



# CIEEMAT`19

The 5th Ibero-American Congress on  
Entrepreneurship, Energy, Environment  
and Technology

## PROCEEDINGS



5<sup>th</sup> Ibero-American Congress on

# Entrepreneurship, Energy, Environment and Technology

11<sup>th</sup> – 13<sup>th</sup> September 2019

Portalegre, Portugal

ISBN 978-84-17934-30-9



Portugal, September 2019

# ORGANIZING COMMITTEE

## Conference Management

**Chairman: Ronney Arismel Macnebo Boloy, PhD.** (Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca (CEFET/RJ), Brasil)

**Chairman: Paulo Brito, PhD.** (Polytechnic Institute of Portalegre, Portugal)

**Chairman: Luis Pais, PhD.** (Polytechnic Institute of Bragança, Portugal)

**Chairman: José Luis Calvo Rolle, PhD.** (Universidade de La Coruña, España)

**Vocal: Ramon Sanguino Galvan, PhD.** (Universidade de Extremadura, España)

**Vocal: João Leitão, PhD** (Lisbon Technical University and University of Beira Interior, Portugal)

**Conference Manager: Monica Martins**  
(Theorem Conferences, United Kingdom)

# SCIENTIFIC COMMITTEE

- PhD. Eliseu Monteiro (C3i/IPP, Portugal)
- PhD. Isabel Machado (C3i/IPP, Portugal)
- PhD. João Miranda (C3i/IPP, Portugal)
- PhD. Paulo Brito (C3i/IPP, Portugal)
- PhD. Luiz Rodrigues (C3i/IPP, Portugal)
- PhD. Valentim Realinho (C3i/IPP, Portugal)
- PhD. Nicolau Almeida (C3i/IPP, Portugal)
- PhD. Rato Nunes (C3i/IPP, Portugal)
- PhD. Luís Filipe Vieira Ferreira (Lisbon Technical University, Portugal)
- PhD. Mário Costa, M. (Lisbon Technical University, Portugal)
- PhD. António Macías García (University of Extremadura, Spain)
- PhD. Josélia Pedro (C3i/IPP, Portugal)
- PhD. José Luís Calvo Rolle (Coruña University, Spain)
- PhD. Margarida Gonçalves, (UNL-FCT, Portugal)
- PhD. Awf Al-Kassir Abdulla, (University of Extremadura, Spain)
- PhD. Ronney Arismel Mancebo Boloy, (GEEMAT-CEFET/RJ, Brazil)
- PhD. Amilton Ferreira Junior, (GEEMAT-CEFET/RJ, Brazil)
- PhD. Daniel de Cerqueira Lima e Penalva dos Santos, (IFPE, Brazil)
- PhD. Abel Rouboa (UTAD, Portugal)
- PhD. Valter Silva (University of Porto, Portugal)
- PhD. Luís Tarelho (University of Aveiro, Portugal)
- PhD. Ricardo Chacartegui, (University of Seville, Spain)
- PhD. Tamer Ismail, (Suez Canal University , Egypt)
- PhD. Cândida Vilarinho, (CVR, Minho University, Portugal)
- PhD. Pedro RibeiroMucharreira (Institute of Education, University of Lisbon, ISCE-Institute for Education Sciences, Portugal)
- PhD. Marina Godinho Antunes (ISCAL-Lisbon Higher Institute for Accounting and Administration, Portugal)
- PhD. Ramón Sanguino Galván (University of Extremadura, Spain)
- PhD. Eduardo Álvarez Álvarez (University of Oviedo, Spain)
- PhD. Manuel Rico Secades (University of Oviedo, Spain)
- PhD. António Navarro-Manso (University of Oviedo, Spain)
- PhD. Sílvia Román Suero (University of Extremadura, Spain)
- PhD. Santiago Cambero Rivero (University of Extremadura, Spain)
- PhD. María Isabel Sánchez Hernández (University of Extremadura, Spain)
- Professor Claire Seaman (Queen Margaret University, United Kingdom)
- PhD. Luís Silva (Polytechnic Institute of Porto, Portugal)
- PhD. Aizhan Salimzhanova (Kazakh State Women's Teacher Training University, Kazakhstan)
- PhD. Luís Loures (C3i/IPP, Portugal)
- PhD. Abel Rodrigues (National Institute of Agrarian and Veterinary Research, Portugal)
- PhD. José Luis Canito Lobo (University of Extremadura, Spain)
- PhD. Diego Carmona Fernández (University of Extremadura, Spain)
- PhD. Christoper Sá (Polytechnic Institute of Porto, Portugal)
- PhD. Jerónimo González Cortés (Centre for Scientific and Technology Research of Extremadura, Spain)
- PhD. Muhammad Ghaffar Doggar (COMSATS, Pakistan)
- PhD. Naeem Abas Kalair (University of Gujrat, Pakistan)
- Professor Artur Romão (Pro-President for Employment and Entrepreneurship at the Portalegre Polytechnic Institute and C3i/IPPPortalegre)

