



Estudo de compósito híbrido de fibra de vidro e liga de Níquel-Titânio

Glauco Tapijara Vallicelli Nobrega

Dissertação apresentada à Escola Superior de Tecnologia e de Gestão de Bragança para obtenção do Grau de Mestre em Engenharia Industrial

Orientado por

Professor Doutor Carlos Alberto Rodrigues Andrade

Professor Doutor Luiz Alberto dos Santos

**Bragança
Novembro 2020**

Estudo de compósito híbrido de fibra de vidro e liga de Níquel-Titânio

Glauco Tapijara Vallicelli Nobrega

*Dissertação apresentada à Escola Superior de Tecnologia e de
Gestão de Bragança para obtenção do Grau de Mestre em
Engenharia Industrial
No âmbito da dupla diplomação com o CEFET-RJ*

Orientado por

Professor Doutor Carlos Alberto Rodrigues Andrade

Professor Doutor Luiz Alberto dos Santos

**Bragança
Novembro 2020**

Agradecimentos

Aos meus pais, Adriana Vallicelli Pagano e Glauco Tapijara de Souza Nobrega, que sempre me apoiaram em todos meus sonhos, colocaram a mim e aos meus irmãos como prioridade máxima e que, por muitas vezes, abriram mão de seus objetivos para que os meus fossem alcançados.

Agradeço ao meu orientador pelo Instituto Politécnico de Bragança, Professor Carlos Alberto Rodrigues Andrade, que aceitou conduzir meu trabalho e foi sempre muito solícito e interessado em relação as dúvidas que iam surgindo ao longo da execução do mesmo, além de ter sido fundamental no acesso aos laboratórios e todos os outros fatores que influenciaram na execução dessa tese. Ao meu orientador do CEFET/RJ Campos de Angra dos Reis, que aceitou o desafio de realizar essa orientação a distância e que, além das orientações técnicas, sempre deu bons conselhos.

Ao CEFET/RJ e Instituto Politécnico de Bragança que são grandes exemplos de instituições que pregam e aplicam a qualidade na educação e na investigação.

Ao CEFET/RJ e Instituto Politécnico de Bragança que, ao estabelecerem o programa de dupla titulação, viabilizaram este trabalho.

Ao meu grande amigo e companheiro de trabalho durante essa tese, Filipe de Almeida da Silva Soares, que foi absolutamente fundamental para que esse trabalho fosse realizado e com quem tive o prazer de conviver sob o mesmo teto durante toda minha estadia em Portugal.

À minha tia Sarina Vallicelli Pagano que sempre foi uma das minhas principais incentivadoras e com quem sei que posso contar em todos os momentos.

Aos meus amigos Clara Conceição Oliveira, Samuel dos Santos Araujo, Eduardo do Carmo Marques, Andrews Victor Almeida de Souza e Maria Sabrina Vieira de Miranda de Paiva de Souza que durante todo período do mestrado ou parte dele dividiram teto, emoções, experiências e aprendizados comigo.

Ao meu querido amigo Lucas Garcia, companheiro de todos os bons momentos ao lado da incrível Verônica Noronha a quem devo praticamente todo meu conhecimento na língua inglesa.

Ao meu amigo Jean Hilário, de quem eu “herdei” o trabalho e tive o prazer de trabalhar junto durante o fim de sua tese e o início da minha.

Aos valiosos Ana Carolina Rodrigues Ferreira, Emad Sweed e Yasmim Aparecida de Oliveira Chaves que foram tão importantes nesse período.

À Engenheira Paula Marina, professora Margarida Arrobas e professor João Rocha que me disponibilizaram os materiais e equipamentos para que essa tese fosse possível.

Aos meus antigos orientadores, Daniel Penalva dos Santos, Orlando Soares, Ronney Boloy e Marcos Vinícius de Souza que tanto me ensinaram no período em que trabalhamos juntos.

Ao meu amigo Niander Vargas Martins que me avisou do procedimento de inscrição e a quem eu devo meu início na faculdade.

Á Alexandra Asanovna Elbakyan que tornou esse e outros tantos trabalhos no mundo possíveis e é uma pessoa que, assim como eu, acredita no poder da democratização do conhecimento como forma de melhorar o mundo.

“Não sou nada.

Nunca serei nada.

Não posso querer ser nada.

À parte isso, tenho em mim
todos os sonhos do mundo.”

(Fernando Pessoa)

Resumo

Os materiais compósitos vêm ganhando cada vez mais destaque na indústria devido às suas excelentes propriedades químicas e mecânicas, assim como a sua combinação com ligas de memória de forma (LMF) podendo gerar materiais com características capazes de operar nas mais complexas áreas da engenharia. Nesse sentido, é importante explorar modos de fabricação bem como ser capaz de prever o seu comportamento ao se variar as quantidades de material presentes. O compósito híbrido foi fabricado de duas formas: uma com fios de LMF entre as mantas de fibra de vidro e outra com o fio entrelaçado à manta. Na abordagem experimental, a LMF foi caracterizada através da realização do ensaio de varrimento diferencial de calorimetria (DSC - Differential scanning calorimeter), ensaio de tração, espectrometria de absorção atômica por chama e análise metalográfica. O compósito híbrido, por sua vez foi submetido ao ensaio de tração. Realizaram-se ainda ciclos térmicos em ambos os materiais. Por fim, os resultados obtidos foram comparados com outros estudos, método de elemento finito e regra da mistura. Observou-se que os fios de LMF tem a capacidade de aumentar o módulo de elasticidade dos compósitos, de forma que o método que mais se aproximou dos resultados experimentais foi o de MEF. Através da comparação dos métodos de fabricação, verificou-se que é possível se produzir o compósito por um método que pode ser automatizado.

Palavras chave: Liga com memória de forma, compósito híbrido, processo de caracterização, simulação numérica.

Abstract

The work developed here includes the study of composites with fiberglass and shape memory alloys (LMF). Composite materials are gaining more and more prominence in the industry due to their excellent chemical and mechanical properties, as well as their combination with shape memory alloys (LMF), which can generate materials with characteristics capable of operating in the most complex areas of engineering. In this sense, it is important to explore manufacturing methods as well as being able to predict their behavior when varying the amounts of material present. The hybrid composite was manufactured in two ways: one with LMF threads between the fiberglass fabric and the other with the thread intertwined with the fabric. In the experimental approach, LMF was characterized by performing the differential scanning calorimetry test (DSC), tensile test, flame atomic absorption spectrometry and metallographic analysis. The hybrid composite, in turn, was subjected to the tensile test. Thermal cycles were also carried out on both materials. Finally, the results obtained were compared with other studies, finite element method and mixing rule. It was observed that the LMF wires can increase the elasticity modulus of the composites, so that the method that came closest to the experimental results was the MEF. By comparing the manufacturing methods, it was found that it is possible to produce the composite by a method that can be automated.

Keywords: Shape memory alloy, hybrid composite, characterization process, numerical simulation.

Conteúdo

1.	Introdução.....	1
1.1.	Contextualização.....	1
1.2.	Motivação	2
1.3.	Objetivos.....	3
1.3.1.	Objetivo Geral	3
1.3.2.	Objetivos específicos.....	3
1.4.	Descrição do Trabalho	4
2.	Desenvolvimento Teórico.....	6
2.1.	Introdução às ligas de Níquel-Titânio.....	6
2.1.1.	Propriedades Mecânicas	9
2.1.2.	Fadiga térmica	9
2.2.	Formas de Caracterização das ligas de Níquel Titânio.....	11
2.2.1.	Análise e Preparação Metalográfica.....	11
2.2.2.	DSC	12
2.2.3.	Espectrometria de Absorção Atômica por chama	13
2.2.4.	Ensaio de Tração	17
2.3.	Aplicações das ligas de memória de forma	18
2.4.	Introdução aos compósitos.....	19
2.4.1.	Fibras utilizadas em compósitos.....	22
2.4.2.	Matrizes de compósitos	26
2.4.3.	Adesão matriz x reforço	29
2.4.4.	Influência da humidade e de ciclos térmicos na adesão	30
2.4.5.	Compósitos Híbridos com ligas de memória de forma	34
2.5.	Processos de conformação de compósitos	37
2.5.1.	Modelagem por contato	39
2.5.2.	Modelagem por compressão.....	40
2.6.	Formas de Caracterização do Compósitos.....	40
2.6.1.	Ensaio de tração.....	40
2.6.2.	Regra da Mistura	42
2.6.3.	Método de Elementos Finitos.....	46
2.7.	Aplicação de compósitos	48
3.	Metodologia.....	49
3.1.	Caracterização da liga Níquel-Titânio	49
3.1.1.	Análise e preparação metalográfica.....	49
3.1.2.	DSC e preparação de amostras	51

3.1.3.	<i>Espectrometria de Absorção Atômica por Chama</i>	52
3.1.4.	Ensaio de tração	55
3.2.	Processo de fabricação do compósito híbrido	55
3.2.1.	Processo de adaptação do punção	56
3.2.2.	Material utilizado	59
3.2.3.	<i>Procedimento para fabricação das placas</i>	59
3.2.4.	Procedimento para a obtenção dos provetes	62
3.2.5.	Classificação dos provetes	63
3.3.	Ciclo térmico em água	63
3.4.	Caracterização do compósito híbrido	65
3.4.1.	Ensaio de tração	65
3.4.2.	Análise Numérica	65
4.	Resultados e Discussões	68
4.1.	Resultado da análise metalográfica da liga de Níquel-Titânio	68
4.2.	Resultado do DSC feito com a liga de Níquel-Titânio	69
4.3.	Resultado da digestão atômica da liga de Níquel-Titânio	71
4.4.	Resultados do ciclo térmico em água para o fio de NiTinol	72
4.5.	Resultado do ensaio mecânico com o compósito	73
4.5.1.	Compósitos com 2 camadas de tecido de fibra de vidro	74
4.5.2.	Compósito com 1 camada de tecido de fibra de vidro	81
4.5.3.	Compósito submetido ao ciclo térmico em água	83
4.6.	Resultado do teste de tração com fios de NiTinol	87
4.7.	Resultado do algoritmo da regra da mistura	89
4.8.	Resultado da simulação com métodos de elementos finitos	92
5.	Conclusões	95
	Referências Bibliográficas	99
	Anexo I	105
	Anexo II	109
	Anexo III	113
	Anexo IV	115
	Anexo V	118

Lista de figuras

Figura 1: Diagrama de tensão-deformação-temperatura do NiTiInol (adaptado de Mwangi et al., 2019).....	8
Figura 2: DSC realizado com amostras aquecidas e arrefecidas em ciclos de 1, 10, 20 50 e 100 para o NiTiInol recozido a 900°C (Pelton, 2011)	10
Figura 3: Medições com o DSC demonstrando as mudanças de transformação de fase no a) aquecimento e b) arrefecimento (McCormick & Liu, 1994).....	11
Figura 4: Exemplo de um equipamento de absorção atômica (Rocha, n.d.)	16
Figura 5: Proposta de classificação hierárquica de compósitos sintéticos e naturais proposta por Levy Neto e Pardini (2016)	21
Figura 6: Evolução da resistência ao corte de uma matriz de um compósito de fibra de vidro com matriz de poliéster as temperaturas de (+) 30°C, (●) 50°C, (▲) 70°C e (■) 100°C (adaptado de Gautier et al., 1999).	31
Figura 7: Valor do módulo efetivo (inicial e após 5000 horas de imersão) calculado a partir do teste de compressão dos anéis (adaptado de Czél & Czigány, 2008).....	32
Figura 8: Curva força x deslocamento do fio de NiTiInol para diferentes tratamentos de superfícies em uma matriz de grafite/epóxi (Paine et al., 1992)	36
Figura 9: Carga x alongamento em três tipos de amostras com tratamentos diferentes (fio sem tratamento, fio áspero e fio gravado quimicamente) (Murkute et al., 2014)....	37
Figura 10: Diagrama de projeto (Wiebeck & Harada, 2005)	38
Figura 11: modelagem por compressão (adaptado de Park & Lee, 2012)	40
Figura 12: Modelo de um compósito com fibras unidirecionais mostrando a direção dos módulos de elasticidade (Groover, 2010).....	43
Figura 13: método passo-a-passo de (G. R. Liu, 1998).....	44
Figura 14: Amostra encapsulada em material transparente.....	50
Figura 15: Demonstração da reação da resina de acrílico com o ataque químico com um exemplo de amostra antes de sofrer o ataque químico (à esquerda) e depois de sofrer (à direita).....	51
Figura 16: Esquema montado para realizar a digestão de NiTiInol em ácido clorídrico .	53
Figura 17: Entrelaçamento do fio de LMF no tecido de fibra de vidro.....	56
Figura 18: Demonstração da distribuição de fios de NiTiInol nos compósitos híbridos.	57
Figura 19: Rasgo para o direcionamento do fio sendo alargado com uma lima	57
Figura 20: Punção com os -parafusos de aperto do fio, com a localização do terceiro furo indicado pela seta vermelha	58
Figura 21: Fio sendo preso com o auxílio de um parafuso, uma porca e anilha/arruela	59
Figura 22: comparação do fio antes de ser lixado (acima) e após o processo de lixamento (Zoom óptico de 10x)	60
Figura 23: Uma camada de fibra, com o fio colocado e a resina aplicada	61
Figura 24: Local de prensagem da placa de compósito híbrido	62
Figura 25: guilhotina de chapa metálica.....	63
Figura 26: Provetes inseridos em água quente	64
Figura 27: Ensaio de tração a ser realizado	65
Figura 28: Malha do encontro da matriz com o fio de NiTiInol.....	66
Figura 29: Ponto de fixação (A), limitação de movimentos nos eixos Y e Z (B e C) e da aplicação da força (D).....	67
Figura 30: Contornos de grão da amostra “A”; b) Contornos de grão da amostra “B”. Ampliação de 50x.....	68
Figura 31: Contornos de grão da amostra “C”. Ampliação de 50x	69
Figura 32: Resultado do DSC para amostra do fornecedor 1	70

Figura 33: Resultado do DSC para amostra do fornecedor 2	71
Figura 34: Gráfico da Relação Largura x Força entre os compósitos com duas camadas de fibra de vidro.....	77
Figura 35: Gráfico com a relação entre a tensão e a espessura dos provetes com 2 camadas de fibra de vidro	78
Figura 36: Gráfico com a relação entre a espessura e o módulo de elasticidade dos provetes com 2 camadas de fibra de vidro	78
Figura 37: Gráfico do módulo de elasticidade e a espessura média dos compósitos com 2 camadas de fio de acordo com o número de fios.....	79
Figura 38: Gráfico da Relação Largura x Força entre os compósitos com uma camada de fibra de vidro	82
Figura 39: Gráfico com a relação entre a tensão e a espessura dos provetes com uma camada de fibra de vidro	83
Figura 40: Gráfico da Relação Largura x Força entre os compósitos submetido ao tratamento térmico em água	86
Figura 41: Gráfico com a relação entre a tensão e a espessura dos provetes submetidos ao tratamento térmico	86
Figura 42: Gráfico com a relação entre a espessura e o módulo de elasticidade dos provetes submetidos a tratamento térmico	87
Figura 43: Gráfico Tensão x Deformação dos fios de NiTinol	88
Figura 44: Gráficos sobrepostos dos resultados do módulo de corte e de elasticidade em função do número de interações obtidos por (G. R. Liu, 1998) e comparados com o código no MatLab para as mesmas entradas	90
Figura 45: Gráfico tensão x deformação dos fios de NiTinol com a curva do módulo de elasticidade considerada para a simulação por MEF.....	93
Figura A 1: Gráfico Força x Deslocamento do compósito com 2 camadas de fibra de vidro sem fios de NiTinol.....	109
Figura A 2: Gráfico Força x Deslocamento do compósito com 2 camadas de fibra de vidro e 1 fio de NiTinol	109
Figura A 3: Gráfico Força x Deslocamento do compósito com 2 camadas de fibra de vidro e 2 fios de NiTinol	110
Figura A 4: Gráfico Força x Deslocamento do compósito com 2 camadas de fibra de vidro e 3 fios de NiTinol	110
Figura A 5: Gráfico Força x Deslocamento do compósito com 1 camadas de fibra de vidro e sem fios de NiTinol.....	111
Figura A 6: Gráfico Força x Deslocamento do compósito com 1 camadas de fibra de vidro e 1 fio de NiTinol.....	111
Figura A 7: Gráfico Força x Deslocamento do compósito com 2 camadas de fibra de vidro e sem fios de NiTinol submetido ao ciclo térmico.....	112
Figura A 8: Gráfico Força x Deslocamento do compósito com 2 camadas de fibra de vidro e 1 fio de NiTinol submetido ao ciclo térmico.....	112
Figura A 9: Gráfico da evolução módulo de elasticidade e o módulo de corte de acordo com o número de interações para a configuração com 2 camadas de vidro e 1 fio de NiTinol	115
Figura A 10: Gráfico da evolução módulo de elasticidade e o módulo de corte de acordo com o número de interações para a configuração com 2 camadas de vidro e 2 fios de NiTinol	115
Figura A 11: Gráfico da evolução módulo de elasticidade e o módulo de corte de acordo com o número de interações para a configuração com 2 camadas de vidro e 3 fios de NiTinol	116

Figura A 12: Gráfico da evolução módulo de elasticidade e o módulo de corte de acordo com o número de interações para a configuração com 1 camada de vidro e 1 fio de NiTinol	116
Figura A 13: Gráfico da evolução módulo de elasticidade e o módulo de corte de acordo com o número de interações para a configuração com 2 camada de vidro e 1 fio de NiTinol submetido ao ciclo térmico	117

Lista de Tabelas

Tabela 1: Propriedades mecânicas da liga de NiTi (Pandit, Planell, & Navarro, 2013) ..	9
Tabela 2: Classificação pelo tamanho das amostras segundo Vogel (1989).....	13
Tabela 3: Propriedades da liga de NiTi extraídas a partir do ensaio de rutura (Hilário, 2019).....	18
Tabela 4: Propriedades típicas dos materiais das fibras usados como reforço em compósitos (Groover, 2010).....	23
Tabela 5: Propriedades físicas e mecânicas da fibra de vidro (Sathishkumar et al., 2014, adaptado)	25
Tabela 6: Direção de solicitação em função da orientação das fibras do material (Wiebeck & Harada, 2005).....	25
Tabela 7: Propriedades típicas de resinas termofixas não reforçadas (Mazumdar, 2002)	28
Tabela 8: Propriedades típicas de resinas termoplásticas não reforçadas (Mazumdar, 2002).....	29
Tabela 9: Recomendação de geometrias das amostras de tração (ASTM, 2017, adaptada).....	41
Tabela 10: Composição da liga Níquel-Titânio com A_{fi} de $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$	49
Tabela 11: amostras de NiTinol para digestão com as respectivas massas.....	53
Tabela 12: Concentração final de Níquel e volume inicial correspondente.....	54
Tabela 13: Amostras e respectivos ácidos/soluções acidas testadas para digestão.....	71
Tabela 14: Perda de massa em cada amostra após 24 horas mergulhadas nas respectivas soluções	72
Tabela 15: Resultado do percentual de Níquel obtido pela digestão atômica.....	72
Tabela 16: Temperatura de mudança de geometria dos fios de NiTinol antes e após o tratamento térmico.....	73
Tabela 17: Placas fabricadas com fibra de vidro e fios da liga de Níquel-Titânio.....	74
Tabela 18: Dados obtidos pelo ensaio experimental para os compósitos com duas camadas de tecido de fibra de vidro	75
Tabela 19: Resultados obtidos por Lei et al. (2013) para compósitos híbridos com poliéster, fibra de vidro e fios de NiTinol	76
Tabela 20: Valores do desvio padrão e a relação com o valor médio e a faixa de valores entre o máximo e o mínimo dos compósitos com duas camadas de fibra de vidro.....	76
Tabela 21: Dados obtidos pelo ensaio experimental para os compósitos com uma camada de tecido de fibra de vidro.....	81
Tabela 22: Valores do desvio padrão e a relação com o valor médio e a faixa de valores entre o máximo e o mínimo dos compósitos com duas camadas de fibra de vidro.....	82
Tabela 23: Coeficiente de expansão térmica linear dos materiais utilizados na fabricação do compósito híbrido	84
Tabela 24: Dados obtidos pelo ensaio experimental para os compósitos submetidos ao ciclo térmico em água.....	84
Tabela 25: Resultados médios e comparação dos compósitos da placa "4", com 1 fio, não submetidos ao ciclo térmico	85
Tabela 26: Valores do desvio padrão e a relação com o valor médio e a faixa de valores entre o máximo e o mínimo dos compósitos submetido ao ciclo térmico.....	85
Tabela 27: Dados obtidos pelo ensaio experimental para os compósitos submetidos ao ciclo térmico em água.....	88
Tabela 28: Parâmetros inseridos para verificar as saídas do programa.....	89

Tabela 29: Resultados do módulo de elasticidade e módulo de corte obtidos através do método elaborado por Liu (1998).....	91
Tabela 30: Resultados do módulo de elasticidade, deformação e tensão de rutura obtidos através da regra da mistura clássica.....	92
Tabela 31: Desvio percentual dos resultados encontrados por MEF em relação aos dados obtidos experimentalmente nos ensaios de tração.....	94
Tabela A 1: Provetes sem fio submetidos ao ciclo térmico.....	105
Tabela A 2: Provetes com 1 fio submetidos ao ciclo térmico	105
Tabela A 3: Provetes com 2 camadas de fibra de vidro e sem fios de NiTiInol.....	106
Tabela A 4: Provetes com 2 camadas de fibra de vidro e 1 fio de NiTiInol.....	106
Tabela A 5: Provetes com 2 camadas de fibra de vidro e 2 fios de NiTiInol	107
Tabela A 6: Provetes com 2 camadas de fibra de vidro e 3 fios de NiTiInol.....	107
Tabela A 7: Provetes com 1 camadas de fibra de vidro e sem fios de NiTiInol.....	108
Tabela A 8: Provetes com 1 camadas de fibra de vidro e 1 fio de NiTiInol.....	108
Tabela A 9:Informações complementares do teste realizado por MEF.....	118

Lista de Símbolos e Abreviações

Símbolos latinos

$A_$	Austenite
a	Raio da fibra
b	Raio da matriz
$C_$	Concentração
CV	Variação amostral
d	Diâmetro
$E_$	Módulo de elasticidade longitudinal
f	Valor volumétrico fracionário
G	Módulo de corte
K	Módulo volumétrico
l	Comprimento
$M_$	Martensite
N	Número de interações
n	Número de amostras
P	Carga Aplicada
$S_$	Desvio padrão
$s_$	Limite de resistência
$St_$	Seção Transversal
$t_$	Resistência de ligação
$V_$	Razão volumétrica
$Vol_$	Volume

Subscritos

c	Crítico
ch	Compósito Híbrido
co	Compósito
con	Convencional
d	Temperatura mais alta a qual a martensite pode ser induzida por tensão

<i>f</i>	Fibra
<i>f_i</i>	Final
<i>i</i>	Inicial
<i>j</i>	Posição da propriedade medida
<i>m</i>	Matriz
<i>o</i>	Original
<i>r</i>	Reforço
<i>t</i>	Tração
<i>v</i>	Vazio
<i>x</i>	Direção longitudinal
<i>xy</i>	Plano perpendicular à fibra
<i>y</i>	Direção perpendicular

Sobrescritos

(—)	Média da amostra
(')	Direção perpendicular
(*)	Falha
<i>n</i>	Número de amostras

Símbolos Gregos

σ_x	Tensão
ϵ_x	Deformação
Δl	Variação do comprimento

Abreviaturas

ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
D.P.	<i>Desvio padrão</i>
DSC	<i>Differential Scanning Calorimeter</i> (Varredura diferencial de calorimetria)
ESTiG	Escola Superior de Tecnologia e Gestão do Instituto Politécnico de Bragança

FAAS	<i>Flame Atomic Absorption Spectrometry</i> (Espectrometria de Absorção Atômica por Chama)
LASER	<i>Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation</i> (Amplificação da Luz por Emissão Estimulada de Radiação)
LMCM	Laboratório de materiais de Construção Mecânica
LMF	Ligas com memória de forma
LERM	Laboratório de Ensaios de Resistência Mecânica
MEF	Método de elemento finito
NA	Não se aplica
NiTi	Níquel-Titânio
Ppm	Parte por milhão
SMA	<i>Shape Memory Alloy</i> (Liga de memória de forma)

1. Introdução

No presente capítulo serão apresentadas inicialmente a contextualização do trabalho, a revisão do estado da arte, a motivação do relatório, os objetivos principais e secundários e, por fim, a descrição da organização do trabalho por capítulos.

1.1. Contextualização

Materiais compósitos são constituídos pela junção de dois ou mais materiais, em especial a matriz e o reforço, onde se busca obter propriedades que não seriam alcançadas por apenas uma das substâncias isoladas (Groover, 2010). Embora compósitos convencionais já sejam amplamente utilizados em todas as áreas da engenharia, a criação desse tipo de material com três ou mais elementos, os chamados compósitos híbridos, vem chamando cada vez mais atenção da indústria e da sociedade científica devido às suas possibilidades de aplicação em atuadores, controle de vibração e auto-cura (Lester, Baxevanis, Chemisky, & Lagoudas, 2015).

A inserção de ligas de memória de forma (LMF) em compósitos híbridos vem sendo estudada desde os anos oitenta e permitiu a criação de matérias que combinavam não só boas propriedades mecânicas, mas em especial se utilizar da propriedade de memória de forma de materiais como o a liga equiatômica de Ni e Ti (Lester et al., 2015) que é amplamente conhecida sob o nome de NiTiNol, sendo descoberta em 1960 por Buheler e Wiley no *Naval Ordnance Laboratory*, de onde origina-se o sufixo “nol”, uma vez que “NiTiNol” é o acrônimo de “*Nickel Titanium Naval Ordnance Laboratory*” (Lago et al., 2016; Mwangi et al., 2019). O objetivo inicial dos pesquisadores era encontrar um material para fabricar o cone de nariz de um míssil naval. Para tanto, buscava-se uma liga resistente ao impacto, fadiga, de baixa densidade e com grande resistência térmica, porém com propriedades elétricas e não magnéticas próximas as da liga de Ni-Cu (Mwangi et al., 2019).

A liga equiatômica de Níquel-Titânio, ou NiTiNol, é a mais utilizada das LMF por combinar duas propriedades significativas: o efeito de memória de forma e a superelasticidade (Chang & Araki, 2016; Datta, Raza, Saha, & Pratihari, 2018; Mwangi et al., 2019).

Enquanto o efeito de memória de forma trata da capacidade do material de retornar a sua geometria inicial, realizando isso a partir da mudança de temperatura, a

superelasticidade é a capacidade do material retornar a sua geometria inicial, mesmo após grandes deformações e ainda absorver energia nesse processo.

A fabricação de compósitos com LMF, porém, embora promissora, ainda carece de muitos estudos e testes (Gupta, Velmurugan, & Joshi, 2017). O primeiro grande desafio é elaborar um método de fabricação que seja reproduzível em escala industrial. Outro desafio é mapear e ser capaz de prever as propriedades desse material de acordo com as propriedades do constituinte, de forma que mesmo *software* de elementos finitos ainda não são suficientemente capazes de simular, com fiabilidade, o comportamento desses materiais (Jani, Leary, Subic, & Gibson, 2014).

Já a liga apresenta dificuldades próprias: pequenas variações em sua composição química, na ordem de 0,01%, já influenciam em sua temperatura de transição de fases, além do mais as fases tem propriedades diferentes, logo é fundamental se conseguir determinar sua composição e propriedades mecânicas (Mwangi et al., 2019) e, embora a possibilidade não só de se poder variar as propriedades da liga bem como os componentes do compósito sejam animadoras, a dificuldade em se conseguir prever o comportamento com tantas variáveis segue sendo o grande desafio deste material (Jani et al., 2014).

Espera-se que no futuro as ligas com memória de forma sejam combinadas com outros materiais, a fim de se alcançar novas propriedades que não são obtidas, ou ainda, que já se consiga obter, mas a menores preços ou se utilizando menores quantidades.

1.2.Motivação

Os estudos referentes às LMF concentram-se principalmente em suas propriedades metalúrgicas, deixando a questão da perspectiva do *designer* à parte. É importante ainda a integração desse tipo de material com *software* como CAD e *software* de elementos finitos, que podem viabilizar a criação de mais projetos (Jani et al., 2014).

Os estudos realizados em compósitos com LMF, por sua vez, demonstram que tal combinação pode acarretar em melhoras no amortecimento, resistência ao impacto, endurecimento ativo e autocura, sendo muitas vezes deixado de lado propriedades como a resistência a rutura e o módulo de elasticidade (Gupta et al., 2017; Jani et al., 2014)

Um dos pontos críticos da fabricação de compósitos híbridos com o NiTiNol está em torná-la viável em termos econômicos, logo torna-se necessário a realização de investigação de métodos que busquem viabilizar tal material.

Outro ponto importante a respeito de pesquisas de compósitos híbridos com NiTiNol está no facto de que, via de regra, as pesquisas quanto a suas propriedades

mecânicas que por si já são escassas sempre são realizadas com o material em sua fase austenítica, sendo que, conforme Zupanc et al (2018), as liga martensítica são mais flexíveis e tem maior resistência à fadiga

Espera-se que o presente estudo consiga elaborar e testar novos métodos de fabricação deste compósito, como ainda caracterizar propriedades que, embora sejam fundamentais em qualquer campo da engenharia, ainda não foram suficientemente exploradas. Busca-se ainda testar modelos matemáticos que sejam capazes de prever as propriedades que serão obtidas, comparar os resultados obtidos experimentalmente com métodos de elementos finitos e por modelo matemático.

1.3.Objetivos

Os objetivos apresentados neste subtópico dizem respeito ao objetivo geral do trabalho e em seguida são apresentados os objetivos específicos que buscam não só tornar o objetivo geral possível como complementá-lo.

1.3.1. Objetivo Geral

O objetivo geral do presente trabalho é a elaboração de compósitos híbridos com matriz de poliéster e reforçados por fibra de vidros e fios de LMF, mais especificamente NiTiInol, a fim de descobrir suas principais propriedades mecânicas de acordo com a proporção volumétrica de fios. O trabalho deve comparar ao menos dois processos de construção de tal compósito. Procura-se ainda comparar os resultados com simulações numéricas e por MEF.

1.3.2. Objetivos específicos

- Construir placas de compósito híbrido com fios de NiTiInol entre as mantas do tecido de fibra de vidro;
- Construir placas com fio de NiTiInol entrelaçado a manta de fibra de vidro;
- Caracterizar a liga de Níquel Titânio por meio de ensaio de tração, DSC, Espectrometria de Absorção Atômica por Chama e análise metalográfica;
- Comparar os resultados dos dois processos de fabrico;
- Adaptar a placa para fabricação com fios embebidos;
- Realizar o ensaio de tração de acordo com a norma ASTM D3039/D3039M-17;
- Verificar as mudanças de propriedades do compósito e dos fios quando submetidos à um ciclo térmico em água;

-Comparar resultados obtidos através de modelos matemáticos com os dados obtidos experimentalmente;

-Avaliar os resultados obtidos em função do método de fabrico e a razão volumétrica entre a LMF e o compósito de fibra de vidro e poliéster;

-Estudar as limitações e possíveis aplicações do compósito;

-Levantar as possibilidades de trabalhos futuros, abrangendo as tarefas que não foram possíveis de se realizar neste presente estudo, assim como os novos caminhos que se abrem a partir desta dissertação.

