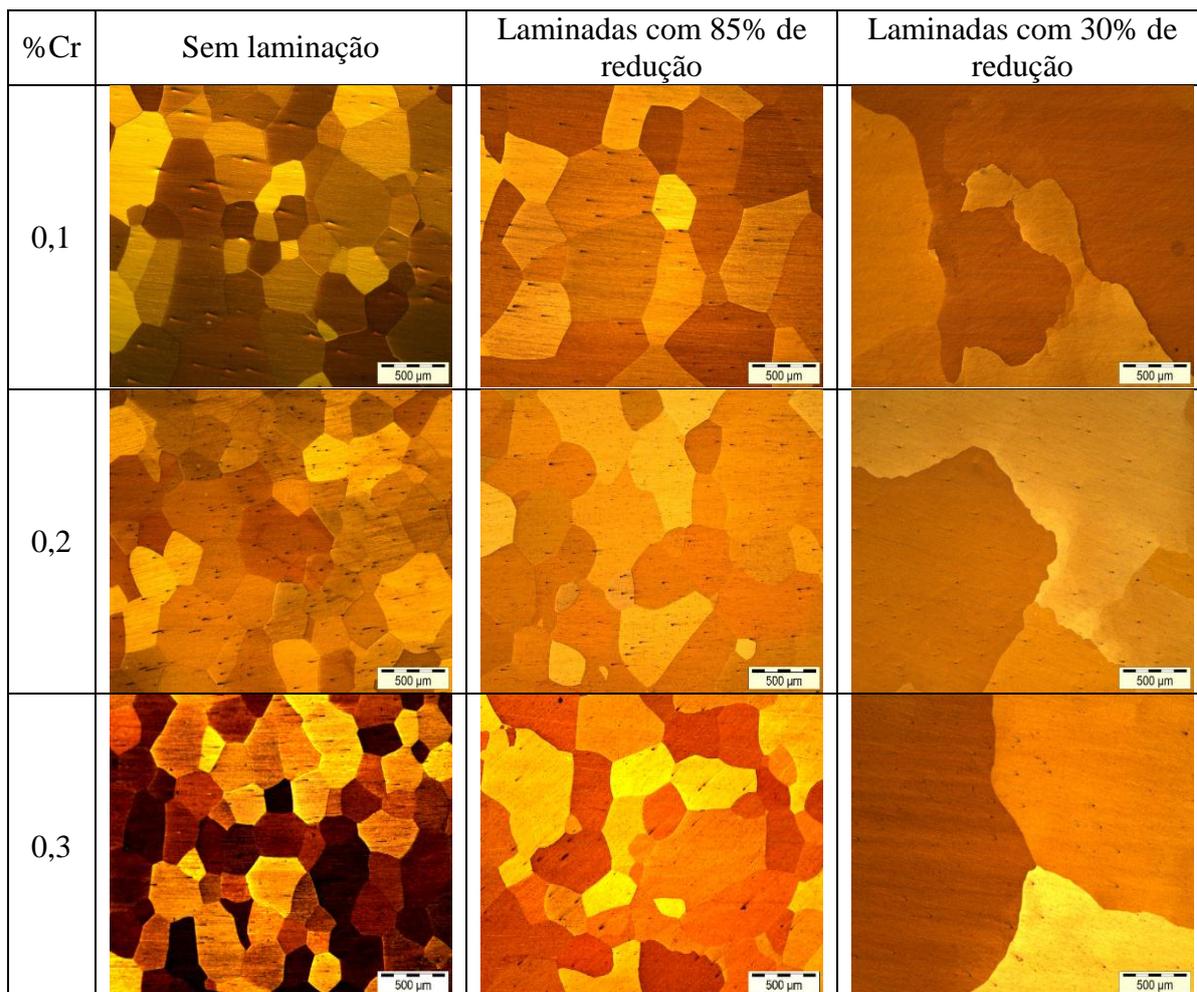


Figura 25 – Microscopia dos corpos de prova.

Este comportamento é similar nas amostras laminadas com 85% de redução as quais apresentaram tamanhos de grãos médios em torno de $\approx 358,59\mu\text{m}$ para a liga com 0,1%Cr, de $\approx 300,82\mu\text{m}$ (0,2%Cr) e de $\approx 295,66\mu\text{m}$ (0,3%Cr), é possível que a microestrutura desenvolvida com esta taxa de redução tenha ocorrido recristalização dinâmica, que pode está associada à geração de um número grande de defeitos durante a deformação a quente. Segundo Shu-Yong Jiang *et al.* (2013) existe um intervalo de deformação crítico para que o processo de recristalização dinâmica ocorra, ou seja, quando o grau de deformação excede o valor crítico, os grãos são recristalizados, porém apresentando grãos grosseiros.

Enquanto que as amostras com 30% de redução apresentaram crescimento anormal de grãos em torno de $\approx 628,33\mu\text{m}$ com 0,1%Cr, $\approx 1036,67\mu\text{m}$ (0,2%Cr) e de $\approx 1108,33\mu\text{m}$ (0,3%Cr). Segundo Padilha e Siciliano (2005) o crescimento anormal de grãos acontece com o crescimento rápido e exagerado dos grãos maiores à custa dos menores até

conseguir incorporá-los. Grãos com menor número de lados tendem a desaparecer ou contrair, enquanto os grãos com seis ou mais número de lados tendem a crescer absorvendo os menores.

Os resultados referentes ao tamanho de grão estão resumidos na Figura 26, onde é possível verificar que o método utilizado gera uma medida representativa do tamanho médio dos grãos, com valores aceitáveis de desvios-padrão reforçando a hipótese de crescimento anormal de grãos nas ligas laminadas com redução de 30% em torno de 65%(0,1%Cr), 358%(0,2%Cr), 422%(0,3%Cr) em relação as amostras sem laminação, portanto, a laminação a quente nesta taxa de redução propiciou uma condição energética suficiente para que o grão pudesse crescer e atingir um tamanho maior do que o da condição original.

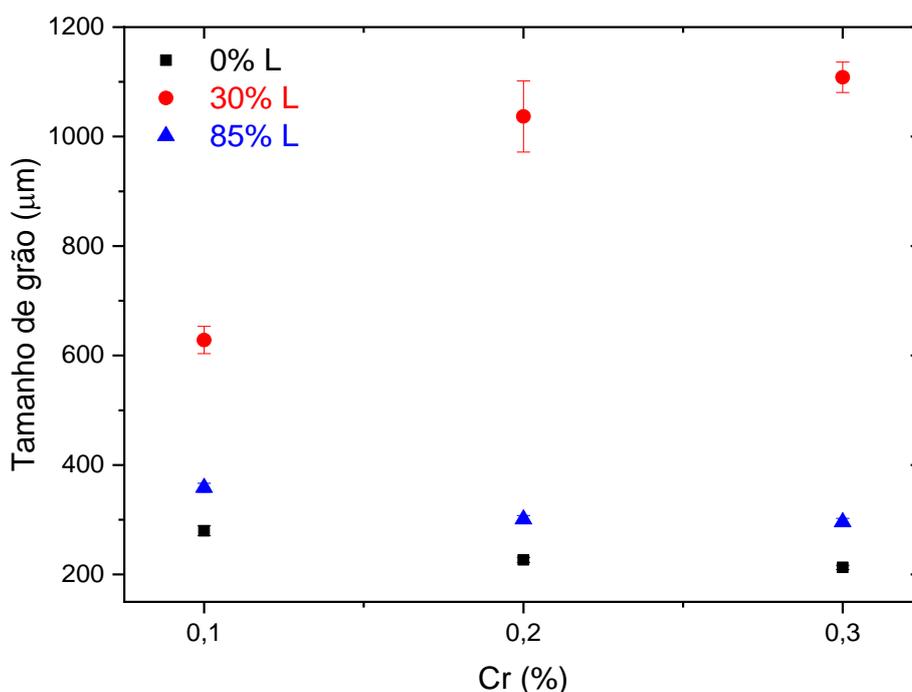


Figura 26 – Representação do tamanho de grão em função do %wCr.

Na figura 27 temos, os difratogramas obtidos por DRX das ligas sem processo de conformação. Analisando as cartas cristalográficas e comparando com os picos obtidos, percebe-se que as ligas possuem uma fase predominante austenítica, com super-rede DO3 referente a estrutura β -Cu-Al-Be para todos os %Cr, cujos planos de difração globais são (111), (220), (101) e (422), sendo que o pico (220) o de maior intensidade. Estes resultados

são semelhantes em trabalhos obtidos por (LARA-RODRIGUEZ *et al.*, 2006; CANDIDO, *et al.*, 2012).

As ligas com 0,2 e 0,3%Cr ainda apresentam outras fases intermetálicas: de estrutura Al-Cr-Cu₂ e grupo espacial Fm3m, cujos planos (200), (222), (400) e (440) como também a presença da estrutura do Be no plano (102) para liga com 0,2%Cr e Cr₄ também de grupo espacial Fm3m cujo plano (022) para liga com 0,3%Cr.

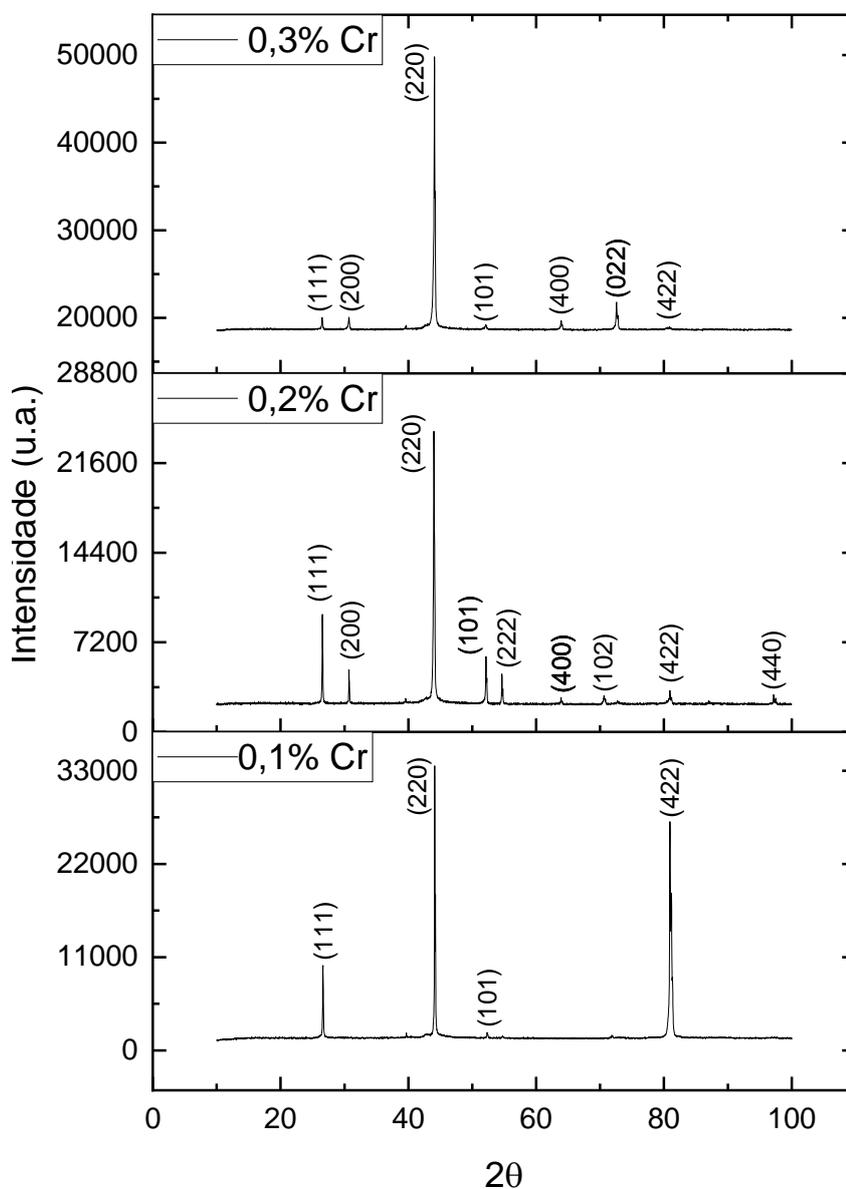


Figura 27 – DRX das ligas sem laminação.