# CONTENT

Indicators of Quality and Sustainability in the Logistics Sector of Organic Products <i>Lais Alves, Felipe Velihovetchi, Elaine Vazquez</i> .....	1
<b>A evolução da pequena agricultura</b> <i>Rui Alves, Duarte Pousa, João Paulo Pereira, Pedro Oliveira</i> .....	2
<b>MUSICALIZAÇÃO NA EDUCAÇÃO INFANTIL DA REDE PÚBLICA DE UMA CIDADE CAPIXABA/BRASIL</b> <i>Kamilla Alves de Andrade, Fernanda Matos de Moura Almeida, Maria das Graças Gonçalves Vieira Guerra</i> .....	7
<b>O IMPACTO DA CAFEICULTURA FRENTE AO COMÉRCIO DE IÚNA-ES/ BRASIL</b> <i>Maycon de Freitas Junger, Sávio Dias de Oliveira, Fernanda Matos de Moura Almeida, Maria das Graças Gonçalves Vieira Guerra</i> .....	14
<b>O USO DAS REDES SOCIAIS COMO FERRAMENTA DE MARKETING NO RAMO MOVELEIRO DE IÚNA-ES/BRASIL</b> <i>Amanda da Silva Guedes Martins, Kellen Stephanny Silveira Alves, Leonardo de Oliveira Vargas, Ériton Antônio Cezar de Assis, Fernanda Matos de Moura Almeida, Maria das Graças Gonçalves Vieira Guerra</i> .....	21
<b>PRÁTICAS DE LEITURA DESENVOLVIDAS EM UMA CRECHE NO INTERIOR DO ESPÍRITO SANTO/BRASIL</b> <i>Amanda Freitas de Castro, Laurides Pimentel Henrique, Simone Mendes Alves, Júnia Moreira de Freitas, Fernanda Matos de Moura Almeida, Maria das Graças Gonçalves Vieira Guerra</i> .....	28
<b>Análise dos fatores que influenciam a velocidade de desenvolvimento de novos produtos</b> <i>Renata de Oliveira Mota, Moacir Godinho Filho</i> .....	36
<b>Estratégia de Produção e práticas Lean-Green: um mapeamento da literatura</b> <i>Genadra Alves Queiroz, Ivete Delai, Alceu Gomes Alves Filho</i> .....	42
<b>Desempenho de misturas binárias e ternárias de gasolina, biogásolina e etanol em motores de ignição comandada</b> <i>Luis Durão, Joaquim Costa, Francisco Brito, Jorge Martins, Margarida Gonçalves</i> .....	50
<b>THE ATRIUM THERMAL EFFECT ON ENERGY BEHAVIOR IN BUILDINGS. AN EXPERIMENTAL CASE-STUDY</b> <i>José António Romero Otero, Carmen Galán Marín, Carlos Rivera Gómez</i> .....	56
<b>Economic evaluation of thermo-chemical conversion of lignocellulosic and WEEE residues via thermal gasification</b> <i>Roberta Mota Panizio, Luís Felipe do Carmo Calado, Octávio Alves, Bruno Garcia, Santa Margarida Santos, Paulo Sergio Duque de Brito</i> .....	61
<b>Filamento a base de ácido poliláctico y kenaf para impresión 3D</b> <i>Manuel Acevedo Serrano, Luis Royano Barroso, Ana Parralejo Alcobendas, Juan Cabanillas Patilla, Jerónimo González Cortés</i> .....	66
<b>Water washing to improve the quality of solid biofuel from plum tree pruning biomass</b> <i>Luis Royano Barroso, Ana Parralejo Alcobendas, Juan Cabanillas Patilla, Jerónimo González Cortés, Juan Félix González González</i> .....	69
<b>ESTUDIO DE LA INFLUENCIA DEL PRETRATAMIENTO EN LA GENERACIÓN DE BIOGÁS EN RESIDUOS DE UVA</b> <i>Ana Parralejo Alcobendas, Luis Royano Barroso, Manuel Acevedo Serrano, Juan Cabanillas Patilla, Jerónimo González Cortés</i> .....	72
<b>ANAEROBIC DIGESTION OF ORANGE PEELWASTE AND SWINE MANURE: A CENTRAL COMPOSITE DESIGN</b> <i>Ana Parralejo Alcobendas, Berta Riaño Irazábal, María Cruz García González, Luis Royano Barroso, Juan Cabanillas Patilla, Jerónimo González Cortés</i> .....	78