1.4.Descrição do Trabalho

A presente dissertação do curso de Mestrado em Engenharia Industrial – ramo de Mecânica é dividida em 5 capítulos e 4 anexos.

O capítulo 1 realiza uma breve contextualização sobre o tema, apresenta a motivação bem como os objetivos gerais e específicos do presente trabalho.

O capítulo 2 apresenta o desenvolvimento teórico, tendo início na introdução às ligas de Níquel-Titânio onde são apresentadas suas peculiaridades e ainda principais propriedades. É realizado, em seguida, a introdução sobre os materiais compósitos, as principais fibras e matrizes existentes, os parâmetros que influenciam na adesão da matriz com o reforço, assim como uma breve introdução aos compósitos híbridos com LMF. Em seguida são apresentados os principais processos de conformação dos compósitos e, por fim, são demonstradas algumas de suas aplicações.

O capítulo 3 apresenta a metodologia utilizada para cada ensaio do trabalho que será realizado, sendo apresentado primeiro os processos para caracterização da liga de Níquel-Titânio, sendo eles a análise metalográfica, o DSC, a Espectrometria de Absorção Atômica por Chama e o ensaio de tração. Em seguida é apresentado a forma como o compósito híbrido foi fabricado, após é demonstrado como se realizou o ciclo térmico no compósito e no fio com LMF e, por fim, são apresentadas as formas de caracterização do compósito híbrido, sendo elas: o ensaio de tração, modelo matemático para a regra da mistura e análise com MEF.

O capítulo 4 apresenta os resultados dos ensaios apresentados na seção anterior. Sendo apresentados os resultados da caracterização da liga de Níquel-Titânio, em seguida os resultados do ensaio de tração e por fim os resultados da regra da mistura e por MEF do compósito híbrido.

No capítulo 5 são apresentadas as conclusões obtidas a partir dos resultados obtidos nos ensaios combinado com a aprendizagem teórica obtida ao longo da realização do trabalho e são apresentadas propostas para trabalhos futuros.

2. Desenvolvimento Teórico

Neste capítulo serão apresentadas as principais propriedades da liga de Níquel-Titânio, assim como suas aplicações e propriedades básicas. Será realizada também uma revisão sobre os tipos de compósitos, suas propriedades, aplicações e as características dos materiais utilizados como matriz e reforço. Pontos como os métodos de fabricação dos compósitos e os tipos de fibra de vidro, bem como suas principais características também são levantados.

2.1. Introdução às ligas de Níquel-Titânio

A primeira liga de memória de forma (LMF) foi descoberta em 1932 por Arne Ölander, o termo, porém, só começou a ser utilizado a partir de 1941 na descrição de um material dentário polimérico. As LMF são ligas com capacidade de retornar à sua geometria inicial quando passam por um processo de memorização de forma entre duas fases que podem variar de acordo com a temperatura, como é o caso do NiTiNol, ou por variações no campo magnético em outras ligas. A importância desses materiais, porém, foi reconhecida apenas a partir da criação do NiTiNol, que passou a ser utilizado em vários campos da engenharia (Jani et al., 2014).

Existem outras LMF que tem até o custo inferior como Fe-Mn-Si, Cu-Zn-Al e Cu-Al-Ni. Essas ligas, porém, são mais instáveis e têm mau desempenho termomecânico quando comparadas ao NiTiNol, restringindo assim sua utilização. Existem ainda LMF de alta temperatura, LMF magnéticas, materiais com memória de forma com película fina e polímeros de memória de forma (Jani et al., 2014).

A liga de Ni-Ti mostrou-se tão vantajosa que desde então foi a liga com memória de forma mais utilizada, recebendo grande atenção no campo da medicina e biomedicina nas últimas décadas devido à resistência a corrosão e biocompatibilidade e ao próprio efeito de memória de forma que também é explorado por designer e desenvolvedores de produtos. A pseudo-elasticidade (ou superelasticidade) da liga também vem chamando a atenção da comunidade científica (Datta et al., 2018; X. Liu, Wang, Yang, & Qi, 2007).

As duas propriedades especiais do NiTiNol são a superelasticidade (induzida de forma mecânica) e o efeito de memória de forma, que é térmico. O material tem a capacidade de alterar entre a fase austenite e a fase martensite sem que exista um processo de difusão (Chang & Araki, 2016; Datta et al., 2018). No caso do efeito de memória de forma a liga ao arrefecer pode passar, em termos atômicos, da fase b2 cubica ordenada para duas fases de martensite: martensite b19 ortorrômbica e a martensite instável

romboédrica distorcida como a fase R, sendo todas fases termo elásticas, possibilitando assim o efeito de memória de forma (Mwangi et al., 2019). A capacidade de retorno à geometria inicial, mesmo após considerável deformação, entre 8 e 10%, sendo totalmente recuperável é chamada de superelasticidade (Datta et al., 2018; Jonnalagadda, Kline, & Sottos, 1997; Lago et al., 2016; Smith, Antoun, Ellis, & Crone, 2004). Exemplos dos fenômenos mencionados podem ser mais bem observados na Figura 1.

Além das transformações de memória de forma entre as estruturas cristalinas da martensite e austenite, existem transformações associadas a fase R (romboédrico), a bainite tem um comportamento próximo ao da borracha no estágio de martensite (chamado de RLB) (Jani et al., 2014).

As LMF podem ser classificadas em três tipos diferentes: a primeira (LMF unidirecional) deforma-se com a aplicação de uma carga externa, recuperando sua forma após o aquecimento. A segunda classificação é a memória de forma bidirecional, onde além do efeito de recuperação de forma a altas temperaturas, existe também a recuperação a baixas temperaturas. Para tanto, é necessário fazer um “treinar” ou treinamento, que acaba diminuindo pela metade a capacidade de tensão de recuperação em comparação à classificação anterior, tornando-a menos viável. A terceira classificação é referente a pseudo-elasticidade ou superelasticidade, onde a liga volta à sua forma original depois de cargas mecânicas que são aplicadas em uma faixa de temperatura entre a A_{fi} e a M_d - é a temperatura mais alta a qual a martensite pode ser induzida por tensão-, sem a necessidade de aquecimento ou arrefecimento (Jani et al., 2014).

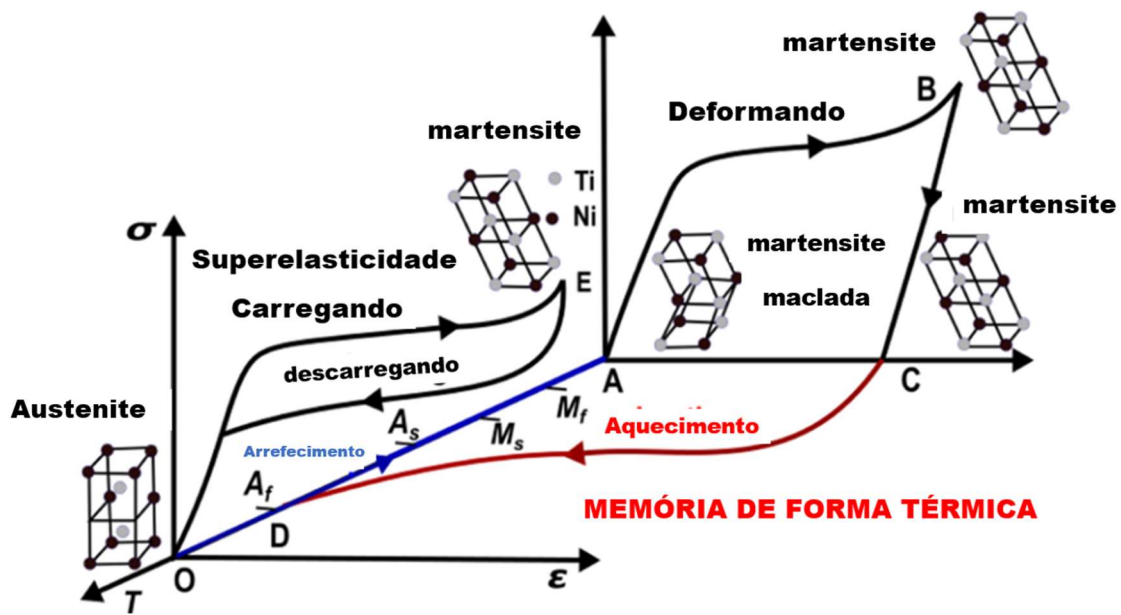


Figura 1: Diagrama de tensão-deformação-temperatura do NiTiInol (adaptado de Mwangi et al., 2019)

O NiTiInol tem, ainda, uma grande resistência à corrosão e preço muito inferior a outras LMF que podem apresentar Ouro, Prata e Platina em suas composições, encarecendo as mesmas (Lago et al., 2016). Com relação às fases, as ligas martensíticas tem maior flexibilidade e também maior resistência a fadiga cíclica quando comparadas a ligas austeníticas de Níquel-Titânio (Zupanc et al., 2018)

Um dos pontos fundamentais da liga é a relação Ni-Ti, pois uma diferença de 1% na composição resulta em uma diferença de 100 °C na temperatura de transformação de fase (Mwangi et al., 2019). Deve-se salientar também que a temperatura de transição varia com o histórico de tratamentos térmicos e esforços mecânicos (Hilário, 2019; Smith et al., 2004).

Os principais limitadores da utilização da liga Ni-Ti são a dificuldade para maquinar o material e também para uni-lo, tendo em vista que processos de soldadura são muito suscetíveis à contaminação química e podem acabar por realizar um tratamento térmico indesejado no material, sendo preferível a soldadura a LASER (*light amplification by stimulated emission of radiation* ou amplificação da luz por emissão estimulada de radiação) (Datta et al., 2018).

As ligas de memória de forma precisam ainda de muito estudo para o melhoramento de suas propriedades, sobretudo a resistência à fadiga e estabilidade, para tanto muita pesquisa vem sendo realizada, criando inclusive compostos de materiais com LMF (Jani et al., 2014).

2.1.1. Propriedades Mecânicas

O efeito de histerese é uma característica importante nestas ligas, pois ela deve ser menor em aplicações de atuação rápida e superior quando se trata de estruturas ou tubulações. As temperaturas na qual a histerese é obtida também são de grande importância, pois indicam o intervalo no qual o fenômeno é válido. Tal fenômeno é alterado de acordo com a composição do material e pode ser mensurado através de testes como o varrimento diferencial de calorimetria (DSC) (Jani et al., 2014).

O módulo de elasticidade, a resistividade elétrica, condutibilidade térmica e coeficiente de expansão térmica são algumas das propriedades que variam de acordo com a mudança de fases. Enquanto a austenite tem o módulo de Young muito mais alto, a martensite é mais maleável (Jani et al., 2014), como se observa na Tabela 1.

Tabela 1: Propriedades mecânicas da liga de NiTi (Pandit, Planell, & Navarro, 2013)

	NiTi	
	Austenítica	Martensítica
Resistência a tração (MPa)	800-1500	103-1100
Tensão de escoamento (MPa)	100-800	50-300
Módulo de elasticidade (GPa)	70-110	21-69
Alongamento na ruptura (%)	1-20	<60

Os principais desafios das LMF são a tensão elástica relativamente pequena, baixa frequência de atuação, baixa capacidade de controle, são pouco precisas, apresentam baixa eficiência energética e dificuldade de dissipar calor, obtendo melhores resultados quando arrefecida em meio fluídico. O excesso de treinamento de ligas de memórias de forma acarreta, ainda, em degradação da tensão, torção ou na flexão (Jani et al., 2014).

2.1.2. Fadiga térmica

O comportamento da indução de fase térmica é de fundamental importância para as aplicações na engenharia (Wang, Everaerts, Salvati, & Korsunsky, 2020). É necessário se conhecer totalmente as irreversibilidades causadas pelos ciclos térmicos e mecânicos para que se possa aplicar tal material com segurança (McCormick & Liu, 1994).

Em um teste de DSC com amostras que foram submetidos a ciclos térmicos entre -150°C e +120°C, notou-se que as temperaturas de mudança de fase caíram conforme o número de ciclos aumentava, como se observa na Figura 2.

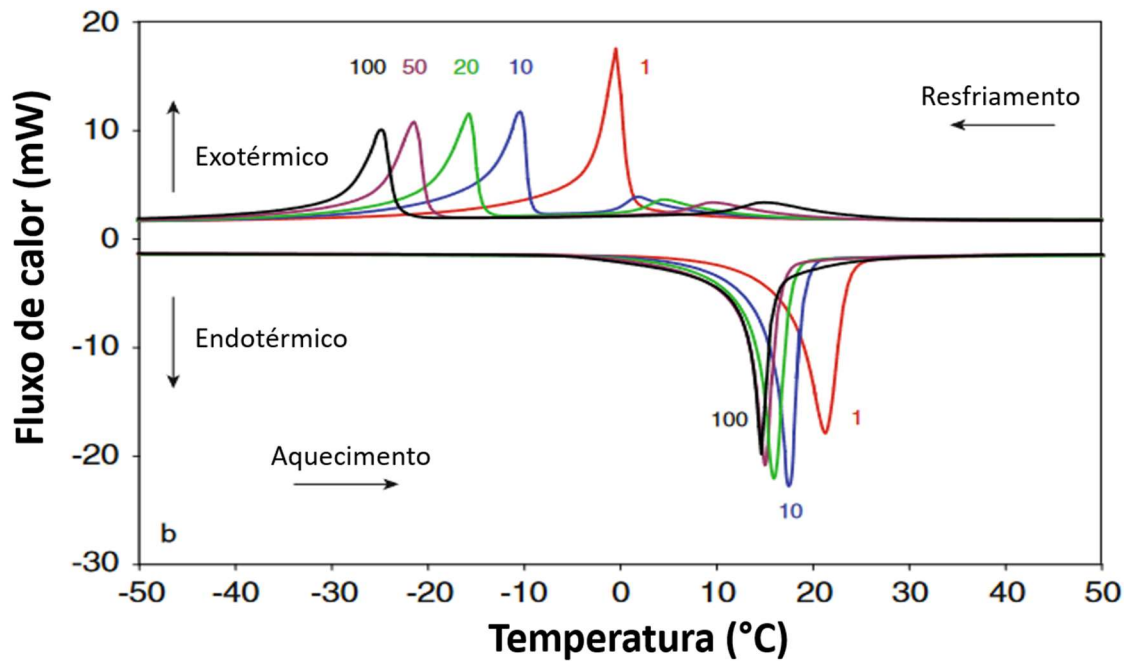


Figura 2: DSC realizado com amostras aquecidas e arrefecidas em ciclos de 1, 10, 20 50 e 100 para o NiTiNol recozido a 900°C (Pelton, 2011)

Em seu estudo, McCormick & Liu (1994) realizou ciclos térmicos com uma menor faixa de valores, entre -17,16 e 86,84 °C, que eram, respetivamente, a temperatura da M_{fi} e A_{fi} . Os resultados, disponíveis na Figura 3, apresentam as temperaturas de mudanças de fase, que podem ser observadas no quando a linha deixa de ser retilínea e passa a ser curva. No gráfico a esquerda é apresentada a mudança da variação de temperatura conforme o número de ciclos ao se aquecer o material, enquanto o da direita apresenta o processo de arrefecimento. Pode-se observar que já nos primeiros ciclos o decaimento das temperaturas de transformação tanto da fase austenítica (aquecimento) quanto da martensítica (arrefecimento).

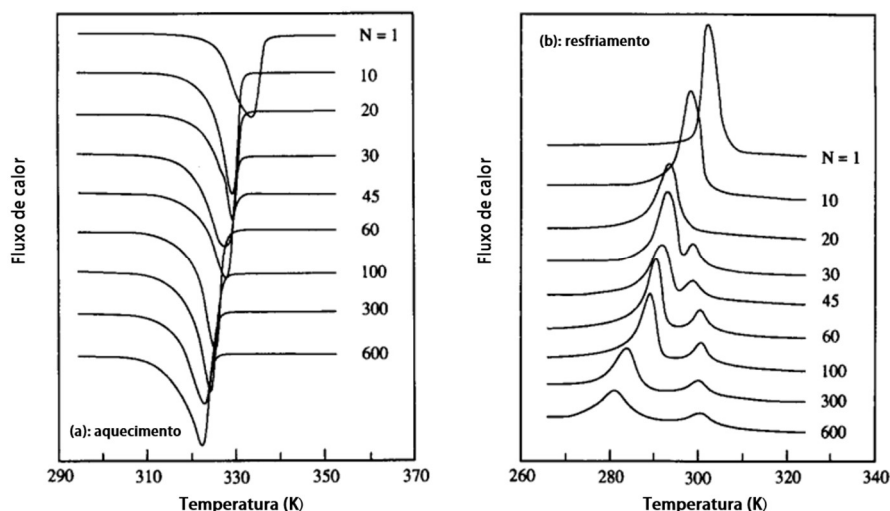


Figura 3: Medições com o DSC demonstrando as mudanças de transformação de fase no a) aquecimento e b) arrefecimento (McCormick & Liu, 1994)

2.2. Formas de Caracterização das ligas de Níquel Titânio

No presente tópico são apresentadas algumas formas de se caracterizar propriedades fundamentais das ligas de Níquel-Titânio.

2.2.1. Análise e Preparação Metalográfica

Alguns dos elementos estruturais, como o tamanho ou diâmetro médio dos grãos e fases presentes, que influenciam na propriedade mecânica dos materiais possuem dimensões microscópicas, sendo necessário a utilização de microscópios óticos ou de varredura (Callister jr. & Rethwisch, 2008).

Em metais, geralmente é necessária uma preparação do plano a ser analisado, devendo assim a superfície ser lixada e polida até atingir um acabamento liso e espelhado tornando a microestrutura visível após um ataque químico adequado de acordo com a liga que se está trabalhando. O brilho e a textura de cada grão dependerão de sua capacidade de refletância. Nas fronteiras dos grãos, o ataque é mais efetivo, devido a maior reatividade química da região, gerando assim pequenos sulcos ao longo do contorno que são refletidos de forma diferente dos grãos, permitindo maior exatidão em sua identificação (Callister jr. & Rethwisch, 2008).

O lixamento de amostras é um processo delicado, pois, durante a compressão da amostra, pode ocorrer a recristalização da mesma, sendo necessária grande atenção, uma vez que a morfologia de amostras de NiTiNol são influenciadas por tratamentos térmicos (Lago et al., 2016), porém a temperatura de recristalização de uma liga Níquel-Titânio é

relativamente alta, em uma amostra que tenha, por exemplo, 25% de deformação a temperatura de recristalização está em torno de 500°C e 600°C (Rodrigues, 2016)

2.2.2. DSC

Resultados obtidos seguindo a norma ASTM F2004 demonstram que a transição apresentada pelo NiTiInol tem característica reversível e histerética. A dimensão da histerese pode ser relatada como a diferença entre o pico da transformação da austenite e o pico da transformação martensítica (Slough, 2007),

Para o NiTiInol comercial, geralmente as temperaturas de transformação de fase variam entre -100°C e 100°C com histerese de 30-50 [K] e um erro de temperatura de transformação de $\pm 5^\circ\text{C}$, o que acarreta um percentual controle da composição da liga de $\pm 0,05\%$. O Níquel favorece a superelasticidade, mas para níveis de Níquel próximos a 60% o efeito de memória de forma é mais baixo enquanto sua capacidade de tratamento com calor aumenta (Mwangi et al., 2019).

A ASTM (2004) define normas para que testes de DSC (*differential scanning calorimeter* ou Calorimetria exploratória diferencial) que buscam obter a temperatura de transformação de fases de ligas de Níquel Titânio seja realizado. O resultado registra um pico endotérmico na mudança de fase durante o aquecimento e um pico exotérmico também durante a mudança de fase no arrefecimento, sendo aplicado a ligas de Níquel Titânio livres de tensões residuais, que tenham um peso nominal de Níquel entre 54,5% a 57%.

Para que o teste seja realizado com sucesso é importante se certificar que o corte da amostra não cause deformações localizadas ou aquecimentos, evitar que exista grande oxidação durante o tratamento térmico que pode acabar acarretando em mudanças no teste, além da taxa de aquecimento e arrefecimento adequadas durante a realização do teste, sendo estabelecido um valor de 10°C/min pela norma F2004-17 (ASTM, 2004), Slough (2007) demonstrou que ao variar a taxa de aquecimento e arrefecimento não se nota grande diferenças nas temperatura de transição e que quanto maior a taxa, maiores são os picos de transformação de fase, embora taxas inferiores não comprometam os resultados.

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, sendo arrefecido rapidamente. É importante que não se deixe uma grande camada de oxido nas amostras (ASTM, 2004).

A amostra deve ser aquecida a pelo menos 30°C acima da A_{fi} e resfriada a pelo menos -30°C abaixo da M_{fi} (ASTM, 2004).

A transição sólido/sólido ocorre quando se tem a alteração da estrutura cristalina ao se aquecer ou resfriar determinado material. Embora tenham suas diferenças, a transformação sólido/sólido pode ser sempre caracterizadas por um calor latente, tornando possível sua detecção através do DSC (Slough, 2007).

2.2.3. Espectrometria de Absorção Atômica por chama

A análise química deve assegurar que a matéria prima tenha certas especificações que vão garantir a qualidade do produto final, sendo especialmente importante em ligas metálicas (Vogel, 1989). Portanto, quando se trabalha com materiais como ligas de Níquel-Titânio, onde 1% de alteração química gera 100 °C de diferença na temperatura de transformação (Mwangi et al., 2019), tal análise torna-se ainda mais importante.

Além de poder ser qualitativa ou quantitativa, muitas vezes, mesmo nas análises quantitativas, a precisão com relação aos dados não precisa ser absoluta e/ou muitas vezes os equipamentos exigidos e custos associados podem tornar uma análise mais precisa inviável, portanto, Vogel (1989) classifica as informações fornecidas por análises químicas como:

- Análise aproximada: quando se estabelece a quantidade de cada elemento, mas não as substâncias presentes;
- Análise parcial: lida com o constituinte selecionado na amostra;
- Análise constituinte de rastreio: análise parcial que determina os componentes selecionados em quantidades muito pequenas;
- Análise completa: determina a proporção de todos os componentes da amostra.

Já em relação ao tamanho da amostra, de acordo com Vogel (1989), classificam-se em 5 divisões, conforme Tabela 2.

Tabela 2: Classificação pelo tamanho das amostras segundo Vogel (1989)

Classificação	Quantidade (g)
Macro	<0,1
Semi micro	$10^{-2} \geq x > 10^{-1}$
Micro	$10^{-3} \geq x > 10^{-2}$
Sub micro	$10^{-4} \geq x > 10^{-3}$
Ultra micro	$> 10^{-4}$

Conforme o percentual, os constituintes podem ser principais (1-100%), constituintes minoritários (0,01-1%) ou traços de constituinte (<0,01%) (Vogel, 1989).

Os principais métodos para se realizar as técnicas de análises quantitativas são a análise titrimétrica, volumetria, coulometria, potenciometria, condutimetria, colorimetria, espectrofotometria de ultravioleta, espectrofotometria de infravermelho, métodos turbidimétricos e nefelométricos, métodos de emissão, cromatografia e espectroscopia de absorção atômica (Vogel, 1989). Esta última mencionada será mais bem detalhada no presente trabalho.

Segundo Vogel,

“A espectroscopia de absorção atômica envolve a atomização da amostra, geralmente pulverizando uma solução da amostra em uma chama e estudando a absorção de radiação de uma lâmpada elétrica produzindo o espectro do elemento a ser determinado.”(1989, p.7)

Um dos processos mais comuns e bem-sucedidos de absorção atômica é a Espectrometria de Absorção Atômica por Chama, conhecida também pela sigla FAAS - *Flame Atomic Absorption Spectrometry*. Sua técnica foi desenvolvida inicialmente por Arthur Walsh, em 1955 (Projahn, Steeg, Sanders, & Vanclay, 2004; Walsh, 1955), que analisou a relação entre a absorção e a concentração atômica, suas vantagens sobre a emissão atômica e sugeriu um método de absorção que oferece a possibilidade de se fazer análises químicas (Walsh, 1955).

Atualmente o processo consegue analisar 68 elementos diferentes e é uma técnica utilizada em quase todos os laboratórios de química inorgânica (Projahn et al., 2004). Sua aplicação vale para as mais variadas análises químicas, sendo utilizado para se medir concentrações de metais em alimentos, combustíveis, fluidos biológicos (sangue e urina em especial), amostras ambientais entre outros (Dionísio et al., 2011).

A preparação da amostra é um passo fundamental para o sucesso do procedimento. Para que seja analisada, a amostra deve, normalmente, estar ionizada em uma solução aquosa e ter uma concentração compatível com o que pode ser analisado pela máquina, portanto a diluição por vezes é necessária (Vogel, 1989). A digestão de metais muitas vezes é feita utilizando-se ácidos com o processo acelerado pela adição de calor (Haider et al., 2011; Pontes et al., 2010).

Uma nuvem de vapor é formada quando uma solução, contendo um composto metálico, é aspirada por uma chama. Na maioria dos metais, os átomos permanecem em seu estado fundamental de energia. Estes átomos são capazes de absorver comprimentos

de onda de radiação que sejam iguais aos que eles liberariam caso excitados, devido ao fenômeno da ressonância. Essa absorção da luz é proporcional ao número de átomos, podendo, assim, ser contabilizado caso essa diferença energética possa ser mensurada (Vogel, 1989).

Apesar de ser, em geral, um processo preciso, átomos que apresentam ressonância com valores de energia baixos são mais sensíveis a interferência por parte da chama, de forma que quanto maior o comprimento de onda, maior a sensibilidade (Vogel, 1989).

As chamas utilizadas para o processo podem ser de acetileno, hidrogênio ou propano. O acetileno pode ser utilizado em mais de 30 metais, mas o propano é muito utilizado em metais que são facilmente convertidos em vapor atômico. No caso de alguns metais, a posição dentro da chama é fundamental para um bom resultado (Vogel, 1989).

Para que a ressonância seja possível, é necessária uma lâmpada de cátodo oco. Ela apresenta um cátodo emissor feito do mesmo material que se pretende analisar. Íons formados dentro da lâmpada são acelerados em direção ao cátodo. A colisão acaba por criar uma excitação, realizando assim a emissão da radiação com o comprimento de onda com as propriedades desejadas (Vogel, 1989).

Para que apenas a radiação com a linha de emissão desejada chegue até o detetor, utiliza-se um monocromador que isola a linha desejada das demais. Para se detectar a radiação emitida que não foi absorvida pelos átomos, utiliza-se fotomultiplicadores (Vogel, 1989).

Um exemplo básico de montagem de equipamento utilizado na absorção atômica é apresentado na Figura 4. A solução é aspirada pela chama e nela é exposta a radiação liberada pela lâmpada. A radiação não absorvida passa então pelo monocromador, para que realize o isolamento das demais linhas e, finalmente, chega ao fotomultiplicador para que seja mensurada.

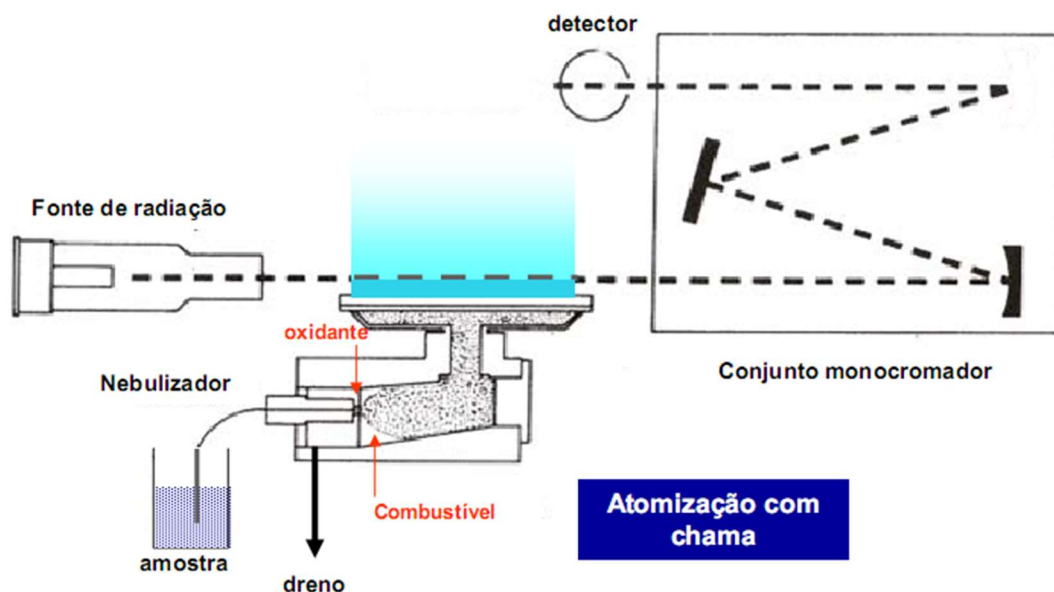


Figura 4: Exemplo de um equipamento de absorção atômica (Rocha, n.d.)

As principais interferências que podem ocorrer neste método são classificadas como interferências espectrais ou interferências químicas: As interferências espectrais geralmente ocorrem devido a intercessão entre a frequência da linha de emissão desejada com outra linha emitida por um terceiro elemento. A intromissão surge também devido a moléculas presentes no gás de combustão como hidroxila e radicais cianogênio; A interferência química pode ocorrer devido a formação de compostos estáveis, sendo, geralmente, causada devido a incompleta dissociação da substância analisada quando colocada na chama, ou podem surgir compostos refratários no interior da chama que não se dissociam dos átomos que se deseja quantificar. Outra interferência química plausível de ocorrer é a ionização dos átomos gasosos em estado fundamental dentro da chama, reduzindo a extensão da absorção. Este fenômeno ocorre, principalmente, em chamas a altas temperaturas. Absorção molecular e dispersão por luz podem fazer com que o resultado medido seja superior ao real (Vogel, 1989).

2.2.3.1. Limitações e erros

Para que se possa realizar uma boa análise quantitativa é necessário não só uma boa preparação da amostra, como um grande conhecimento na química envolvida e das possibilidades de interferência (Vogel, 1989).

Vogel (1989) classifica os erros como sistemáticos (ou determinantes) e aleatórios (ou indeterminados).

Erros sistemáticos podem ser do tipo *operacional e pessoal* quando, por exemplo, técnicas analíticas não são seguidas, por descuidos com a amostra ou inabilidade do pesquisador em verificar alterações.