As análises de DRX de amostras com taxa de redução de 30% são mostradas na Figura 28. Observa-se a existência de um único pico resultante de uma orientação do grão cujo plano de difração é (220) referente à fase β , nas ligas com 0,2 e 0,3%Cr como também o alargamento dos picos que podem estar relacionado à ocorrência de amorfização, em decorrência do crescimento anormal de grãos (SURESH *et al*, 2013; MOHAMMAD SHARIFI & KERMANPUR, 2018). A liga com 0,3%Cr apresenta estrutura intermetálica do $\text{Al}_{19,7}\text{Be}_{5,9}\text{Cu}_{74,4}$ e grupo espacial Pm-3n , enquanto a liga com 0,2%Cr apresenta um decréscimo da intensidade correspondentes ao plano (220) e estrutura intermetálica AlCrCu_2 e grupo espacial Fm-3m .

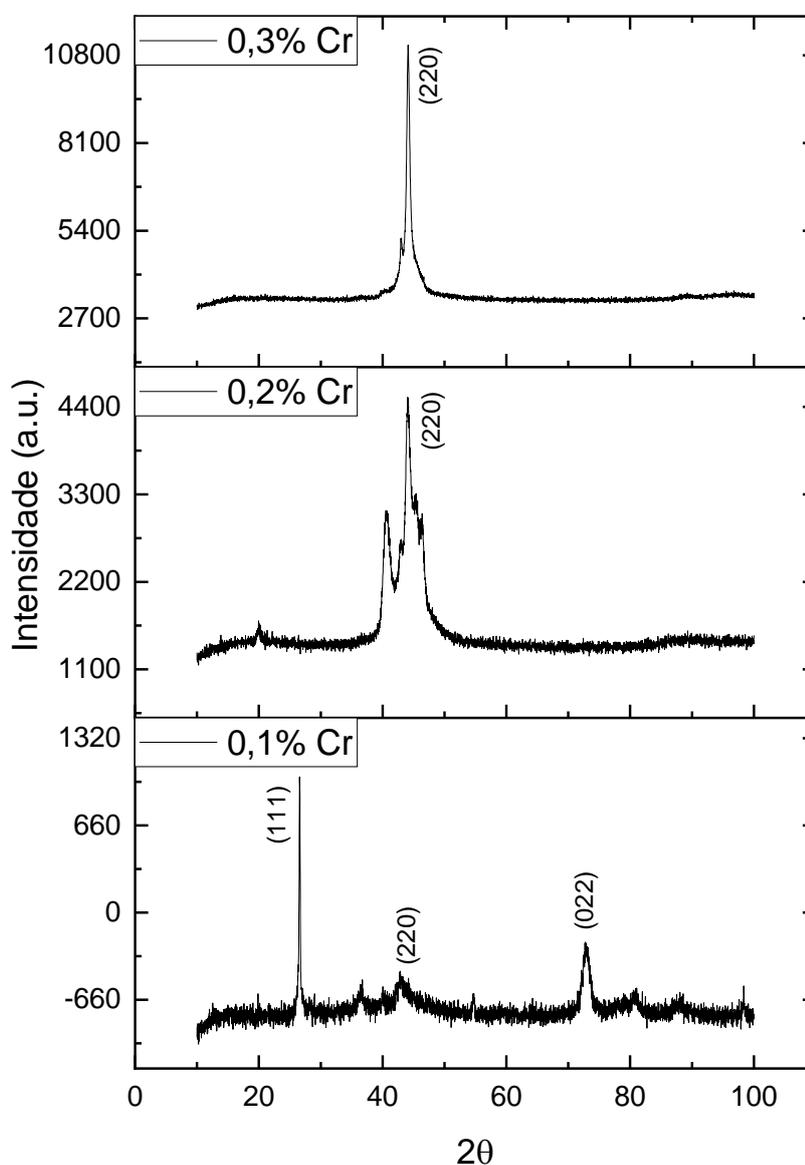


Figura 28 – DRX das ligas laminadas com 30% de redução.

Já nas ligas com taxa de redução de 85% Fig. 29 apresentam uma orientação preferencial nas direções (102) de estrutura do Be na liga com 0,1%Cr, (111) de estrutura AlCrCu₂ na liga com 0,2%Cr e (101) na liga com 0,3%Cr de estrutura Be₂.

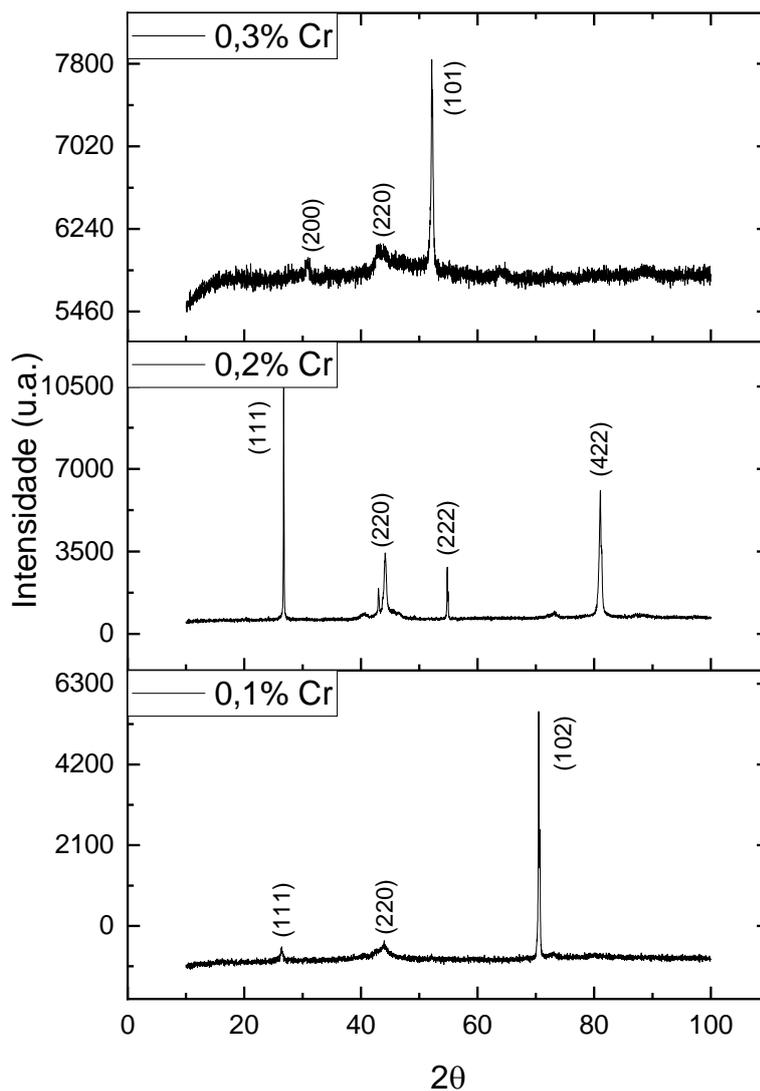


Figura 29 – DRX das ligas laminadas com 85% de redução.

4.2. DETERMINAÇÕES DAS TEMPERATURAS DE TRANSFORMAÇÃO DE FASE DAS LIGAS POR DSC

Na figura 30, 31 e 32 estão representados os termogramas das ligas Cu-11,8wt%Al-0,6wtBe com adicional de 0,1, 0,2 e 0,3wt%Cr com e sem processo de laminação a

quente. Através dos exames das curvas é possível obter os respectivos pontos de início e fim das transformações de fases: A_S e A_F no aquecimento, M_S e M_F no resfriamento dos corpos de prova.

Analisando a Figura 30 e os dados da tabela 3 é possível observar, um decréscimo das temperaturas de transformação A_F , M_S e M_F com o aumento dos percentuais de cromo utilizado nas ligas, ao contrário dos estudos realizados por Candido *et al.* (2012) e Shashidhara; Mallikarjun; Shivasiddaramaiah (2018), onde a adição do Cr provocou um aumento nas temperaturas de transformação de fase. É possível que este decréscimo esteja associado a perda do elemento Be durante o processo de fundição devido a elevada afinidade com o oxigênio que este elemento apresenta em altas temperaturas já que uma pequena variação no percentual de berílio abaixa as temperaturas de transformação (MONTECINOS; CUNIBERTI; CASTRO, 2010).

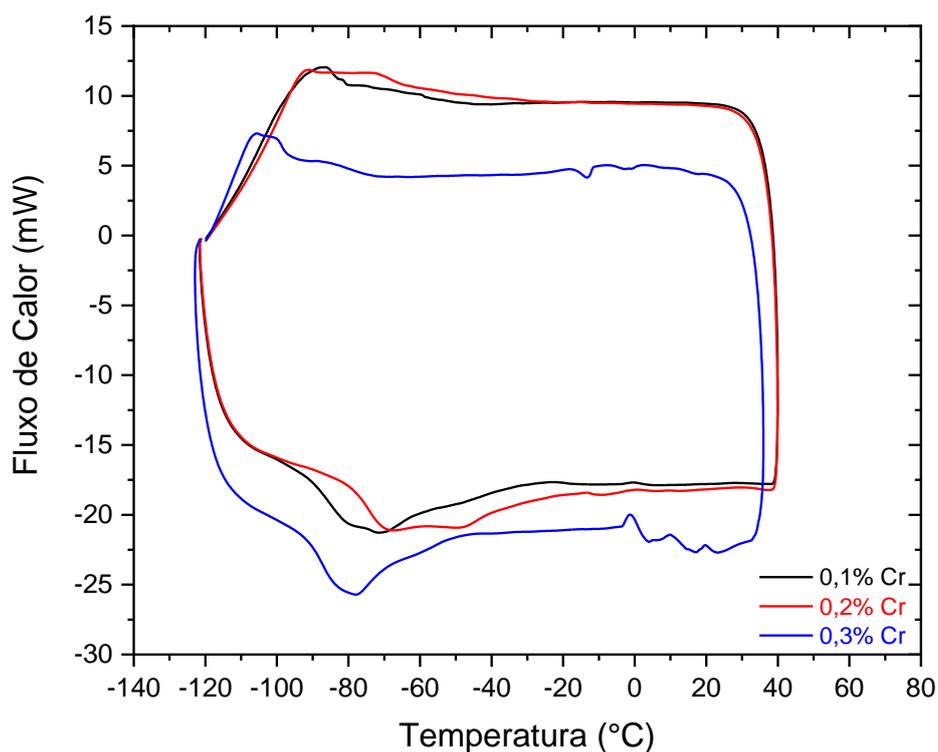


Figura 30 – DSC das ligas sem laminação

Tabela 3 – Temperaturas de transformação das ligas sem laminação.

Temperatura de Transformação (°C)			
	0,1%Cr	0,2%Cr	0,3%Cr
A_S	-90	-79,47	-90,93
A_F	-29,69	-30	-60
M_S	-50,62	-61,56	-70
M_F	-113,75	-105,31	-118,43

Na figura 31 temos as curvas de DSC para as amostras submetidas a laminação com taxa de redução de 85% com seus respectivos dados na tabela 4, percebe-se que as amostras apresentaram um aumento nas temperaturas de transformação da martensita após a laminação devido a recristalização dinâmica imposta pelas deformações plásticas, embora o processo de conformação tenha sido conduzido a alta temperatura.

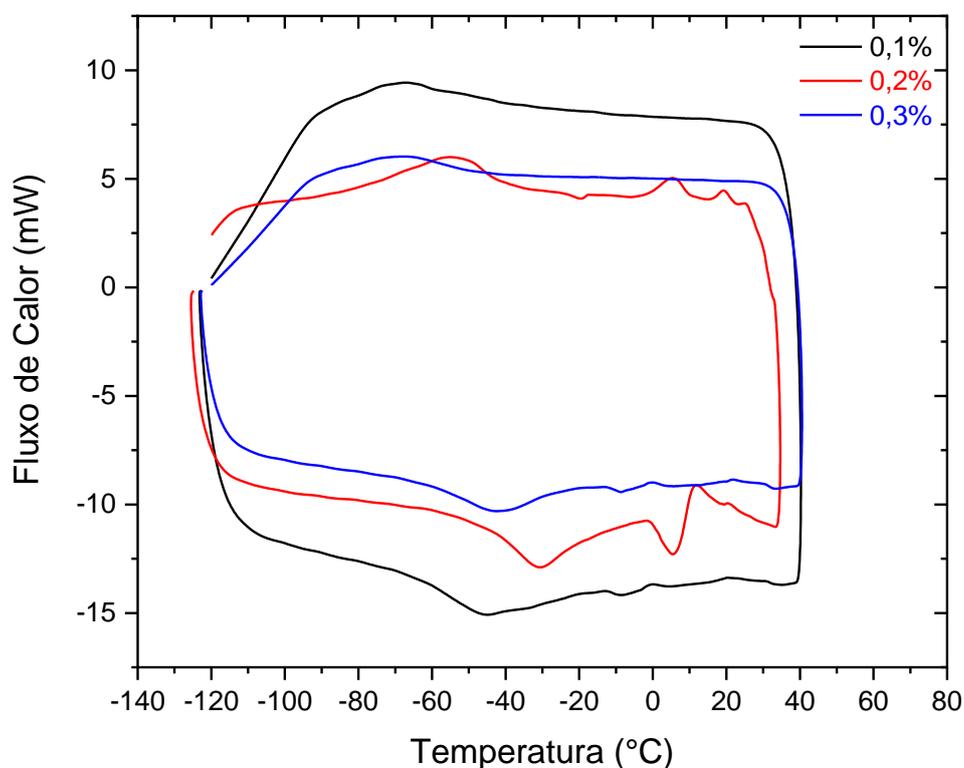


Figura 31 – DSC das ligas laminadas com 85% de redução.