<b>Validation of a Sustainable Model for the Mining-metallurgical Industry in Mexico</b>	
<i>Rosa Elia Martínez Torres, Mariusz Bednarek, Urszula Zulawska.....</i>	<i>83</i>
<b>Use of leachates from a mechanical biological municipal solid waste treatment plant as fertilizers</b>	
<i>Jonathan Cardoso, Maria Vertonha, Juliana Mees, Jose Luis Díaz Tuesta, Paulo Brito, Helder T. Gomes</i>	<i>91</i>
<b>Valorization of acidic waste oils through conversion to biodiesel catalysed by an acidic ionic liquid</b>	
<i>Baú, A.C., Ribeiro, A.E., Queiroz, A.M., Brito, P.....</i>	<i>96</i>
<b>Optimization of reaction conditions for biodiesel synthesis from a waste cooking oil using [HMIM]HSO<sub>4</sub> ionic liquid as catalyst</b>	
<i>Goes, H., Ribeiro, A.E., Queiroz, A.M., Brito, P.....</i>	<i>103</i>
<b>Análise de indicadores de erosão hídrica com uso de simulador de chuva em solos sob condições de seca do Nordeste de Portugal</b>	
<i>Ana Caroline Royer, Tomás de Figueiredo, Felícia Fonseca, Fabiana Costa Araujo Schütz.....</i>	<i>110</i>
<b>Energetic valorization of coffee grounds mixed with lignocellulosic biomass in different proportions</b>	
<i>Santa Margarida Santos, Luis Filipe Calado, Octávio Alves, Roberta Panizio, Valter Silva, Paulo Brito</i>	<i>115</i>
<b>Técnicas de caracterização de uma liga de Níquel-Titânio com memória de forma</b>	
<i>Carlos Alberto Rodrigues Andrade, Filipe de Almeida da Silva Soares, Glauco Tapijara Vallicelli Nobrega, Jean César Hilário, Luiz Alberto dos Santos.....</i>	<i>121</i>
<b>A Situação da Formação em Engenharia de Energia: Uma Política Pública para o Setor Energético Brasileiro</b>	
<i>Gisele Maria Vieira, Nival Nunes Almeida, Ronney Arismel Mancebo Boloy, Stella Maris Pires Domingues</i>	<i>126</i>
<b>Análise do Desempenho Energético de um Edifício de Serviços – O Caso do Quartel dos Bombeiros Voluntários de Bragança</b>	
<i>Sónia Cova, Orlando Soares, Carlos Andrade.....</i>	<i>131</i>
<b>Small scale power generation Unit using Biomass gasification: The SUBe Project</b>	
<i>Fernanda Resende, Valter Silva, Miguel Mendonça, António Barbosa, Paulo Brito, João Azevedo, Arlindo Almeida, Helder Gomes.....</i>	<i>137</i>
<b>Performance improvement of a wind generation system using numerical methods in its power extraction algorithms</b>	
<i>O. Carranza, D. Memije, J.J. Rodriguez, R. Ortega .....</i>	<i>143</i>
<b>Project Based Learning in the Classroom: Application in a Computer Science Undergraduate Degree, applied to a Computer Architecture Course</b>	
<i>Sérgio Correia, L. F. Rodrigues, J. P. S. Carrondo.....</i>	<i>149</i>
<b>Impacto de la Metodología de Innovación Holística en las competencias de creatividad de los estudiantes mentores del programa de reciclaje de Impulsa Perú</b>	
<i>Isaac Zúñiga Aguilar.....</i>	<i>154</i>
<b>Simulation of a Billet Heating Furnace</b>	
<i>Sérgio Costa, Isabel Malico, Daniel Santos, Miguel Barão, Teresa Gonçalves, Luís Rato, Paulo Canhoto, Rui Lima, Sofia Oliveira, Paulo Fontes, Susana Cravo.....</i>	<i>160</i>
<b>Application of Near-Infrared Spectroscopy and Chemometrics for real-time monitoring during a chlorophyll extraction process</b>	
<i>Corro-Herrera, Victor; Aguilar-Uscanga Maria; Mancebo Boloy, Ronney Arismel; Lienqueo, Maria Elena</i>	<i>165</i>

# Técnicas de caracterização de uma liga de Níquel-Titânio com memória de forma

Carlos Alberto Rodrigues Andrade  
Professor Adjunto  
ESTiG – Instituto Politécnico de  
Bragança  
Bragança, Portugal  
andrade@ipb.pt

Jean César Hilário  
Aluno de Mestrado  
ESTiG – Instituto Politécnico de  
Bragança  
Bragança, Portugal  
a39513@alunos.ipb.pt

Filipe de Almeida da Silva Soares  
Aluno de Mestrado  
ESTiG – Instituto Politécnico de  
Bragança  
Bragança, Portugal  
a38199@alunos.ipb.pt

Luiz Alberto dos Santos  
Professor EBTT  
CEFET-RJ  
Angra dos Reis, Brasil  
luiz.alberto@cefet-rj.br

Glauco Tapijara Vallicelli Nobrega  
Aluno de Mestrado  
ESTiG – Instituto Politécnico de  
Bragança  
Bragança, Portugal  
a38196@alunos.ipb.pt

**Abstract** - This paper presents a study about some characterization processes of metallic alloys, more specifically shape memory alloys composed by Nickel and Titanium. For the study, the wires were obtained by two different suppliers. Initially, a metallographic analysis was performed where the contours of the grain of the wires could be observed. Differential scanning calorimetry (DSC) testing was also performed to obtain the phase transformation temperatures of NiTi alloys. Finally, after tensile tests, results were obtained for stresses, elasticity modules and maximum rupture deformation.

**Keywords**— Shape memory alloy, NiTinol, characterization processes

**Resumo** – Este artigo apresenta um estudo sobre alguns processos de caracterização de ligas metálicas, mais especificamente ligas de memória de forma compostas por Níquel e Titânio. Para este estudo, os fios foram obtidos de dois fornecedores diferentes. Inicialmente, uma análise metalográfica foi realizada onde os contornos de grão foram observados. O teste de Varredura diferencial de calorimetria (DSC) foi realizado obtendo a temperatura de transformação de fase da liga NiTi. Finalmente, após os testes de tensão, foram obtidas as tensões, módulos de elasticidades e deformação máxima de ruptura.