Erros de instrumentos e reagentes podem ocorrer quando se tem instrumentos descalibrados e quando reagentes acabam por inserir impurezas ao realizar interações indesejadas.

Erros do método ocorrem quando a amostra ou a reação é incompleta.

Aditivos e erros proporcionais ocorrem quando se perde peso em um cadinho quando o precipitado é inflamado, por exemplo.

Erros sistemáticos causam um erro constante que acaba por afetar a precisão dos resultados. Para se eliminar esta imprecisão, pode-se calibrar os instrumentos através de métodos comparativos ou método absoluto

Os *erros aleatórios* manifestam-se em pequenas variações que ocorrem em sucessivas medições feitas pelo mesmo observador e geralmente se dão por motivos não controláveis e dificilmente detetados (Vogel, 1989).

2.2.4. Ensaio de Tração

Ensaio de tração é o tipo de ensaio mais utilizado na engenharia e consiste basicamente na aplicação de uma carga de tração uniaxial crescente em um provete até que o mesmo se rompa (Garcia, Spim, & Dos Santos, 2012; Souza, 1982). A partir dos dados de força aplicada e da deformação medida no corpo, geralmente através de um extensômetro, se obtém a curva tensão x deformação (Garcia et al., 2012).

Através deste ensaio pode-se obter o limite de resistência a tração, limite de escoamento, módulo de elasticidade, módulo de resiliência, coeficiente de encruamento, coeficiente de resistência e parâmetros referentes a ductilidade do material (Garcia et al., 2012).

Neste tipo de ensaio, a tensão convencional é dada pela Equação (1):

$$\sigma_{con} = \frac{P}{St_o} \quad (1)$$

Onde σ_{con} [Pa] é a tensão convencional, P [N] é a carga aplicada e St_o [m²] é a seção transversal original.

Já a deformação convencional é dada na Equação (2).

$$\epsilon_{con} = \frac{l - l_o}{l_o} = \frac{\Delta l}{l_o} \quad (2)$$

Onde ϵ_{con} é a deformação convencional, l_o [m] é o comprimento inicial de referência e l [m] é o comprimento de referência para cada carga P aplicada.

Já o módulo de elasticidade por sua vez, é dado se aplicando a lei de Hooke na região elástica do material, como visto na equação (3).

$$E = \frac{\sigma}{\epsilon} = \frac{P \cdot l_o}{St_o \cdot \Delta l} \quad (3)$$

Nos ensaios conduzidos por Hilário (2019) com um fio de NiTiInol com 0,5 mm de diâmetro e comprimento de 50 mm, há uma taxa de deformação de 0,5 mm/min, realizado até o rompimento do provete, se obteve os resultados apresentados na Tabela 3.

Tabela 3: Propriedades da liga de NiTi extraídas a partir do ensaio de rutura (Hilário, 2019)

Propriedades	Valor
Tensão de rutura	1088,6 [MPa]
Deformação máxima de rutura	31,17 [%]
Módulo de elasticidade Austenítica	39,03 [GPa]
Módulo de elasticidade Martensítica	10,04 [GPa]

2.3. Aplicações das ligas de memória de forma

A primeira aplicação comercial das ligas de memória de forma foi em 1969 no tubo CryoFit™, que tinha como principal característica a capacidade de encolher para ser encaixado na tubulação, sendo utilizado em caças F-14. A utilização da liga em fios ortodônticos, tão difundida atualmente, teve início dois anos depois (Jani et al., 2014).

A utilização de NiTiInol gerou uma verdadeira revolução em muitos setores industriais, como molas de taxa termovariável usadas para controlar a abertura de portas de fornos autolimpantes e também para trocas de marcha nas transmissões automáticas dos veículos da Mercedes-Benz, ou ainda em aplicações aeroespaciais como amortecedores de vibrações, mecanismos de libertação ou implantação, estruturas infláveis, asas inteligentes, no *chevron* de aeronaves para diminuir o ruído durante a descolagem e aumentar a eficiência de cruzeiro. São estudadas ainda aplicações de ligas de memória de forma em sistemas de asa telescópica, *morphing* de extensão da asa, trem de pouso e até mesmo na estrutura (Jani et al., 2014).

Além do amplamente difundido uso em implantes ortodônticos e *stents* (Lago et al., 2016), as aplicações do NiTiInol no campo da medicina abrangem ainda a neurologia, ortopedia, radiologia intervencionista e a cardiologia, devido principalmente as suas

propriedades como a memória de forma, relativa resistência à fadiga, resistência à torção, capacidade de alongamento elástico, comportamento tensão deformação semelhante a de ossos e tendões e modulo de elasticidade, além da sua biocompatibilidade que é superior a do aço inox (a rigidez do NiTiNol é mais próxima à do osso) e também a do Ti-6Al-4V (Mwangi et al., 2019).

Já no campo da engenharia, além do que já foi mencionado, são muito utilizados em acoplamentos de dispositivos elétricos, magnéticos, antenas de satélites e abas de ar-condicionado. A liga é utilizada até mesmo na engenharia civil, como agentes de controle ativo, semiativo, passivos em estruturas sujeitas a vibrações e em sistemas de automação e controle como atuadores (Datta et al., 2018; Lago et al., 2016)

Algumas das outras aplicações bem sucedidas de LMF no mercado são armações de óculos, antenas de celulares, válvulas pneumáticas, mas esses resultados ainda são considerados pouco expressivos (Jani et al., 2014).

Um dos bons exemplos das aplicações inteligentes do NiTiNol é sua combinação com cristais piezelétricos que são capazes de determinar a vibração e o NiTiNol, por sua vez, neutralizar a mesma. O NiTiNol tem capacidade de atuar de forma tridimensional, podendo dobrar, torcer e ser configurado de várias formas, como molas, fios, tiras e tubos. (Jani et al., 2014).

Para o futuro se espera que se possa desenvolver novas ligas de memória de forma ou melhorá-las, combinar propriedades de ligas de memórias de forma com outros materiais ou ainda buscar novos mercados. Estudos combinando LMF com outros materiais melhoraram a capacidade de amortecimento, resistência, endurecimento ativo e autocura (Jani et al., 2014).

2.4.Introdução aos compósitos

Materiais compósitos, também conhecidos como conjugados ou reforçados, são elementos constituídos pela união de dois ou mais constituintes diferentes (matriz e reforço) de forma a combinar suas melhores propriedades, que muitas vezes não seriam obtidas com apenas um dos materiais (Groover, 2010; Levy Neto & Pardini, 2016; Sathishkumar, Satheeshkumar, & Naveen, 2014; Wiebeck & Harada, 2005). A madeira, que se constitui da união de fibras de celulose e lignina, assim como o osso, composto por hidroxiapatita e colágeno, são exemplos de compósitos encontrados na própria natureza (Levy Neto & Pardini, 2016; Wiebeck & Harada, 2005).

Ou ainda, de acordo com a ASTM (2019), na norma D3878 , o material compósito é definido como: “Uma substancia constituída por dois ou mais materiais, insolúveis um no outro, que são combinados para formar um material útil à engenharia e que possui certas propriedades não possuídas pelos constituintes”(p.2).

A matriz pode ser de material cerâmico, metálico ou polimérico (Groover, 2010; Wiebeck & Harada, 2005). Suas principais funções são unir, proteger e separar as fibras (Wiebeck & Harada, 2005). Já o reforço pode ser de vidro, Carbono, metal, Kevlar®, cerâmico ou ainda Boro (Groover, 2010; Levy Neto & Pardini, 2016).

A partir da década de 60, compósitos poliméricos estruturais, como a fibra de vidro, passaram a ter seu uso mais difundido. Embora já se conhecesse a tecnologia desde os anos 40, antes ela era restrita especialmente a indústria militar (Wiebeck & Harada, 2005).

Compósitos podem ser classificados com “Tradicionais” ou “Sintéticos”. Compósitos tradicionais são os que estão presentes na natureza ou que já são utilizados a muitos anos como a madeira e o cimento, já o compósito sintético geralmente está relacionado com a indústria, onde normalmente os componentes são fabricados separados e depois unidos (Groover, 2010).

Os materiais compósitos são classificados ainda em relação ao tipo de reforço, tendo-se os compósitos reforçados com partículas, compósitos reforçados por fibras e compósitos estruturais (Wiebeck & Harada, 2005).

Os compósitos podem ser classificados principalmente em “compósitos reforçados por fibras” e compósitos reforçados por partículas” com as respectivas subclassificações apresentadas na Figura 5.

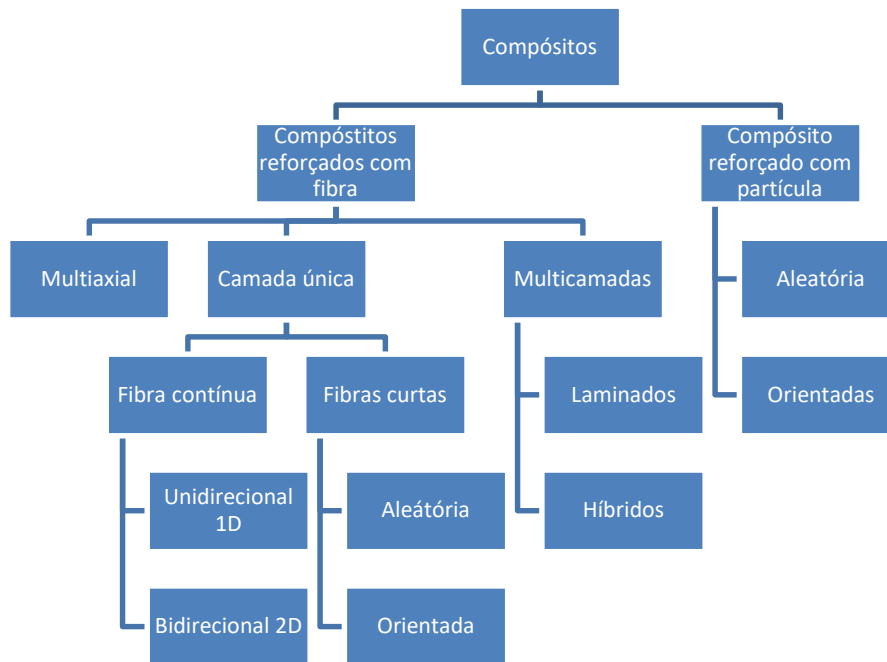


Figura 5: Proposta de classificação hierárquica de compósitos sintéticos e naturais proposta por Levy Neto e Pardini (2016)

Compósitos multicamadas podem ser divididos em compósitos laminados, onde um único tipo de fibra é utilizado, mas podendo ter orientações distintas e compósitos híbridos, em que dois ou mais tipos de fibras são utilizados, ou em casos em que laminas intermetálicas intercaladas com laminas de compósitos, de forma que os compósitos sintéticos obtidos com fibras contínuas podem ter reforço unidirecional ou bidirecional (Levy Neto & Pardini, 2016).

Materiais compósitos são conhecidos por, geralmente, apresentarem altos índices de resistência e rigidez por unidade de peso mesmo quando submetidos a esforços combinados, elevado amortecimento estrutural, boa resistência a corrosão e boa tenacidade a fratura (Levy Neto & Pardini, 2016).

As propriedades dos compósitos são influenciadas por um grande número de fatores e variáveis, o que torna o modelamento matemático bem difícil e trabalhoso, mas que permite uma grande gama de variação de propriedades (Levy Neto & Pardini, 2016).

Entre as principais qualidades dos compósitos, pode-se destacar que eles podem ser muito fortes e leves, superando muitas vezes propriedades do aço e do alumínio com um peso bem inferior, as propriedades de fadigas são geralmente melhor que a dos metais, podem ser extremamente resistentes a corrosão, aliados a uma possibilidade de variação de propriedades (Groover, 2010; Sathishkumar et al., 2014)

Geralmente busca-se em compósitos a melhoria de propriedades mecânicas como a rigidez, tenacidade, resistência a esforços e/ou a variação de temperatura. Para tanto varia-se não apenas os materiais envolvidos, mas muitas vezes, como os casos em que se envolvem fibras, muda-se também a geometria da fase dispersa, ou seja, a forma, tamanho, distribuição e orientação (Wiebeck & Harada, 2005).

Já as principais desvantagens estão no facto do material ser geralmente ortotrópico, comumente reagem com solventes, em regra tem um processo de fabricação longo e são caros (Groover, 2010).

A força de adesão entre a fibra e a matriz é fundamental e deve ser o mais resistente possível, buscando evitar que as fibras sejam arrancadas (Sathishkumar et al., 2014; Wiebeck & Harada, 2005). Ao lado do material e da geometria do compósitos, esse é o um dos três fatores primordiais para se determinar as propriedades de um compósito (Groover, 2010).

Compósitos obtidos através de fibras contínuas unidirecionais ou bidirecionais tendem a ser muito mais resistentes e rígidos do que compósitos obtidos por fibras picadas ou mantas contínuas (Levy Neto & Pardini, 2016).

Entre os principais fatores determinantes para o desempenho são as frações volumétricas de fibra (V_f), matriz (V_m) e vazios (V_v). Os valores de V_f podem chegar a até 70%, enquanto os valores de V_v devem ficar em, no máximo, 1% do volume. (Levy Neto & Pardini, 2016)

Nas ultimas década, compósitos com materiais com memória de forma vêm sendo estudados, em especial no controlo de vibrações e propriedades termomecânicas, sendo também muito explorado em pesquisas aeroespaciais aproveitando o efeito de memória de forma (Yuan, Bai, Jia, Lau, & Hung, 2019).

2.4.1. Fibras utilizadas em compósitos

O arranjo e orientação das fibras em relação umas às outras também influencia na sua resistência e na dos respectivos compósitos. A orientação pode ser paralela ao eixo longitudinal, em uma única direção ou totalmente aleatório. Fibras contínuas geralmente são alinhadas, já as descontinua costumam ser alinhadas, ou orientadas ao acaso ou ainda parcialmente orientadas. Distribuições uniformes apresentam melhores resultados (Wiebeck & Harada, 2005)

As fibras são policristalinas, amorfos e com pequenos diâmetros, sendo geralmente utilizados em polímeros ou cerâmicos (Wiebeck & Harada, 2005).

À medida que a fibra se torna mais fina, a tendência de apresentar as propriedades teóricas se aproxima. As fibras sozinhas, entretanto, são praticamente inúteis sem uma matriz aglomeradora (Levy Neto & Pardini, 2016)

Enquanto as fibras de vidro são as mais comuns graças aos preços e propriedades, a fibra de Carbono oferece um alto módulo de elasticidade, baixa densidade e pouca dilatação térmica. As fibras de Boro apresentam um nível de elasticidade altíssimo, porém, devido ao seu alto custo, sua utilização é muito limitada mesmo em componentes aeroespaciais. A fibra de Kevlar® tem a maior resistência peso de todas as fibras, sendo muitas vezes considerada a mais importante das fibras. As fibras de cerâmica geralmente são utilizadas como reforço de baixa densidade e, por fim, as fibras de metal são geralmente filamentos de aço usados como reforço em matrizes de plástico (Groover, 2010). Maiores detalhes sobre as propriedades típicas de fibras podem ser consultados na Tabela 4.

Tabela 4: Propriedades típicas dos materiais das fibras usados como reforço em compósitos (Groover, 2010)

Material da fibra	Diâmetro (mm)	Resistência a tração (MPa)	Módulo de elasticidade (GPa)
Aço	0,13	1000	206
Tungstênio	0,013	4000	407
Al ₂ O ₃	0.02	1900	380
SiC	0,13	3275	400
E-glass	0,01	3450	73
S-glass	0,01	4480	86
Kevlar®	0,013	3450	130
Carbono	0,01	2750	240
Boro	0,14	3100	393

2.4.1.1. Fibras de vidro

Apesar de ter sua comercialização iniciada apenas a partir de 1939 para fabricação de produtos de isolamento térmico e reforço de compósitos, a primeira ideia de produção de fio de fibra de vidro surgiu no início do século XIX (Wiebeck & Harada, 2005).

Com relação ao diâmetro, são classificadas em *Whiskers*, fibras e vidros. No caso dos *Whiskers*, a razão comprimento/diâmetro é extremamente grande, tendo alto grau de

perfeição cristalina e sendo isenta de defeitos, tendo excepcional resistência, não sendo muito usada porém devido aos altos custos e dificuldade de incorporação (Wiebeck & Harada, 2005).

Geralmente as fibras vendidas comercialmente são confeccionadas com fios gerados pela aglutinação de fibras contínuas e descontínuas (Levy Neto & Pardini, 2016; Wiebeck & Harada, 2005). Em sua produção o vidro fundido passa por uma matriz de Platina por furos extremamente finos, a partir daí as fibras contínuas são resfriadas, pulverizadas e então juntadas em grupos de modo a formar um fio ou mecha. Já nas fibras descontínuas, por sua vez, as fibras são resfriadas e colocadas em um tambor rotativo sob vácuo, sendo pulverizadas e juntadas para formar o fio, sendo secadas ao fim do processo (Wiebeck & Harada, 2005).

Após o arrefecimento, as fibras de vidro são pulverizadas com agentes de acoplamento e protetores. Caso este processo não fosse realizado, as fibras além de sofrerem problemas de coesão, não resistiriam a abrasão, não se uniriam quimicamente a matriz, surgiriam cargas electrostáticas e degradariam com facilidade diante do calor e da umidade (Wiebeck & Harada, 2005).

O pulverizante é uma emulsão aquosa que contém agentes filmógenos, lubrificantes, antiestáticos e de união da fibra com a resina. Os filmógenos buscam dar integridade, rigidez e proteção a fibra. Para proteger a abrasão são adicionados sais de amônio quaternário e outras substâncias lubrificantes. Os antiestáticos são substâncias condutoras. Silanos são utilizados para unir as fibras a matriz (Wiebeck & Harada, 2005).

Os compósitos que utilizam fibra de vidro possuem baixo coeficiente de dilatação térmica, boa resistência ao impacto, são altamente resistentes a tração e notável flexibilidade de conformação (Wiebeck & Harada, 2005).

Geralmente o parâmetro mais visado na escolha de qual tipo de fibra de vidro utilizar seja a resistência mecânica final, a condição de exposição pode acabar por alterar este parâmetro (Wiebeck & Harada, 2005). Os tipos de fibra, designação, indicações e precauções são apresentados na Tabela 5.

A matriz de vidro do tipo E, devido ao balanço de propriedades, a fazem ser a mais comum em compósitos de matriz polimérica (Groover, 2010; Levy Neto & Pardini, 2016; Wiebeck & Harada, 2005). O tipo S tem resistência bem superior ao tipo “E”, como observado na Tabela 5, e é muito utilizada na indústria aeronáutica e aeroespacial (Wiebeck & Harada, 2005).

Tabela 5: Propriedades físicas e mecânicas da fibra de vidro (Sathishkumar et al., 2014, adaptado)


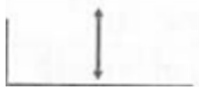




Fibra	Densidade (g/cm³)	Resistência a tração (GPa)	Módulo de elasticidade (GPa)	Alongamento (%)	Coefficiente de Poisson
E	2,58	3,445	72,3	4,8	0,2
C	2,52	3,310	68,9	4,8	-
S ₂	2,46	4,890	86,9	5,7	0,22
A	2,44	3,310	68,9	4,8	-
D	2,11-2,14	2,415	51,7	4,6	-
R	2,54	4,135	85,5	4,8	-
EGR	2,72	3,445	80,3	4,8	-
AR	2,70	3,241	73,1	4,4	-

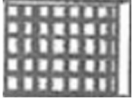

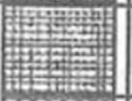




As principais desvantagens das fibras de vidro, mesmo quando embebidas em uma matriz, é que apresentam baixo módulo de elasticidade, autoabrasividade e baixa resistência à fadiga (Wiebeck & Harada, 2005).

Vários tipos de reforços com fibra de vidro foram desenvolvidos buscando melhorar as propriedades mecânicas dos compósitos, entre eles pode-se destacar a longitudinal esteira, o tecido de fibras, fibra picada entre outros (Sathishkumar et al., 2014).

Geralmente chapas feitas com mantas tecidas com fio simples tem resistência mais alta que as feitas com fios picados. O sentido preferencial da fibra tem influência na resistência mecânica (Wiebeck & Harada, 2005), conforme demonstrado na Tabela 6.

Tabela 6: Direção de sollicitação em função da orientação das fibras do material (Wiebeck & Harada, 2005)

Material de Reforço	Direção preferencial
 Vidro têxtil desfiado	
 Vidro têxtil cortado	
 Manta de vidro têxtil	

	Tecido de vidro têxtil desfiado	
	Tecido de vidro têxtil filamentado	
	Tecido unidirecional de elementos de vidro ou fibras de vidro empilhadas	
	Cama superficial de elementos de vidro ou fibras de vidro empilhadas	Sem efeito

2.4.2. Matrizes de compósitos

A matriz deve apresentar ductilidade e módulo de elasticidade bem inferiores aos da fibra, para que a tensão aplicada seja direcionada ao reforço, sendo esta propriedade fundamental no comportamento mecânico do compósito. A seleção da matriz leva em consideração aspectos químicos, térmicos, elétricos, ambientais, custo, desempenho e métodos de fabricação (Mazumdar, 2002). Deve ser também resistente a abrasão e reações químicas do ambiente e ter certa maciez e plasticidade de modo a evitar a propagação de fendas/trincas (Sathishkumar et al., 2014; Wiebeck & Harada, 2005).

As matrizes metálicas incluem a mistura de metal com cerâmicos e matrizes de alumínio reforçadas com fibras, já as matrizes cerâmicas são as menos utilizadas: feitas a partir de óxido de alumínio e carboneto de silício, são muito empregadas quando se deseja um material a altas temperaturas. Já as matrizes poliméricas são as mais empregues, sendo geralmente de epóxi ou poliéster, comumente reforçadas por fibras (Groover, 2010).

Compósitos de matriz plástica apresentam baixo peso específico, boa resistência mecânica, inércia química, resistência a diversos tipos de ambientes e a possibilidade de se adicionar aditivos protetores caso seja necessário. Tendo ainda alta durabilidade e de fácil reparação e produção, mesmo para geometrias mais complexas, sendo, muitas vezes, não apenas a melhor opção de material, mas a única (Wiebeck & Harada, 2005).

Matrizes poliméricas são as mais importantes em termos comerciais, sendo os polímeros reforçados com fibra os mais comuns. Polímeros reforçados com fibras geralmente apresentam um plástico termoplástico com epóxi ou poliéster reforçado com fibras de alta resistência mecânica, podendo ser estas descontínuas, contínuas ou como tecidos, sendo geralmente de Carbono, vidro ou kevlar49 (Groover, 2010).

2.4.2.1. Matrizes poliméricas termofixas

Matrizes termofixas são plásticos que uma vez curados, não podem ter seu processo revertido, devido a formação de moléculas tridimensionais inflexíveis formadas durante a cura, embora possam amolecer a elevadas temperaturas (Mazumdar, 2002).

A matriz geralmente pode ser formada por uma resina termofixa poliéster insaturada (ortoftálica, tereftálica, isoftálica ou bisfenólica) dissolvida em um solvente reativo como o estireno ou resina éster vinílica ou ainda o epóxi (Groover, 2010; Wiebeck & Harada, 2005). Resinas fenólicas, de poliuretano e de silicone podem ser utilizadas em casos especiais (Wiebeck & Harada, 2005) e ainda existem outras como viniléster, fenólicos, ésteres de cianato e bismaleimidas (Mazumdar, 2002).

Epóxi é uma resina muito versátil, que tem baixa retração e excelente aderência a diversos materiais de substratos, sendo a resina mais utilizada em compósitos. Seu desempenho pode variar de acordo com a necessidade: ao misturá-lo com outros materiais, pode se alterar sua taxa, temperatura e tempo de cura, assim como aderência, dureza, e a temperatura a qual resiste. Uma vez curado, dependendo da composição, pode chegar a trabalhar em temperaturas superiores a 205 °C (Mazumdar, 2002).

Para fabricação de compósitos reforçados por fibra de vidro, utiliza-se epóxi em sua forma líquida ou semissólida, dependendo do método escolhido. Por ser mais caro que o poliéster, a resina de epóxi geralmente só é utilizada quando suas propriedades são realmente necessárias (Mazumdar, 2002).

A resina de *poliéster* é uma resina formada pela reação de ácidos orgânicos dicarboxílicos e glicóis que dão origem a moléculas de longas cadeias lineares ao reagir. A reação de síntese dessa resina se dá pela interação de um álcool com um ácido, resultando em uma reação de esterificação que forma água e éster. Se a interação se der com um biálcool ou um biácido, resultara em um poliéster (Levy Neto & Pardini, 2016).

Além de ser barata, a resina de poliéster oferece excelentes propriedades de resistência à corrosão, embora tenha uma temperatura máxima de trabalho inferior à do epóxi. A resina de poliéster pode ser termofixa ou termoplástica. Em seu processo de cura, catalizadores vem sendo utilizados para se reduzir a quantidade de monômero de estireno presente, tendo em vista que o mesmo é prejudicial à saúde (Mazumdar, 2002).

A cura da resina de poliéster se dá de forma bem lenta, uma vez que as moléculas constituintes têm pequena mobilidade. O processo pode ser acelerado pelo aquecimento da resina, aplicação de radiação eletromagnética ou ainda pela adição de catalisadores ou

aceleradores. Os catalisadores, em geral, não ultrapassam em 2% o máximo de peso na mistura com a resina (Levy Neto & Pardini, 2016).

Enquanto a densidade das resinas não varia muito, a resina de epóxi tem valores médios de resistência a tração e módulo de elasticidade ligeiramente superiores a resina de poliéster, conforme observado na Tabela 7.

Tabela 7: Propriedades típicas de resinas termofixas não reforçadas (Mazumdar, 2002)

Material da resina	Densidade (g/cm³)	Módulo de elasticidade (GPa)	Resistência a tração (MPa)
Epóxi	1,2-1,4	2,5-5	50-110
Fenólico	1,2-1,4	2,7-4,1	35-60
Poliéster	1,1-1,4	1,6-4,1	35-95

2.4.2.2. Matrizes poliméricas termoplásticas

Resinas termoplásticas são geralmente mais dúcteis e resistentes que resinas termofixas, tendo ainda a vantagem de poderem ser fundidas e remodeladas mesmo após o endurecimento. O material, porém, necessita de reforço para aplicações estruturais e tem resistência química e a temperatura inferiores às resinas termofixas, muito devido ao processo de produção. (Mazumdar, 2002; Wiebeck & Harada, 2005).

Um dos grandes diferenciais desse tipo de material é a capacidade das resinas serem soldadas entre si, sua viscosidade, porém, torna o processo de criação de compósitos como esse tipo de material mais difícil (Mazumdar, 2002).

Nota-se pela Tabela 8 que, embora a densidade seja na maioria das vezes compatível com os valores apresentados pelas resinas termofixas, em geral o módulo de elasticidade e a resistência a tração possuem valores significativamente inferiores ao máximo obtidos pelas mesmas.

Tabela 8: Propriedades típicas de resinas termoplásticas não reforçadas (Mazumdar, 2002)

Material da resina	Densidade (g/cm³)	Módulo de elasticidade (GPa)	Resistência a tração (MPa)
Nylon	1,1	1,3-3,5	55-90
Poli(éter-éter-cetona)	1,3-1,35	3,5-4,4	100
PPS (Sulfeto de Polifenileno)	1,3-1,4	3,4	80
Poliéster	1,3-1,4	2,1-2,8	55-60
Polycarbonato	1,2	2,1-3,5	55-70
Acetal	1,4	3,5	70
Polietileno	0,9-1,0	0,7-1,4	20-35
Teflon	2,1-2,3	-	10-35

2.4.3. Adesão matriz x reforço

Adesão é uma manifestação de forças atrativas entre átomos e/ou superfícies. No caso de compósitos, a força de adesão depende dos seguintes fatores: presença de grupos funcionais superficiais da fibra, produzido por algum tratamento superficial; orientação, arranjo atômico, cristalinidade e propriedades químicas do reforço; conformação molecular e constituição química da matriz, difusividade dos elementos e arranjo geométrico (Levy Neto & Pardini, 2016).

Em compósitos, a energia interfacial é diretamente ligada as forças intermoleculares. Existem diversas teorias de adesão que consideram a microestrutura dos constituintes do compósito. Entre elas, temos: interdifusão, atração eletroestática, ligação química, sinterização reativa e a adesão mecânica (Levy Neto & Pardini, 2016).

Interdifusão ocorre quando a ligação entre a matriz e o reforço se dá pela interdifusão de átomos ou moléculas na superfície de contato. A adesão entre fibras de vidro e resina por meio de reagentes a base de silano ou por outro meio químico é explicada pela interdifusão ou pela formação de ligações interpenetrantes, tendo essa interface propriedades distintas do restante do material e do compósito em si. Durante o processo, filmes de óxidos podem acabar sendo gerados, tornando a ligação muito frágil (Levy Neto & Pardini, 2016).

A **Atração eletroestática** se dá quando existe diferenças de cargas eletroestáticas, criando uma força de atração, contribuindo, portanto, para a adesão. É o que explica os

acabamentos de silanos serem efetivos com reforços neutros ou ácidos e pouco efetivo em superfícies alcalinas (Levy Neto & Pardini, 2016).

A **Ligação química** diz que a força de adesão se dá pela ligação do grupamento químico na superfície da fibra e um grupo químico compatível na matriz, sendo a resistência da ligação dependente do tipo e número de ligações que ocorrem na interface (Levy Neto & Pardini, 2016).

A **Sinterização reativa** se dá de forma diferente das que ocorrem em compósitos de matrizes poliméricas. Ela se dá devido a formação de novos compostos na região de interface, partindo de compostos de matriz metálica. O processo ocorre através da transferência de átomos da matriz e/ou reforço para a região de interface, podendo ocorrer ainda a troca de ligações e ligações efetuadas pela presença de óxidos (Levy Neto & Pardini, 2016).

A **Adesão mecânica** se dá através do ancoramento mecânico na interface, utilizando principalmente as porosidades e a rugosidade superficial do reforço quando se deseja grande resistência na direção transversal (Levy Neto & Pardini, 2016).

Durante o processo de fabricação, em razão do encolhimento da matriz e das diferenças entre expansões térmicas do reforço e da matriz, podem ser criadas tensões internas ou residuais que são capazes de melhorar a adesão (Levy Neto & Pardini, 2016).

2.4.4. Influência da humidade e de ciclos térmicos na adesão

2.4.4.1. Absorção de água

A água, especialmente em compósitos de resina de poliéster, causa hidrólise na matriz, na interface e ainda, sob condições específicas, a degradação da fibra. Ocorre ainda o inchaço da matriz e ela acaba por se tornar mais maleável., podendo ainda acontecer fissuras no caso do envelhecimento térmico do poliéster de 40 a 100°C (Gautier, Mortaigne, & Bellenger, 1999).