Tabela 4 – Temperaturas de transformação das ligas laminadas com 85% de redução.

Temperatura de Transformação (°C)			
	0,1%Cr	0,2%Cr	0,3%Cr
A_S	-61,25	-46,56	-60,31
A_F	-17,5	-16,25	-26,25
M_S	-49,06	-40,94	-46,25
M_F	-90,93	-79,06	-71,56

Já para as ligas laminadas com redução de 30% Fig. 32 e tabela 5, o aumento das temperaturas de transformação martensíticas é ainda mais significativo em relação as ligas sem laminação. Este aumento pode ser devido ao crescimento anormal de grãos promovidos pelas deformações plásticas impostas ao material a essa taxa de redução durante a conformação mecânica o que influenciou diretamente nas temperaturas de transformação de fase. Segundo Ko *et al.* (2017) as temperaturas de transformação martensítica são influenciadas pelo tamanho de grão da fase austenita.

Montecinos & Cuneberti (2012) avaliariam a influência do tamanho de grão da austenita no M_S , de uma liga Cu-Al-Be, e reportaram que o M_S diminui com a redução do tamanho de grão.

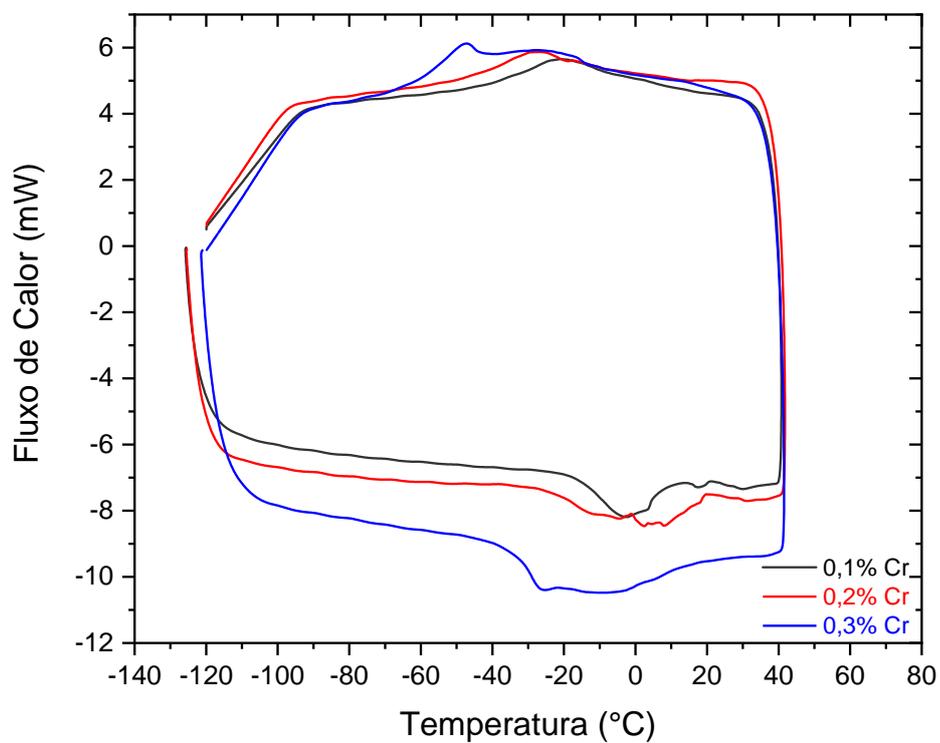


Figura 32 – DSC das ligas laminadas com 30% de redução.

Tabela 5 – Temperaturas de transformação das ligas laminadas com 30% de redução.

Temperatura de Transformação (°C)			
	0,1%Cr	0,2%Cr	0,3%Cr
A_S	-17,14	-22,92	-34,37
A_F	11,25	18,64	10,62
M_S	-2,47	-6,91	-41,25
M_F	-41,45	-46,97	-62,50

4.3. PROPRIEDADES TERMOMECÂNICAS DAS LIGAS ATRAVÉS DOS ENSAIOS DE SUPERELASTICIDADE E TRAÇÃO

4.3.1. Ensaio de Superelasticidade

Com o objetivo de determinar algumas propriedades das ligas Cu-Al-Be-Cr em função das temperaturas de teste, foram feitos ensaios de carga-descarga para determinar parâmetros termomecânicos importantes, como a tensão máxima, tensões críticas de indução da martensita, deformação residual como também a quantificação da superelasticidade, logo após o término dos ensaios, extraídos das figuras: 33 para amostras sem laminação, 34 para as amostras laminadas com 30% de redução e 35 com 85% de redução. Vale ressaltar que a deformação máxima imposta para a amostra sem laminação foi de apenas 3% em função da fragilidade apresentada pela liga. Já as amostras laminadas com 85% e 30% de redução foram submetidas a uma amplitude de deformação de 5%.

É comum observar para todas as ligas que durante o carregamento acontece a deformação elástica da austenita até atingir um nível crítico, caracterizada pela formação de uma curva, que é o ponto de início da transformação da martensita induzida por tensão, onde neste ponto, a porcentagem de martensita no material começa a se acomodar com o aumento da carga. Durante o descarregamento, inicia-se uma transformação reversível da fase martensita de volta à sua fase original austenita deixando uma deformação residual. Nota-se também que quando submetemos as amostras a diversas temperaturas (25, 50, 75, e 100°C), as tensões críticas desloca-se, como previsto pela equação de Clausius-Clapeyron (OTSUKA & WAYMAN, 1998) em função das temperaturas de transformações de primeira ordem quando uma tensão externa é aplicada.

As curvas mostradas na Fig. 33 são referentes aos ensaios realizados das amostras sem laminação. Mesmo apresentando uma estrutura cristalina totalmente austenítica (presente em altas temperaturas), o material ainda apresenta uma dependência térmica na sua resposta superelástica.

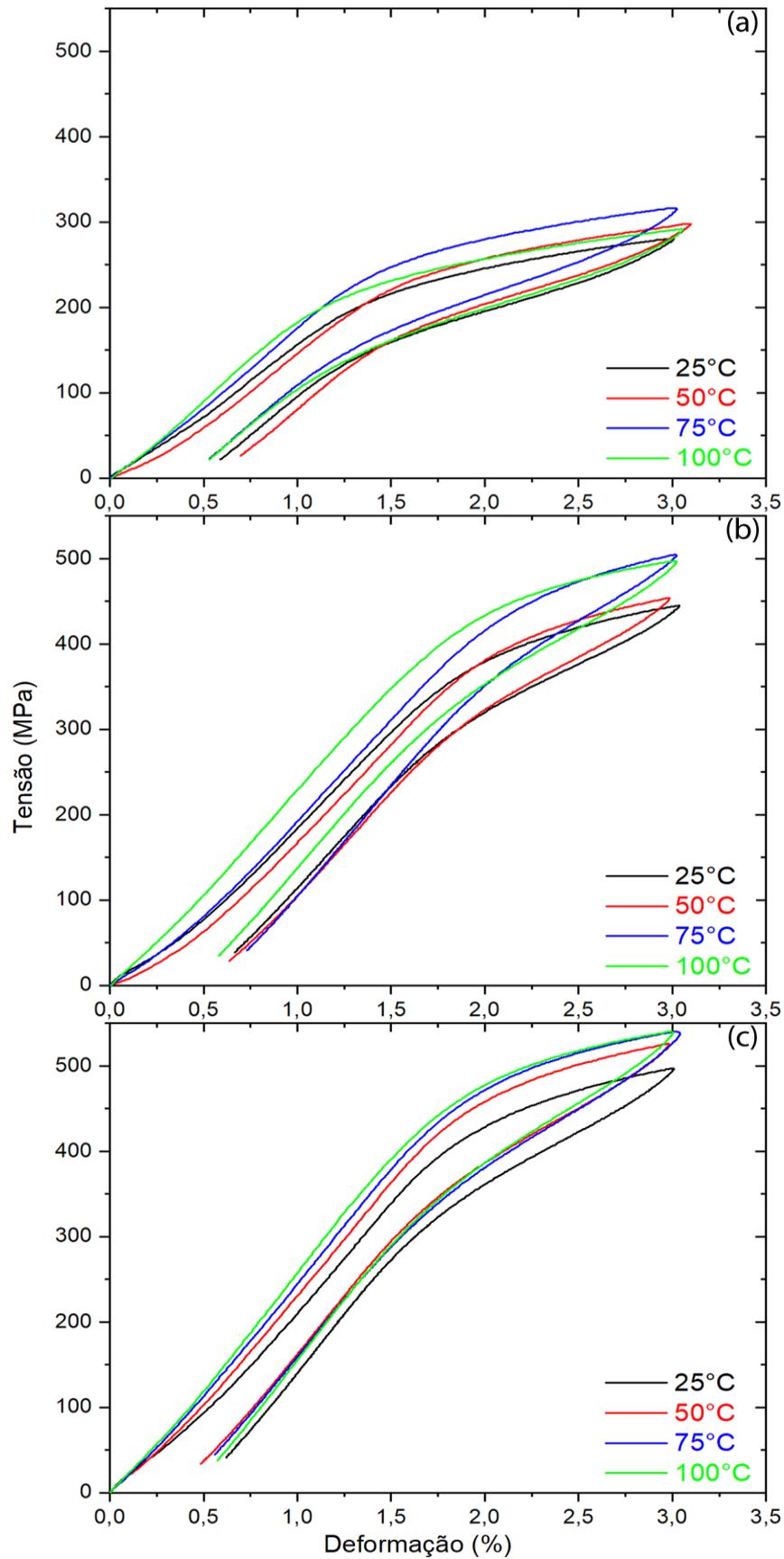


Figura 33 – Comportamento superelástico em diferentes temperaturas das amostras não laminadas: (a) 0,1; (b) 0,2 e (c) 0,3% wCr.

Ao comparar as curvas de tensão/deformação obtidas, nota-se um aumento suave na inclinação à medida que o percentual de cromo é aumentado como também o aumento das tensões máximas alcançadas pelos corpos de prova, em torno de ≈ 281 (25°C) a ≈ 316 MPa (75°C) com uma ligeira redução a 100°C (≈ 291 MPa) para a liga com 0,1%Cr, de forma similar acontece para a liga com 0,2%Cr em ≈ 445 (25°C) a ≈ 505 (75°C) com uma queda de $\approx 7,63$ MPa (100°C). O aumento das tensões máximas ainda é mais significativo nas amostras com 0,3%Cr em cerca de $\approx 497,24$ (25°C) tendendo a se estabilizar em valores próximos entre 75°C ($539,42$ MPa) e 100°C ($540,51$ MPa).

Nas ligas laminadas com redução de 30% (Figura 34) é perceptível as mudanças nas características da curva para todos os percentuais de cromo. Onde a liga com 0,1%Cr possui uma diferença em torno de ≈ 4 MPa nas tensões máximas alcançadas pelas amostras nas temperaturas de 25 e 50°C como também no aumento entre as temperaturas de 75 e 100°C

Na liga com 0,2% é possível perceber que a tensão necessária para gerar 5 % de deformação sobe de 117 MPa a uma temperatura de 25°C , para aproximadamente 158 MPa quando a amostra se encontra a 100°C . Oliveira, H.M.R. (2014) verificou esse mesmo comportamento ao realizar ciclos de superelásticas com 6% de deformação em ligas Ni-Ti e que pode estar relacionado a estrutura austenítica encontrar-se mais estável a temperaturas elevadas. Já na liga com 0,3%Cr podemos averiguar uma redução de ≈ 8 MPa (50°C) na tensão máxima em relação temperatura ambiente (≈ 261 MPa) a qual volta a aumentar de ≈ 263 MPa (75°C) para ≈ 287 MPa a 100°C .