**Palavras-chave**— Liga de memória de forma, NiTinol, processo de caracterização

## I. INTRODUÇÃO

Embora a primeira liga de memória de forma (LMF) tenha sido descoberta em 1932 por Arne ölander [1], a liga equiatômica de Níquel e Titânio amplamente conhecida sob o nome de NiTinol foi descoberta apenas em 1960 por Buheler e Wiley no *Naval Ordnance Laboratory* (responsável pelo sufixo “nol” presente no nome da liga) [1]–[3]. O objetivo dos criadores do NiTinol era possibilitar a fabricação do cone de nariz de um míssil naval que fosse resistente ao impacto e à fadiga, apresentando baixa densidade e grande resistência térmica, mas sem perder as propriedades elétricas e magnéticas da liga Ni-Cu [3].

O NiTinol mostrou-se o mais vantajoso de entre as ligas com memória de forma conhecidas, recebendo grande atenção

da comunidade científica (bem como *designers* industriais e de produtos) nas últimas décadas, principalmente nos campos da medicina e biomedicina devido à resistência à corrosão, a biocompatibilidade, o efeito memória de forma e a superelasticidade [4].

A liga equiatômica de NiTi apresenta até 8% de recuperação de forma [5] entre temperaturas de -50 °C a 110 °C, tendo ainda preço muito inferior a outras LMF, uma vez que é comum estas possuírem ouro, prata e platina nas suas composições, encarecendo as mesmas [2].

Atualmente a liga vem sendo utilizada e recebe um grande investimento na indústria automóvel, aeroespacial e até mesmo na engenharia civil, como agentes de controlo ativo, semi-ativo e passivo em estruturas sujeitas a vibrações, em sistemas de automação e controlo como atuadores, acoplamentos de dispositivos elétricos, magnéticos, antenas de satélites e abas de ar-condicionado [1], [2], [4].

Na área da saúde é comum encontrar a liga em implantes ortodônticos e *stents*, sendo também aplicados na ortopedia e radiologia intervencionista [1]–[3]. O seu uso é tão difundido nesta área graças a propriedades como a memória de forma, resistência à fadiga, resistência à torção, capacidade de alongamento elástico, comportamento tensão-deformação semelhante aos ossos e tendões, acrescida com a sua biocompatibilidade superior à do aço inox (considerando que o módulo de elasticidade do NiTinol é mais próximo ao do osso) e também à do Ti-6Al-4V, podendo ser mais ou menos biocompatível de acordo com o processo de fabricação [3].

Uma das grandes vantagens do NiTinol é a possibilidade de ajustar as suas propriedades de acordo com sua composição química e realizar tratamentos térmicos e/ou mecânicos. O material tem a capacidade de alterar entre a fase austenítica e a fase martensítica sem que exista um processo de difusão, permitindo assim o retorno à geometria inicial, mesmo após considerável deformação, quando submetido a determinada temperatura, sendo este efeito chamado de memória de forma [1], [3], [4]. Enquanto a capacidade de resistir a grandes tensões, sendo totalmente recuperável, é chamada de

superelasticidade, sendo estas duas características o grande diferencial do NiTiInol [3], [4], [6].

Existe ainda a possibilidade de um duplo efeito de memória de forma. Para obtê-lo, é necessário “trabalhar a liga” conhecido como *training* que dá-se introduzindo tensões residuais ao material por meio de esforços mecânicos repetitivos. Isto permite que ele assumira uma forma a frio e outra a quente. O excess de *training* da LMF, porém, acarreta em degradação da tensão, porção ou na dobra [1].

As temperaturas de transformação em ligas comerciais costumam estar na faixa entre  $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$  e  $+100\text{ }^{\circ}\text{C}$ , com histerese variando entre 30 K e 50 K, com um erro de temperatura de  $\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ , que corresponde a um diferença de  $\pm 0,05\%$  na composição da liga [3]. O mercado global de materiais inteligentes movimentou cerca de USD 19,6 bilhões em 2010, sendo prevista uma taxa anual de crescimento de 12,8 % até 2016, com um número de patentes registradas no mundo superior a 20.000 [1].

A utilização do NiTiInol gerou uma verdadeira revolução em muitos setores industriais, como molas de taxa termovariável usadas para controlar a abertura de portas de forno autolimpantes e também para trocas de velocidade nas transmissões automáticas dos veículos da Mercedes-Benz®, ou ainda em aplicações aeroespaciais como amortecedores de vibrações, mecanismos de liberação ou implantação, estruturas infláveis, asas inteligentes, no *chevron* de aviões para diminuir o ruído durante a descolagem, maximizando a deflexão do *chevron* e aumentando a eficiência de cruzeiro a partir da minimização da deflexão do *chevron*. São estudadas ainda aplicações de ligas com memória de forma em sistemas de asa telescópica, *morphing* de extensão da asa, trem de aterragem e até mesmo na estrutura [1].

Os principais limitadores da fabricação do NiTiInol são a dificuldade para maquinar e unir o material, tendo em vista que processos de soldadura são muito suscetíveis a contaminação química e podem acabar por realizar um tratamento térmico indesejado no material, sendo preferível a soldadura a LASER que acaba por dificultar a sua utilização na construção civil [1], [4]. Outros pontos críticos do material são sua baixa resistência à fadiga e dificuldade de estabilidade, tensão elástica relativamente pequena, baixa frequência de atuação, baixa capacidade de controle, são pouco precisas, apresenta baixa eficiência energética e dificuldade de dissipar calor [1].