A presença de fibras de vidro nos compósitos aumenta a absorção de água devido a ação da capilaridade e a afinidade por moléculas de água presentes na mesma, de forma a acarretar na diminuição de diversas propriedades mecânicas (Sakthi Balan, Santhosh Kumar, & Aravind Raj, 2020).

Sakthi Balan et al. (2020) observou a absorção de umidade em todos os experimentos com compósito híbrido, variando a percentagem e o tipo da fibra, notando que tanto para água destilada quanto para água salgada, há uma crescente absorção durante ao menos 8 dias. Fissuras e a interface entre a matriz e o reforço são locais

suscetíveis a propagação de trincas ocasionadas pela infiltração de água (Gautier et al., 1999).

Nos testes com compósitos de poliéster (45%wt) realizados a diferentes temperaturas, notou-se a redução da resistência ao cisalhamento interlaminar com o passar do tempo em todos os casos, de forma que quanto maior a temperatura, maior a perda de propriedades, conforme observado na Figura 6.

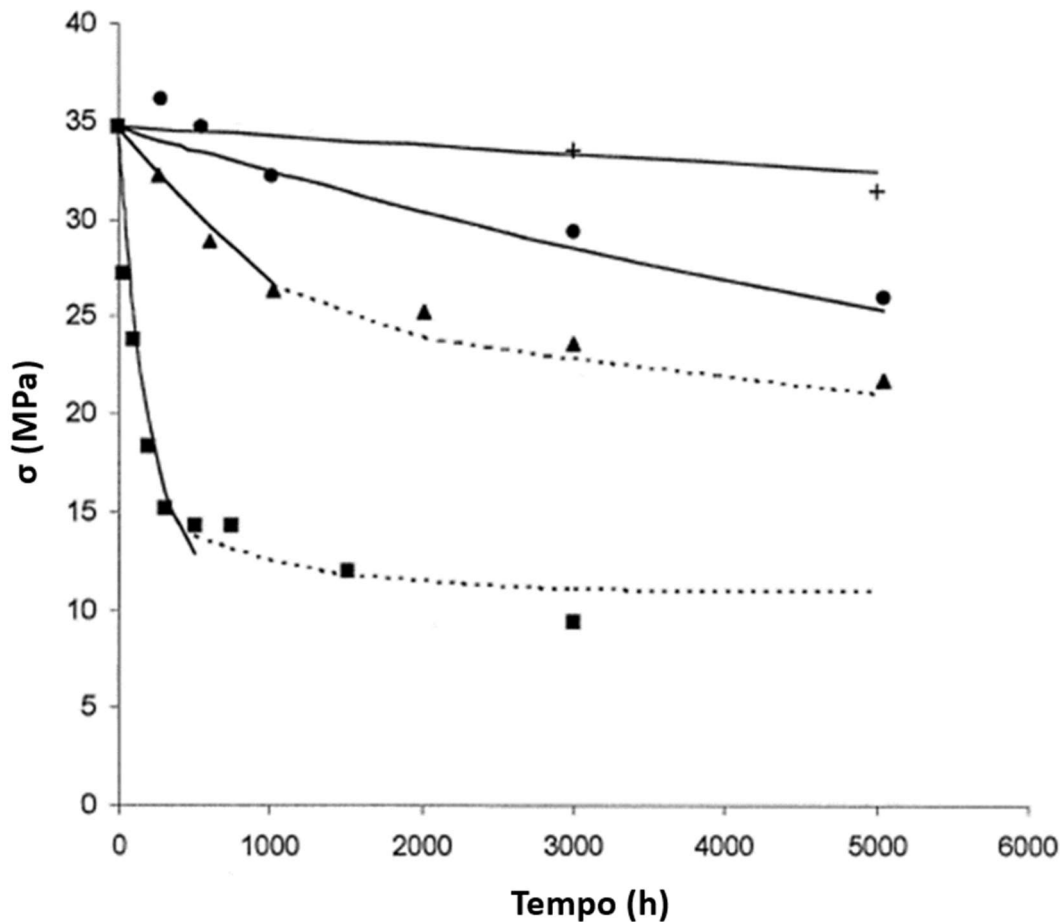


Figura 6: Evolução da resistência ao corte de uma matriz de um compósito de fibra de vidro com matriz de poliéster as temperaturas de (+) 30°C, (●) 50°C, (▲) 70°C e (■) 100°C (adaptado de Gautier et al., 1999).

Czél & Czigány (2008) realizou experimentos com tubos fabricados a partir de compósito de poliéster insaturado reforçado por fibra de vidro e percebeu que, após cerca de 5000 horas imerso em água à temperatura ambiente, as propriedades mecânicas variaram entre 2 a 5% negativamente, provavelmente devido à baixa absorção de água Figura 7.

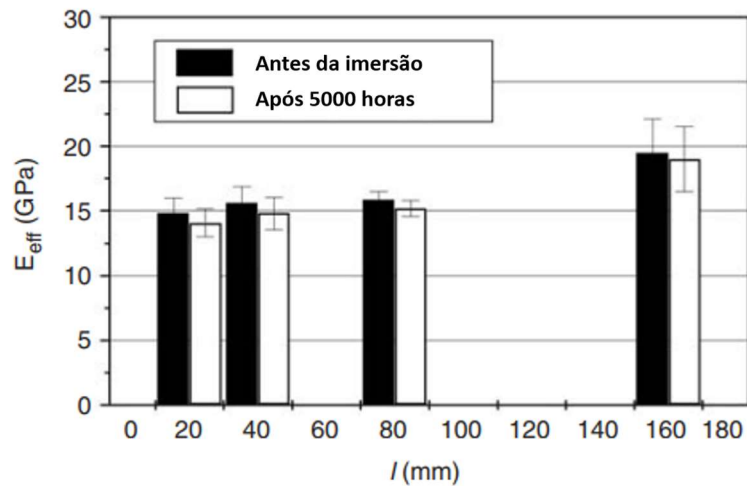


Figura 7: Valor do módulo efetivo (inicial e após 5000 horas de imersão) calculado a partir do teste de compressão dos anéis (adaptado de Czél & Czigány, 2008)

As mudanças nas propriedades mecânicas de compósitos de poliéster com fibra de vidro geralmente são testadas através de testes de dobramento, já que são mais fáceis de realizar do que testes de tração (Czél & Czigány, 2008).

Quanto maior o comprimento do corpo de prova, para o caso de tubos, menor a tendência em absorver água, sendo observada uma estabilização após 80 mm (Czél & Czigány, 2008).

Compósitos com alto teor de fibras podem ser mais vulneráveis, devido às áreas pobres em resina ou locais em que há contato direto entre as fibras. Nesses vazios, as moléculas de água podem acabar se acumulando (Aniskevich, Korkhov, Faitelson, & Jansons, 2012).

2.4.4.2. Ciclos de temperatura

As propriedades físico-mecânicas de compósitos reforçados por fibra de vidro podem ser afetadas pela umidade, água, temperaturas elevadas e outros ambientes agressivos (Shettar, Chaudhary, Hussain, Kini, & Sharma, 2018; Sousa, Correia, Firmo, Cabral-Fonseca, & Gonilha, 2018), sendo a variação de temperatura o fator que mais afeta a adesividade em compósitos utilizados na engenharia civil (Sousa et al., 2018).

Um dos grandes desafios para o uso de compósito ao longo do tempo é entender de forma detalhada as mudanças em suas propriedades mecânicas que ocorrem ao longo do tempo. A variação de temperatura aliada a um ambiente úmido pode acarretar no surgimento de micro trincas, na perda da ligação entre a matriz e as fibras além da delaminação (Aniskevich et al., 2012; Sousa et al., 2018). Ciclos térmicos podem, ainda, levar ao encolhimento, fragilização e endurecimento dos materiais (Sousa et al., 2018) e

curas feitas sob baixas temperaturas podem também acarretar na absorção de água (Aniskevich et al., 2012).

A variação da temperatura acarreta em expansão ou contração térmica, quando os coeficientes de expansão dos materiais que compõem o compósito são diferentes, isso pode gerar um campo de concentração de tensões na interface dos materiais, gerando micro trincas e uma eventual falha de ligação, especialmente sob baixas temperaturas (Sousa et al., 2018).

Geralmente os trabalhos relacionados a ciclos térmicos de temperatura em polímeros reforçados por fibra de vidro utilizam como referência a variação de temperatura ambiente em determinado local. Desta forma, variam-se as temperaturas entre -30°C a temperaturas de 40°C . O trabalho de Aniskevich et al. (2012) analisou a variação de temperatura entre -30°C e 20°C em ciclos feitos em condições secas e molhadas com resina de poliéster. Os resultados demonstraram que houve um aumento no módulo de flexão, enquanto a capacidade de deformação e a tensão última diminuíram, sendo mais observado em materiais sujeitos a ciclos secos.

O trabalho de Sousa et al. (2018) variou a temperatura entre -5°C e 40°C realizando 350 ciclos, em condições secas, utilizando como matriz resina de poliéster e, como material de ligação das juntas testadas, o epóxi ou poliuretano. Os testes apresentaram uma redução da rigidez de aproximadamente 20% além da diminuição da resistência em cerca de 19% no caso do epóxi, enquanto a de poliuretano apresentou um decréscimo de cerca de 11%. Os resultados mostraram ainda uma perda da adesividade que provavelmente ocorreu devido ao efeito de degradação dos materiais, especialmente os adesivos.

Sousa, Correia, Cabral-Fonseca, & Diogo (2014) variou a temperatura entre -5°C e 40°C realizando 190 ciclos, em condições secas, para resinas de poliéster e com viniléster. Demonstrou-se que ocorreram pequenas alterações nas propriedades em relação a tração e cisalhamento. O módulo de flexão apresentou maiores mudanças, especialmente nos primeiros ciclos. Além disso, foi notado que os principais mecanismos de propagação de trincas foram a rutura coesa (quebra da matriz), com as ruturas se propagando pela a matriz, e a rutura adesiva, onde as trincas se propagaram na interface da matriz com o reforço.

2.4.5. *Compósitos Híbridos com ligas de memória de forma*

A ASTM (ASTM, 2019) em sua norma D3878 define o compósito híbrido como “contendo dois ou mais tipos de matriz ou reforço. Cada tipo de matriz ou reforço pode ser distinto de acordo com a) as suas propriedades físicas e/ou mecânicas, b) forma do material ou C) pela composição química” (p.4)

As pesquisas com compósitos reforçados por LMF tiveram início no fim dos anos 80, onde se começou a adotar o termo “*SMA Composite*” e se definiu que se tratava de um material compósito com fibras ou filmes de memória de forma, podendo ser deformado ou endurecido pela adição de calor. Desde então, compósitos de liga de memória de forma têm sido utilizados em aplicações da engenharia simples até estruturas complexas como *chevrons* de motores de jatos, *morphing wings*, torção de hélices, aplicações baseadas em origamis e propulsores aquáticos baseados no movimento de tartarugas (Lester et al., 2015; Yuan et al., 2019).

A integração de ligas com memória de forma em compósitos permite, ainda, a criação de atuadores, controle de vibração, amortecimento, utilização como sensor e em compósitos de alto-cura, porém a adoção deste tipo de material ainda é uma realidade distante na indústria em geral. Esse fenômeno ocorre muito em função da complexidade das LMF (Lester et al., 2015).

Ao se introduzir ligas de memória de forma em diferentes matrizes, foram obtidas melhoras em propriedades como resistência a tração, fadiga e propriedades de amortecimento, de forma que esse desempenho depende muito da qualidade da ligação entre a matriz e os fios (Smith et al., 2004).

Fios de LMF embutidos em matrizes geram grandes tensões na interface, de forma que quanto mais forte a interface, maior a transferência de tensões entre os elementos presentes no compósito (Jonnalagadda et al., 1997; Paine, Jones, & Rogers, 1992; Smith et al., 2004).

Um dos problemas chave relacionado à criação de compósitos a partir de uma matriz e LMF está na tensão residual produzida durante o processo de cura, devido à transformação que pode ocorrer na liga, que está associada a deformações inelásticas. Uma pré tensão é frequentemente usada nas fibras. Testes quanto ao tratamento mecânico superficial, tratamento com plasma e deposição de ZnO também foram estudadas para melhorar a aderência. Foi demonstrado que a fase austenítica tem uma resistência ao

arrancamento superior à martensítica, independentemente das demais variáveis (Lester et al., 2015).

A capacidade dos fios de uma liga atuarem no compósito alterando suas propriedades está diretamente ligada à força de adesão fios/matriz. O NiTiInol que vem diretamente dos fabricantes geralmente apresenta uma quebradiça camada de óxido na sua superfície, que deve ser retirada (Paine et al., 1992).

Paine *et al* (1992), em um trabalho que é referência na área, constatou que é possível se aumentar consideravelmente a força de adesão entre a matriz polimérica e o reforço desde que ela tenha uma viscosidade que permita a interação com os defeitos de superfície do fio de NiTiInol. Conforme a Figura 8, realizando o lixamento com o papel lixa de 240, a força máxima de adesão teve um aumento de 44 [N] para 53 [N] em um compósito de grafite com epóxi, valor inferior somente ao processo de jateamento abrasivo.

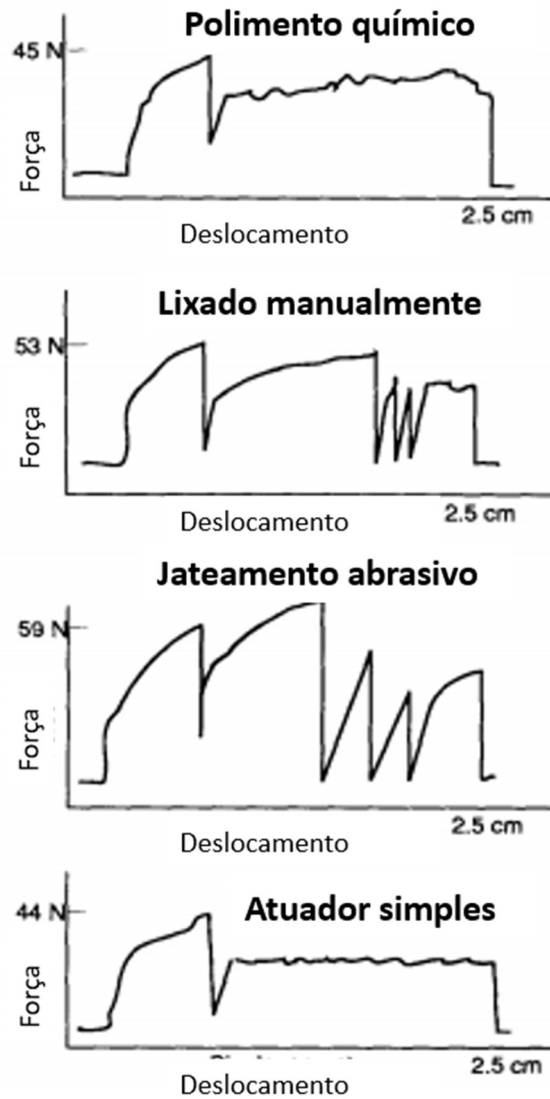


Figura 8: Curva força x deslocamento do fio de NiTiNol para diferentes tratamentos de superfícies em uma matriz de grafite/epóxi (Paine et al., 1992)

Mais recentemente, Murkute *et al* (2014) obteve um aumento de até 260% na força de adesão da fibra ao trata-la quimicamente com ácido sulfúrico concentrado. O resultado foi bem superior ao lixamento com papel de 600, conforme Figura 9.

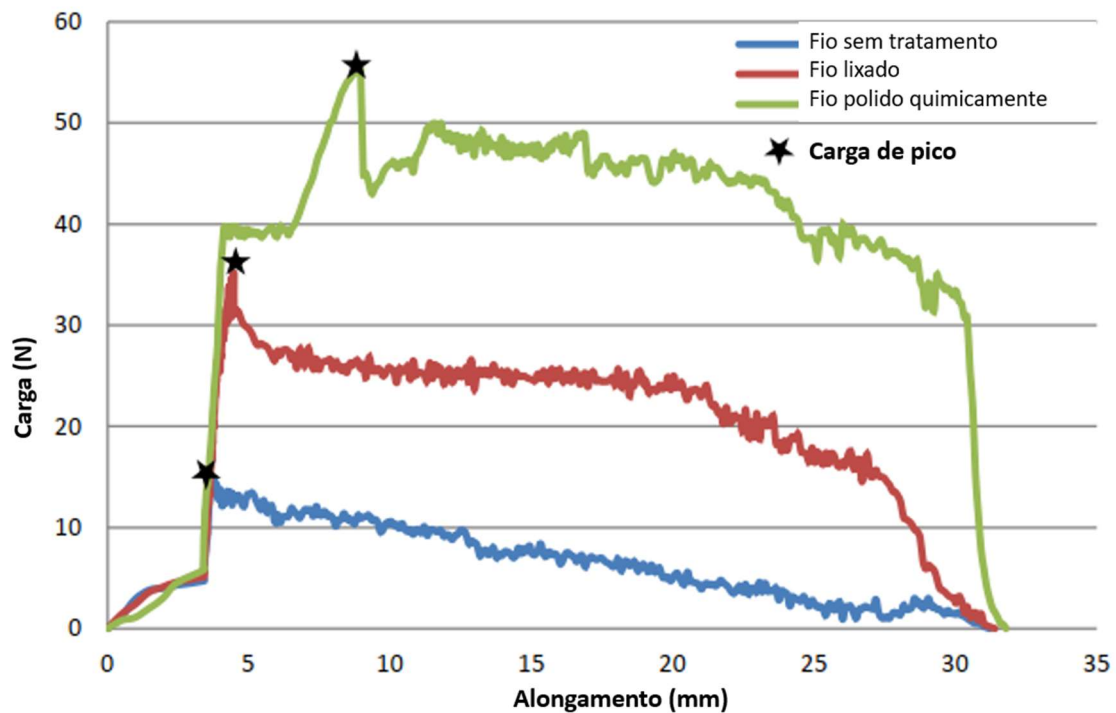


Figura 9: Carga x alongamento em três tipos de amostras com tratamentos diferentes (fio sem tratamento, fio áspero e fio gravado quimicamente) (Murkute et al., 2014)

2.5. Processos de conformação de compósitos

Existem diversos métodos de fabricação de produtos compósitos, a escolha sobre qual processo utilizar leva em consideração as vantagens econômicas, de produção e performance, além da viabilidade técnica e humana. Os processos podem ser divididos em moldagem por contato e moldagem por pressão, ou ainda processos que envolvem ou não pressão (Wiebeck & Harada, 2005).

A determinação do processo envolve um grande conhecimento dos diferentes tipos de moldagem, as estruturas possíveis e os critérios de desenho a serem considerados (Wiebeck & Harada, 2005), como apresentado no diagrama da Figura 10:

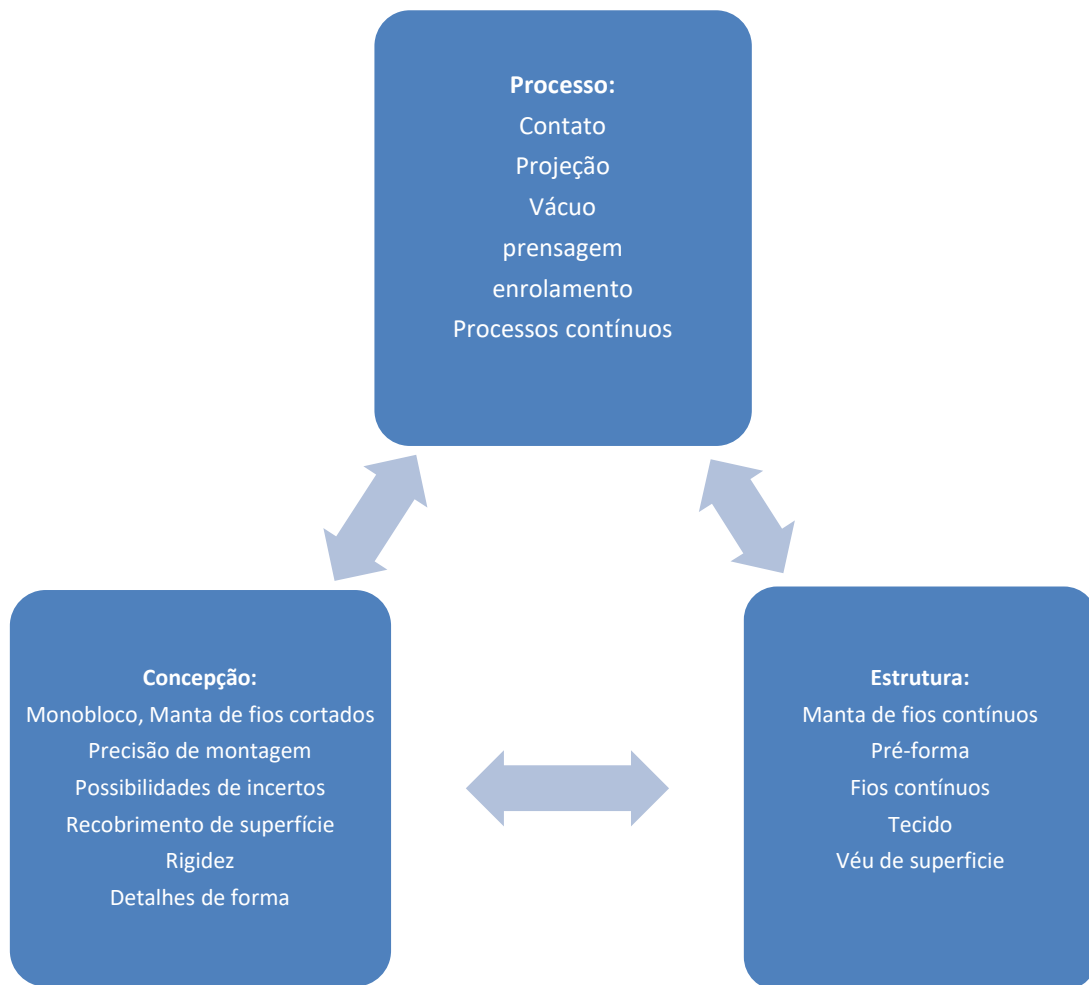


Figura 10: Diagrama de projeto (Wiebeck & Harada, 2005)

As matrizes de plástico termorrígidas geralmente são utilizadas em processos de conformação em moldes abertos, apresentam baixo custo inicial, é fácil de corrigir erros e é simples de conformar. Este processo não é interessante, porém, para peças muito grandes ou para produção em massa (Wiebeck & Harada, 2005).

As matrizes termoplásticas usam sempre fibras curtas e descontínuas distribuídas de forma aleatória, sendo utilizadas, geralmente, fibras do tipo E com diâmetros entre 9 e 14 μm e comprimento de 3 a 12 mm. A moldagem geralmente é feita por injeção e as fibras inseridas por extrusão. O aumento da quantidade de fibra de vidro no peso da peça, assim como nas matrizes termorrígidas, eleva a resistência mecânica (Wiebeck & Harada, 2005).

O aumento da razão vidro/resina melhora as propriedades mecânicas do compósito e isso varia de acordo com o tipo de moldagem a qual a peça está submetida: no caso do enrolamento do fio, o peso da fibra de vidro será cerca de 80% do peso

enquanto os tecidos apresentam entre 62 e 70% do peso. Isso acarreta em uma diferença enorme (Wiebeck & Harada, 2005).

É importante levar em consideração que o aumento da resistência de plásticos reforçados por fibras ocorre somente na direção das fibras, sendo esse um dos fatores mais importantes no projeto e processamento da conformação (Wiebeck & Harada, 2005).

2.5.1. Modelagem por contato

A modelagem por contato (ou colocação manual) não exige pressões ou funciona a pressões muito baixas, é um dos métodos mais utilizados e apresenta dois processos de produção: o *hand lay-up* e o *spray-up* (Wiebeck & Harada, 2005).

O *hand lay-up* (ou laminação manual) ocorre em moldes abertos e a impregnação da resina é feita utilizando pincel ou rolo. Suas principais vantagens são o baixo investimento, grande flexibilidade do projeto, simplicidade de operação, acabamento superficial muito bom em um lado da peça, dimensões ilimitadas e a capacidade de se trabalhar com qualquer tipo de plástico reforçado com fibra de vidro. Já as desvantagens são: produtos com qualidade média e pouco uniformes, grande influência do operador na qualidade final, longo ciclo de produção, baixas propriedades mecânicas devido ao baixo teor de vidro, dificuldade no controle da proporção reforço/resina, elevada evaporação de monômero de estireno. Neste método os moldes podem ser feitos desde madeira até papel e álcool polivinílico, silicone e óleo mineral são muito utilizados para facilitar a desmoldagem. A resina consegue ser curada a temperatura ambiente, mas é acelerada com a introdução de calor. Este método é muito utilizado na fabricação de protótipos, piscinas, tanques, carcaças e cascos de barco (Wiebeck & Harada, 2005).

O *spray-up* é semelhante ao processo de *hand lay-up*, mas com uma diferença fundamental: o reforço e a resina são projetados simultaneamente no molde através de um equipamento adequado. Deste modo, se reduz o ciclo de produção e requer menos mão-de obra. Em contrapartida, o método não se aplica a peças com menos de 0,5 [m²], polui o ambiente e gera gastos com a dispersão e conseqüente perda de matéria-prima. Assim como na *hand lay-up*, a resina e o catalizador são projetados sobre a superfície, após a mistura de fibra, e é realizada a laminação manual para remover o ar aprisionado. Tal processo é muito utilizado na fabricação de componentes de refrigeração, cabines, resfriadores, caixa de mostruário, chapéus de chaminés de laboratório, casco de barcos e outros (Wiebeck & Harada, 2005).

2.5.2. Modelagem por compressão

Na modelagem por compressão, o molde é aplicado para manter uma pressão contínua e a dimensão da peça é moldada de acordo com o controlo do peso da carga. O processo é utilizado na produção de peças pequenas e complicadas. A qualidade varia com o molde, controlo do ciclo de temperatura e a sequência da aplicação de pressão. O processo é demonstrado na Figura 11 (Wiebeck & Harada, 2005).

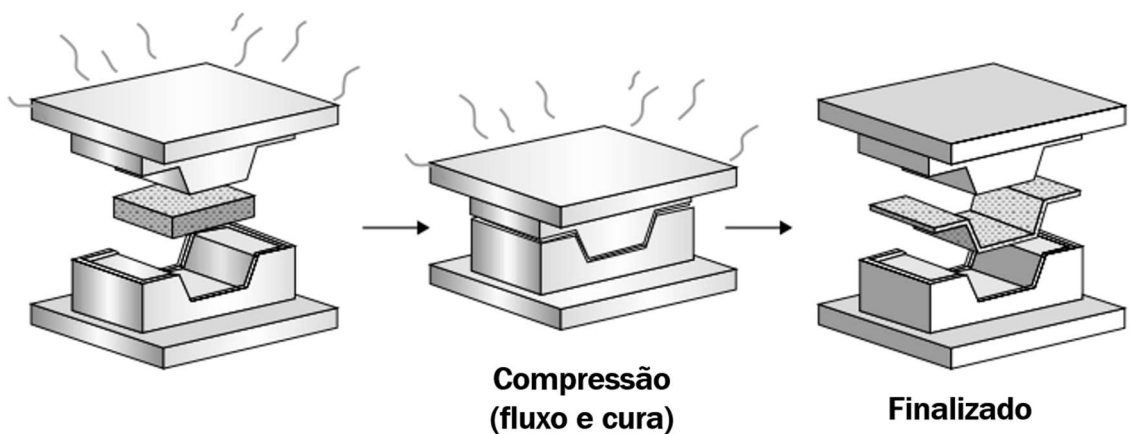


Figura 11: modelagem por compressão (adaptado de Park & Lee, 2012)

2.6. Formas de Caracterização do Compósitos

No presente tópico são apresentadas informações sobre o ensaio de tração e duas formas de se simular o comportamento mecânico de compósitos: a regra da mistura através de um algoritmo interativo e a forma clássica e o método de elemento finitos

2.6.1. Ensaio de tração

Embora estudos de compósitos híbridos feitos com fios de memória de forma para melhorar a resistência a impactos ou a capacidade de absorver vibrações, já tenham sido realizados, pouquíssimos estudos reportaram os efeitos dos fios de liga de memória de forma embebidos nas propriedades mecânicas do material (Gupta et al., 2017).

No trabalho de Gupta (2017), compósitos são testados com e sem os fios de NiTiNol embebidos, buscando-se encontrar a influência que estes têm sobre o compósito. Para tanto, o autor utilizou uma matriz de epóxi e tecido de vidro tipo E, unidirecional com 500 g/m² e densidade de área superior a 99 %. Foram utilizados fios com 50,8% de Níquel e 49,2% de Titânio com diâmetro de 0,3 mm e temperatura de transição de 14°C. Para melhorar a adesão, os fios passaram por um procedimento de gravura química com ácido sulfúrico concentrado. O reforço foi colocado de forma paralela a fibra de vidro,

separados por um espaço de 3 mm, tendo fração de vazios entre 1 e 1,5%. Os testes foram feitos com ao menos 6 provetes e seguindo a norma ASTM D3039. Os resultados demonstraram que a resistência a compressão foi melhorada com a inserção dos fios de NiTiInol. Não houve mudança significativa quanto aos testes realizados buscando medir a resistência a tração longitudinal, ou seja, na mesma direção da fibra. Os testes realizados na direção transversal, porém, acusaram que a inserção dos fios de NiTiInol diminuiu a resistência tanto a tração quanto a compressão, sendo problemas de adesão a possível justificativa para o fenômeno.

A norma D3039/D3039M da ASTM (2017) determina o procedimento para se obter as propriedades de tensão no plano de materiais compósitos reforçados por fibras, contínuas ou descontínuas, com módulo de elasticidade superior a 20 GPa. Através dos resultados, pode-se obter o limite de resistência a tração, tensão de ruptura, módulo de tensão elástico, coeficiente de Poisson e a deformação de transição.

As geometrias recomendadas pela norma são apresentadas na Tabela 9.

Tabela 9: Recomendação de geometrias das amostras de tração (ASTM, 2017, adaptada)

Orientação da fibra	Largura, mm	Comprimento total, mm	Espessura, mm	Comprimento da guia, mm	Espessura da guia, mm	Ângulo de chanfro da guia, °
0° unidirecional	15	250	1	56	1,5	7 ou 90
90° unidirecional	25	175	2	25	1,5	90
Balanceado e simétrico	25	250	2,5	Lixa de esmeril	-	-
Aleatório-descontínuo	25	250	2,5	Lixa de esmeril	-	-

A norma ainda sugere que a velocidade da deformação deve ser de 0,01/min ou uma taxa de alteração de comprimento de 2mm/min.

2.6.1.1. Análise estatística

A ASTM (2017) define que se deve calcular o valor médio, desvio padrão e o coeficiente de variação para cada uma das propriedades obtidas. Desse modo, a média da amostra (\bar{x}) é demonstrada pela Equação (4):

$$\bar{x} = \frac{(\sum_{j=1}^n x_j)}{n} \quad (4)$$

Onde n é o número de amostras; x_j é a propriedade medida.