Também é observado um aumento das tensões críticas alcançadas pelos corpos de provas ensaiados, em torno de: 119 MPa (25°C) \rightarrow 149 MPa (100°C) para a liga com 0,1%Cr; 85 MPa(25°C), \rightarrow 131 MPa (100°C) para a liga com 0,2%Cr, enquanto para as amostras com 0,3%Cr apresentou uma maior tensão em torno de 197 MPa (25°C) \rightarrow 253 MPa (100°C). As amostras também apresentaram uma inclinação de transformação da austenita/martensita menor que as amostras sem laminação, isso pode ser explicada em função da menor quantidade de junções triplas em comparação com as ligas sem laminação. De acordo com Ji-Li Liu *et al* (2014) o limite de grão reto de baixa energia e a ausência de junções triplas do limite de grão em policristais podem reduzir significativamente o bloqueio da transformação martensítica nos limites do grão.

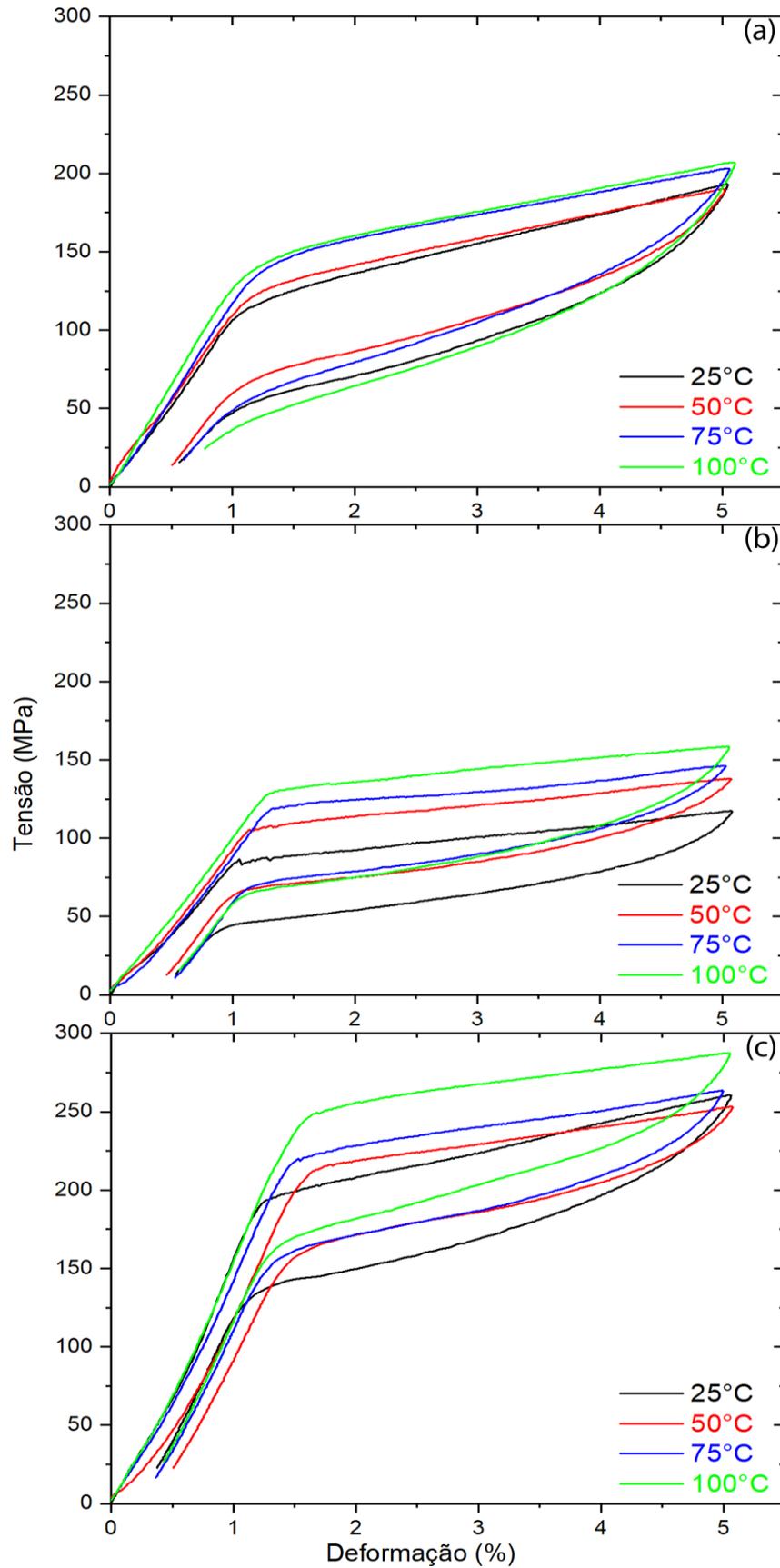


Figura 34 – Comportamento superelástico em diferentes temperaturas das ligas laminadas com 30% de redução: (a) 0,1; (b) 0,2 e (c) 0,3% wCr.

A Figura 35 temos os ensaios realizados da liga laminada com redução de 85%. Foi verificado que as amostras apresentaram uma inclinação de transformação ($A \rightarrow M$) maior que as amostras com crescimento de grão anormal (30% de redução). Quanto maior for esta inclinação de transformação maior deverá ser a tensão aplicada para evolução da transformação martensítica por tensão (OLIVEIRA, H.M.R., 2014).

É perceptível um aumento das tensões máximas alcançadas pelas amostras entre 0,1 a 0,2%Cr, em torno de: $\approx 282\text{MPa}(25^\circ\text{C})$ até $\approx 329\text{MPa}(100^\circ\text{C})$ e de $\approx 314\text{MPa}(25^\circ\text{C})$ até $\approx 372\text{MPa}(100^\circ\text{C})$ respectivamente, enquanto que a liga com 0,3%Cr foi bem inferior de $\approx 279\text{MPa}(25^\circ\text{C})$ e de $\approx 313\text{MPa}$ a 100°C . Similarmente acontece para as tensões críticas, onde a liga com 0,2%Cr apresentou melhor resultado em aproximadamente $\approx 214\text{MPa}$ a temperatura ambiente para $\approx 284\text{MPa}$ a 100°C , após a retirada da carga, pode-se observar uma deformação residual da ordem de $\approx 0,69$ para $0,86\%$, respectivamente. Esta deformação residual pode ser explicada por uma eventual martensita retida devido à aplicação da tensão que a amostra foi submetida.

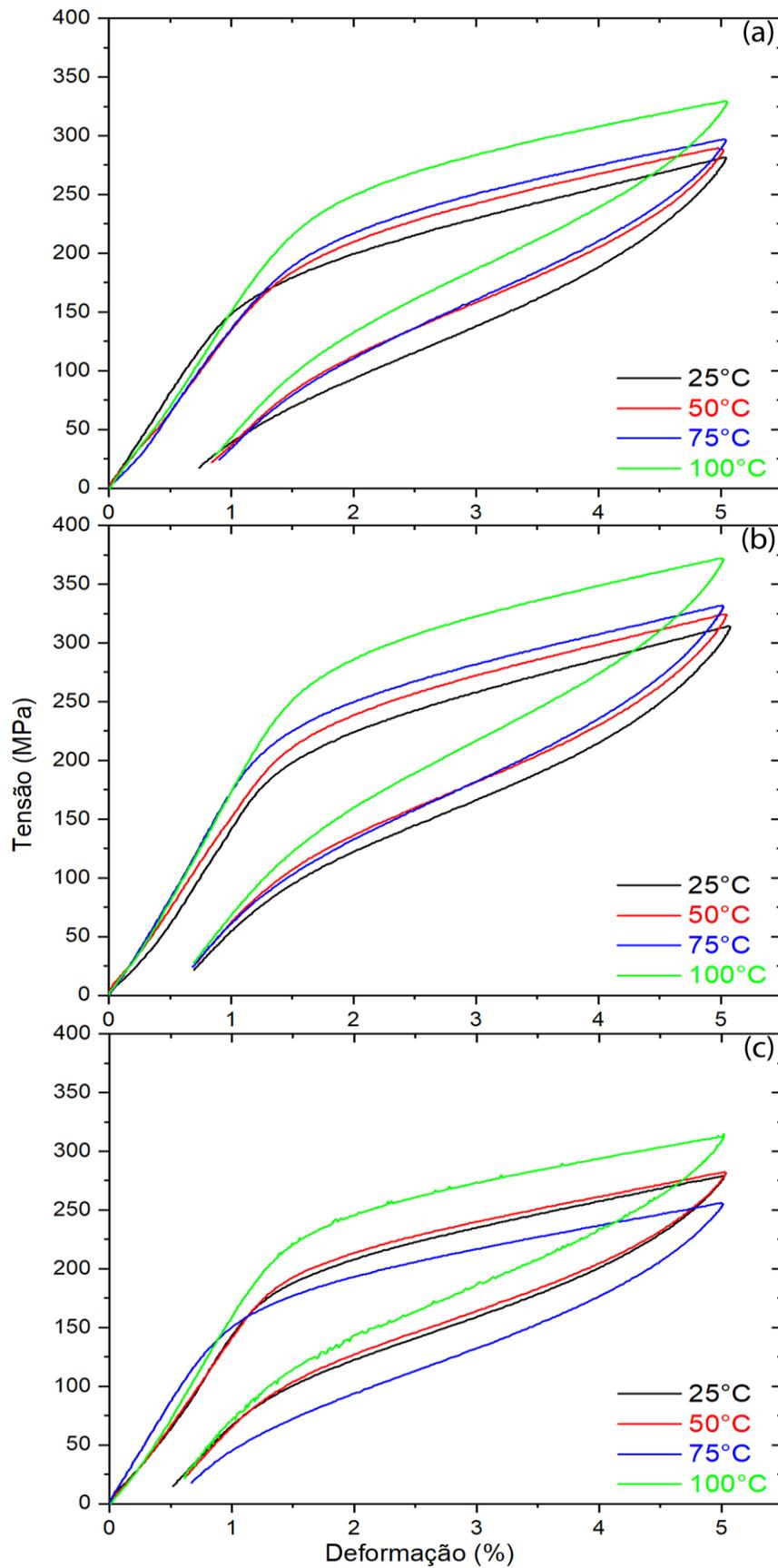


Figura 35 – Comportamento superelastico em diferentes temperaturas das ligas laminadas com 85% de redução: (a) 0,1; (b) 0,2, e (c) 0,3% wCr.

Com base nos dados retirados dos ensaios carga-descarga já representados, temos o resumo da evolução das tensões críticas da transformação da martensita (Figura 36) nas ligas com e sem laminação para todos percentuais de cromo. Os resultados mostram que a tensões de críticas das amostras sem laminação foram superiores a aquelas alcançadas pelas amostras laminadas com 30 e 85% de redução, para as mesmas temperaturas de ensaio. Este aumento nas tensões críticas pode estar associado ao tamanho de grão das amostras. Segundo MONTECINOS & CUNIBERETTI (2014) em seus estudos em ligas Cu-Al-Be relataram um aumento da tensão críticas de indução da martensita com a diminuição do tamanho de grão.

As ligas sem laminação com 0,1%wCr, as tensões se propagam em torno de ≈ 230 MPa a temperatura ambiente (25°C) para aproximadamente 269MPa, quando o material se encontra a 75°C , porém apresentou uma redução de 11% a 100°C (Fig. 36a). Já nas ligas com 0,2%Cr suas tensões são de ≈ 400 MPa (25°C) que aumentam até 456MPa a 100°C (Fig. 36b). Já na liga com 0,3%Cr (Figura 36c) a qual apresentou o melhor resultado, este comportamento se propaga quase que linearmente com o aumento das temperaturas obedecendo, portanto, a equação de Clausius Clapeyron (FUNAKUBO, 1987; OTSUKA & WAYMAN, 1998), onde a tensão crítica necessária para induzir a fase martensita é de aproximadamente ≈ 448 MPa a temperatura ambiente (25°C), em contraste, a 100°C , a qual aumenta para ≈ 496 MPa respectivamente. Comportamento similar acontece nas ligas laminadas com redução de 30%, um aumento quase que linear em torno de ≈ 85 MPa (25°C) para aproximadamente ≈ 131 MPa (100°C) na liga com 0,2%Cr (Figura 36b) e de ≈ 197 MPa (25°C) para aproximadamente ≈ 253 MPa (100°C) na liga com 0,3%Cr (Figura 36c). Este comportamento acontece porque a fase austenítica torna-se cada vez mais estável em maiores temperaturas, dificultando a formação da martensita induzida por tensão, requerendo assim que uma maior tensão seja aplicada para que a martensita seja induzida.