## II. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

### A. Descrição dos materiais

No presente trabalho foram analisadas duas ligas de NiTi adquiridas em diferentes laboratórios: a primeira do fornecedor 1 – NitinolXY, com diâmetro de 0,5 mm, temperatura  $A_f$  de  $-10 \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$  e tendo, de acordo com o fornecedor, 56,08 % de Ni na sua composição química, conforme Tabela 1. O segundo material analisado foi proveniente do fornecedor 2 - Kelloggs Research Laboratories™, possuindo um diâmetro de 2 mm e temperatura  $A_f$  de  $20 \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Tabela 1 COMPOSIÇÃO QUÍMICA DA LIGA NiTi

Elemento	Presença na liga (%)
Níquel	56,08

Elemento	Presença na liga (%)
Titânio	43,831
Carbono	0,042
Nitrogênio	0,005
Hidrogênio	0,001
Oxigênio	0,041

Para determinar as propriedades metalúrgicas, físicas e químicas do material foram realizadas análises metalográficas, ensaios de tração, varrimento diferencial de calorimetria e determinação da composição através da digestão do material.

### B. Preparação Metalográfica

Para realizar a análise metalográfica foi necessário realizar o encapsulamento da amostra em material transparente, pois havia o risco do provete alterar a posição durante o encapsulamento devido à pequena dimensão da secção transversal do fio, caso fosse realizado em material opaco esta alteração na posição desejada seria notada somente durante o processo de abrasão. Portanto utilizou-se a resina de acrílico transparente Clarofest 572. O processo de encapsulamento foi realizado mantendo-se uma temperatura de  $180\text{ }^{\circ}\text{C}$  com pressão constante de 35 kN durante um período de 4 minutos seguido por um arrefecimento realizado na própria máquina com um caudal mínimo de água durante 6 minutos.

As amostras embutidas foram classificadas de três formas diferentes: “A” e “B” são do fornecedor 1, onde a primeira não sofreu deformação plástica enquanto que a segunda sim; “C” é do fornecedor 2 e não sofreu deformação plástica.

As lixas utilizadas em ordem crescente de granulação foram: 180, 240, 320, 600, 1000 e 1200, tentando obter-se uma superfície espelhada [2]. Após a utilização das lixas, as amostras foram submetidas ao polimento mecânico com sílica coloidal amorfa. Nas etapas de lixa e polimento, é importante garantir que a amostra não ultrapasse a temperatura de recristalização [7].

O ataque químico utilizado para revelar o contorno de grãos do material deu-se através da aplicação sobre a liga NiTi de uma solução contendo ácido nítrico com ácido fluorídrico (proporção de 5:1) por um período de 2 a 3 minutos em temperatura ambiente.

Para visualizar o contorno de grão das amostras foi utilizado um microscópio ótico com capacidade de ampliação de 10x e 50x, com uma câmera digital acoplada.

## III. PREPARAÇÃO PARA VARRIMENTO DIFERENCIAL DE CALORIMETRIA

A ASTM [8] define normas para os testes DSC (*differential scanning calorimeter*) para ligas de NiTi livres de tensões residuais, que tenham um peso nominal de níquel entre 54,5 % à 57%.

O teste pretende obter as temperaturas características de transformação entre as fases da liga. O resultado registra dois picos: um endotérmico na mudança de fase durante o aquecimento e um exotérmico durante a mudança de fase no arrefecimento, uma vez que a transformação sólido-sólido ocorre quando se tem a alteração da estrutura cristalina a partir

do aquecimento ou arrefecimento do material. Esta transformação é caracterizada por um calor latente, tornando possível a identificação através de um teste DSC [9].

Para que o teste tenha a melhor confiabilidade possível, o ideal é que a amostra seja aquecida a pelo menos 30 °C acima da  $A_f$  e arrefecida a pelo menos -30 °C abaixo de  $M_f$ , utilizando-se um cadinho de alumínio para o teste [8].

Resultados obtidos seguindo a norma ASTM F2004 demonstram que a transição apresentada pelo NiTiInol possui característica reversível e histerética. A magnitude da histerese pode ser relatada como a diferença entre os picos da transformação de austenite e martensite [9].

Para que o teste seja realizado com sucesso é importante a certificação que o corte da amostra não cause deformações ou aquecimentos localizados, evitar que exista grande oxidação durante o tratamento térmico que pode acarretar em mudanças no teste, além de utilizar uma taxa de aquecimento e arrefecimento adequada, sendo estabelecido um valor de 10 °C/min pela norma F2004-17 [8]. Slough [9], porém, demonstrou-se que ao variar a taxa de aquecimento e arrefecimento não se nota grande diferença nas regiões de transição e que quanto maior a taxa, maiores são os picos de transformação de fase, embora taxas inferiores não comprometam os resultados. Pretendendo a melhor representação, utilizou-se uma taxa de 20 °C/min nos testes realizados no presente trabalho.

Para o teste, devem ser utilizadas amostras entre 25 e 45 mg, recozidas a uma temperatura entre 800 e 850 °C durante um período de 15 a 60 minutos em forno a vácuo ou ambiente inerte, sendo arrefecido rapidamente. É importante não permitir que haja uma grande camada de óxido nas amostras [8].