O desvio padrão da amostra (S_{n-1}), por sua vez, é dado pela Equação(5):

$$S_{n-1} = \sqrt{\frac{(\sum_{i=1}^n x_j^2 - n\bar{x}^2)}{n-1}} \quad (5)$$

Por fim, o coeficiente de variação amostral (CV) é apresentado na Equação (6).

$$CV = 100x \frac{S_{n-1}}{\bar{x}} \quad (6)$$

2.6.2. Regra da Mistura

Alguns dos principais parâmetros levados em consideração na construção de estruturas com compósitos são as propriedades mecânicas. Tais propriedades podem ser previstas se utilizando métodos numéricos, ou ainda, através de MEF (G. R. Liu, 1998).

Groover (2010), através da regra da mistura, define que o módulo de elasticidade do compósito, com fibras unidirecionais na direção longitudinal, pode ser definido em função do módulo de elasticidade dos constituintes e de suas respectivas frações volumétricas, como demonstrado na Equação (7):

$$E_{co} = f_m E_m + f_r E_r \quad (7)$$

Onde E_{co} , E_m, E_r são os módulos de elasticidade, em MPa, do compósito, da matriz e do reforço, respectivamente. Já f_m, f_r são os seus respectivos valores volumétricos fracionários.

De forma análoga, de acordo com Bouhfid et al. (2019), compósitos híbridos costumam ter seu módulo de elasticidade longitudinal calculado de acordo com a Equação (8).

$$E_{ch} = E_{r1} f_{r1} + E_{r2} f_{r2} + E_m f_m \quad (8)$$

Onde os números subscritos junto a indicação de reforço fazem referência justamente aos diferentes materiais reforço utilizados.

Seguindo o raciocínio, para o coeficiente de Poisson e para a tensão têm-se que, pelas equações (9) e (10):

$$v_{ch} = v_{r1} f_{r1} + v_{r2} f_{r2} + v_m f_m \quad (9)$$

$$\sigma_{ch} = \sigma_{r1} f_{r1} + \sigma_{r2} f_{r2} + \sigma_m f_m \quad (10)$$

Para o caso do módulo de elasticidade na direção perpendicular, Groover (2010) define, conforme a Equação (11):

$$E'_c = \frac{E_m E_r}{f_m E_r + f_r E_m} \quad (11)$$

De modo que E'_c é o módulo de elasticidade na direção perpendicular. A Figura 12 ilustra a direção das fibras e dos respectivos módulos de elasticidade apresentados anteriormente.

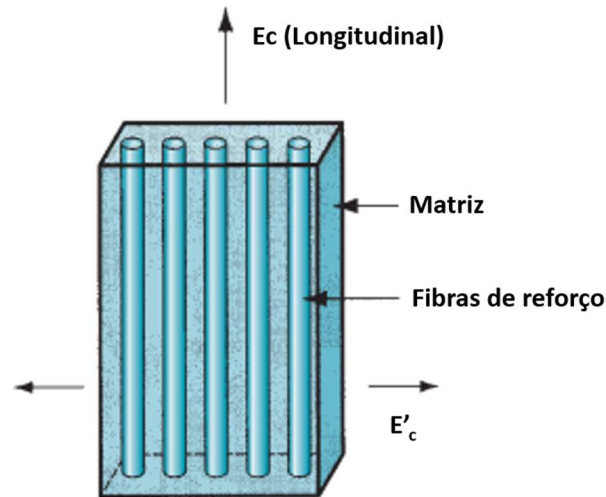


Figura 12: Modelo de um compósito com fibras unidirecionais mostrando a direção dos módulos de elasticidade (Groover, 2010)

Hayashi (1972 apud (Bouhfid et al., 2019)), observou que a inserção de outro material acaba por gerar um acréscimo ou decréscimo no alongamento do compósito, fenômeno que o autor chamou de efeito híbrido e que pode ser observado na equação (12).

$$Efeito\ Hibrido = \frac{\epsilon_{co}^* - \epsilon_{co}}{\epsilon_{co}} \quad (12)$$

Onde ϵ_{co}^* é a deformação do compósito híbrido até a falha e ϵ_{co} é a deformação do material compósito com apenas um dos reforços.

Buscando obter não apenas o módulo de elasticidade, mas também o módulo de corte dos compósitos, Liu (1998) elaborou um método passo a passo que pode ser utilizado com matrizes reforçadas por fibras. No primeiro passo, considera-se um cilindro do material da matriz com um cilindro do reforço ao centro, em seguida se calcula as propriedades desse compósito. Os valores obtidos serão utilizados como os novos valores da matriz, que receberá novamente um cilindro em seu interior, como mais bem exemplificado na Figura 13.

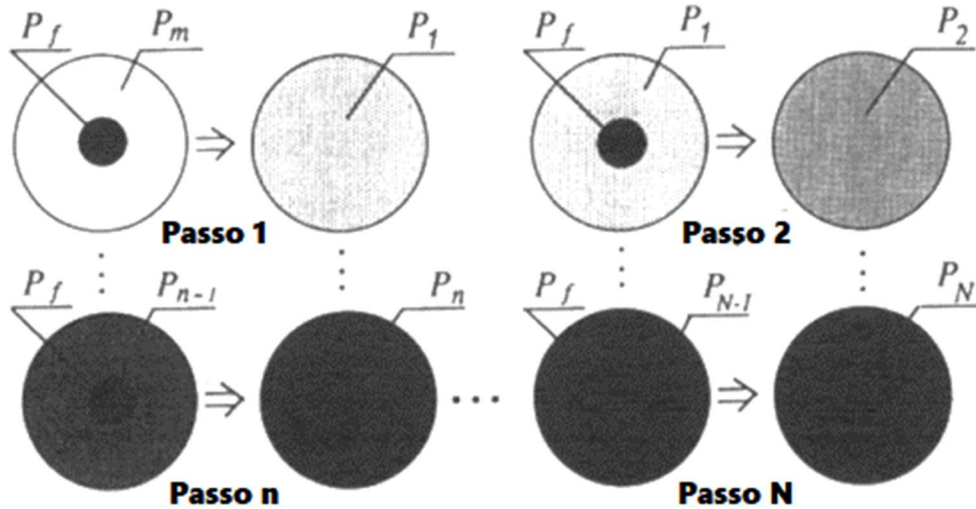


Figura 13: método passo-a-passo de (G. R. Liu, 1998)

Assim, a fração de fibra na primeira interação do compósito será dada pela razão entre a área da fibra e a área da matriz, como apresenta a equação (13).

$$V_{f1} = \frac{\pi * a^2}{\pi * b^2} = \frac{a^2}{b^2} \quad (13)$$

Onde a é o raio da fibra e b é o raio da matriz.

Quando se passa a interação 2, o volume de fibra passa a ser como indicado na equação (14).

$$V_{f2} = V_{f1} + (1 - V_{f1})V_{f1} = V_{f1} + V_{m1} * V_{f1} \quad (14)$$

Onde V_{m1} é basicamente a fração restante do material, conforme demonstrado na equação (15).

$$V_{m1} = 1 - V_{f1} \quad (15)$$

Dessa forma, após “n” passos ou interações, a fração de fibra no último passo será de conforme a equação (16).

$$V_{fn} = 1 - (1 - V_{f1})^n \quad (16)$$

O número de interações deve ser um valor tal que a partir de um primeiro valor hipotético de fração de fibra V_{f1} , após “n” interações o valor deve ser correspondente a fração de fibra real (V_f) que se deseja obter as propriedades. Dessa forma, o número de interações que se deve realizar é apresentado na equação (17).

$$N = \frac{\ln(1 - V_f)}{\ln(1 - V_{f1})} \quad (17)$$

Pode-se, ainda, se colocar o valor de V_{f1} em função do número de interações desejada, isolando o valor na equação anterior. Deste modo, o valor da fração de fibra na

primeira interação, em função do número de interações desejadas, é dado pela Equação (18).

$$V_{f1} = -e^{\frac{\ln(1-V_f)}{N}} + 1 \quad (18)$$

Baseado nos dados obtidos acima, é possível se calcular o módulo de corte G_{xy} , que é obtido através da Equação (19).

$$G_{xyn} = G_{xy(n-1)} + \frac{V_{f1}}{\frac{1}{(G_{xyf} - G_{xy(n-1)})} + \frac{V_{m1}}{2G_{xy(n-1)}}} \quad (19)$$

Onde G_{xyf} é o modulo de corte no plano perpendicular a x na direção y da fibra e a quando se trata da interação primeira interação, o valor do módulo de corte na interação de valor “0” é tratado como sendo o módulo de corte da matriz do material.

Para o cálculo do módulo de elasticidade na direção perpendicular da orientação da fibra (E_y), obtido através da Equação (20).

$$E_y = \frac{4KG_{yz}}{K + m'G_{yz}} \quad (20)$$

Onde K é o módulo volumétrico, G_{yz} é o modulo de corte no plano perpendicular a y na direção z da fibra. O parâmetro m' é apresentado na equação (21)

$$m' = 1 + \frac{4Kv_{xy}^2}{E_x} \quad (21)$$

Já o modulo volumétrico, que descreve a tendência do material em se deformar, é apresentado na equação (22).

$$K_n = K_{n-1} + \frac{V_{f1}}{\frac{1}{K_f - K_{n-1}} + \frac{V_{m1}}{K_{n-1} + G_{yz(n-1)}}} \quad (22)$$

Onde K_f é o módulo volumétrico da fibra e G_{yz} é o módulo de corte perpendicular ao eixo y na direção z, que é obtido através da equação (23).

$$G_{yzn} = \frac{1}{2} (G_{yzn}^{(+)} + G_{yzn}^{(-)}) \quad (23)$$

De forma que se $G_{yzf} > G_{yz(n-1)}$ e $K_f > K_{n-1}$, tem-se que:

$$G_{yzn}^{(-)} = G_{yz(n-1)} + \frac{V_{f1}}{\frac{1}{G_{yzf} - G_{yz(n-1)}} + \frac{V_{m1}(K_{n-1} + 2G_{yz(n-1)})}{2G_{yz(n-1)}(K_{n-1} + G_{yz(n-1)})}} \quad (24)$$

$$G_{yzn}^{(+)} = G_{yz(n-1)} \left\{ 1 + \frac{(1 + \beta_1)V_{f1}}{\rho - V_{f1}[1 + 3\beta_1^2 V_{m1}^2 / (\alpha V_{f1}^3 + 1)]} \right\} \quad (25)$$

Onde:

$$\alpha = \frac{\beta_1 - \gamma\beta_2}{1 + \gamma\beta_2}, \rho = \frac{\gamma + \beta_1}{\gamma - 1} \quad (26)$$

$$\beta_1 = \frac{K_{n-1}}{K_{n-1} + 2G_{yz(n-1)}}, \beta_2 = \frac{K_f}{K_f + 2G_{yzf}}, \gamma = \frac{G_{yzf}}{G_{yz(n-1)}} \quad (27)$$

Já para o caso de $G_{yzf} < G_{yz(n-1)}$ e $K_f < K_{n-1}$ tem-se que:

$$G_{yzn}^{(+)} = G_{yz(n-1)} + \frac{V_{f1}}{\frac{1}{G_{yzf} - G_{yz(n-1)}} + \frac{V_{m1}(K_{n-1} + 2G_{yz(n-1)})}{2G_{yz(n-1)}(K_{n-1} + G_{yz(n-1)})}} \quad (28)$$

$$G_{yzn}^{(-)} = G_{yz(n-1)} \left\{ 1 + \frac{(1 + \beta_1)V_{f1}}{\rho - V_{f1}[1 + 3\beta_1^2 V_{m1}^2 / (\alpha V_{f1}^3 - \beta_1)]} \right\} \quad (29)$$

2.6.3. Método de Elementos Finitos

O principal objetivo do MEF- Método de elemento finito- é encontrar a solução aproximada, através de uma forma mais simples, de problemas que seriam muito complexos para serem resolvidos por formas tradicionais ou mesmo que não teriam soluções (Fish & Belytschko, 2007; Logan, 2007; Rao, 2011). Apesar deste tipo de resolução não ser nova, com a utilização da divisão de círculos em triângulos para obtenção aproximada de sua área já em meados do século XIX, o método teve seu maior crescimento com o desenvolvimento dos computadores digitais (Rao, 2011).

Esse tipo de método funciona através da subdivisão do problema analisado em diversas regiões, que são unidas entre si por nós (Fish & Belytschko, 2007; Logan, 2007; Rao, 2011). Sendo assim, uma pequena região é resolvida com uma solução aproximada conveniente e as condições de equilíbrio desta peça irá produzir os deslocamentos e tensões aproximadas e, conseqüentemente, influenciar nas sub-regiões vizinhas(Rao, 2011).

MEF são aplicados em diversas áreas da engenharia, como estruturas de engenharia civil, estruturas de avião, condução de calor, geomecânica, problemas hidrodinâmicos, engenharia nuclear, análise de vibrações, engenharia biomédica, máquinas elétricas e eletromagnéticas, análise de colisões e design mecânico (Fish & Belytschko, 2007; Logan, 2007; Rao, 2011). Na área de design mecânico, pode-se solucionar problemas de equilíbrio como questões de concentração de tensão, análises de tensões, materiais compósitos, ligações e quando se fala em problemas de propagação, pode-se mencionar a quebra e fratura sobre cargas dinâmicas (Rao, 2011).

Rao (2011), define que o problema de métodos de elementos finitos seguem sempre um passo a passo, sendo utilizado um problema estrutural estático para ilustrar a aplicação.

No **primeiro passo** tem de se dividir a região da estrutura em subdivisões ou elementos. Neste passo, o número, tipo, tamanho e disposição dos elementos deve ser decidido.

No **segundo passo** deve ser escolhida a interpolação adequada ou o modelo de deslocamento. Como dificilmente será possível se obter a solução exata, neste passo é importante se definir uma solução computacionalmente mais simples o possível. Geralmente se utiliza um polinômio.

No **terceiro passo** precisa-se obter a matriz de rigidez e o vetor de carga através do princípio variacional adequado, como o método de Galerkin ou de equilíbrio de condições – ou método direto.

O **quarto passo** consiste em montar as equações de elemento para se obter as equações de equilíbrio globais. A matriz de rigidez e o vetor de cargas individuais são montados de um modo adequado, obtendo assim a equação global de equilíbrio.

No **quinto passo** são resolvidos os deslocamentos nodais desconhecidos. Para tanto, as equações globais de equilíbrio são modificadas após a incorporação das condições de contorno.

O **sexto passo** consiste em computar as tensões e a deformação através das equações necessárias.

Um **sétimo passo** pode ser adicionado, baseado nos passos propostos por (Logan, 2007) que é a interpretação dos resultados, com o auxílio fundamental do pós processo.

Os passos descritos podem ser modificados quando se deseja estender o conceito a outros campos. A matriz característica pode ser utilizada no lugar da matriz de rigidez e as demais etapas modificadas de acordo com o problema, por exemplo (Rao, 2011).

2.6.3.1. *Softwares para resolução de MEF*

A utilização de *softwares* de resolução por MEF envolve três passos: o primeiro é o pré-processo. Neste passo a geometria, propriedades do material, esforços envolvidos, e condição de contorno e a malha são estabelecidos (Rao, 2011).

A partir disso, no segundo passo, a análise numérica, o software gera as características da matriz de rigidez e o vetor de cargas, implementa as condições de contorno, e resolve as equações para descobrir os deslocamentos e calcular as resultantes (Rao, 2011).

No terceiro passo, o pós processo, os resultados são apresentados de forma numérica em tabelas ou, ainda, graficamente (Rao, 2011).

Um dos principais *softwares* utilizados na engenharia para simulações com MEF é o ANSYS: ele é uma ferramenta para análises de elementos finitos para uso geral, distinguindo-se pela capacidade de programação por parte do usuário. Cabe destacar ainda que os comandos podem ser fornecidos por dois modos: o modo gráfico e o modo de texto (Kim & Sankar, 2011)

2.7. Aplicação de compósitos

Diversas tecnologias recentes tornaram-se viáveis em áreas como aeronáutica, aeroespacial, petroquímica, naval, energia eólica entre outros, graças aos compósitos estruturais (Levy Neto & Pardini, 2016), sendo as aplicações de materiais compósitos muitas e diversas: vão desde ótica adaptativa, controlo de danos, controlo acústico entre outros (Paine et al., 1992).

Atualmente, compósitos que permitem alto desempenho e baixo peso vem sendo utilizados em todas as áreas da engenharia (Sathishkumar et al., 2014; Wiebeck & Harada, 2005).

Compósitos poliméricos são utilizados fundamentalmente na indústria de aeronaves, devido ao seu peso, alta resistência a fadiga nos elementos de fixação e pelo número de componentes. Graças a estas propriedades, é comum a fabricação de lemes e fuselagem a partir de compósitos poliméricos de fibra de vidro com matriz polimérica (Sathishkumar et al., 2014).

Compósitos de fibra de vidro com a matriz baseada em poliéster tem sido muito utilizados em aplicações na área marítima, onde a absorção de água é um dos principais atores na degradação do material (Sathishkumar et al., 2014).

Durante as últimas 4 décadas compósitos vem sendo estudados, em especial, como uma alternativa, mais leve e sem perder as propriedades mecânicas, aos metais. Como um grande exemplo disto, o “*Boeing 787 Dreamliner*” tem metade de seu peso e 80% de seu volume formado por compósitos. Na indústria naval, compósitos de vidro são utilizados em barcos desde a década de 40 (Groover, 2010)

3. Metodologia

No presente capítulo serão apresentadas as técnicas de caracterização para a liga de Níquel-Titânio, a forma com que foi fabricado o compósito híbrido de poliéster com fibra de vidro e NiTiInol, o procedimento realizado para se fazer o ciclo térmico em água e por fim como se deu a caracterização dos compósitos. Para tanto, será realizado, primeiro, uma breve abordagem teórica sobre o tema e, em seguida, serão descritas as técnicas, normas e equipamentos utilizados.

3.1. Caracterização da liga Níquel-Titânio

3.1.1. Análise e preparação metalográfica

No presente trabalho foram analisadas duas ligas de NiTi adquiridas em diferentes laboratórios: a primeira do fornecedor 1, com diâmetro de 0,5 [mm], temperatura A_{fi} de 10 ± 5 [°C] e tendo, de acordo com o fornecedor, 56,08 % de Ni na sua composição química, conforme Tabela 10. O segundo material analisado foi proveniente do fornecedor 2, possuindo um diâmetro de 2 mm e temperatura A_{fi} de 20 ± 5 °C.

Tabela 10: Composição da liga Níquel-Titânio com A_{fi} de -10 °C

Elemento	Presença na liga (%)
Níquel	56,08
Titânio	43,83
Carbono	0,042
Nitrogênio	0,005
Hidrogênio	0,001
Oxigênio	0,041

Para realizar a análise metalográfica é necessário efetuar o encapsulamento da amostra em material transparente, como apresentado na Figura 14, pois há 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, qualquer 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 °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.

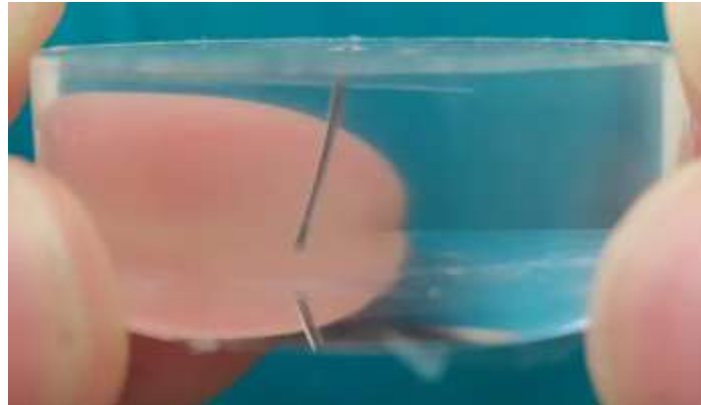


Figura 14: Amostra encapsulada em material transparente

As amostras embutidas foram classificadas de três formas diferentes: “A” e “B” são do fornecedor 1, onde a primeira não sofreu deformação plástica e a segunda sofreu deformação até seu rompimento; “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. Após a utilização das lixas, as amostras foram submetidas ao polimento mecânico com sílica coloidal amórfica. Nas etapas de lixa e polimento, é importante garantir que a amostra não ultrapasse a temperatura de recristalização (Rodrigues, 2016).

O ataque químico utilizado para revelar o contorno de grão 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.

Como a solução do ataque químico reage com acrílico utilizado para realizar o encapsulamento, conforme observado na Figura 15, após o ataque foi necessário a realização de um novo breve polimento para retirar o material que proveniente do acrílico, que reagiu e se depositou sobre a superfície a ser observada.

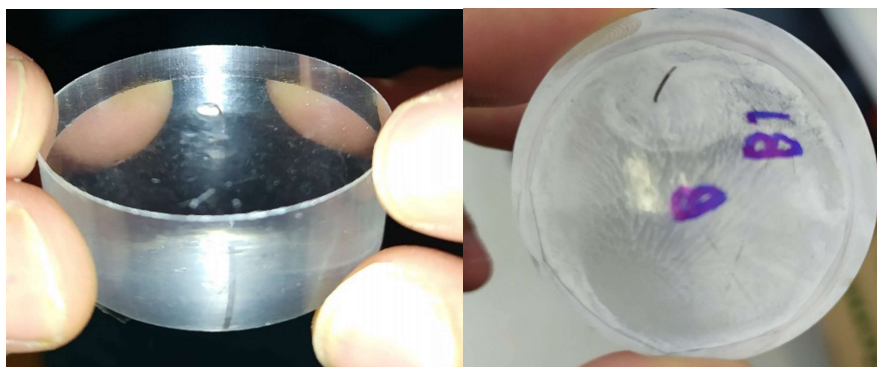


Figura 15: Demonstração da reação da resina de acrílico com o ataque químico com um exemplo de amostra antes de sofrer o ataque químico (à esquerda) e depois de sofrer (à direita)

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. Para determinar a escala da fotografia se utilizou o *software* de processamento de imagem *Fuji/Image* que através de uma medida conhecida na imagem, no caso o diâmetro do fio, é capaz de relacionar o número de pixels com a distância.

3.1.2. DSC e preparação de amostras

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 (Mwangi et al., 2019). O teste foi realizado em uma

máquina DSC 204 F1 da Phoenix[®] localizada no laboratório CIMO *processes and product engineering* da Escola Superior de tecnologia e gestão do Instituto Politécnico de Bragança.

As amostras utilizadas no DSC dos fornecedores 1 e 2 continham respetivamente 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.

3.1.3. *Espectrometria de Absorção Atômica por Chama*

No presente trabalho buscou-se realizar a análise parcial, focada no constituinte principal Níquel, com uma amostra de tamanho semi micro e utilizando o método FAAS. Para tanto, o primeiro teste a ser realizado neste tipo de experimento é a capacidade de digestão do metal nos ácidos. Logo, o primeiro teste realizado foi emergir pequenas quantidades de NiTinol, com cerca de 0,05 g cada. As amostras foram mergulhadas por um período de 24h cada uma em uma das 3 soluções a seguir:

- Ácido Nítrico *Riedel-de-Häen*, 65%;
- Ácido Nítrico *Riedel-de-Häen*, 65% + Ácido Clorídrico *Fluka*, 37% na proporção de 3:2
- Ácido Clorídrico *Fluka*, 37%

A partir dos resultados obtidos acima, foi possível realizar o próximo passo:

As amostras de NiTinol de aproximadamente 50 mg cada foram aquecidas a 400 °C em 30ml de ácido clorídrico, buscando-se digerir as amostras. Para tanto foi utilizado um sistema fechado (é possível que algo tenha escapado e se utilizou um filtro para não haver contaminação), onde o vapor de ácido clorídrico com o NiTinol evaporava e subia a um tubo arrefecido, onde ele condensava e voltava para o local de aquecimento, como demonstrado na Figura 16. O procedimento durou uma hora para cada amostra. Reguladores de ebulição (esferas de vidro) foram utilizados. Após o fim do processo, a solução foi filtrada e completada com água destilada até que se alcançassem os 50ml.

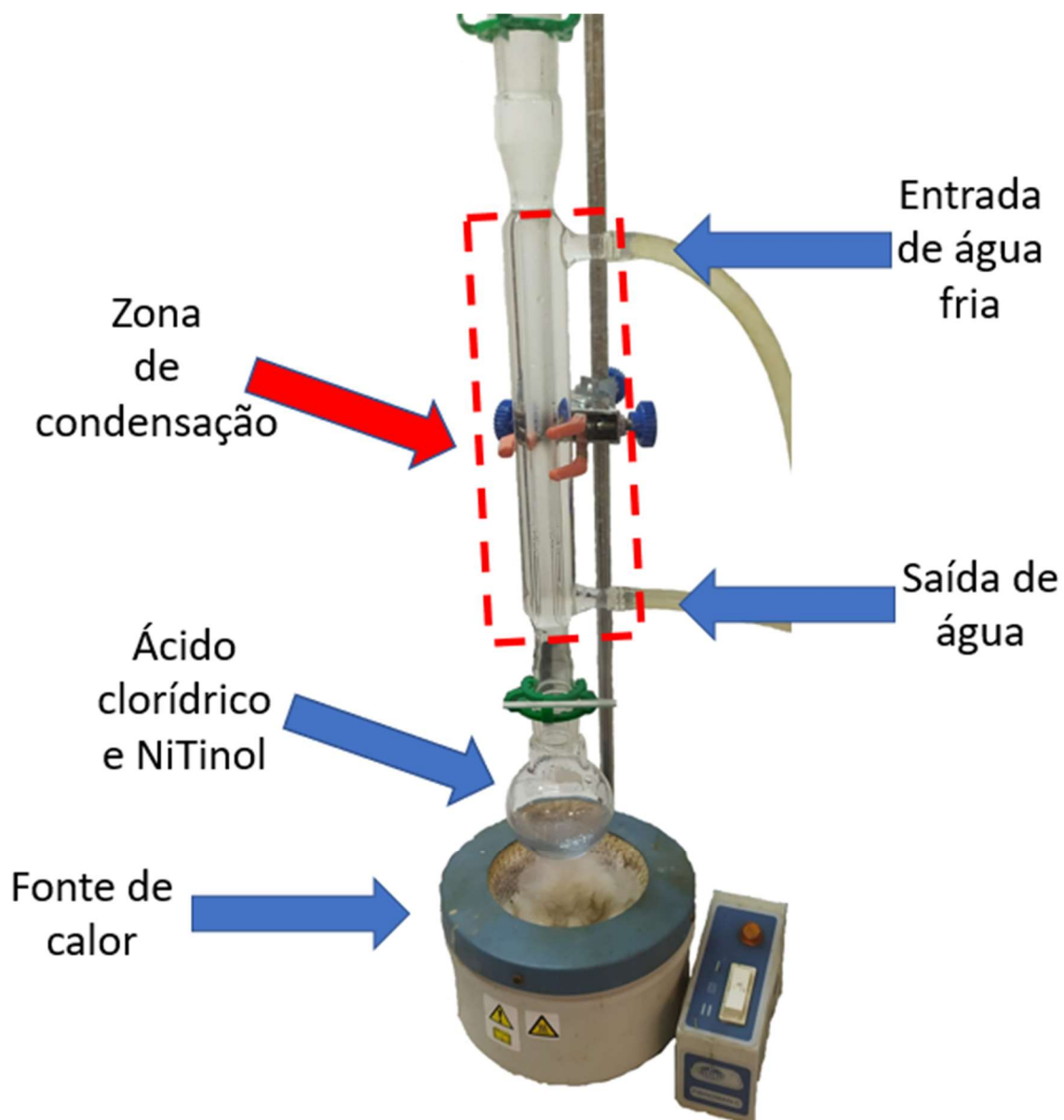


Figura 16:Esquema montado para realizar a digestão de NiTinol em ácido clorídrico

O procedimento foi realizado em 4 amostras, com as massas apresentadas na Tabela 11, onde se buscou sempre a massa mais próxima possível de 50 [mg].

Tabela 11: amostras de NiTinol para digestão com as respectivas massas

Amostra	Massa [mg]
1	49,8
2	49,1
3	49,2
4	49,6

Vale ressaltar que a amostra 4 usou a mesma tara da primeira e da segunda amostras.

Como a amostra deve ter aproximadamente 56,08% de Níquel, tem-se que a amostra 1, por exemplo, tem 27,92 mg de Níquel, como observado na Expressão (1):

$$\frac{49,8 * 56,08}{100} = 27,92 \text{ mg} \quad (1)$$

Logo, a concentração em $\mu\text{g/ml}$ será, conforme a Expressão (2), de:

$$\frac{27,88 \times 10^3 \mu\text{g}}{50 \text{ ml}} = 557,6 \mu\text{g/ml} \quad (2)$$

Portanto será utilizada uma faixa de onda de 362,5 nm que consegue obter resultados em uma faixa de 100-8000ppm (ou $\mu\text{g/ml}$).

Com base nos dados acima, foram escolhidas as seguintes concentrações para se estabelecer os padrões para a calibração da máquina: 100, 200, 500, 800 e 1000 ppm de Níquel.

Tendo um volume final de 50ml e uma concentração inicial de 1000ppm, buscou-se o volume das demais concentrações para os padrões de calibração da máquina a partir da equação (30):

$$C_i * Vol_i = C_{fi} * Vol_{fi} \quad (30)$$

Onde C_i é a concentração inicial; Vol_i é o volume inicial; C_{fi} é a concentração final e Vol_{fi} é o volume final.

Logo se obteve os valores apresentados na Tabela 12.

Tabela 12: Concentração final de Níquel e volume inicial correspondente

Concentração final (ppm)	Volume inicial (ml)
100	5
200	10
500	25
800	40
1000	50

Os recipientes foram limpos em ácido nítrico para retirar quaisquer resquícios de metais. Foi adicionado água com 5% de HNO_3 até chegar a 50 ml no volume final.

Por fim, a amostra foi analisada no AAS (espectrómetro de absorção atômica) Pinaacle 900 T da *Perkin Elmer* pelo Mestre David Cabral na Escola Superior Agrária de Bragança do IPB.

3.1.4. Ensaio de tração

Para os ensaios de tração dos fios de NiTiNol desta dissertação se realizou o ensaio até a rutura de fios com 0,24 mm de diâmetro, comprimento útil de 170 mm e o ensaio foi realizado a uma velocidade de 2 mm/min.

3.2. Processo de fabricação do compósito híbrido

O objetivo do trabalho é a fabricação de provetes e estes serão retirados de placas retangulares. Portanto, deseja-se fabricar um compósito híbrido de geometria simples, fazendo com que a maior preocupação seja manter uma espessura e proporção de resina/reforços constantes, aliados a baixa necessidade de mão-de-obra. Deste modo, optou -se pela escolha do método de prensagem a frio, ou *cold molding*. Os equipamentos básicos para fabricação já se encontravam presentes no LMCM - Laboratório de Materiais de Construção Mecânica da EsTiG do IPB, sendo necessário apenas realizar uma adaptação no punção para que fosse possível se colocar os fios de LMF com uma pré-carga mínima.