Os estudos realizados por Eggeler *et al.* (2004); Ozbulut *et al.* (2007); Araya *et al.* (2008); Frotscher *et al.* (2011); Bechle & Kyriakides (2014); Oliveira, D.F. *et al.* (2017), mostram também em seus ensaios a forte influência das temperaturas no aumento das tensões críticas em LMF, os quais estão de acordo com os obtidos no presente trabalho.

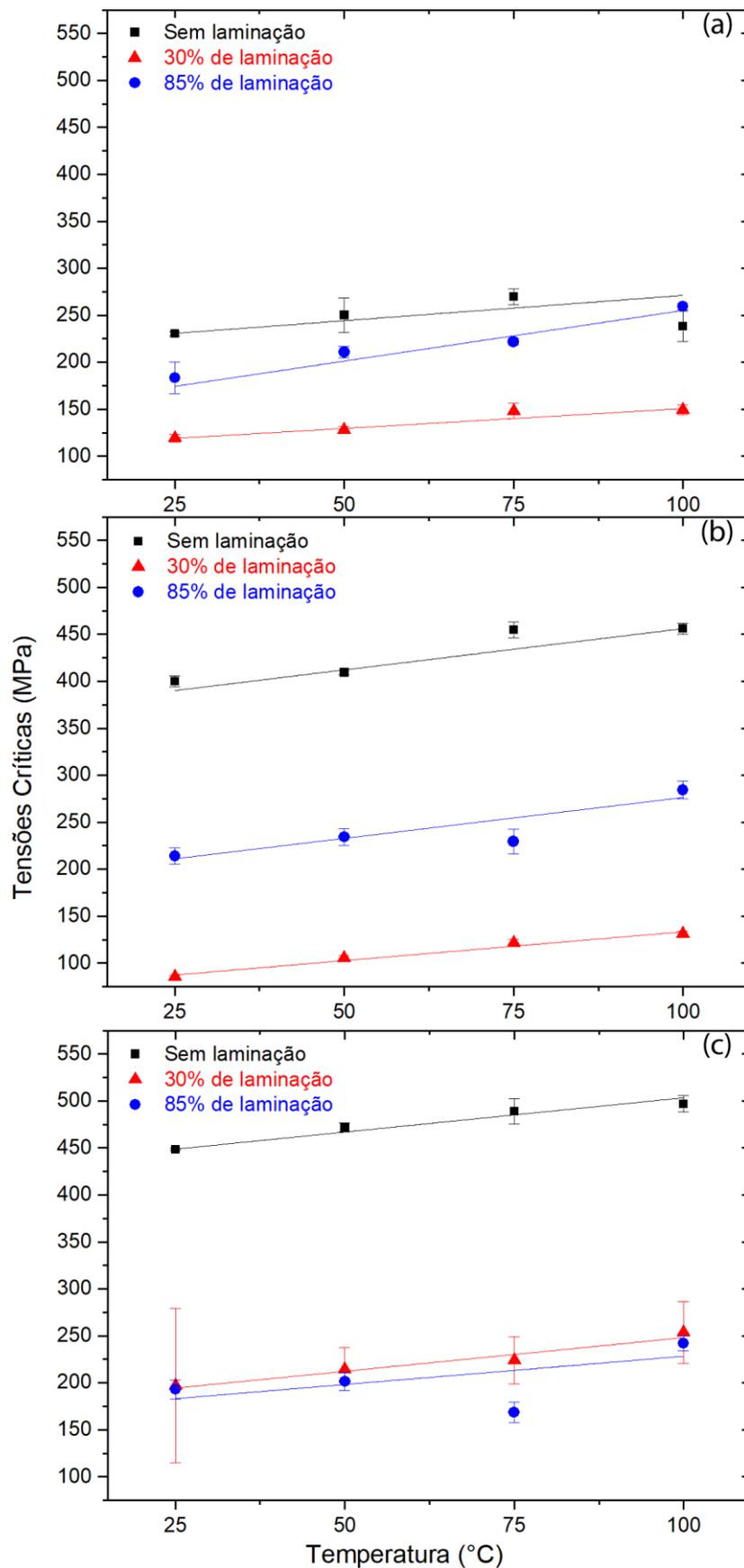


Figura 36 – Comportamento das tensões críticas das ligas com: (a) 0,1; (b) 0,2 e (c) 0,3% wCr.

Na figura 37 mostra uma variação da deformação residual em função das temperaturas de testes, essas variações podem ter ocorrido em virtude de uma não transformação total para fase inicial devido a influência da temperatura nos ensaios. Estudos realizados por Araya *et al.* (2008) sobre os efeitos da temperatura e do tamanho de grão no comportamento de fios de Cu-Al-Be com memória de forma sob carregamento cíclico mostram também a influência da temperatura nos ensaios neste presente trabalho. Conforme observado em todas as temperaturas de ensaio avaliadas, as deformações residuais para as amostras com 30% de redução foram inferiores em relação as amostras com 100% de redução como também nas ligas sem conformação para todos os percentuais de cromo. Este comportamento está associado ao crescimento de grão anormal apresentado pela amostra 30% de redução, além de uma menor quantidade de junções triplas.

Para as ligas 0,1 e 0,3%Cr com 100% de redução percebe-se que a deformação residual aumenta inicialmente quando a temperatura aumenta de 25°C para 75°C e diminui com o aumento da temperatura de 75°C para 100°C.

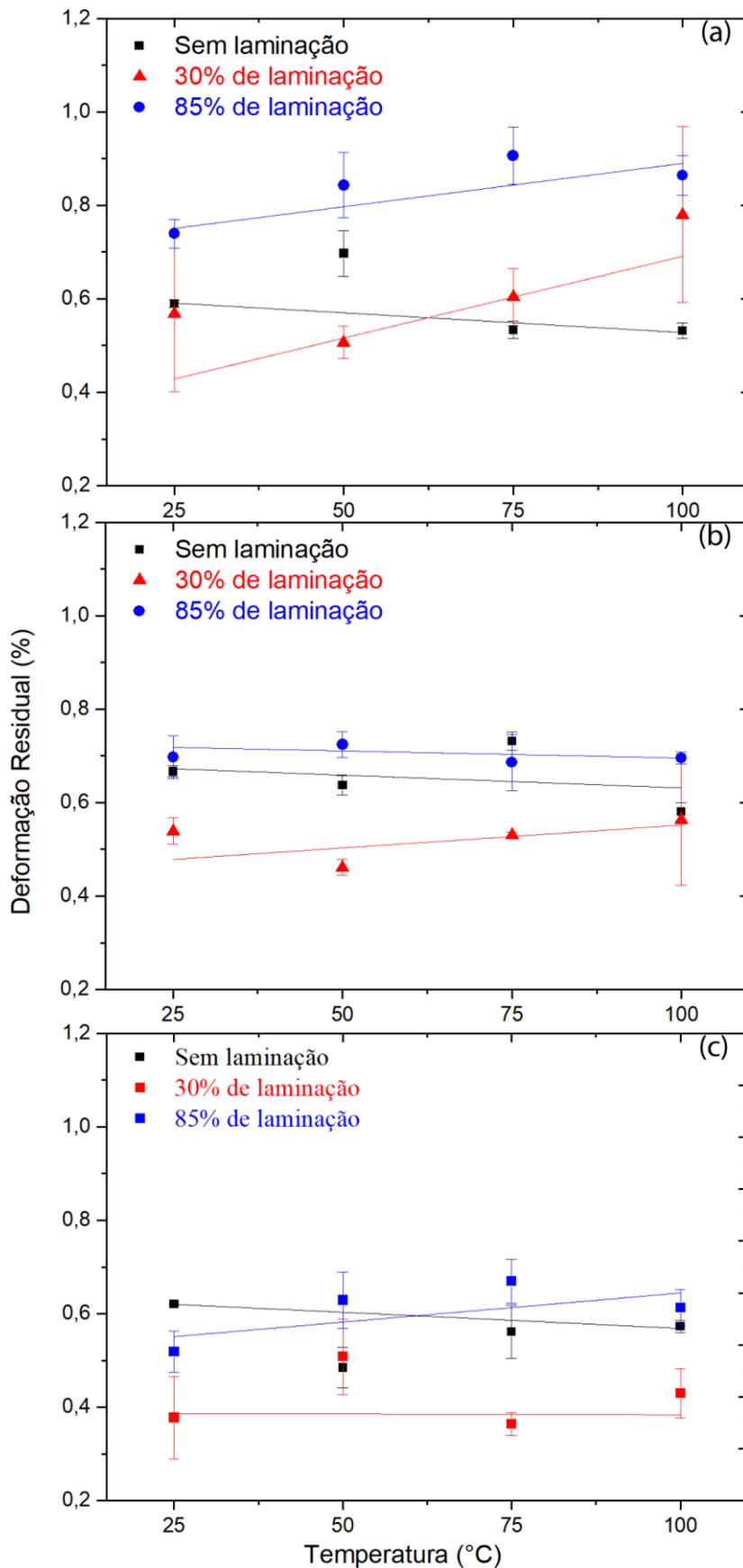


Figura 37 – Comportamento das deformações residuais das ligas com: (a) 0,1; (b) 0,2; (c) 0,3% wCr.

O efeito da laminação e da temperatura sobre a superelasticidade são mostradas na Figura 38 para todos os percentuais de cromo. É possível observar que o comportamento superelástico não teve mudanças significativas em função da temperatura para as amostras com e sem laminação, a hipótese é que a superelasticidade atingiu uma estabilidade nesta faixa de temperatura entre 25 a 100°C, sem mudanças de fases significativas para mudar as propriedades mecânicas de cada amostra, mantendo a fase β .

Porém, os aumentos da Superelasticidade são observados em função da laminação, onde valores de $\approx 2,38\%$ para as amostras sem laminação e de $\approx 4,62\%$ e $4,48\%$ para as amostras com 0,3%Cr laminadas com redução de 85% e 30% são observados, ou seja, um aumento de ≈ 46 e 48% respectivamente. Diante destes resultados conclui-se que o efeito da laminação proporcionou orientações cristalográficas e o crescimento anormal de grãos (Figura 20 e 21), que está de acordo com Sutou *et al.* (2004, 2005); Ying & Schuh (2011); Sutou *et al.* (2013); Jian-Xin Xie, Ji-Li Liu, Hai-You Huang (2015); Ji-Li Liu *et al.* (2017); Shuiyuan Yang *et al.* (2019); Yamagishi *et al.* (2019), as quais reportam que a superelasticidade depende fortemente do tamanho do grão, ou seja, a liga com maior tamanho de grão pode alcançar maior tensão superelástica.

Vale observar ainda que os valores de superelasticidade das ligas com 30% e 85% de redução estão muito próximos, tendo em vista que o efeito da laminação nesta faixa de redução da seção transversal dos corpos de provas não influenciaram significativamente, ou seja, hipoteticamente qualquer redução entre essa faixa de conformação mecânica tenderá aos valores de superelasticidade aqui apresentados.