Uma porção de 87,01 mg da amostra do fornecedor 1 foi tratada a 850 °C por 15 minutos a uma pressão atmosférica de -0,7 bar e foi arrefecida em água. A amostra do fornecedor 2 tinha um valor de massa de 40,85 mg e foi tratada à mesma temperatura por um tempo de 20 minutos a uma pressão de -0,2 bar, sendo arrefecida ao ar.

Verificou-se que mesmo sob vácuo, ambas as amostras apresentavam a superfície oxidada. Como grandes camadas de óxido podem resultar em alterações no DSC, foi necessário a realização do polimento destas. Logo, realizou-se o polimento químico com a mesma solução utilizada para o processo de ataque químico durante a preparação metalográfica, ou seja, ácido nítrico e ácido fluorídrico na proporção de 5:1.

As amostras foram colocadas em tubos de centrifugação com a adição de pouco mais de 1,5 ml da solução por um período de 1:30 h, sendo agitadas eventualmente ao longo do polimento. Notou-se uma considerável remoção do óxido e a solução apresentou um tom esverdeado em ambos os casos. A massa da amostra do fornecedor 1 reduziu 9,65 % e a do fornecedor 2 apresentou uma redução de 10,01 %.

O ensaio de DSC foi realizado abrangendo uma faixa de temperatura entre -70 °C e 100 °C, sendo esta uma região onde é seguro a realização do teste com o cadinho de alumínio e que coincide com a faixa na qual as mudanças de fase geralmente estão presentes em ligas comerciais [3].

As amostras utilizadas no DSC dos fornecedores 1 e 2 continham respectivamente 38,33 mg e 36,76 mg. O histórico da mudança de temperatura para uma variação de temperatura

fixa de 20 °C/min deu-se da seguinte forma: o material iniciou-se a temperatura ambiente de 25 °C e foi aquecido a 100 °C, seguido de um arrefecimento até -100 °C, passando novamente por um aquecimento até 100 °C, sendo então arrefecida a 20 °C para que pudesse ser retirada do equipamento.

#### IV. ENSAIO DE TRAÇÃO

O ensaio de tração consiste em submeter um provete com geometria definida por normas, nacionais e internacionais, a um esforço crescente na direção axial, levando-o à fratura. Os principais dados de saída são encontrados na forma de um diagrama força-deslocamento, onde aplicando-se o pós-processamento, corresponde a um diagrama tensão-deformação [10].

Além dos ensaios de tração para ruptura do provete, existe a possibilidade da realização de ensaios de característica cíclica, onde o material é sujeito a um carregamento e descarregamento contínuo. Ambos os tipos de ensaio de tração são essenciais para caracterização das propriedades das ligas com memória de forma, onde o primeiro descrito fornece dados como a tensão e a deformação máximas na ruptura e os módulos de elasticidade das fases austenite e martensite e o outro tipo de ensaio é responsável por apresentar as tensões características de transformação da liga, bem como a deformação máxima de transformação.

O provete consiste em um fio de Níquel-Titânio com diâmetro de 0.5 mm e comprimento de 50 mm. Para ambos os ensaios a taxa de aplicação do deslocamento para o carregamento foi de 0,5 mm/min. Sendo o ensaio de ruptura realizado até que o provete apresente uma falha, não é necessário parâmetros extra, entretanto para o ensaio cíclico configurou-se uma taxa de 0.5 N/s para o deslocamento, com uma pré-carga de 10 N de forma a deixar o provete esticado e uma quantidade de 20 ciclos.

#### V. RESULTADOS

##### A. Metalografia

Os resultados obtidos através da análise metalográfica só são capazes de determinar o contorno de grão, não sendo possível a determinação das fases presentes na microestrutura. A Figura 1 apresenta a comparação dos resultados das amostras "A" e "B", sendo possível observar que, embora uma das amostras tenha sofrido deformação plástica e a outra não, os grãos não apresentaram diferenças notáveis nas suas geometrias.

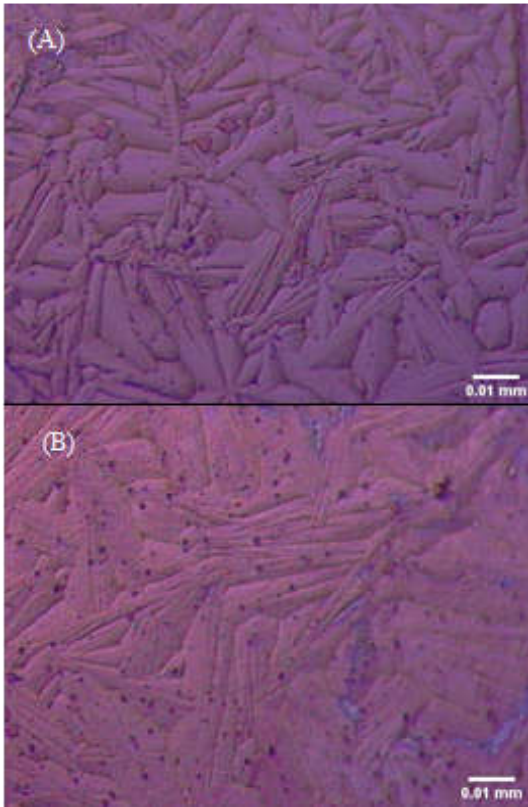


Fig. 1. a) Contornos de grão da amostra “A”; b) Contornos de grão da amostra “B”. ampliação de 50x.