Foram dois os processos de montagem feitos: um deles com os fios de LMF entre as duas mantas de fibra de vidro, conforme a Figura 23 e outro, visando a fabricação em larga escala, utilizando apenas uma manta de fibra de vidro, onde o fio é entrelaçado, contornando o urdume a cada três tramas de acordo com a Figura 17.

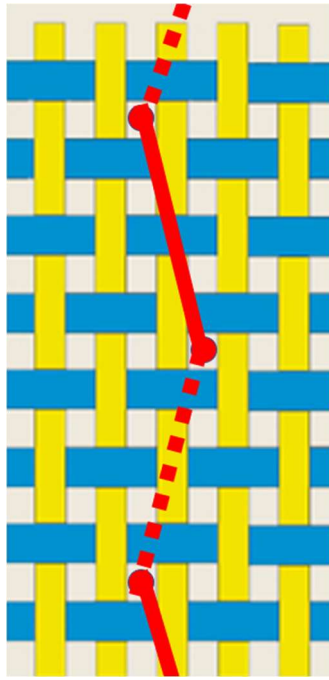


Figura 17: Entrelaçamento do fio de LMF no tecido de fibra de vidro

3.2.1. Processo de adaptação do punção

Para realizar a fabricação do tecido de fibra de vidro com os fios foi necessária uma adaptação do punção disponível, possibilitando manter os fios esticados durante o processo de cura da resina de poliéster.

Levando em conta que um dos objetivos do presente trabalho é avaliar o comportamento do compósito híbrido com diferenças volumétricas da LMF através da variação do número de fios inseridos na matriz do provete e, considerando que os testes realizados serão na direção longitudinal da fibra, com a largura recomendada de 15 mm conforme a Tabela 9, estabeleceu-se que a distância entre os fios deve ser compatível com a largura e necessita se atentar que não fique muito próximo a borda do provete. Levando em conta que a norma da ASTM determina que o comprimento total do provete recomendado é de 250 mm, a direção em que devem ser introduzidos os fios na placa, que é de 29,8 x 24,5 cm, só pode ser paralelo ao comprimento da placa.

Buscando atender os requisitos citados, definiu-se que para o caso de 3 fios, o fio central fica posicionado ao centro do provete, com os fios ao lado tendo uma distância de 3,75 mm do fio principal, sendo que a distância entre a borda e o fio mais externo também será de 3,75 mm. Para o caso da construção com 2 fios de LMF, utilizasse a mesma configuração da de 3 fios, com a exceção do fio central que é suprimido. A construção com um único fio utiliza apenas o fio central. A distribuição de acordo com os números de fios é mais bem observada na Figura 18.

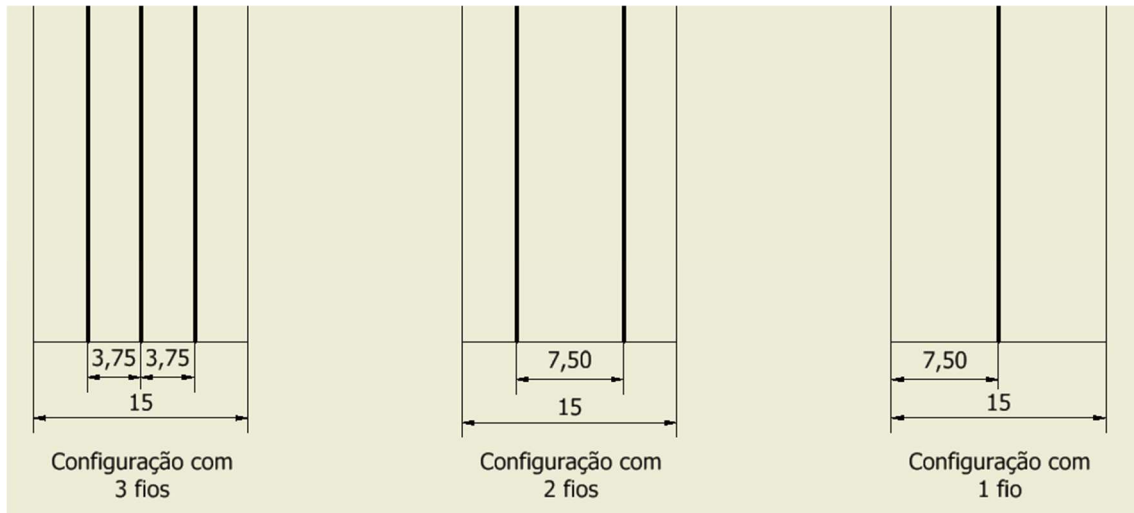


Figura 18: Demonstração da distribuição de fios de NiTiNol nos compósitos híbridos

Definida a distância entre os fios nos provetes, definiu-se que seria deixado o espaço de 15mm entre um provete e outro, deste modo têm-se algum espaço para se corrigir algum eventual erro no corte, ou ainda se pode aproveitar este espaço como um provete sem fios.

Em posse de tais informações, foi estabelecido que a placa seria capaz de fazer 6 provetes com fio a cada processo. Para realizar as entradas, foi empregue uma serra manual para obter o corte inicial e uma lima para alarga-lo (Figura 19)



Figura 19: Rasgo para o direcionamento do fio sendo alargado com uma lima

A fim de garantir que os fios ficarão na direção esperada, evitando desvios que levariam a concentração de tensão em um determinado ponto, prejudicando o desempenho, tem-se de tracionar o fio (Vilar, De Araujo, & Dos Santos, 2016), e para

tanto, empregou-se uma carga mínima de tração, suficiente apenas para manter os fios esticados durante o processo.

Com o objetivo de aplicar a carga, foram adicionados 3 furos e utilizados 2 parafusos na parte lateral do punção (Figura 20). Há mais furos do que parafusos para que se possa variar a posição do parafuso nas laterais da placa.

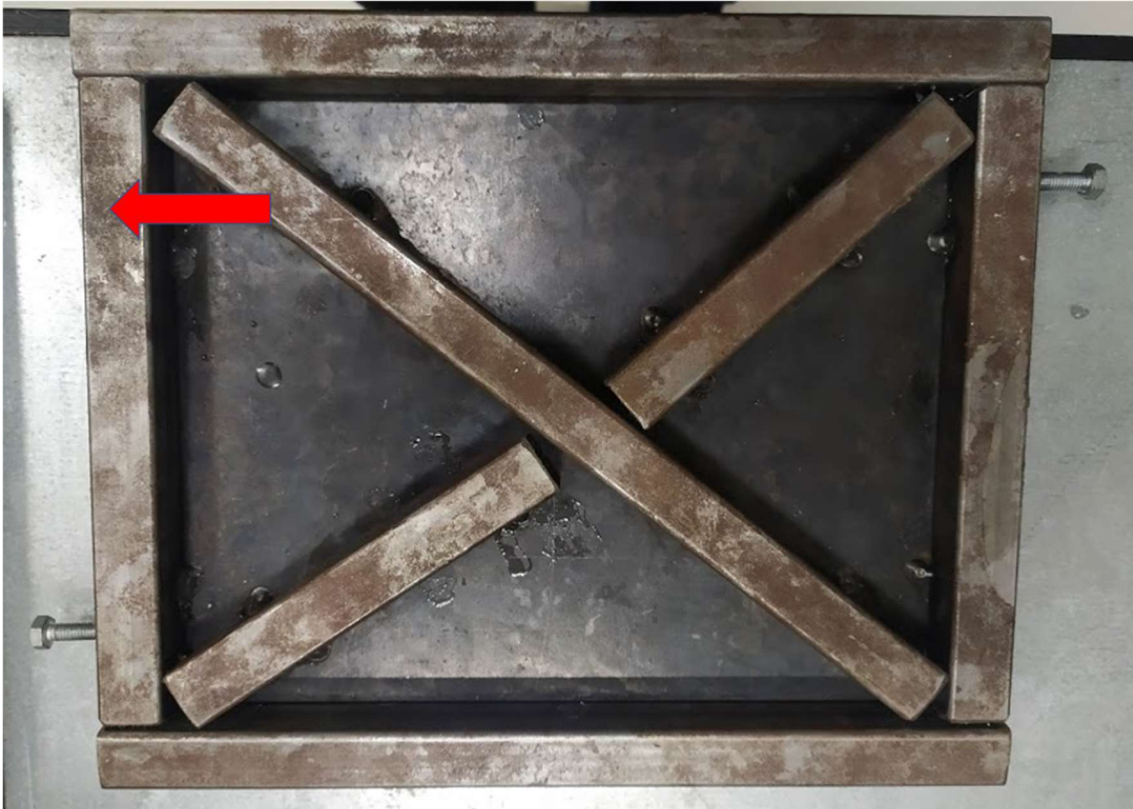


Figura 20: Punção com os -parafusos de aperto do fio, com a localização do terceiro furo indicado pela seta vermelha

O fio é, portanto, preso no primeiro parafuso sem a necessidade de aplicação da pré carga, através da pressão exercida pela porca pressionando a arruela, em seguida é passado pelas ranhuras criadas para direcioná-lo de acordo com o número de provetes que se deseja e quantos fios se deseja em cada. O fio é constantemente pré tensionado manualmente durante o processo e, ao fim, assim como no início, é preso no parafuso, pressionado, através do aperto da porca junto a arruela, conforme a Figura 21.



Figura 21: Fio sendo preso com o auxílio de um parafuso, uma porca e anilha/arruela

3.2.2. *Material utilizado*

Para a fabricação do compósito híbrido se optou por utilizar uma resina de poliéster, tecido de fibra de vidro e fios de NiTiInol. A lista completa de materiais utilizados é demonstrada a seguir:

- Resina para poliéster pré-acelerada MR Dinis dos Santos Ltda
- Catalisador para poliéster peróxido de metiletilcetona;
- Tecido de fibra de vidro do tipo “E” com densidade de área de 0,25g/cm²;
- Fio de liga Níquel – Titânio com Ø 0,25 mm e A_{fi} de 60 °C da Heiko Engelhardt Formgedächtnistechnik
- Cera desmoldante
- Lixa Buehler CarbiMet™ Grit 220 [P240]
- Balança portátil com escala eletrônica Sanda®
- Placas metálicas
- Fita adesiva
- Trincha

3.2.3. *Procedimento para fabricação das placas*

Para realizar a confecção da placa são necessários 8 passos, que são apresentados de forma detalhada a seguir:

1º passo: O primeiro procedimento é o lixamento do fio com liga de memória de forma. Para tanto o fio é passado pela lixa por 4 vezes. Tal etapa é adotada não apenas para retirar a camada de óxido superficial, mas também para melhorar a adesão do fio a matriz. O resultado pode ser mais bem visualizado na Figura 22.

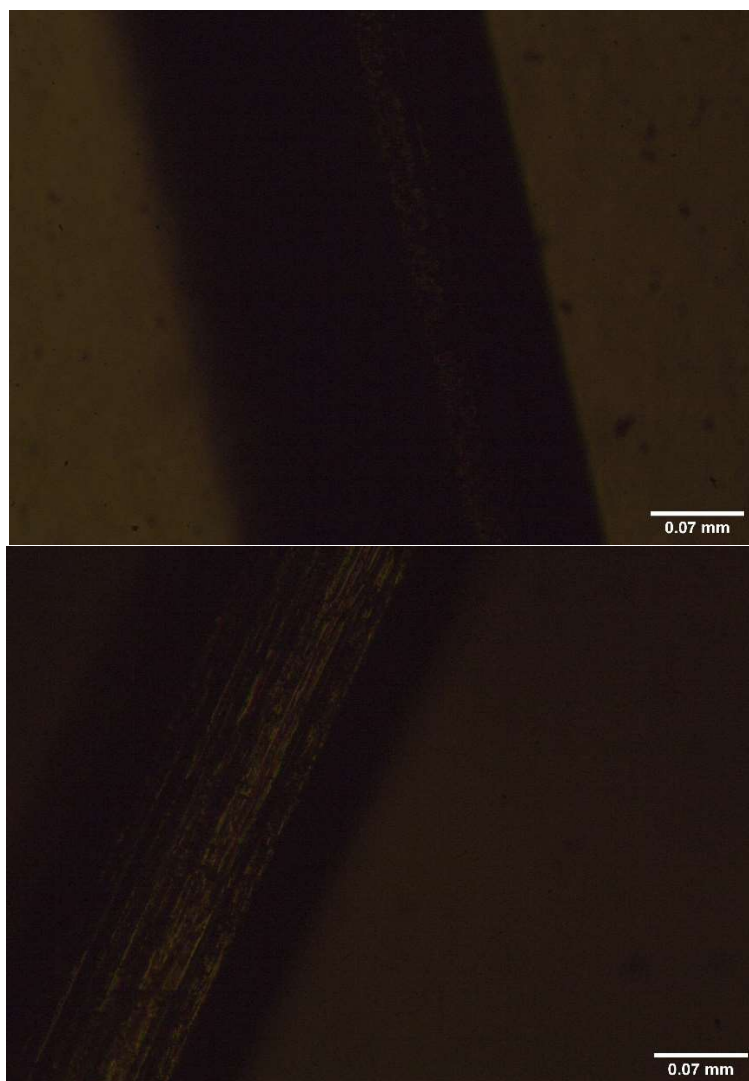


Figura 22: comparação do fio antes de ser lixado (acima) e após o processo de lixamento (Zoom óptico de 10x)

No **2º passo**, a fibra é cortada de acordo com o tamanho da matriz metálica. Como a dimensão da matriz metálica é de 29,8 x 24,5 cm, essa deve ser a dimensão máxima da fibra. Foi colocado uma fita adesiva nos cantos da fibra, buscando evitar que o tecido se desfaça. Quando se trata da configuração com fio de LMF entrelaçado no tecido, deve-se, já nesta etapa, fazer tal procedimento.

O **3º passo** consiste em passar cera na superfície do punção e da matriz que estarão em contato com a resina. A cera tem a função de desmoldantes para que se consiga retirar a placa após a cura;

No **4º passo** a fibra é pesada e a quantidade de resina e catalisador necessários para sua fabricação são calculados;

A seguir, no **5º passo**, a resina é misturada ao catalisador nas proporções indicadas pelo fabricante.

No **6º passo** monta-se a fibra com os fios. Para tanto, no caso de duas camadas de tecido de fibra de vidro com o(s) fio(s) entre elas, deve-se primeiro posicionar a camada inferior da fibra e, após isto, colocar o fio, passando pelas ranhuras feitas no punção.

O **7º passo**, consiste na aplicação da resina na fibra (Figura 23) sobre a camada de fibra e o fio. A resina é espalhada com o auxílio de uma trincha ou outro instrumento apropriado e deve-se garantir que se tenha resina suficiente de forma que penetre totalmente a fibra. Após estar bem molhado pela resina, deve-se colocar a segunda camada de fibra, se for o caso, e colocar resina até que ela também esteja suficientemente molhada.



Figura 23: Uma camada de fibra, com o fio colocado e a resina aplicada

O **8º passo** consiste em colocar o punção e aplicar pressão sobre o material. Para tanto se faz uma aplicação indireta de pressão, aplicando uma força de 2 kgf no macaco hidráulico a uma distância de 15 cm. Para que a pressão aplicada seja mais bem distribuída, são colocadas duas grandes placas envolvendo o punção e a matriz, conforme a Figura 24.



Figura 24: Local de prensagem da placa de compósito híbrido

Realizados os procedimentos descritos anteriormente, o compósito permaneceu por um período de aproximadamente 24 horas. Vale ressaltar que se utilizou um aquecedor e desumidificador durante o processo de cura. O aquecedor teve objetivo de manter a temperatura sempre acima dos 20 °C e o desumidificador é utilizado para tentar manter a umidade relativa do ar abaixo dos 80%, embora não se possa garantir que tal objetivo tenha sido alcançado devido à ausência de instrumentação adequada para se realizar tal aferição.

3.2.4. Procedimento para a obtenção dos provetes

Fabricadas as placas, foi necessário o corte dos provetes para que pudesse ser realizado o ensaio mecânico. Entre as possibilidades testadas estavam o corte por tesoura, uso de uma guilhotina de papel, uso de serra circular e a guilhotina de chapas metálicas. O melhor resultado foi obtido pela guilhotina de chapas metálicas, que apresentou os

menores danos nas bordas dos provetes. Foi, portanto, utilizada uma guilhotina Guifil *mini 320* como mostra a Figura 25.



Figura 25: guilhotina de chapa metálica

Apesar de possibilitar cortes de mesma espessura, não era tão simples definir medidas muito pequenas no equipamento devido ao erro de paralaxe, tendo em vista que as características geométricas da máquina não permitem a visualização da escala pelo ângulo adequado. Outro problema encontrado foi realizar o corte na angulação correta, ou seja, em paralelo com as fibras e o fio.

3.2.5. *Classificação dos provetes*

Cada provete foi classificado de acordo com a placa em que foi fabricado, o número de fios e um número, individual em cada placa, para distingui-lo independentemente de quantos fios estão presentes. Logo, a classificação foi realizada da seguinte forma:

(Número da placa). (número de fios). (identificação da placa)

Deste modo, um potencial provete “3.0.2” foi obtido da placa “3”, não apresenta fios em sua composição e foi o segundo provete classificado da placa. Este provete anula a possibilidade de existirem os provetes com o último número sendo “2” nessa placa.

3.3. Ciclo térmico em água

O experimento/ensaio do ciclo térmico consistiu em colocar uma forma metálica preenchida com água acima de uma panela com água em ebulição, pra que o líquido na forma ficasse com mais ou menos 80°C, como pode ser observado na Figura 26. Os

provetes foram, então, deixados dentro da água quente por 2 minutos e em seguida foram resfriados também em água, mas a temperatura ambiente (23°C) pelo mesmo período. Para medir a temperatura, usou-se um termômetro de líquidos JR-1 da marca SANDA®. Foram realizados 20 ciclos em 5 provetes sem fio de NiTinol e em 3 provetes com 1 fio.



Figura 26: Provetes inseridos em água quente

Realizou-se também o ciclo térmico com o fio do NiTinol utilizado para a fabricação dos compósitos híbridos, realizando um procedimento semelhante ao empregado para o compósito, com a diferença que não se aguardou o tempo de dois minutos na água fria e quente. Como o fio tem apenas 0,24 mm de diâmetro, o fio era mergulhado na água e retirado em seguida.

Inicialmente colocou-se dois fios na água, para que se pudesse observar quais seriam, aproximadamente, as temperaturas de transformação de fase. Para tanto, os fios, com forma semelhante entre si, mas bem diferente da geometria da memória de forma, foram colocados na água a temperatura ambiente. Conforme a água aquecia foi-se registrando as mudanças de geometria até que a temperatura chegasse aos 80°C.

Após isto, apenas um dos fios passou pelo ciclo térmico. Ao fim os dois fios foram novamente inseridos em água a temperatura ambiente e aquecidos para que fosse novamente anotado as temperaturas de mudança de geometria.

3.4. Caracterização do compósito híbrido

3.4.1. Ensaio de tração

Os provetes do compósito híbrido de poliéster, tecido de fibra de vidro e fios de NiTiNol foram fabricados com comprimento útil de 185 mm e um comprimento para garra mínimo de 80,5 mm. Os resultados foram obtidos através do ensaio na máquina de tração SHIMADZU AGS-X 10 kN (Figura 27) presente no LERM – Laboratório de Ensaio de Resistência Mecânica da ESTiG.



Figura 27: Ensaio de tração a ser realizado

3.4.2. Análise Numérica

Para realizar a simulação por MEF foi escolhido o *software* ANSYS Workbench 19.2. A geometria foi definida através da espessura e largura média dos provetes utilizados no teste de tração, tendo sido estas desenhadas pelo *software* SOLIDWORKS 2019, onde foram considerados dois materiais compondo o provete: 1 o fio de NiTiNol e outro como o compósito entre a fibra de vidro e o poliéster. Esta definição também foi utilizada para a regra da mistura que utilizou o *software* Matlab® para realizar os cálculos.

Solucionada a questão da geometria, a próxima etapa tratada foi a dos materiais utilizados. Como parâmetro valeu-se dos resultados médios dos testes sem fio dos compósitos com uma camada de tecido de fibra de vidro, com duas camadas de tecido de fibra de vidro e o com duas camadas de tecido após passar pelo ciclo térmico. Os dados do fio de NiTiInol inseridos também foram obtidos através dos resultados experimentais, porém se fez uma aproximação para se considerar como região elástica toda a curva onde há uma constante ascensão.

A forma de contacto entre o fio de NiTiInol e compósito de fibra/resina selecionadas foram os “*Bonded*”, “*No separation*” e “*Rough*”. O método *Bonded* permite soluções lineares e não permite a separação ou deslizamento da geometria em contacto. O método *No separation* é similar ao anterior, porém permitindo o deslizamento entre os corpos, mas não uma separação. Por fim, a configuração *Rough* considera o contacto perfeitamente áspero onde não há deslizamento, considerando um atrito infinito entre os corpos.

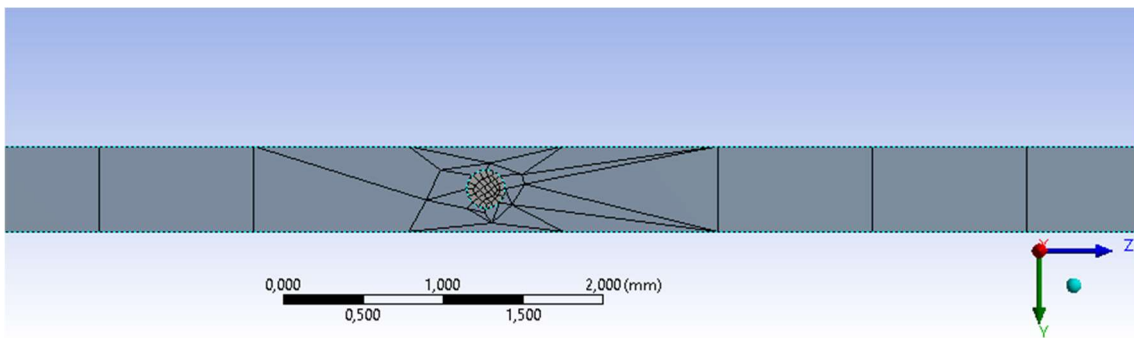


Figura 28: Malha do encontro da matriz com o fio de NiTiInol

A malha foi criada automaticamente através do comando “*Sizing*” sendo utilizado um tamanho de 1 mm para o compósito com poliéster e fibra de vidro e 0,05 mm para o fio, sendo possível observar o encontro de malhas na Figura 28. Por fim, conforme a Figura 29 foram definidos os locais de aplicação da força, as limitações de movimento e o local fixo. Uma das faces transversais foi escolhida como local fixo, enquanto a outra foi escolhida para a aplicação da força. As laterais dos provetes tiveram seu movimento impedido nas direções que não fossem da força. A força aplicada foi a máxima aplicada no experimento de cada uma das configurações. O comprimento foi o comprimento útil dos provetes, ou seja, 185 mm e os métodos de elemento finitos foram utilizados de forma automática pelo *software*.

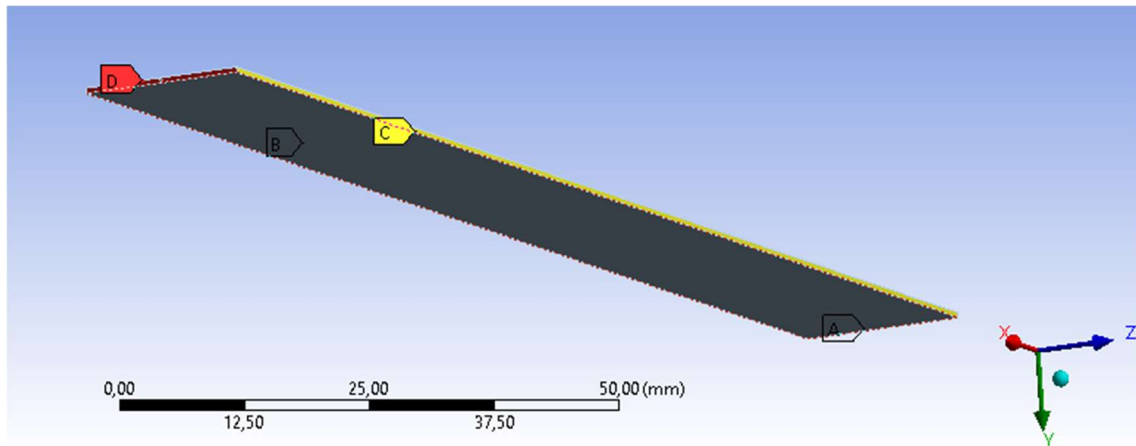


Figura 29: Ponto de fixação (A), limitação de movimentos nos eixos Y e Z (B e C) e da aplicação da força (D).

Como resultados do MEF foram obtidos a deformação e a tensão aplicada, já para a regra da mistura se obteve o módulo de elasticidade, módulo de corte, deformação e tensão de ruptura.

4. Resultados e Discussões

O presente capítulo apresenta os resultados dos temas abordados no capítulo anterior, ou seja, a caracterização das ligas de Níquel-Titânio e os dados obtidos dos testes com compósito híbrido de fibra de vidro e NiTiNo1, assim como os resultados da simulação por elementos finitos e através da regra da mistura. É realizada uma breve discussão sobre os resultados obtidos.

4.1. Resultado da análise metalográfica da liga de Níquel-Titânio

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 30 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.

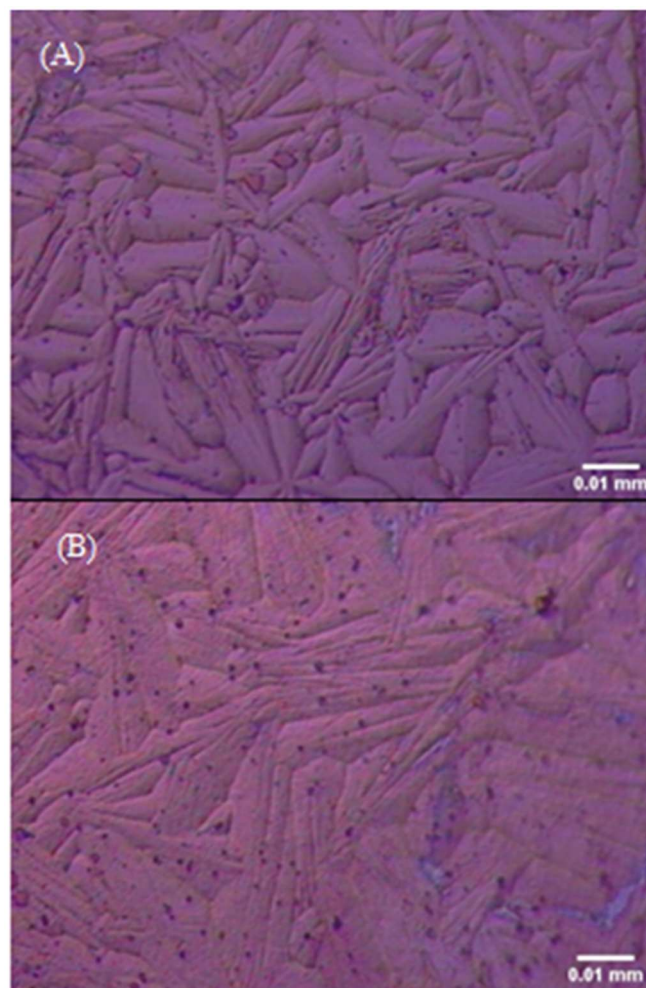


Figura 30: Contornos de grão da amostra “A”; b) Contornos de grão da amostra “B”. Ampliação de 50x

A amostra do fornecedor 2, observada na Figura 31, não apresentou grande diferença em relação à geometria e tamanho de grão em relação as amostras do outro fornecedor, mediante a análise qualitativa realizada.

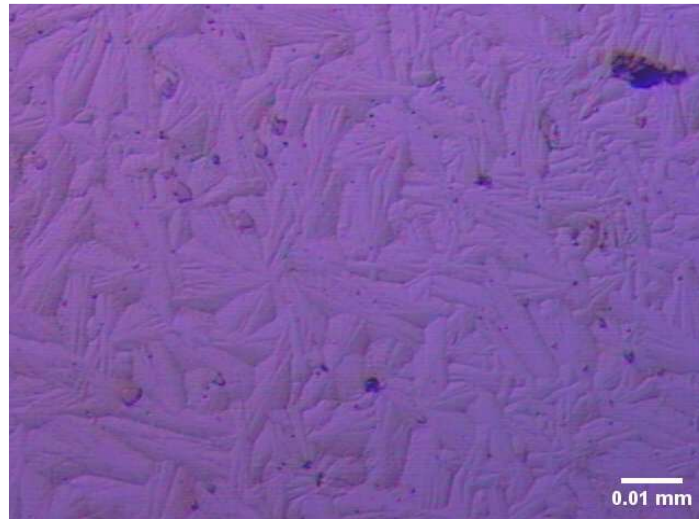


Figura 31: Contornos de grão da amostra “C”. Ampliação de 50x

Observa-se que em todas as situações só foi possível se observar o contorno de grão e não as fases presentes, embora se soubesse que se tratava da fase austenítica em todos os casos.

4.2.Resultado do DSC feito com a liga de Níquel-Titânio

Os resultados do DSC para a amostra do fornecedor 1, apresentados no diagrama da Figura 32, demonstrou que a temperatura de transição indicada pelo fornecedor foi encontrada. A temperatura final da transformação austenítica foi de $-11,8\text{ }^{\circ}\text{C}$, dentro da margem entre $-15\text{ }^{\circ}\text{C}$ e $-5\text{ }^{\circ}\text{C}$ indicada pelo fabricante.

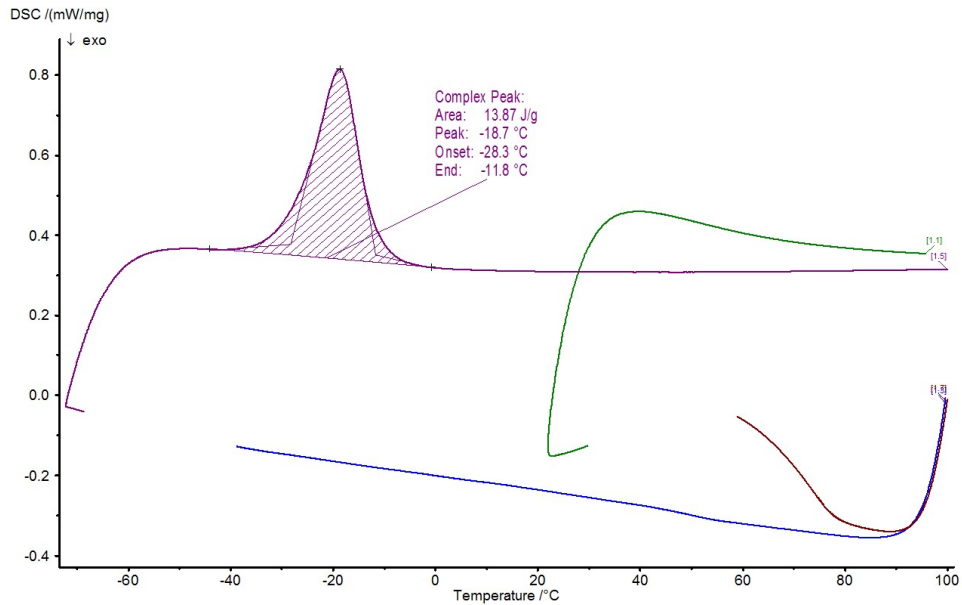


Figura 32: Resultado do DSC para amostra do fornecedor 1

O resultado do DSC para a amostra do fornecedor 2, apresentado na Figura 33, não foi conclusivo. A dificuldade de se preencher a superfície do cadinho de alumínio com uma 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.