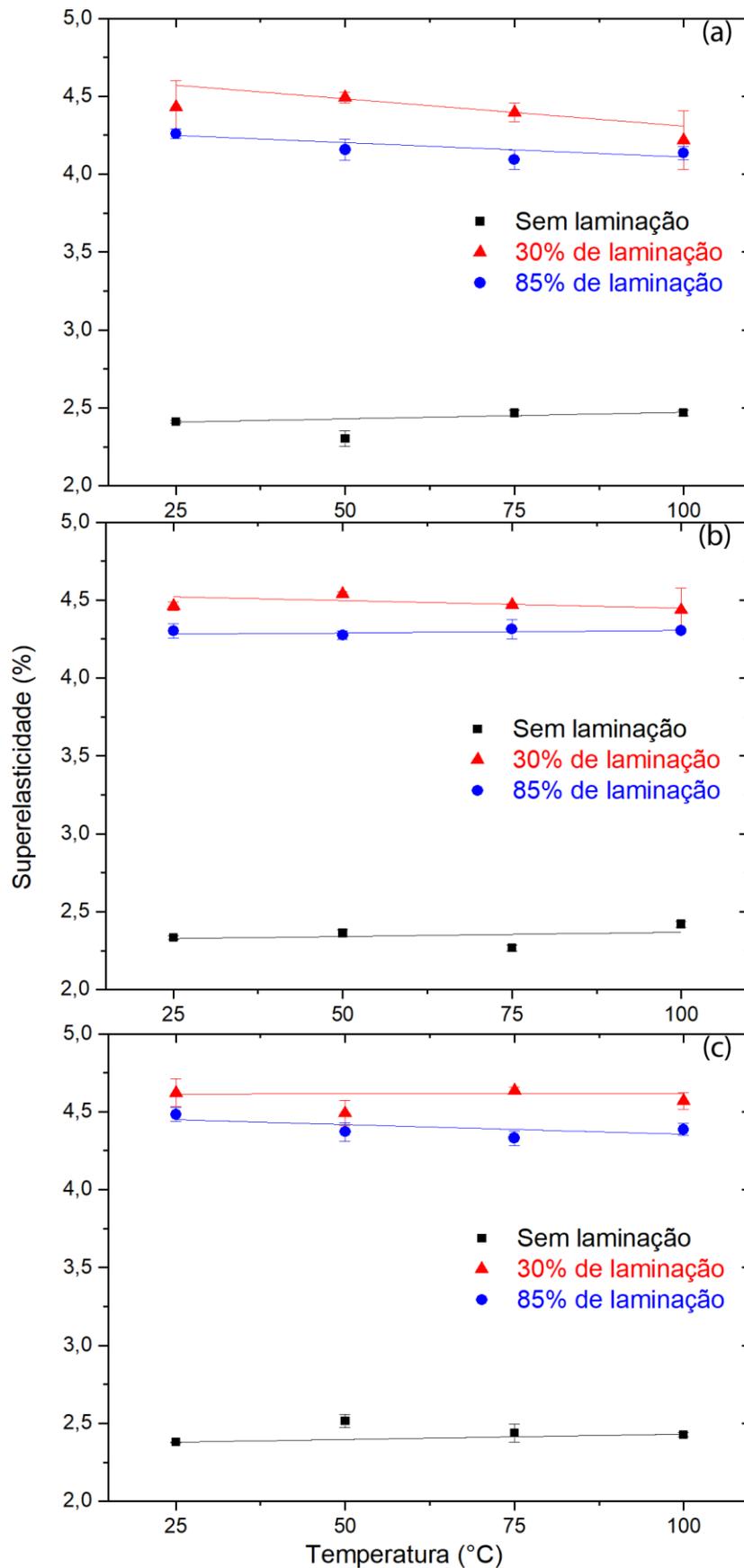


Figura 38 – Comportamento da superelasticidade das ligas com: (a) 0,1; (b) 0,2 (c) 0,3% wCr.

4.3.2. Ensaio de Tração

Após os ensaios de superelasticidade os corpos de prova foram rompidos para fornecer dados relativos à capacidade das ligas de suportar novas solicitações. Os ensaios estáticos de tração foram realizados a temperatura ambiente e estão representados em conjunto para todos os percentuais de cromo nas Figuras 39, 40 e 41.

Na figura 39 as três ligas exibem características diferentes até o final do ensaio, os resultados mostram com clareza que as tensões de indução e de ruptura aumentam com o acréscimo do cromo, onde a liga com 0,1%Cr apresenta uma tensão de indução em torno de $\approx 137,21\text{MPa}$ até sua ruptura a $\approx 493\text{MPa}$, na liga com 0,2%Cr em aproximadamente $\approx 353\text{MPa}$ a uma ruptura $\approx 538\text{MPa}$, já na liga com 0,3%Cr a tensão de indução é bem superior as demais $\approx 446,07\text{MPa}$ até a ruptura em $\approx 687\text{MPa}$. Porém as deformações não foram como esperadas nas ligas com 0,2 e 0,3%wCr, onde estas, apresentaram uma deformação em torno de 8,25 e 9,49%, ou seja, uma redução de 2,88 e 1,64% em relação as ligas com 0,1%Cr. Esta redução pode estar associada a fadiga do material aos sucessivos testes para quantificação da superelasticidade, o que provavelmente contribuiu para formação e propagação de trincas, como também a presença de defeitos localizados o raio de concordância nos corpos de prova.

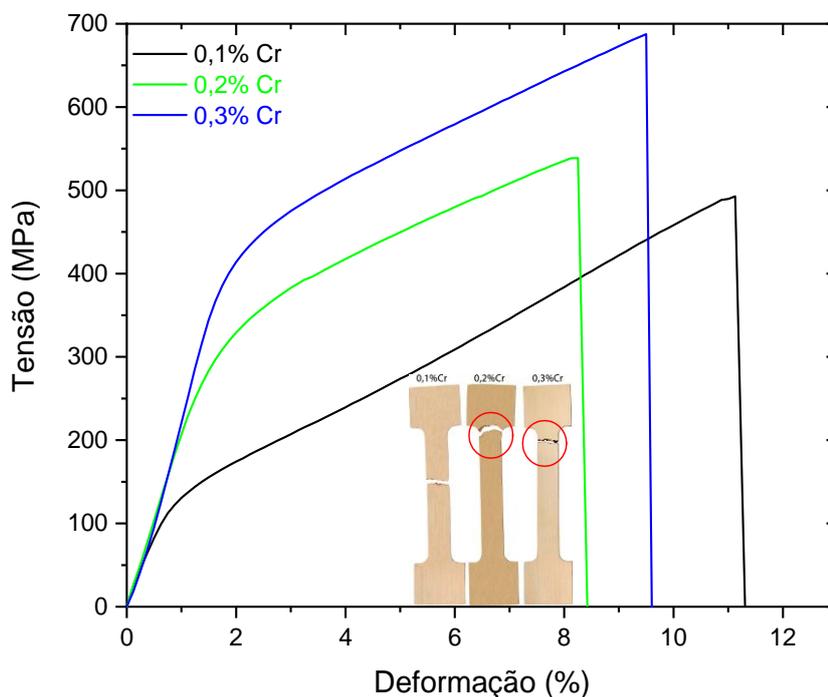


Figura 39 – Ensaio de tração das ligas sem laminação.

Na Fig. 40 temos os ensaios para as ligas laminadas com 30% de redução. Comparando os resultados com as amostras sem laminação Fig. 39 é perceptível a redução das tensões indução, o que reforça a hipótese de que a laminação proporcionou um crescimento anormal de grãos. Na liga com 0,1 %Cr apresentou uma tensão de indução em torno de 101MPa que se propaga até a sua ruptura em ≈ 342 MPa, com 0,2%Cr sua tensão crítica cai para ≈ 63 MPa a uma ruptura de ≈ 228 MPa e na liga com 0,3%Cr em ≈ 94 MPa em ≈ 244 MPa em sua ruptura.

A diferença entre os distintos resultados se deve provavelmente ao elevado tamanho de grão que associado à elevada anisotropia elástica destas ligas e diferentes orientações dos grãos pode promover diferentes tensões de ruptura entre as composições.

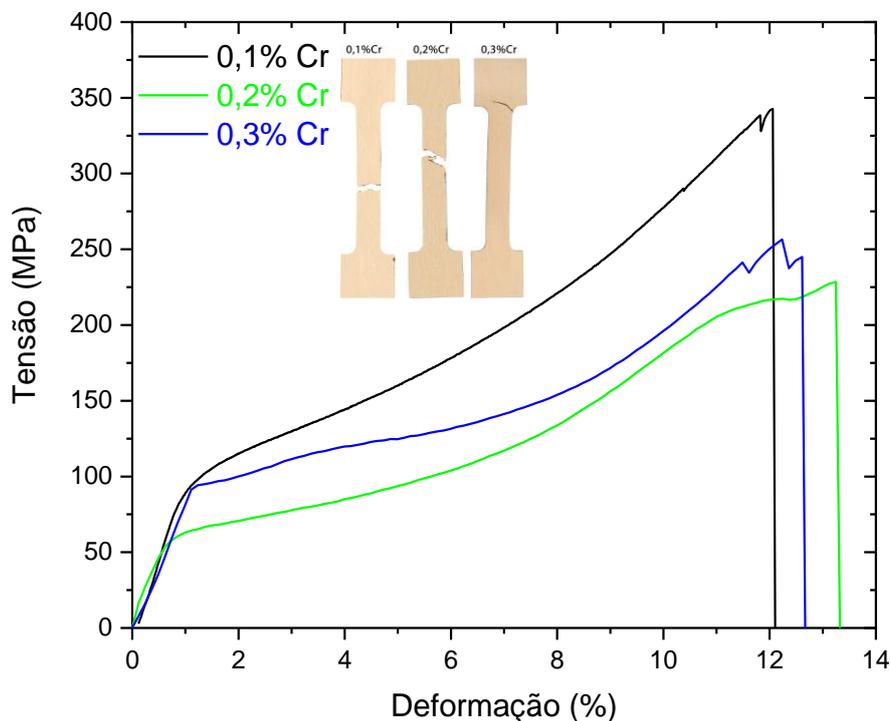
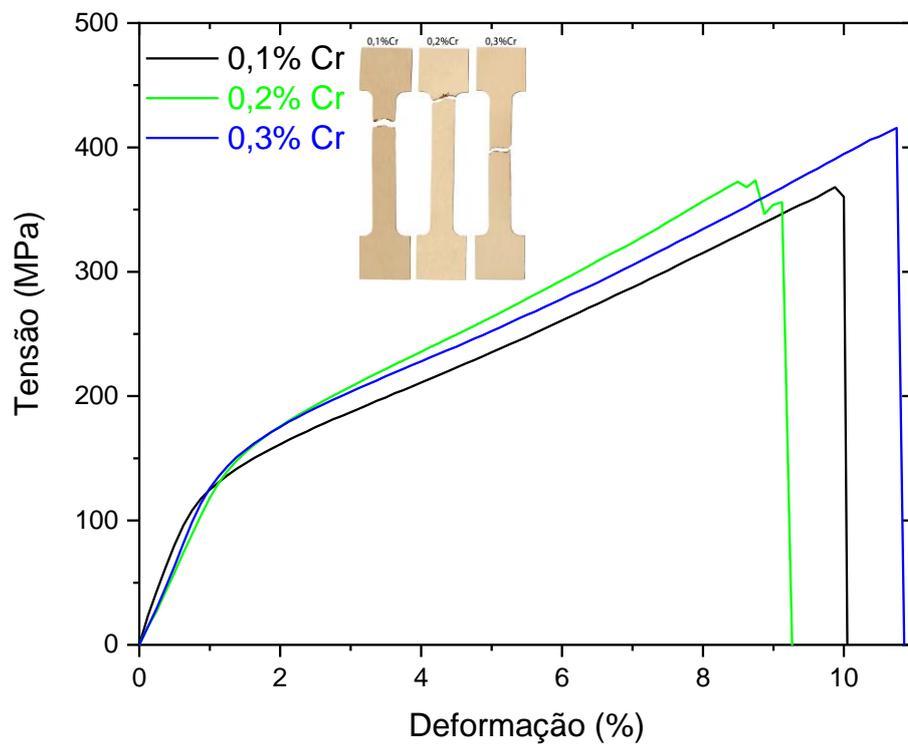


Figura 40 – Ensaio de tração das ligas laminadas com 30% de redução.

A curva tensão-deformação das ligas laminadas com 85% de redução é mostrada na Figura 41. Similarmente as curvas tensão-deformação presentes neste trabalho, são divididas no início da reorientação da martensita (tensões críticas) e na tensão de ruptura. Percebe-se que quando o teor de Cr é aumentado para 0,3%Cr, tanto a tensão crítica para a reorientação da martensita como a tensão de ruptura também aumentam, em torno de $\approx 136\text{MPa}$ (σ_c) e $\approx 360\text{MPa}$ (σ_r) na liga com 0,1%Cr e para 0,3%Cr de $\approx 157\text{MPa}$ (σ_c) e $\approx 415\text{MPa}$ (σ_r). No entanto, a liga com 0,2%Cr em comparação com as demais não se comportou como esperado, tanto na resistência à fratura como em sua tensão crítica, esse comportamento pode ser atribuído possivelmente devido a presença de defeitos provenientes do processo de conformação a quente, localizados no raio de concordância, ou seja, fora do comprimento útil do corpo de prova. Comportamento similar acontece nas ligas com 0,3%Cr laminada com redução de 30% (Figura 40) e para liga com 0,2%Cr sem laminação.