A amostra do fornecedor 2, observada na Figura 2, não apresentou grande diferença em relação à geometria e tamanho de grão em relação as amostras do outro fornecedor, mediante a análise qualitativa realizada.

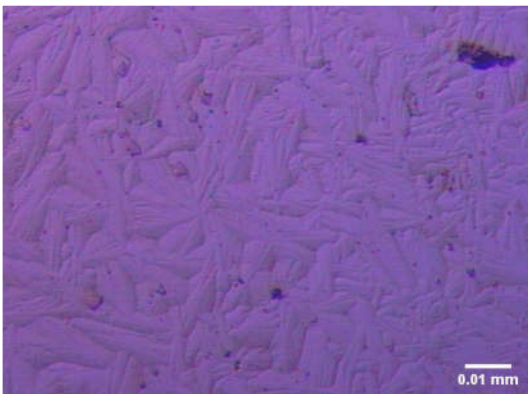


Fig. 2. Contornos de grão da amostra “C”. ampliação de 50x.

### B. DSC

Os resultados do DSC para a amostra do fornecedor 1, apresentados no diagrama da Figura 3, demonstrou que a temperatura de transição indicada pelo fornecedor foi encontrada. A temperatura final da transformação austenítica foi de  $-11,8^{\circ}\text{C}$ , dentro da margem entre  $-15^{\circ}\text{C}$  e  $-5^{\circ}\text{C}$  indicada pelo fabricante.

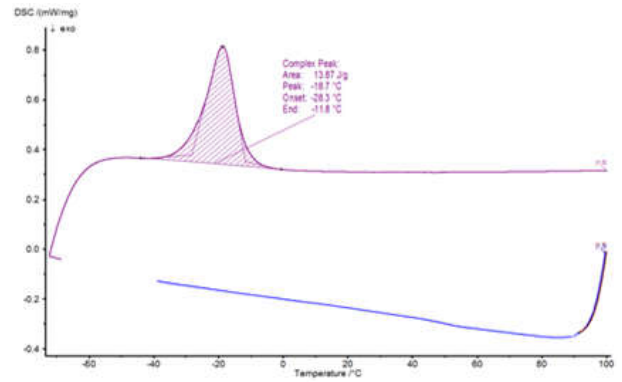


Fig. 3. Resultado do DSC para amostra do fornecedor 1

O resultado do DSC para a amostra do fornecedor 2, apresentado na Figura 4, não foi conclusivo. A dificuldade de se preencher a superfície do cadinho de alumínio com um quantidade menor que 45 mg do material podem ter contribuído, uma vez que os pedaços do material utilizado eram bem superiores ao do outro fornecedor devido principalmente à diferença de diâmetros que dificulta o corte. Eventuais mudanças na temperatura de transformação durante o tratamento para a retirada de tensões não são descartadas.

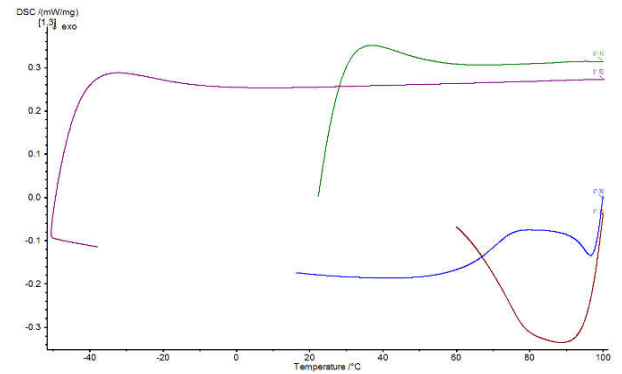


Fig. 4. Resultado do DSC para amostra do fornecedor 2.

### C. Ensaio de tração ruptura

O diagrama tensão-deformação obtido pelo ensaio de ruptura é apresentado na Figura 5, sendo os dados mencionados na seção IV descritos na Tabela 2.

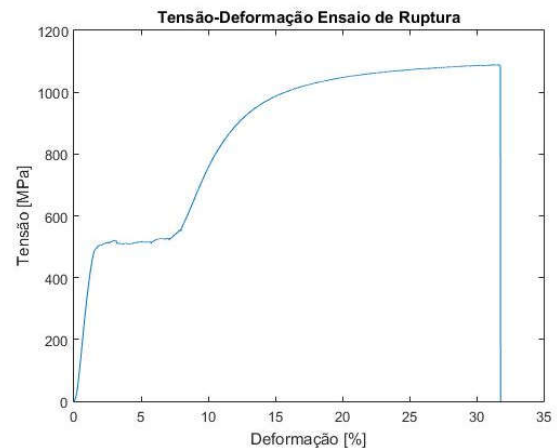


Fig. 5. Diagrama Tensão-Deformação do ensaio de ruptura para amostra do fornecedor 1.