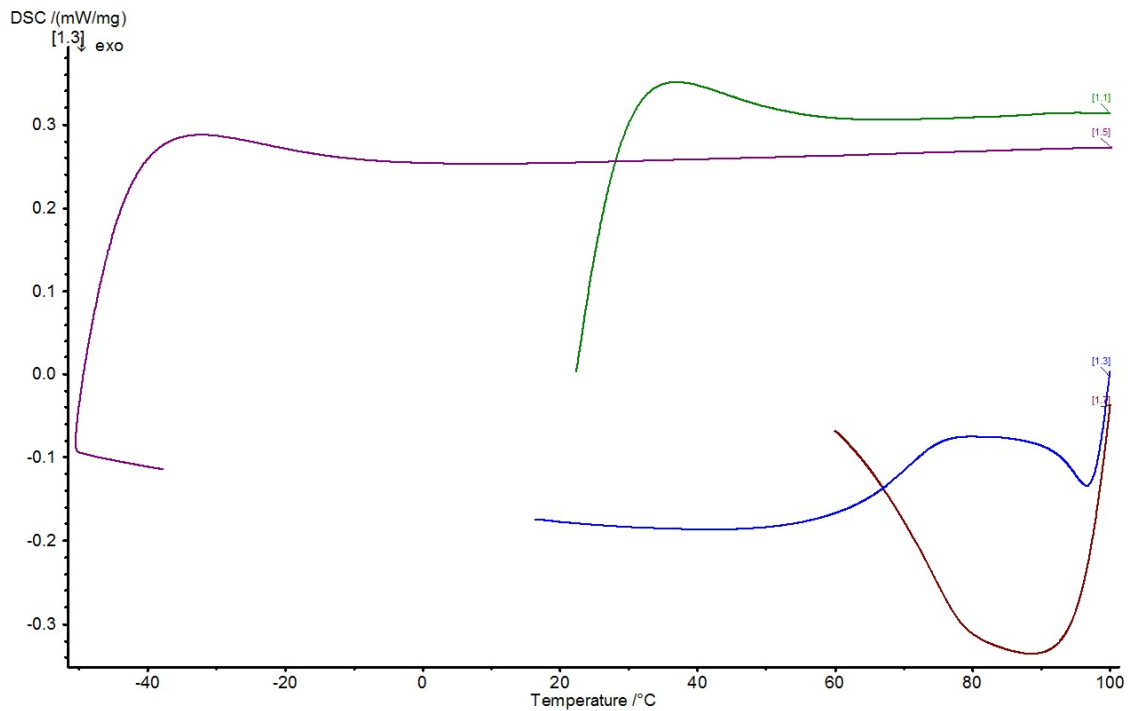


Figura 33: Resultado do DSC para amostra do fornecedor 2

4.3. Resultado da digestão atômica da liga de Níquel-Titânio

O primeiro passo foi testar a digestão das amostras em diferentes ácidos ou solução ácida. Dessa forma, conforme a Tabela 13, foram testadas três amostras que foram mergulhadas ou em ácido nítrico ou em ácido clorídrico ou ainda em água régia.

Tabela 13: Amostras e respectivos ácidos/soluções ácidas testadas para digestão

Amostra	Massa (g)	Acido
A	0,0533	Nítrico
B	0,0493	Água régia (HNO ₃ +HCl 3:2)
C	0,0518	Clorídrico

As amostras foram mergulhadas em 25 ml dos respectivos ácidos ou solução, permanecendo por 24 horas. A amostra “A” e a amostra “C” apresentaram bolhas se formando logo após serem mergulhadas, demonstrando, assim, uma tendência de corrosão em ácido nítrico e clorídrico.

Após o período de reação estabelecido, observou-se que o ácido clorídrico teve uma excelente resposta, com a amostra perdendo 62,5 g de sua massa original. O teste com ácido nítrico foi o que teve resultado mais modesto, perdendo apenas 0,9% de sua massa. O teste com a água régia também não foi tão positivo, com uma perda de massa de apenas 2,83% da massa original, como apresentado na Tabela 14.

Tabela 14: Perda de massa em cada amostra após 24 horas mergulhadas nas respectivas soluções

Amostra	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Perda de massa %	Ácido
A	0,0533	0,0528	0,9	Nítrico
B	0,0493	0,0479	2,83	Água régia (HNO ₃ +HCl 3:2)
C	0,0518	0,0194	62,5	Clorídrico

A partir da boa resposta com o ácido clorídrico, deu-se continuidade à digestão da liga, obtendo-se os dados a partir das amostras da Tabela 11, apresentado um resultado com cerca de 10% a mais de Níquel absoluto do que foi informado pelo fornecedor, conforme exibido pela Tabela 15. Embora muito longe dos que foi fornecido pelo fabricante, os resultados obtidos não foram tão distantes um dos outros, tendo-se uma diferença absoluta inferior a 3% do maior valor obtido para o menor.

Tabela 15: Resultado do percentual de Níquel obtido pela digestão atômica

Amostra	% de Ni
1	65,24867
2	65,86014
3	67,52274
4	68,09472

Houve, possivelmente, um erro do tipo sistemático, tendo em vista que os valores, embora muito distantes do fornecido pelo fabricante (56,08%), apresentam certa repetibilidade.

4.4. Resultados do ciclo térmico em água para o fio de NiTiInol

A Tabela 16 apresenta as temperaturas observadas nos fios antes do ciclo térmico e após a realização do ciclo. Buscando-se minimizar erros causados por uma eventual falha nos dados obtidos pelo termômetro, as temperaturas de transformação foram obtidas se fazendo a coleta de dados ao mesmo tempo e no mesmo ambiente do fio “1” e “2” no ciclo 1 e, após a realização dos 20 ciclos térmicos no fio “1”. Foram obtidas as temperaturas de transformação em simultâneo tanto do fio “1” no ciclo 20 como do fio “2” no segundo ciclo. Deste modo, embora alguma descalibragem possa causar incerteza nos dados quantitativos, os dados qualitativos estão assegurados.

Embora o ciclo térmico tenha tido uma baixa amplitude, de aproximadamente 53 [K], enquanto Pelton (2011) e McCormick & Liu (1994) utilizaram, respetivamente, uma amplitude de 270 [K] e 104 [K], observou-se uma transformação de geometria, ligada

diretamente a transformação de fase, em uma temperatura bem inferior ao medido antes do ciclo, tendo sido constatada uma mudança considerável e homogeneia entre o início da transformação austenítica e o fim, com uma diferença de 24 e 25 [K] respectivamente.

Tabela 16: Temperatura de mudança de geometria dos fios de NiTiInol antes e após o tratamento térmico

	Fio “1” no 1º ciclo	Fio “2” no 1º ciclo	Fio “1” no 20º ciclo	Fio “2” no 2º ciclo
Temperatura de início da transformação	58°C	58°C	34°C	53°C
Transformação geométrica completa	80°C	80°C	55°C	<80°C

4.5. Resultado do ensaio mecânico com o compósito

Para fabricação dos provetes foram feitas 5 placas, numeradas conforme a Tabela 17. Nota-se que a primeira placa foi fabricada com cerca de duas vezes o peso de resina quando comparada ao peso das fibras, sendo que apenas 60,5% desse total foi efetivamente utilizado. Outro ponto importante é que foi colocado de catalisador cerca de 2,05% da massa de resina. O resultado foi que os provetes mais centralizados foram aproveitados, enquanto os provetes localizados na extremidade apresentaram defeito de falta de resina com espessura muito irregular e nitidamente mais fina que o restante da placa. Outro problema identificado foi o excesso de ar presente em todas as placas. Embora se tenha tentado, por diversos métodos, mitigar esse problema, como a mudança da força aplicada no macaco hidráulico, a quantidade de catalisador, a forma de aplicação da resina, o uso de monômero de estireno, mudanças na forma em que se aplicava a resina à fibra, nenhuma das mudanças foi capaz de deixar próxima da aparência que uma fibra com menos de 1% de fração ar deve ter. É importante, também, frisar que todas foram fabricadas no período da noite – por volta das 20h – sendo utilizado um aquecedor durante o período entre as 20:30 até as 08:30 além de um desumidificador funcionando todo o tempo fazendo com que a temperatura observada nunca estivesse abaixo dos 21°C nem acima dos 24°C.

A partir da placa “2” alguns parâmetros para fabricação foram corrigidos: a relação resina/fibra passou a ser de 2,31 e a quantidade de catalisador também aumentou, ficando com uma relação de massa com a resina de pelo menos 2,30%. Foi alterada também a quantidade de resina + catalisador colocada para fazer a placa: toda a mistura

foi utilizada, ainda que fosse um valor inequivocamente excedente da real quantidade necessária. Esses procedimentos foram repetidos também nas placas “3” e “4”.

A placa “5”, única com apenas uma camada de fibra de vidro e que teve o fio entrelaçado, foi fabricada com algumas peculiaridades: foi utilizada muito mais resina que as demais em relação ao peso da fibra, com cerca de 3,5 vezes, além do catalisador ter pouco mais peso relativo do que os demais casos. Tal medida foi tomada buscando evitar problemas superficiais que se mostraram mais comuns nesse tipo de montagem. Mesmo com tais cuidados, um dos provetes fabricados nessa placa, de numeração 5.0.10 foi desconsiderado por apresentar falta material em um ponto, com uma largura e comprimento de 8 mm, além de apresentar algumas rachaduras visíveis que acabaram por comprometer suas propriedades mecânicas.

Tabela 17: Placas fabricadas com fibra de vidro e fios da liga de Níquel-Titânio

Placa	n° de camadas de fibra	n° de provetes x n° de fios	peso da fibra (g)	Resina (g)	catalisador (g)	Resina não utilizada (g)
1	2	5x1 e 1x2	36	72,3 (2,01x)	1,48(2,05% da resina)	28,58 (39,52%)
2	2	2x1 e 4x2	34,77	80,42(2,31x)	1,85 (2,30%)	0
3	2	1x2 e 5x3	37,76	86,85 (2,31)	1,99 (2,30%)	0
4	2	5x1	37,3	86,17(2,31)	2,07(2,40%)	0
5	1	5x1	18,71	65,71(3,51x)	1,59 (2,43%)	0

Fabricadas as placas, foram cortados os provetes para os testes de tração. Cabe ressaltar que alguns dos provetes foram perdidos nesse processo pelos motivos apresentados na seção 3.2.4. Outro ponto importante é que não foi possível cumprir a norma D3039 da ASTM uma vez que além de não possuir as 5 amostras necessárias em cada uma das configurações, a tolerância da espessura não foi de apenas 4% como exige a norma.

Informações mais detalhadas dos resultados obtidos e da geometria dos provetes estão presentes no Anexo I.

4.5.1. Compósitos com 2 camadas de tecido de fibra de vidro

Para o compósito com duas camadas de vidro foram testadas 4 situações diferentes: uma sem nenhum fio (5 provetes), com 1 fio (5 provetes), com 2 fios (3

provetes) e com 3 fios (5 provetes). Os resultados médios são apresentados na Tabela 18 junto com os dados a variação percentual em relação aos resultados do teste na configuração sem fios. Eles demonstram que a força máxima aplicada durante o teste foi inferior em todas as configurações com fios, sendo mais crítica na configuração com dois fios, onde o valor caiu 8,02%. Já a tensão de ruptura aumentou com os fios, com novamente a configuração de dois fios apresentando o pior resultado enquanto a configuração com 3 fios é notoriamente a opção com melhor desempenho. A deformação se manteve praticamente estável nas configurações sem fio, com 1 fio e com 3 fios, apenas, novamente, os provetes com 2 fios apresentaram um resultado consideravelmente inferior aos demais, com uma redução de 6,75% em sua capacidade de se deformar até a fratura. Por fim, o módulo de elasticidade apresentou considerável crescimento com a introdução dos fios, exibindo um crescimento de 9,54% com a introdução de 1 fio, 16,59% com a introdução do segundo fio e se manteve praticamente estável, com uma leve descida entre os provetes com dois para os provetes de 3 fios.

Tabela 18: Dados obtidos pelo ensaio experimental para os compósitos com duas camadas de tecido de fibra de vidro

Nº de fios	Força (N)	Tensão de ruptura (MPa)	Deformação (%)	Módulo de Elasticidade (MPa)
0	2.505,49 (±0,00%)	187,98 (±0,00%)	3,11 (±0,00%)	8.665,71 (±0,00%)
1	2.416,47 (-3,55%)	214,30 (+14,00%)	3,17 (+1,93%)	9.509,59 (+9,54%)
2	2.304,45 (-8,02%)	193,92 (+3,16%)	2,90 (-6,75%)	10.103,80 (+16,59%)
3	2.403,96 (-4,05%)	223,06 (+18,66%)	3,17 (+1,93%)	10.008,10 (+15,49%)

Os resultados da Tabela 18 podem ser comparados com o de outros autores, que fizeram compósitos híbridos. Porém, com essa configuração exata com resina de poliéster, fibra de vidro e NiTinol são escassos na literatura. Um dos poucos trabalhos com essas especificações, o de Lei et al.(2013) utilizando fibra de vidro de 16 camadas, poliéster 189 e fios de NiTinol fabricado com injeção de resina assistida a vácuo sob diferentes quantidades de NiTinol. Os principais resultados na fase martensite podem ser observados na Tabela 19.

Tabela 19: Resultados obtidos por Lei et al. (2013) para compósitos híbridos com poliéster, fibra de vidro e fios de NiTinol

Volume NiTinol (%)	Número de fios	Resistencia a tração (MPa)	Modulo de elasticidade (MPa)	Alongamento até a quebra (%)
0	0	468,3	9950	-
0,22	1	469,1(0,2%)	8830(-11,3%)	5,25
0,65	3	486(+3,8%)	9180(-7,7%)	5,16
1,08	5	501,2(+7,02)	9560(-3,9%)	5,1

Os provetes com 1, 2 e 3 fios tem, respetivamente, um volume proporcional de 0,37%, 0,77% e 1,26% de NiTinol. Desses, pode-se dizer que existe alguma semelhança entre o provete de 2 fios deste trabalho e o provete de 3 fios de Lei et al. (2013) no que se refere ao volume, resistência a tração e alongamento. Porém, em uma visão geral, a resistência a tração, bom como trabalho utilizado como comparação, teve um aumento muito superior ao trabalho de referência. O ponto de maior diferença foi quanto ao módulo de elasticidade, onde em todos os valores obtidos por Lei et al. (2013) foram inferiores ao compósito sem fio, com o valor subindo conforme se aumenta o volume de NiTinol no compósito. Nos provetes testados nessa tese, os valores foram sempre superiores aos provetes sem fio, sendo que houve uma estabilização a partir do provete com 2 fios.

A Tabela 20 apresenta os valores do desvio padrão, o coeficiente de variação e a faixa entre o valor máximo e mínimo dos provetes. Quando se é analisado o desvio padrão desses resultados, se observa um curioso modelo: os resultados pioram com a inserção de 1 fio, melhoram com a adição do segundo e ainda mais na configuração com 3 fios, sendo essa última, inclusive, na faixa do módulo de elasticidade que é de onde se poderia se esperar uma faixa maior, melhor que todas as outras configurações, inclusive a sem fio, em todos os aspetos.

Tabela 20: Valores do desvio padrão e a relação com o valor médio e a faixa de valores entre o máximo e o mínimo dos compósitos com duas camadas de fibra de vidro

Nº de fios	Dado	Força (N)	Deformação (%)	Tensão de rutura (MPa)	Módulo de elasticidade (MPa)
0	Desvio	164,57	0,26	29,92	902,05
	padrão	(6,57%)	(8,28%)	(15,92%)	(10,41%)
	Faixa	409,04	0,59	80,09	2165,08

1	Desvio padrão.	377,54 (15,62%)	0,46 (14,57%)	78,87 (36,80%)	2202,65 (23,16%)
	Faixa	876,86	1,08	169,60	5679,16
2	Desvio padrão.	346,533 (15,04%)	0,36 (12,36%)	27,36 (14,11%)	715,35 (7,08%)
	Faixa	651,11	0,71227	48,047	1305,11
3	Desvio padrão.	100,64 (4,19%)	0,15 (4,85%)	16,06 (7,20%)	718,15 (7,18%)
	Faixa	264,85	0,37	39,79	1748,26

Detalhados os dados médios gerais dos testes realizados, fez-se o exercício de buscar analogias que não fossem simplesmente relacionadas com a adição ou não de fios. A primeira relação estudada foi a relação entre a largura dos provetes e a espessura. Esse parâmetro tem relevância uma vez que o provete é feito com manta de fibra de vidro, que tem sempre a mesma espessura, e que o poliéster não tem grande influência neste tipo de parâmetro, a largura seria linearmente proporcional a resistência a carga do provete, já que quanto mais largo, mais manta está presente no provete. Fez-se então a relação entre a largura e a força na Figura 34. O gráfico deixa claro que não existe nenhuma relação aparente entre a largura dos provetes e a carga máxima suportada.

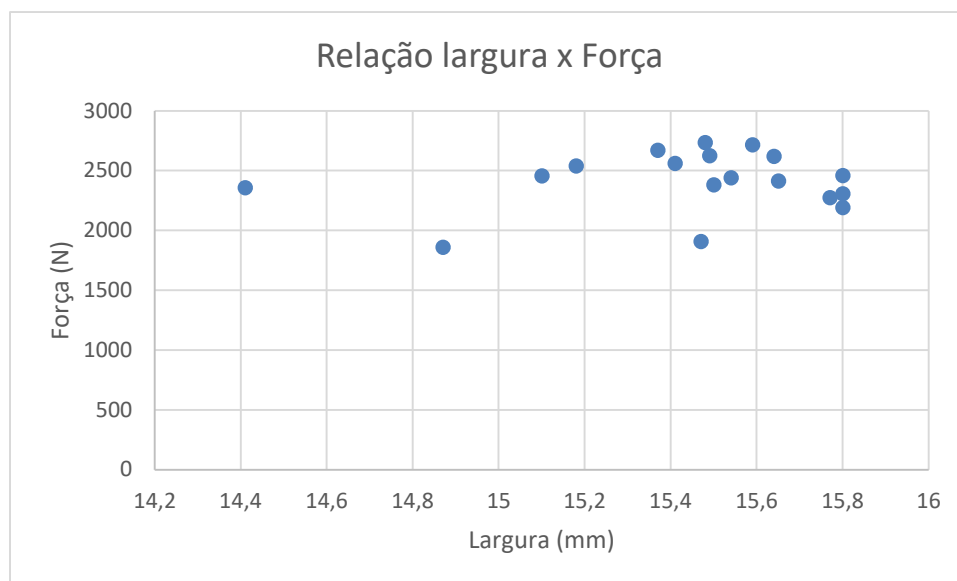


Figura 34: Gráfico da Relação Largura x Força entre os compósitos com duas camadas de fibra de vidro

Outra possível relação estudada foi entre a espessura dos provetes e a tensão de ruptura. Como o poliéster, a princípio, tem pouca influência na carga suportada, mas tem grande influência na espessura e conseqüentemente na área e na tensão de ruptura, é de se esperar que exista uma correlação. O resultado da Figura 35 demonstrou que a regressão

realizada com uma função de segundo grau apresentou uma confiabilidade alta com um R-quadrado de 0,7999.

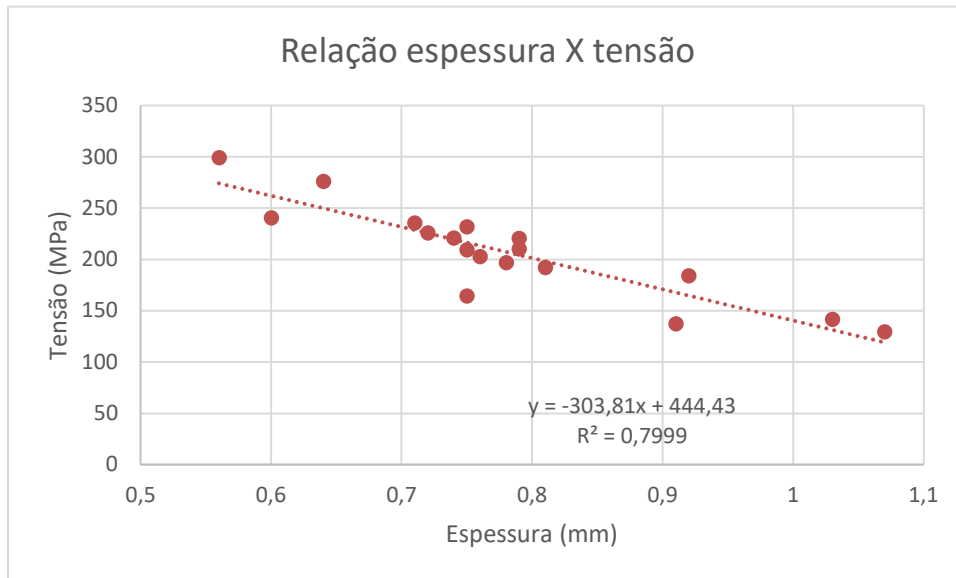


Figura 35: Gráfico com a relação entre a tensão e a espessura dos provetes com 2 camadas de fibra de vidro

Como a tensão de rutura tem uma sólida relação com a espessura, é de se esperar que essa relação esteja presente também no módulo de elasticidade. Portanto, como demonstrado na Figura 36, foi feita a regressão com uma função exponencial e se observou que, embora o R-quadrado seja ligeiramente menor que o encontrado na relação com a tensão de rutura, esse se mantém em um valor elevado e comprovando assim a relação entre a espessura e o módulo de elasticidade.

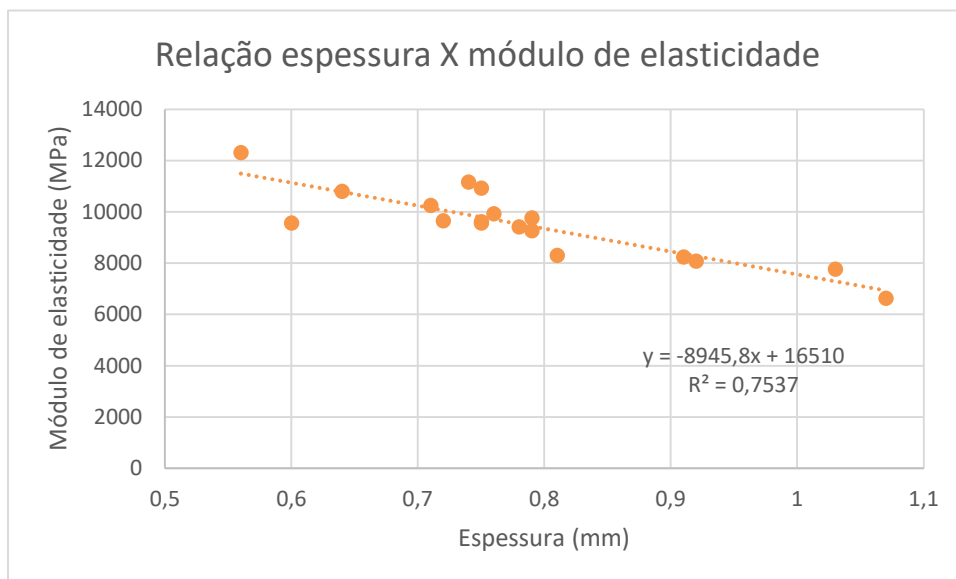


Figura 36: Gráfico com a relação entre a espessura e o módulo de elasticidade dos provetes com 2 camadas de fibra de vidro

Por fim, buscou-se comparar a evolução do módulo de elasticidade com o número de fios e a espessura (Figura 37). O gráfico demonstra que embora a espessura média siga uma tendência bem definida conforme se aumenta o número de fios, tal tendência não necessariamente se repete quando se observa o módulo de elasticidade médio para cada fio. Isso demonstra que, embora a espessura seja um dos principais parâmetros de influência quanto ao módulo de elasticidade, ela não é absoluta e a curva “n° de fios x módulo de elasticidade” não ser um espelho da curva “n° de fios x espessura” comprova isso.

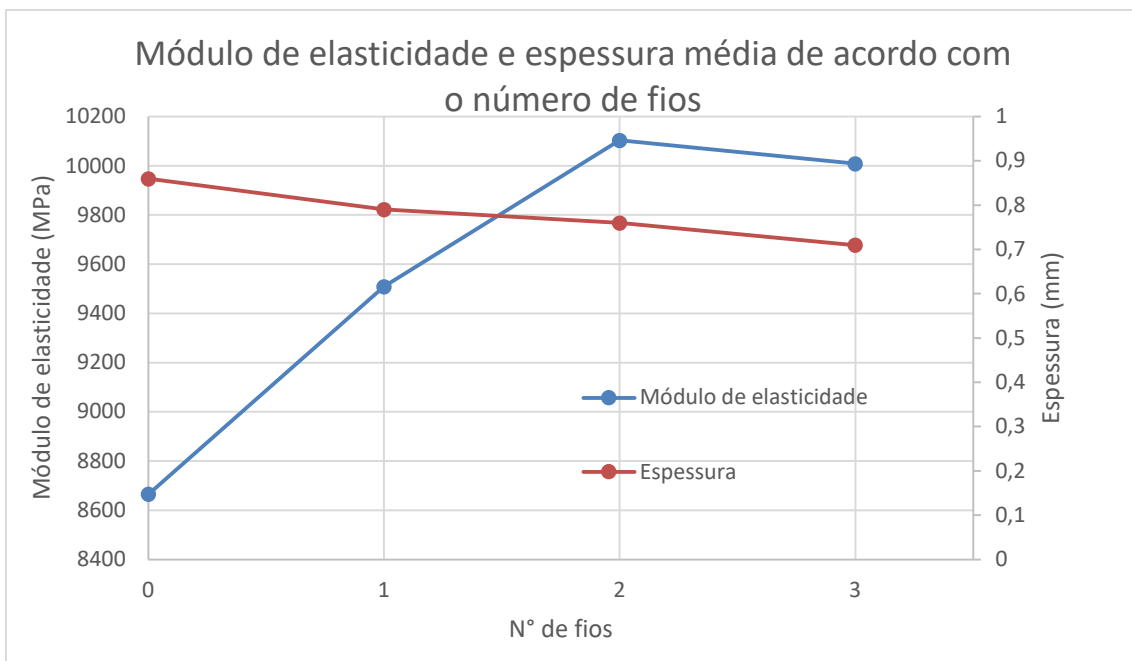


Figura 37: Gráfico do módulo de elasticidade e a espessura média dos compósitos com 2 camadas de fio de acordo com o número de fios

A partir dos pontos levantados nesta seção, levantam-se ao menos 4 hipóteses para se tentar explicar os resultados mais coerentes e nos provetes com três fios de NiTiInol:

- Melhor separação das camadas de fibra e impedimento do conjunto punção/matriz de pressionar a resina para fora da região com a fibra;
- A existência de fios torna o processo de cura mais uniforme;
- Os resultados são mais uniformes para a configuração com 3 fios por serem fabricadas em uma única placa;
- Provetes com três fios são fabricados ao centro da placa enquanto os com menor número de fios são fabricados na região mais periférica;

A hipótese de que **os provetes com três fios causam uma melhor separação da camada de fibra de vidro** tem como principal argumento o facto de que, para que se tenha as melhores propriedades possíveis, é necessário que exista uma boa penetração da matriz perante as fibras (Wiebeck & Harada, 2005). Como esses provetes são fabricados com duas camadas de tecido de fibra de vidro, pode ser que entre os tecidos existam áreas de contato onde não se tenha a melhor penetração possível da resina, pois pode ocorrer contato direto entre as camadas de vidro, principalmente quando há uma força excessiva do punção que pode acabar expulsando a resina para fora do local de fabricação.

Deste modo, seria esperado que o provete com mais fios tivesse uma melhor adesão entre as fibras porque: a) ele faria o punção atingir a força padrão de aplicação com uma espessura maior, já que teria mais material não-fluido para realizar a resistência a carga, evitando assim que a resina fosse “espremida” para fora da fibra de vidro e b) os fios criariam uma distância entre as camadas independentemente da força aplicada no punção, que acarretaria numa maior separação entre elas e, já que a quantidade de resina não era um problema, gerando assim uma melhor penetração.

Todavia, considerada verdadeira tal hipótese, esperara-se observar uma maior espessura dos compósitos de três fios em relação aos demais, porém, como pode-se observar na Figura 37, a espessura dos provetes não aumenta com o número de fios, pelo contrário, diminui.

A possibilidade de **os fios tornarem a cura mais uniforme** também é levantada. Como a liga de Níquel-Titânio apresenta um coeficiente de condução térmica muito superior a fibra de vidro e ao poliéster, os fios, que cruzam todo o provete contribuiriam para que o processo de cura ocorresse com temperaturas mais uniformes ao longo de todo o comprimento e isso poderia acarretar mudanças na microestrutura. Além disto, A inserção de fios de liga de memória de forma podem ter um efeito de impedir a propagação de fissuras na matriz (Lei et al., 2013). Contribuem para tal hipótese a observação dos valores do coeficiente de variação irem diminuindo conforme se adicionam fios aos provetes, porém a significativa piora desse índice entre os compósitos sem fio e os compósitos com 1 fio levanta dúvidas.

Outra possibilidade que se levanta é a dos **resultados serem mais uniformes para a configuração com 3 fibras por serem fabricadas em uma única placa**. Pesa a favor dessa hipótese o fato desses serem os únicos provetes dessa série fabricados em apenas uma das placas, a placa 3, como pode ser verificado na Tabela 17. Pesa contra a questão dos compósitos sem fios terem sido fabricados a partir de três placas diferentes e

terem um menor coeficiente de variação que os provetes com 1 fio de NiTiInol que foram fabricados a partir de duas placas.

A última hipótese levantada é a de que, devido a escolha feita de **fabricar compósitos com mais fios ao centro das placas**, o compósito de três fios poderia ter menor coeficiente de variação devido a posição onde foram fabricados. Porém, como todos os provetes foram fabricados em uma única placa, a de número “3”, existem 4 provetes fabricados na região central e 1 na extremidade, logo os compósitos abrangem praticamente todas as posições possíveis. Tal fenômeno poderia ocorrer caso os provetes fossem fabricados em placas diferentes.