. Figura 41 – Ensaio de tração nas ligas laminadas com 85% de redução.

CAPÍTULO V

CONCLUSÕES

A fabricação das ligas Cu-Al-Be-Cr com efeito de memória de forma por fundição convencional foi realizada com êxito. As ligas sem conformação apresentaram redução não muito significativa para os percentuais de Cromo. Nas ligas laminadas a quente com 85% de redução houve aumento do tamanho do grão, porém as amostras com 30% de redução apresentaram crescimento anormal de grãos para todos os percentuais de cromo.

As temperaturas de transformação das ligas sem conformação diminuíram com o aumento do %Cr. Porém as ligas laminadas a quente apresentaram aumento significativo nas temperaturas de transformação principalmente nas amostras com redução de 30% associado ao elevado aumento do tamanho de grão nesta taxa de redução.

Os resultados dos ensaios de superelasticidade mostraram que as tensões críticas para a indução da martensita nas amostras sem conformação foram superiores em relação as amostras laminadas a quente para as mesmas temperaturas de ensaio. Este aumento ainda mais significativo com o aumento do percentual de cromo, que pode estar atribuído à resistência mecânica do movimento do limite de fase durante a transformação para a reorientação da martensita e das condições metalúrgicas da liga. Porém para as ligas laminadas com redução de 30 e 85% as tensões críticas foram bem inferiores com o aumento dos percentuais de cromo, que pode estar associada com o aumento do tamanho de grão das amostras.

As deformações residuais das amostras laminadas com 85% de redução foram melhores em relação as demais, principalmente nas ligas com 0,1%Cr e que decaí com o aumento do deste percentual.

Na Quantificação da superelasticidade as ligas laminadas com redução de 30%, apresentaram os melhores resultados em relação as ligas não conformadas, porém estes valores estão muito próximos com os das amostras com 85% de redução, ou seja, os efeitos da laminação nesta faixa de redução não influenciaram significativamente na superelasticidade.

Nos ensaios de tração as tensões críticas e de ruptura aumentam com o acréscimo do cromo para as ligas sem conformação até 0,3%Cr. Porém as deformações reduziram nas ligas com 0,2 e 0,3%wCr, provavelmente devido a ruptura localizadas no raio de concordância.

Nas ligas laminadas com 30% de redução é perceptível a redução das tensões indução, porém, estas apresentaram melhores deformações, superiores a 12% em relação as demais ligas estudadas neste trabalho.

Já para as ligas laminadas com 85% de redução as tensões críticas, tensões de ruptura e deformações aumentaram nas ligas com 0,1 e 0,3%Cr, porém, a liga com 0,2%Cr apresentou resultados inferiores, devido a fratura do corpo de prova também está localizada no raio de concordância.

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Com base nos resultados obtidos neste trabalho, permitem sugerir a continuação dos estudos por meio das seguintes atividades a serem desenvolvidos no futuro:

- a. Realizar o mesmo estudo em composições superiores a 1%Cr;
- b. Efetuar o mapeamento da superfície afim de analisar a orientação/desorientação e mobilidade de contornos de grão, textura local, precipitação, promovidos pela conformação a quente usando a técnica de difração de elétrons retro-espalhados (eléctron back-scattered diffraction -EBSD) para todas as ligas aqui estudadas;
- c. Efetuar ensaios de superelasticidade em condições mais extremas de temperatura e taxas de deformação objetivando verificar a influência desses parâmetros na resistência da liga;
- d. Estudar a ocorrência do fenômeno de crescimento anormal de grãos nas amostras laminadas com 30% de redução.

REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

ALBUQUERQUE, V.H.C.D. **Efeito da Adição de Nb e Ni em Propriedades Mecânicas de uma Liga com Efeito Memória de Forma CuAlBe**. 2010. Tese (Doutorado em Eng. Mecânica) – Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2010;

AQUINO, A.S. **Controle de vibração de um sistema sob desbalanceamento rotativo utilizando atuador de liga com memória de forma**. 2011. (Doutorado em Eng. Mecânica) – Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2011;

ARAYA, R.; MARIVIL M.; MIR, C; MORONI O.; SEPÚLVEDA A. Temperature and grain size effects on the behavior of Cu-Al-Be SMA wires under cyclic loading. **Materials Science & Engineering: A.**, v. 496, p. 209–213, 2008;

BANDEIRA, E.L.; SAVI, M.A.; MONTEIRO, P.C.C.; NETTO, T.A. Finite element analysis of shape memory alloy adaptive trusses with geometrical nonlinearities. **Archive of Applied Mechanics**, n. 3-4, v. 76. p. 133–144, 2006;

BECHLE, N.J.; KYRIAKIDES, S. Localization in NiTi tubes under bending. **International Journal of Solids and Structures**. Vol.51, pp. 967-980, 2014;

BRITO, I.C.A. **Efeito dos Parâmetros de Solidificação Sob Pressão nas Propriedades Mecânicas das Ligas com Memória de Forma Cu-Al-Be e Cu-Al-Be-Nb-Ni**. 2015. Tese (Doutorado em Eng. Mecânica) – Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2015;

BRITO, I.C.A. **Influência da Ciclagem Térmica nas Temperaturas De Transformação de Fase e Quantificação das Deformações Residuais em Ligas**

com Memória de Forma Cu-Al-Be-Nb-Ni. 2012. Dissertação (Mestrado em Eng. Mecânica) – Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2012;

CALLISTER Jr., W. D.; RETHWISCH, D. G. **Materials Science Engineering: An Introduction**. 9ª Ed. USA: John Wiley and Sons, pp. 960, 2010;

CANDIDO, G.V.M; MELO, T.A.A.; ALBUQUERQUE, V.H.C.; GOMES, R.M.; LIMA, S.J.G.; TAVARES, J.M.R.S. Characterization of a CuAlBe Alloy with Different Cr Contents. **Journal of Materials Engineering and Performance**. Vol. 21, Issue 11, pp 2398–2406, 2012;

CASCIATI F.; FARAVELLI, L. Experimental characterization of a Cu-based shape memory alloy toward its exploitation in passive control devices. **Journal de Physique IV**. Vol. 115, pp. 299–306, 2004;

CHOPRA, I. Review of State of Art of Smart Structures and Integrated Systems. **AIAA Journal**, Vol. 40, pp. 2145–2187. 2002;

CHRISTIAN, J.W. Martensitic Transformations: A Current Assessment Proc. In: International Symposium About The Mechanism of Phase Transformations in Crystalline Solids, **Proceedings of an International Symposium organized by the Institute of Metals**, London: University of Manchester, pp.129-142, 1969;

CISMASIU, C. **Shape Memory Alloys**. Croatia; Sciyo, 2010;

EGGELER, G.; HORNBOGEN, E.; YAWNY, A.; HECKMANN, A.; WAGNER, M. Structural and functional fatigue of NiTi shape memory alloys. **Materials Science & Engineering: A**. Vol.378, pp.24-33, 2004;

FRANÇA, F.J.C. **Propriedades Termomecânicas de Ligas CuAlBe com Adição de Elemento Refinador de Grão**. 2013. Tese (Doutorado em Eng. Mecânica) – Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2013;

FRANÇA, F.J.C. **Quantificação da Deformação Residual em uma Liga CuAlBe Superelástica**. 2009. Dissertação (Mestrado em Eng. Mecânica) – Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2009;

FROTSCHER, M.; WU, S.; SIMON, T.; SOMSEN, C.; DLOUHY, A.; EGGELER, G. Elementary deformation and damage mechanisms during fatigue of pseudoelastic NiTi microstents. **Advanced Engineering Materials**. Vol.13, n.5, pp.181-186, 2011;

FUNAKUBO, H. Shape Memory Alloys – Precision Machinery and Robotics. **Gordon and Breach Science Publishers**, Vol. 1, pp.270, 1987;

GONZALEZ, C.H. **Obtenção e Caracterização das Ligas Cu-Sn e Cu-Zn-Sn com Efeito Memória de Forma**. 1993. Dissertação (Mestrado em Eng. Mecânica) – Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 1993;

GRUZLESKI, J.E.; CLOSSET, B.M. **The treatment of Liquid Aluminum-Silicon Alloys**. Illinois-USA: Amer Foundrymen's Society, Inc., 2560p, 1990;

HOSSEINI, V.A.; SHABESTARI, S.G.; GHOLIZADEH, R. Study on the effect of cooling rate on the solidification parameters, microstructure, and mechanical properties of LM13 alloy using cooling curve thermal analysis technique. **Materials Design**, v. 50, p. 7-14, 2013;

IÑAKI, L.F.; BREZIEWSKI, T.; RUIZ-LARREA, I.; LÓPEZ-ECHARRI, A.; MARIA L.N.; JUAN, J.S. Thermo-Mechanical Behavior of Cu-Al-Be Shape Memory Alloys. In: The International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies American Society for Metals, 2013;

ISALGUE, A.; FERNANDEZ, J.; TORRA, V.; LOVEY, F.C. Conditioning treatments of Cu–Al–Be shape memory alloys for dampers. **Materials Science & Engineering: A**. Vol. 438–440, pp. 1085–1088, 2006;

JIAN-XIN XIE; JI-LI LIU; HAI-YOU HUANG. Structure design of high-performance Cu-base shape memory alloys. **Rare Metals**. Vol. 34, pp. 607-624, 2015;

JI-LI LIU; HAI-YOU HUANG; JIAN-XIN XIE. The roles of grain orientation and grain boundary characteristics in the enhanced superelasticity of Cu_{71.8}Al_{17.8}Mn_{10.4} shape memory alloys. **Materials & Design**. Vol. 64, pp. 427–433, 2014;

JI-LI LIU; ZHI HONG CHEN; HAI-YOU HUANG; JIAN-XIN XIE. Microstructure and superelasticity control by rolling and heat treatment in columnar-grained Cu-Al-Mn shape memory alloy. **Materials Science & Engineering: A**. Vol. 696, pp. 315-322, 2017;

KHELFAOUI, F.; BELLOUARD, Y.; GESSMANN, T.; WANG, X.; VLASSAK, J.; HAFEZ, M. “An Investigation of the Oxidation of Laser and Furnace-Annealed Sputter Deposited NiTi Thin Films Using Reflectivity Measurements”, SMST 2004, Baden-Baden, Germany;

KO, W-S; MAISEL, S.B; GRABOWSKI, B.; JEON, J.B.; NEUGEBAUER, J. Atomic scale processes of phase transformations in nanocrystalline NiTi shape-memory alloys. **Acta Materialia**. Vol. 123, pp. 90–101, 2017;

KUSAMA, T.; OMORI, T.; SAITO, T.; KISE, S.; TANAKA, T.; ARAKI, Y., KAINUMA, R. Ultra-large single crystals by abnormal grain growth, **Nature Communications**. Vol. 354, pp. 1-9, 2017;

KUSTOV, S.; PONS, J.; CESARI, E.; MORIN, M.; VAN HUMBEECK, J. Athermal stabilization of CuAlBe $\beta 1'$ martensite due to plastic deformation and heat treatment. **Materials Science & Engineering: A**. Vol. 373, pp. 328-338, 2004;

LAGOUDAS, D.C. **Shape Memory Alloys: Modelling and Engineering Applications**. 1st Ed. Texas-USA: Springer, pp.436, 2008;

LANZINI, F.; ROMERO, R.; CASTRO, L.M. Influence of Be addition on order–disorder transformations in β Cu–Al. **Intermetallics**. Vol..16, pp.1090-1094, 2008;

LARA-RODRIGUEZ, G.A.; GONZALEZ, G.; FLORES-ZÚÑIGA, H.; CORTÉS-PÉREZ, J. The effect of rapid solidification and grain size on the transformation temperatures of Cu–Al–Be melt spun alloys, **Materials Characterization**. Vol. 57, pp. 154-159, 2006;

MADDEN, J.D.W.; SCHMID, B.; HECHINGER, M.; LAFONTAINE, S.R.; MADDEN, P.G.A.; HOVER, F.S.; KIMBALL, R.W.; HUNTER, I.W. Application of polypyrrole actuators: Feasibility of variable camber foils. **IEEE Journal of Oceanic Engineering**, v. 29. p. 738–749, 2004;