Tabela 2 PROPRIEDADES OBTIDAS PELO ENSAIO DE TRAÇÃO-RUTURA

Propriedades	Valor
Tensão de Ruptura	1088.6 MPa
Deformação Máxima na Ruptura	31.17 %
Módulo de Elasticidade – Austenite	39.03 MPa
Módulo de Elasticidade – Martensite	10.04 MPa

#### D. Ensaio de tração cíclico

Para o ensaio cíclico, o diagrama obtido encontra-se na Figura 5, sendo os dados mencionados na seção IV descritos na Tabela 3.

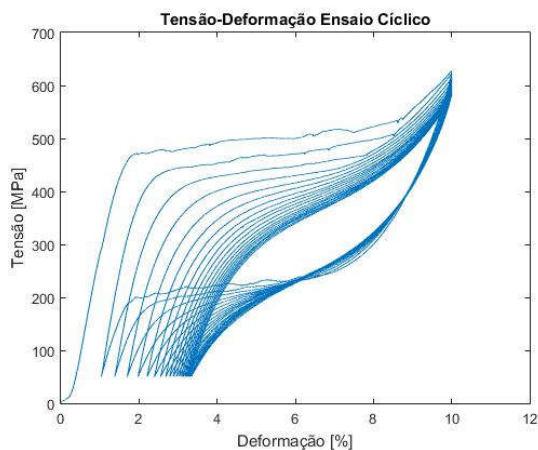


Fig. 6. Diagrama Tensão-Deformação do ensaio cíclico para amostra do fornecedor 1.

Tabela 3 PROPRIEDADES OBTIDAS PELO ENSAIO DE TRAÇÃO-RUTURA

Propriedades Características da Liga	Tensão em MPa
Tensão inicial – Transformação direta	464.4
Tensão final – Transformação direta	536.8
Tensão inicial – Transformação inversa	261.8
Tensão final – Transformação inversa	190.8

#### CONCLUSÕES

- Caracterização mecânica através do ensaio de tração foi conseguida, uma vez que se obteve os dados de tensão características e módulos de elasticidade;
- Caracterização térmica apresentou resultados parcialmente completos, devido às limitações do equipamento para temperaturas inferiores a -50 °C, obtendo somente as temperaturas de transição Af e As;
- Uma vez que os resultados foram obtidos através do DSC conclui-se que as técnicas e medidas metalográficas bem como o tratamento do material segundo a norma podem ser padronizados para futuras experiências;
- Os grãos não apresentaram diferenças consideráveis na sua geometria quando submetidos a deformação plástica;

- As tensões características da liga do fornecedor 1 foram obtidas com sucesso;
- Trabalhos futuros serão realizados de forma a obter os parâmetros cíclicos do material, uma vez que se observou que as tensões características se alteram ao longo dos ciclos e há uma deformação residual;
- Estudos futuros serão realizados com materiais onde as temperaturas de transição são superiores a 0° C de forma a obter todas as temperaturas características e relacionar com as tensões de transformação.

#### AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem aos profissionais dos laboratórios de Química Analítica (na pessoa da Eng.<sup>a</sup> Paula Marina) e Estruturas e Resistência dos Materiais (na pessoa da Eng.<sup>a</sup> Luisa Barreto).

#### REFERÊNCIAS

- [1] J. M. Jani, M. Leary, A. Subic, and M. A. Gibson, “A review of shape memory alloy research, applications and opportunities,” *Mater. Des.*, vol. 56, pp. 1078–1113, 2014.
- [2] A. J. A. do Lago *et al.*, “Caracterização de ligas NiTi com efeito de memória de forma,” *Rev. Mil. Ciência e Tecnol.*, vol. 33, no. 2, pp. 93–95, 2016.
- [3] J. W. Mwangi, L. T. Nguyen, V. D. Bui, T. Berger, H. Zeidler, and A. Schubert, “Nitinol manufacturing and micromachining: A review of processes and their suitability in processing medical-grade nitinol,” *J. Manuf. Process.*, vol. 38, pp. 355–369, 2019.
- [4] S. Datta, M. S. Raza, P. Saha, and D. K. Pratihari, “Effects of Line Energy on Mechanical Properties, Corrosion and Shape Memory Behavior of Laser-Welded NiTi Joints,” *ASME 2018 13th International Manufacturing Science and Engineering Conference MSEC2018*. College Station, TX, EUA, p. 9, 2018.
- [5] K. D. Jonnalagadda, G. E. Kline, and N. R. Sottos, “Local Displacements and Load Transfer of Shape Memory Alloys in Polymeric Matrices,” *Exp Mech*, vol. 37, no. 1, pp. 78–86, 1997.
- [6] W. Chang and Y. Araki, “Use of shape-memory alloys in construction: a critical review,” *Inst. Civ. Eng.*, pp. 1–9, 2016.
- [7] M. C. M. Rodrigues, “Efeito do treinamento por ciclagem pseudoelástica nas propriedades mecânicas e funcionais de uma liga níquel-titânio,” Universidade Federal de Minas Gerais, 2016.
- [8] ASTM, “Standard Test Method for Transformation Temperature of Nickel-Titanium Alloys by Thermal Analysis,” *October*. p. 5, 2004.
- [9] C. G. Slough, “A Study of the Nitinol Solid-Solid Transition by DSC,” *TA Instruments*. pp. 1–5, 2007.
- [10] C. O. F. T. Ruckert, “Ensaio Mecânico dos Materiais,” *e Disciplinas Usp*, 2017.