MAESTA, M.F. **Controle Nebuloso Aplicado em Asas Adaptativas Utilizando Ligas de Memória de Forma**. 2012, 92 f. Dissertação (Mestrado em Eng. Mecânica) – Universidade Estadual Paulista, Ilha Solteira, 2012;

MOHAMMAD SHARIFI, E.; KERMANPUR, A. Superelastic properties of nanocrystalline NiTi shape memory alloy produced by thermomechanical processing. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**. Vol. 28, Issue 3, pp. 515-523, 2018;

MONTECINOS, S.; CUNIBERTI, A. Effects of grain size on plastic deformation in a β CuAlBe shape memory alloy. **Materials Science & Engineering: A**. Vol. 600, pp.176-180, 2014;

MONTECINOS, S.; CUNIBERTI, A. Martensitic transformation and grain size in a Cu-Al-Be alloy. **Procedia Materials Science**. Vol. 1, pp. 149-155, 2012;

MONTECINOS, S.; CUNIBERTI, A.; CASTRO, M.L. Kinetics of isothermal decomposition in polycrystalline β CuAlBe alloys. **Journal Intermetallics**. Vol. 18, pp. 36-41, 2010;

MONTECINOS, S.; CUNIBERTIA, A.; SEPÚLVEDA, A. Grain size and pseudoelastic behaviour of a Cu–Al–Be alloy. **Materials Characterization**. Vol. 59, pp. 117-123, 2008;

MONTECINOS, S.; MORONI, M.O.; SEPÚLVEDA, A. Superelastic behavior and damping capacity of CuAlBe alloys. **Materials Science & Engineering: A**. Vol. 419, pp. 91–97, 2006;

MÜLLER, A. **Solidificação e análise térmica dos metais**. Porto Alegre, RS: UFRGS editora, 278p, 2002;

MURTY, B.S.; KORI, S.A.; CHAKRABORTY, M. Grain Refinement of Aluminium and its Alloys by Heterogeneous Nucleation and Alloying. **International Materials Reviews**. Vol. 47, pp. 3-29, 2002;

NARASIMHA G.B.; MURIGENDRAPPA S.M. Influence of Gd on the microstructure, mechanical and shape memory properties of Cu–Al–Be polycrystalline shape memory alloy. **Materials Science & Engineering: A**. Vol. 73, pp. 245–52, 2018;

NARENDRANATH S.; VIJAY DESAI; BASAVARAJAPPA, S.; ARUN, K.V.; MANJUNATH YADAV, S. Hot Rolling and Ageing Effect on the Pseudoelasticity Behaviour of Ti-Rich TiNi Shape Memory Alloy. **Journal of Minerals & Materials Characterization & Engineering**. Vol. 9, pp.343-351, 2010;

NASCIMENTO, M.M.S.F. **Contribuição ao Estudo da Histerese em Ligas com Memória de Forma**. 2002. Dissertação (Mestrado em Eng. Elétrica) – Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2002;

NISHIYAMA, Z. – “Martensitic Transformation” – New Your: Acedemic Press, capitulo 6, pp.337-347, 1978;

OLIVEIRA, D.F. **Determinação das propriedades termomecânicas de ligas Cu-Al-Ni e Cu-Al-Be com efeito memória de forma para utilização como**

atuadores mecânicos. 2009. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2010;

OLIVEIRA, D.F.; BRITO, I.C.A.; FRANÇA, F.J.C.; LIMA, S.J.G.; MELO, T.A.A.; GOMES, R.M. Assessment of Pipe Coupling by Using the Recovery of Stress-Induced Martensites in Superelastic Cu-11.8Al-0.6Be-0.5Nb Alloy. **Journal of Materials Engineering and Performance**. Vol. 26, pp. 2264–2270, 2017;

OLIVEIRA, H.M.R. **Estudo Experimental do Comportamento Térmico e Dinâmico de Fios de Liga com Memória de Forma NiTi em Regime Superelástico**. 2014. Dissertação (Mestrado em Eng. Mecânica) – Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande -PB, 2014;

OLIVEIRA, J.P.; ZENG Z.; BERVEILLER S.; BOUSCAUD D.; FERNANDES F.M.B.; MIRANDA R.M.; ZHOU N. Laser welding of Cu-Al-Be shape memory alloys: Microstructure and mechanical properties. **Materials & Design**. Vol. 148, pp. 145-152, 2018;

OMORI, T.; IWAIZAKO, H.; KAINUMA, R. Abnormal grain growth induced by cyclic heat treatment in Fe-Mn-Al-Ni superelastic alloy. **Materials & Design**. Vol. 101, pp. 263–269, 2016;

OMORI, T.; KUSAMA T.; KAWATA S.; OHNUMA I.; SUTOU Y.; ARAKI Y.; ISHIDA K.; KAINUMA R. Abnormal grain growth induced by cyclic heat treatment. **Science**. Vol.341, Issue 6153, pp. 1500–1502, 2013;

OTSUKA K.; WAYMAN C.M. **Shape Memory Materials**. CAMBRIDGE: Cambridge University Press, 1998;

OTSUKA, K.; WAYMAN, C.M.; NAKA, K.; SAKAMOTO, H.; SHIMIZU, K. Superelasticity Effects and Stress-Induced Martensitic Transformations in Cu-Al-Ni Alloy. **Acta Metallurgica**. Vol. 24, pp. 207-226, 1976;

OZBULUT, O.E.; MIR, C.; MORONI, M.O.; SARRAZIN, M.; ROSCHKE, P.N. A Fuzzy Model of Superelastic Shape Memory Alloys for Vibration Control in Civil Engineering Applications. **Smart Materials and Structures**, Vol. 16, pp.818–829, 2007;

PADILHA, A.F.; SICILIANO JUNIOR, F. **Encruamento, Recristalização, Crescimento de Grão e Textura**. 1ª Ed. São Paulo: Editora ABM, pp. 232, 2005;

PAIVA, A.; SAVI, M.A.; PACHECO, P.M.C.L. Modelos constitutivos para ligas com memória de forma. In: Congresso Temático de Aplicações de Dinâmica e Controle. Anais do DINCOM, São José dos Campos, São Paulo, vol. 2, 2003;

PETTY, E.R. **Martensitic: Fundamentals and technology**. London: Longman Group, pp. 205, 1970;

PINA, E.A.C.; GONZALEZ, C.H.; OLIVEIRA, C.A.N.; UTIGA FILHO S.L.; QUADROS, N.F. Estabilização da Martensita na Liga Ternária com Memória de Forma Cu-Al-Mn. In: Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 17º, 2006, Foz do Iguaçu, Paraná: Anais... Foz do Iguaçu, Paraná, 2006. v. 1. p. 5436-5447;

RODRIGUES, L.F.A.; TRAVASSOS, G.D.; ARAÚJO, C.J. Parafuso superelástico de liga com memória de forma para aumentar a confiabilidade em juntas flangeadas usadas na produção e transporte de óleo e gás. **Boletim técnico da Produção de Petróleo**. Vol. 6, pp. 51-64, 2011;

RODRIGUES, M.C.M. **Efeito do treinamento ciclagem pseudoelástica nas propriedades mecânicas e funcionais de uma liga de níquel-titânio**. 2016. Dissertação (Mestrado em Eng. Metalúrgica, Materiais e de Minas) – Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2016;

SAIGAL, A.; FONTE, M. Solid, shape recovered “bulk” Nitinol: Part I – Tension compression asymmetry. **Materials Science and Engineering: A**. Vol.528, pp.5536-5550, 2011;

SAINT-SULPICE, L.; CHIRANI, S.A.; CALLOCH, S. A 3D Cyclic Super elastic Model For Shape Memory Alloys Taking Into Account Ratchetting Effect. **Mechanics of Materials**. Vol 41, pp.12-26, 2009;

SCHLÜTER, K.; HOLZ, B.; RAATZ, A. Principle Design of Actuators Driven by Magnetic Shape Memory Alloys. **Advanced Engineering Materials**, v. 14. p. 682–686, 2012;

SHASHIDHARA, S.M.; MALLIKARJUN, U.S.; SHIVASIDDARAMAIAH, A.G. Effect of quaternary additive in Variation of Shape Memory Effect and Transformation Temperature in Cu-Al-Be Shape Memory Alloy. **International Journal of Advanced Research Methodology in Engineering & Technolog.** Vol. 2, Issue 2, 2018;

SHUIYUAN YANG; JIXUN ZHAN; MENGYUAN CHI; YUHUA WEN; XINREN CHEN; CUIPING WANG; XINGJUN LIU. Low-cost Cu-based shape memory single crystals obtained by abnormal grain growth showing excellent superelasticity. **Materialia**. Vol. 5, pp. 100200, 2019;

SHU-YONG JIANG; YAN-QIU ZHANG; YA-NAN ZHAO. Dynamic recovery and dynamic recrystallization of NiTi shape memory alloy under hot compression deformation. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**. Vol. 23, issue 1, pp. 140-147, 2013;

SILVA JÚNIOR, M.Q. **Estudo da Liga Cu-11,8Al-XBe-0,3Ti (X=0,5; 0,6; 0,7) Processadas Termomecânicamente**. 2010. Tese (Doutorado em Eng. Mecânica) – Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa – Pb, 2010;

SIREDEY, N.; EBERHARDT, A. Fatigue behavior of Cu-Al-Be shape memory single crystals. **Materials Science & Engineering: A**. Vol. 290, pp. 171-179, 2000.

SURESH, K.S.; DONG -IK KIM; BHAUMIK, S.K.; SATYAM SUWAS. Evolution of microstructure and texture in Ni_{49.4}Ti_{38.6}Hf₁₂ shape memory alloy during hot rolling. **Intermetallics**. Vol. 4, pp.1-8, 2013;

SUTOU Y.; OMORI, T.; WANG, J.J.; KAINUMA, R.; ISHIDA, K. Characteristics of Cu–Al–Mn based shape memory alloys and their applications. **Materials Science and Engineering: A**. Vol. 378, pp. 278–282, 2004.

SUTOU, Y.; OMORI, T.; KAINUMA, R.; ISHIDA, K. Grain size dependence of pseudoelasticity in polycrystalline Cu-Al-Mn based shape memory sheets. **Acta Materialia**. Vol. 61, pp. 3842-3850, 2013;

SUTOU, Y.; OMORI, T.; YAMAUCHI, K.; ONO, N.; KAINUMA, R.; ISHIDA, K. Effect of grain size and texture on pseudoelasticity in Cu-Al-Mn-based shape memory wire. **Acta Materialia**. Vol. 53, pp. 4121–4133, 2005;

TORRA, V.; ISALGUE, A.; LOVEY, F.C.; MARTORELL, F.; MOLINA, F.J.; SADE, M.; TACHOIRE, H. Shape memory alloys: from the physical properties of metastable phase transitions to dampers for Civil Engineering applications. **Journal de Physique IV**. Vol. 113, pp. 85–90, 2004;

VELOSO, A.C.R. **Propriedades e microestrutura de ligas Cu-Al-Ni passíveis do efeito memória de forma com adição de Nb e V**. 2007. Tese (Doutorado em Eng. Mecânica) – Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa – Pb, 2007;

WAYMAN, C.M.; HARRISON, J.D. The Origin of the Shape Memory Effect. **Journal of Metals**. Vol. 36, pp. 26-28, 1989;

YAMAGISHI, K.; OGAWA, Y.; ANDO, D.; SUTOU, Y.; KOIKE, J. Room temperature superelasticity in a lightweight shape memory Mg alloy. **Scripta Materialia**. Vol. 168, pp. 114-118, 2019;

YING CHEN; SCHUH, C. A. Size effects in shape memory alloy microwires. **Acta Materialia**. Vol. 59, pp. 537-553, 2011;

ZARNETTA, R.; TAKAHASHI, R.; YOUNG, M.L.; SAVAN A.; FURUYA Y.; THIENHAUS S.; MAAß B.; RAHIM, M.; FRENZEL, J.; BRUNKEN, H.; CHU, Y.S.; SRIVASTAVA, V.; JAMES, R.D.; TAKEUCHI, I.; EGGELER, G.; LUDWING, A. Identification of Quaternary Shape Memory Alloys with Near-Zero Thermal Hysteresis and Unprecedented Functional. **Advanced Functional Materials**. Vol. 20, pp. 1917-1923, 2010.