4.5.2. Compósito com 1 camada de tecido de fibra de vidro

Para o compósito com uma camada de tecido de fibra de vidro foram testadas duas situações diferentes: uma sem nenhum fio e outra com um fio, ambos com cinco provetes cada. Os resultados médios são apresentados na Tabela 21. Como se pode observar, houve considerável redução principalmente na força máxima suportada e outra redução na deformação total quando o fio entrelaçado foi inserido. Por outro lado, a tensão de rutura subiu 3,29% enquanto o módulo de elasticidade teve um crescimento de 11,55%.

Tabela 21: Dados obtidos pelo ensaio experimental para os compósitos com uma camada de tecido de fibra de vidro

Nº de fios	Força (N)	Tensão de rutura (MPa)	Deformação (%)	Módulo de Elasticidade (MPa)
0	1.080,57 (±0,00%)	123,51 (±0,00%)	2,72 (±0,00%)	7.436,04 (±0,00%)
1	934,44 (-13,52%)	127,58 (+3,29%)	2,58 (-5,15%)	8.295,10 (+11,55%)

Os resultados da Tabela 22 demonstram que o compósito sem fios apresentou o coeficiente de variação amostral semelhante ao que foi obtido no compósito de duas camadas de fibra de vidro sem fios, com exceção da tensão de rutura que teve um resultado significativamente melhor neste caso. Isso ganha importância quando se leva em conta que a razão entre volume de fios pelo volume de fibra de vidro é basicamente a mesma nestes casos. Tal resultado pode ser devido a todas as amostras presentes serem da mesma placa.

Tabela 22: Valores do desvio padrão e a relação com o valor médio e a faixa de valores entre o máximo e o mínimo dos compósitos com duas camadas de fibra de vidro

Nº de fios	Dado	Força (N)	Deformação (%)	Tensão de rutura (MPa)	Módulo de elasticidade (MPa)
0	Desvio padrão	85,14 (7,88%)	0,16 (5,92%)	9,88 (8,00%)	747,43 (10,05%)
	Faixa	210,96	0,40	25,27	2078,83
1	Desvio padrão.	112,80 (12,07%)	0,37 (14,16%)	18,46 (14,47)	712,07 (8,58%)
	Faixa	234,51	0,88	45,00	1677,51

Assim como na seção anterior, buscou-se investigar a relação entre diversos parâmetros dos provetes e possíveis relações. Como pode-se observar na Figura 38, novamente não foi identificada qualquer relação entre a largura dos provetes e a carga máxima aplicada.

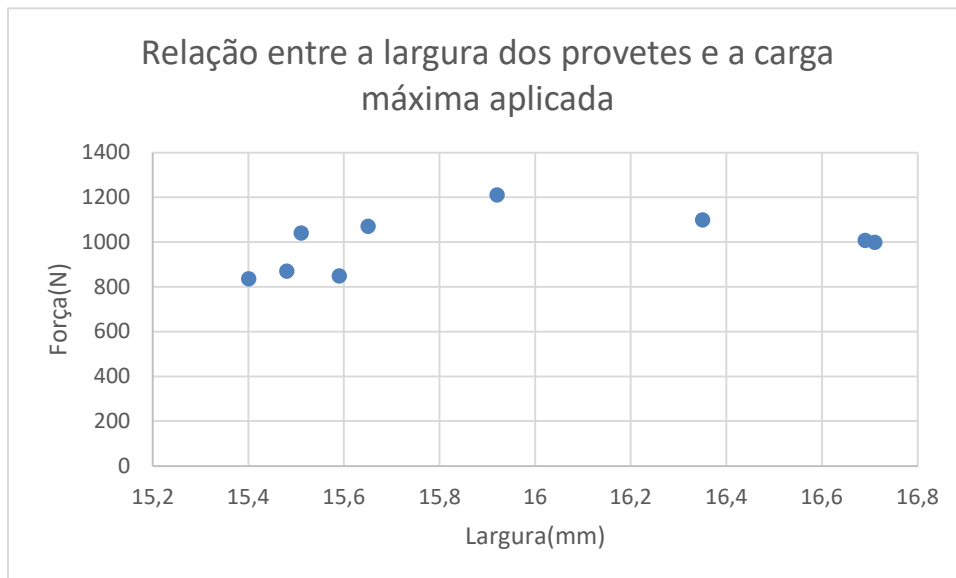


Figura 38: Gráfico da Relação Largura x Força entre os compósitos com uma camada de fibra de vidro

Outro ponto analisado foi a relação entre a espessura do provete e a tensão de rutura (Figura 39). Desta vez, porém, não foi possível se obter uma linha de tendência entre os dois fatores, podendo-se assim supor que um parâmetro não esteve relacionado ao outro neste caso.

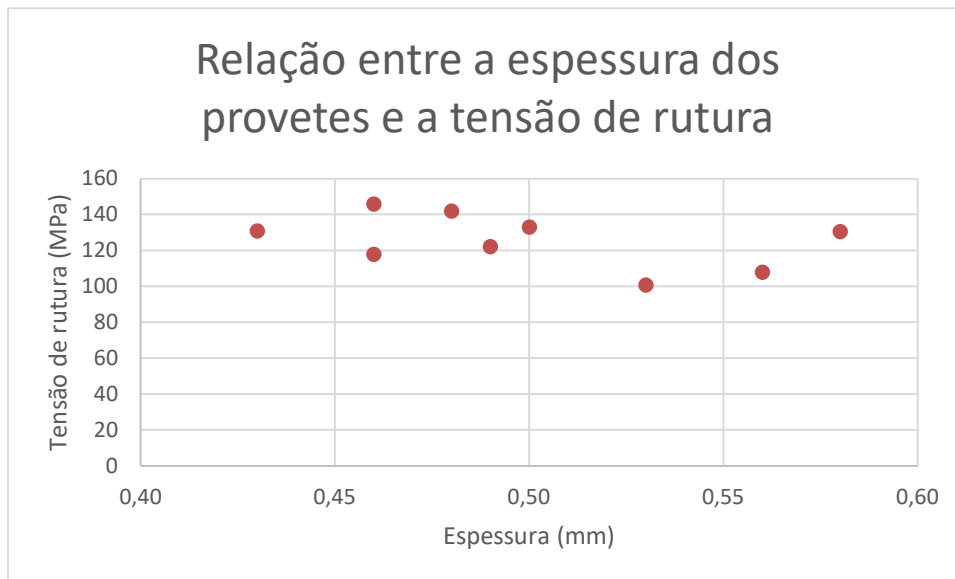


Figura 39: Gráfico com a relação entre a tensão e a espessura dos provetes com uma camada de fibra de vidro

4.5.3. Compósito submetido ao ciclo térmico em água

Para o compósito submetido ao ciclo térmico em água foram testadas 2 situações diferentes: uma sem nenhum fio (5 provetes) e outra com 1 fio (3 provetes). Assim como o observado por Gautier et al. (1999), ocorreu a expansão da matriz e ela acabou por se tornar mais maleável quando submetida à água quente. A geometria dos provetes também ajuda na absorção de água, já que sua largura é de 15 mm enquanto os experimentos de Czél & Czigány (2008) identificaram uma estabilização apenas após 80 mm.

Os resultados médios do teste de tração são apresentados na Tabela 26. O primeiro ponto que é importante mencionar nestes testes é que foram realizados todos com provetes da placa “4”. Não foram testados provetes dessa placa, sem fio, que não tivessem passado por ciclo térmico, porém foram testados provetes com 1 fio que ficou fora do ciclo. No Figura A2 no Anexo II é possível visualizar que esses provetes apresentaram força máxima e deformação inferior aos provetes medidos, já na Tabela A4 do Anexo I, se visualiza que o módulo de elasticidade, também é muito inferior aos outros provetes medidos, que no caso eram da placa “1”. Portanto, pode ser que as comparações entre o provete sem fio submetido ao tratamento térmico e os provetes não submetidos não seja tão confiável, mas as relações entre os provetes com e sem fios submetidos ao tratamento os são. Quando comparado com o provete que não foi submetido a tratamento térmico, esse provete apresentou uma redução de 24,4% na resistência a carga, uma redução de 10% na capacidade de deformação. Houve, ainda, uma brusca redução de 31,4 % na resistência a tração e, por fim, uma queda de 21% no módulo de elasticidade. Tal redução

pode ser ocasionada também pelos diferentes valores do coeficiente de variação térmica linear, Tabela 23, que ao realizarem a contração e expansão podem gerar trincas, como mencionado por Sousa et al. (2018)

Tabela 23: Coeficiente de expansão térmica linear dos materiais utilizados na fabricação do compósito híbrido

Material	Coeficiente de expansão térmica linear	Referência
NiTinol Martensítico	$6,6 \cdot 10^{-6} [K^{-1}]$	(Lagoudas, 2008)
NiTinol Austenítico	$11,0 \cdot 10^{-6} [K^{-1}]$	(Lagoudas, 2008)
Poliéster insaturado	$104,2 \cdot 10^{-6} [K^{-1}]$	(Aldrighetti, Tassone, Ciardelli, & Ruggeri, 2005)
Fibra de vidro tipo E	$5,4 \cdot 10^{-6} [K^{-1}]$	(JPS Composite Materials, 2019)

Quando são comparados os dados entre os provetes com e sem fio submetidos ao tratamento térmico (Tabela 24), se observa que houve uma maior redução, de cerca de 8,07%, na tensão máxima de rutura e outra redução, no valor de 3,44%, no valor da força máxima suportada. A redução da tensão última, bem como da deformação vai de encontro ao que foi observado por Aniskevich et al. (2012) em ciclos de baixa temperatura. Como parâmetros que melhoraram com a adição do fio têm-se a deformação que subiu 3,57% e o módulo de elasticidade que subiu 7,07%.

Tabela 24: Dados obtidos pelo ensaio experimental para os compósitos submetidos ao ciclo térmico em água

Nº de fios	Força (N)	Tensão de rutura (MPa)	Deformação (%)	Módulo de Elasticidade (MPa)
0	1895,12 (±0,00%)	128,39 (±0,00%)	2,80 (±0,00%)	6.844,62 (±0,00%)
1	1960,36 (-3,44%)	118,02 (-8,07%)	2,90 (+3,57%)	7.328,57 (+7,07%)

Nesse caso, porém, é interessante se comparar os resultados médios do compósito submetido ao tratamento térmico e não submetidos, com 1 fio, da placa “4”, apresentados na Tabela 25, onde se observa que o único parâmetro que foi alterado com alguma

relevância foi a tensão de ruptura que, para o provete que não sofreu o ciclo térmico, foi cerca de 11,92% maior do que as amostras submetidas.

Tabela 25: Resultados médios e comparação dos compósitos da placa "4", com 1 fio, não submetidos ao ciclo térmico

	Força (N)	Tensão de ruptura (MPa)	Deformação (%)	Módulo de Elasticidade (MPa)
Média	2025,92	132,09	2,71	7.437,11
Varição em relação aos provetes que sofreram ciclo térmico	+3,34%	+11,92%	+1,12%	1,48%

O coeficiente de variação da amostra foi um dos parâmetros que foram modificados positivamente após o ciclo térmico, como é mostrado na Tabela 26. Embora tenha tido valores em torno de 15% para a tensão de ruptura e o módulo de elasticidade para o caso sem fios, na configuração com fio ocorreu um aumento considerável no caso da força e da deformação, porém, para a tensão de ruptura os dados desviaram de forma bem mais discreta.

Tabela 26: Valores do desvio padrão e a relação com o valor médio e a faixa de valores entre o máximo e o mínimo dos compósitos submetido ao ciclo térmico

Nº de fios	Dado	Força (N)	Deformação (%)	Tensão de ruptura (MPa)	Módulo de elasticidade (MPa)
0	Desvio padrão	21,18 (1,12%)	0,19 (6,79%)	20,30 (15,81%)	987,65 (14,43%)
	Faixa	50,68	0,48	51,75	2403,07
1	Desvio padrão.	149,65 (7,63%)	0,2176 (8,13%)	8,48844 (7,19%)	166,327 (2,27%)
	Faixa	293,96	0,43392	16,809	316,64

Não se conseguiu estabelecer uma linha de tendência clara na relação entre força e a largura, como pode ser observado na Figura 40, as variações da largura não foram suficientemente elevadas para que se conseguisse estabelecer uma relação direta entre ela e a carga máxima aplicada.

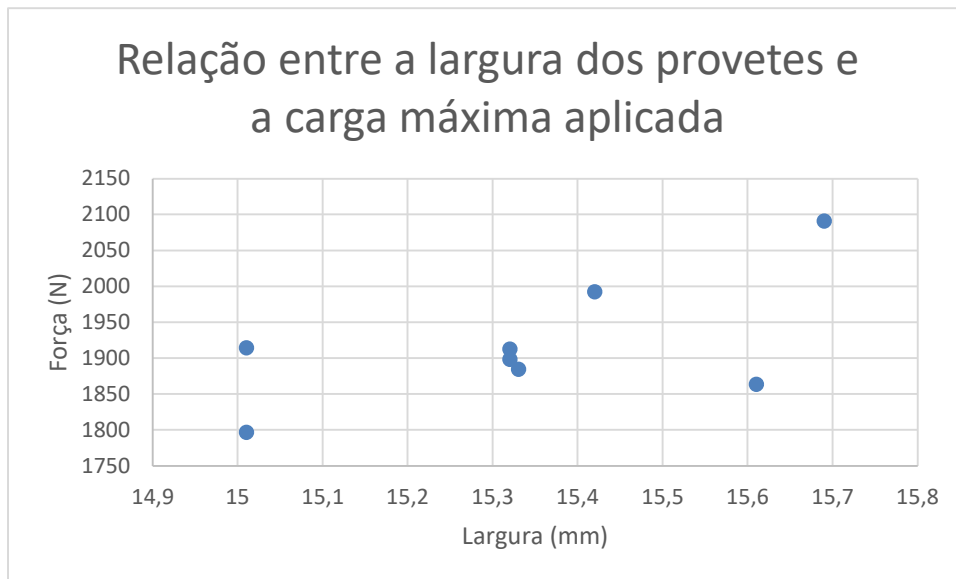


Figura 40: Gráfico da Relação Largura x Força entre os compósitos submetido ao tratamento térmico em água

A relação tensão de ruptura x espessura (Figura 41) teve uma linha de tendência logarítmica muito precisa, com um R-quadrado de 0,8951, demonstrando uma relação clara e previsível entre a tensão de ruptura e a espessura do material.

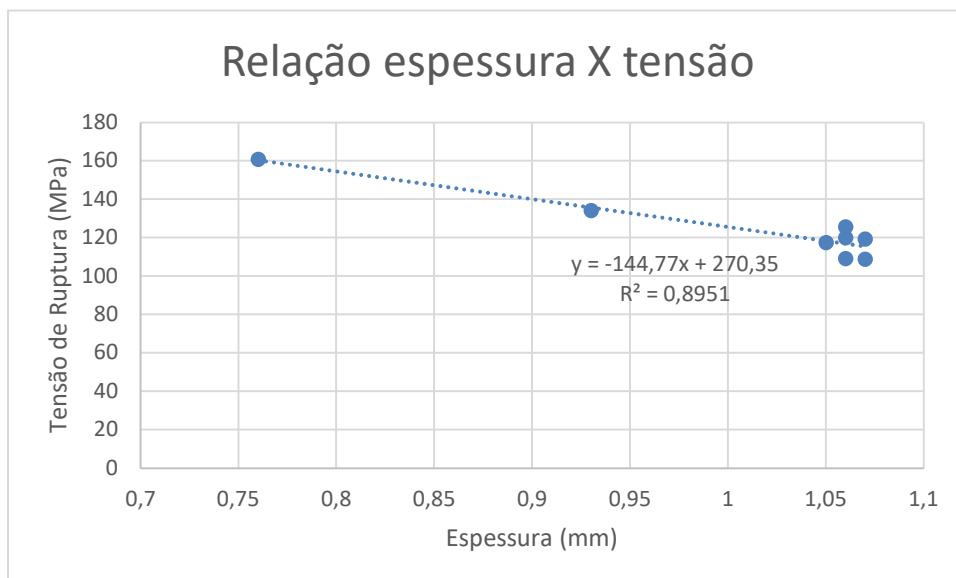


Figura 41: Gráfico com a relação entre a tensão e a espessura dos provetes submetidos ao tratamento térmico

Com a relação muito clara entre a tensão de ruptura e a espessura demonstrada anteriormente, fez-se necessário verificar se tal padrão se repetiria com o módulo de elasticidade. O resultado, porém, visível na Figura 42, foi justamente o contrário e não foi possível estabelecer uma relação confiável entre a espessura e o módulo de elasticidade para os provetes submetidos ao ciclo térmico.

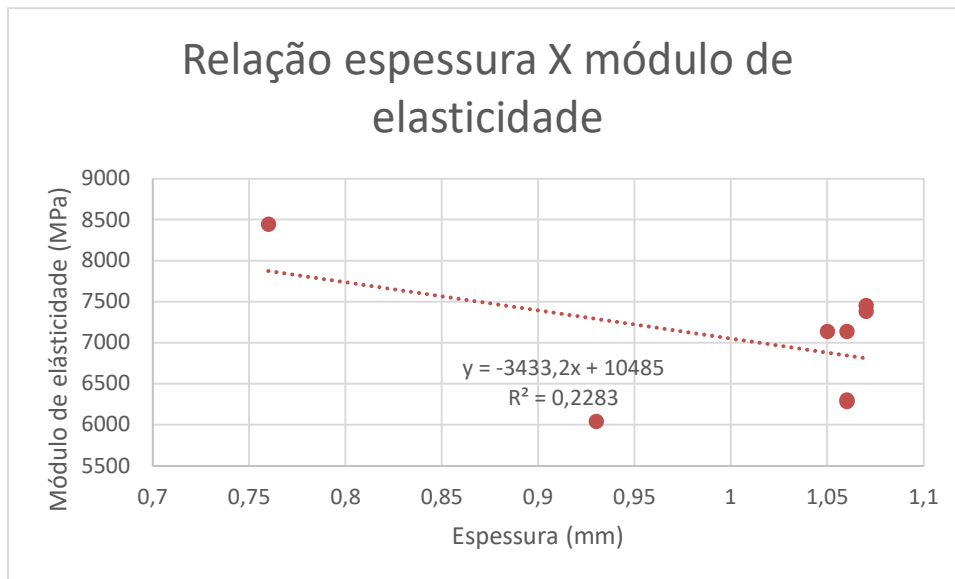


Figura 42: Gráfico com a relação entre a espessura e o módulo de elasticidade dos provetes submetidos a tratamento térmico

4.6. Resultado do teste de tração com fios de NiTiinol

O teste de tração foi realizado tanto para o fio submetido quanto para o fio que não foi submetido ao ciclo térmico. Os resultados dos ensaios de tração estão disponíveis na Figura 43. Percebe-se que o módulo de elasticidade, bem como a tensão máxima de escoamento pouco variaram, sendo notada uma maior diferença já na fase plástica do material, embora, ainda assim a diferença entre a tensão de ruptura e o alongamento máximo tenha sido praticamente a mesma.

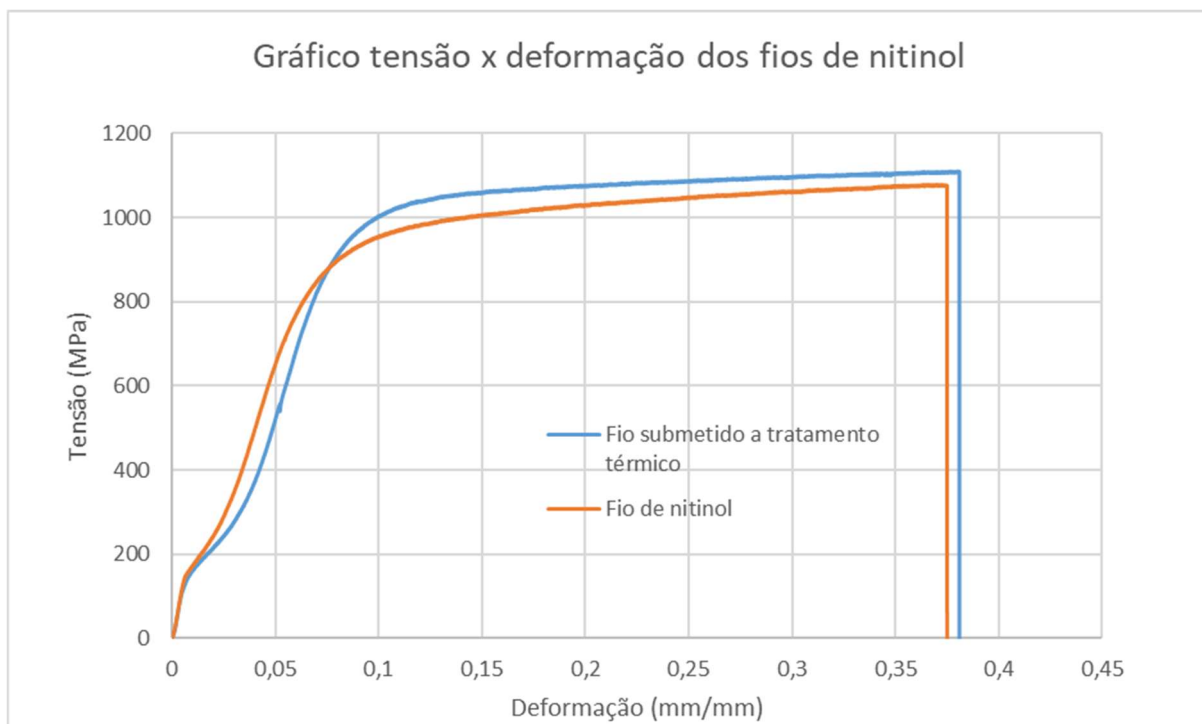


Figura 43: Gráfico Tensão x Deformação dos fios de NiTiNol

Os resultados compilados na Tabela 27 deixam os dados mais claros, nela se percebe que no fim do ciclo térmico houve uma redução de 7,27 % na tensão de escoamento e de 4,43 % no módulo de elasticidade. Por outro lado, o ciclo térmico aumentou a tensão de ruptura em 2,92 %, indo a 1.110,08 MP e a deformação também foi superior, com um ganho de 2,76%, indo a 38,02%.

Tabela 27: Dados obtidos pelo ensaio experimental para os compósitos submetidos ao ciclo térmico em água

Fio	Tensão de escoamento (MPa)	Tensão de ruptura (MPa)	Deformação (%)	Módulo de Elasticidade (MPa)
Sem tratamento térmico	171,14	1.078,53	37,00	25.368,10
Com tratamento térmico	158,70	1.110,08	38,02	24.501,40

Quando comparados com os dados de Pandit et al. (2013) na Tabela 1 observa-se que todos os parâmetros foram dentro da faixa prevista, com exceção da tensão de rutura, que foi 10 MPa acima do limite máximo instituído pelo autor.

4.7. Resultado do algoritmo da regra da mistura

O primeiro passo realizado foi garantir que as equações mais complexas, cuja resolução dependia do cálculo computacional, estavam corretas. Para tanto, as equações apresentadas por Liu (1998) foram inseridas no programa MatLab[®], conforme o Anexo III. Para garantir que os resultados estavam de acordo com os obtidos pelo autor, foi realizada uma simulação a partir dos dados de entrada fornecidos pelo próprio autor e a saída, em sua forma gráfica, comparada com a de Liu (1998).

Os parâmetros de entrada fornecidos pelos foram os seguintes:

$$\left. \begin{array}{lll} \frac{E_{xf}}{E_m} = 80 & k = \frac{E_{xf}}{E_{yf}} = 10 & \frac{G_{xyf}}{G_m} = 20 \\ v_{xyf} = 0,25 & v_{yz} = 0,30 & v_m = 0,34 \end{array} \right\}$$

De acordo com os parâmetros fornecidos, foram inseridas as seguintes entradas apresentadas na Tabela 28.

Tabela 28: Parâmetros inseridos para verificar as saídas do programa

Parâmetro	valor
E_{xf}	80,000 GPa
E_m	1,000 GPa
K_m	0,215 GPa
K_f	2,150 GPa
G_{xyf}	20,000 GPa
G_{yzf}	20,000 GPa
G_m	1,000 GPa
v_{xyf}	0,250
v_{yz}	0,300
v_m	0,340

Inseridas tais entradas, buscou-se, assim como o autor, realizar um gráfico dos valores obtidos de acordo com o número de interações. Para as entradas obtidas acima, o autor obteve as relações do módulo de corte e o módulo de Poisson para valores de V_f de

0,3 e 0,7. Observa-se na Figura 44 que os resultados do módulo de corte, embora não apresente, inicialmente, resultados compatíveis com os adquiridos pelo autor, convergem, de forma inequívoca, a partir da interação de número 80 em ambos os casos. Nota-se, que como observado pelo autor, os valores de frações inferiores de fibra convergem mais rapidamente. As diferenças nos resultados das primeiras interações talvez possam ser explicadas pela não exatidão das entradas apresentadas: a reação entre os módulos de carga varia não somente pela relação entre eles, mas também devido aos valores absolutos de cada um, ao qual, infelizmente, não se teve acesso. Pequenas diferenças de valores que, eventualmente, possam ter sido suprimidas nos valores de entrada também podem ter contribuído para a diferença notada. O resultado do módulo de Poisson não convergiu com os resultados apresentados pelo autor, por isso não são apresentados neste trabalho.

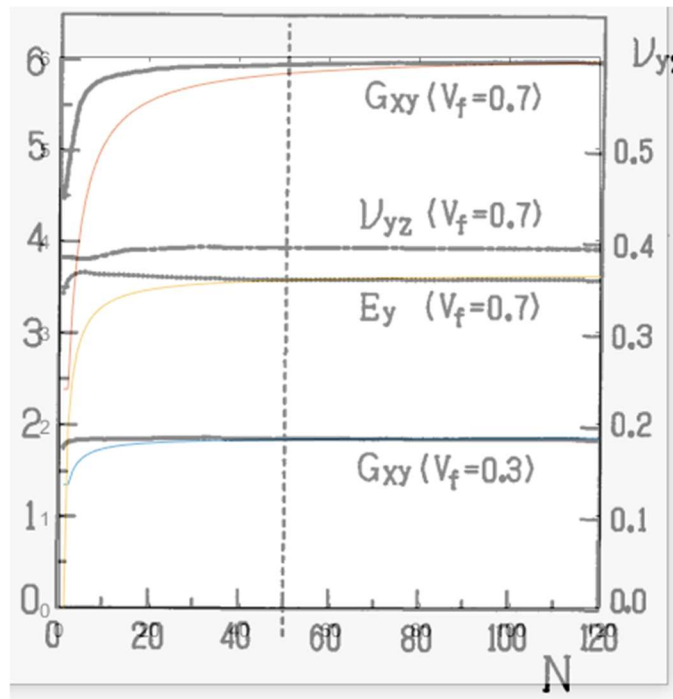


Figura 44: Gráficos sobrepostos dos resultados do módulo de corte e de elasticidade em função do número de interações obtidos por (G. R. Liu, 1998) e comparados com o código no MatLab para as mesmas entradas

Verificada a convergência de resultados obtidos por Liu (1998) e pelo algoritmo feito no MATLAB®, realizou-se as simulações para os provetes estudados no presente trabalho. Como parâmetros de entrada foram utilizadas propriedades mecânicas dos provetes sem fios e dos fios de NiTiNol, propriedades geométricas dos provetes com fios e dados da literatura quando as informações necessárias não foram obtidas por algum dos testes. Para o cálculo do módulo de volume e o módulo de corte foram utilizadas, respetivamente as equações (31) e (32).

$$K = \frac{E}{3(1 - 2\nu)} \quad (31)$$

$$G = \frac{E}{2(1 + \nu)} \quad (32)$$

O módulo de Poisson do NiTinol foi definido como sendo 0,33, baseado no trabalho de Nematzadeh & Sadrnezhaad (2012). Para se definir tal parâmetro para o compósito de poliéster reforçado por fibra de vidro, empregou-se o valor de 0,33 (MatWeb, 2020).

Foram obtidos, por tal método, o módulo de elasticidade e o módulo de corte. Os resultados presentes na Tabela 29 mostram que os módulos de elasticidade obtidos pelo método são bem inferiores aos obtidos de experimentalmente, ficando abaixo em todos os resultados apresentados. O módulo de elasticidade encontrado para a configuração com 2 camadas de fibra de vidro foi ao menos 23,26% menor que o valor obtido experimentalmente. Já para o caso com uma camada de fibra de vidro, o desvio foi de -24,58%, enquanto para o provete submetido ao ciclo térmico o desvio foi de -21,76%. Em relação ao módulo de corte, infelizmente não foi realizado experimentos para se comparar com os resultados do algoritmo. Os gráficos do progresso das propriedades de acordo com o número de interações encontram-se presentes no Anexo IV.

Tabela 29: Resultados do módulo de elasticidade e módulo de corte obtidos através do método elaborado por Liu (1998)

Configuração	Nº de fios	Módulo de Elasticidade (GPa)	Módulo de corte (GPa)
2 camadas de tecido de fibra de vidro	1	7,30	2,62
	2	7,33	2,63
	3	7,36	2,64
1 camada de fibra de vidro	1	6,26	2,25
2 camadas de tecido de fibra de vidro com ciclo térmico	1	5,73	2,06

Os resultados obtidos através da regra da mistura tradicional (Tabela 30) foram consideravelmente melhores que o método passo a passo para o módulo de elasticidade, com os dados tendo um desvio máximo de cerca de 13% para o compósito com 2 fios e o melhor resultado para o fio submetido ao ciclo térmico, com um erro de cerca de 6%.

Tabela 30: Resultados do módulo de elasticidade, deformação e tensão de rutura obtidos através da regra da mistura clássica

Configuração	Nº de fios	Módulo de Elasticidade (GPa)	Deformação (%)	Tensão de rutura (MPa)
2 camadas de tecido de fibra de vidro	1	8,73	3,23	191,30
	2	8,79	3,37	194,80
	3	8,88	3,54	199,18
1 camada de fibra de vidro	1	7,55	2,93	129,40
2 camadas de tecido de fibra de vidro com ciclo térmico	1	6,89	2,90	131,10

Com exceção do resultado obtido no compósito com 1 fio com duas camadas de fibra de vidro, o resultado obtido na deformação teve um desvio superior ao desvio encontrado no módulo de elasticidade, chegando ao valor de 16,20%. Os dados da tensão de rutura foram os que tiveram melhor desempenho, com o erro variando entre 0,83% para os compósitos com 2 fios até 11,08% para o compósito submetido a 2 camadas de ciclo térmico.

4.8. Resultado da simulação com métodos de elementos finitos

A primeira tarefa realizada foi verificar, através de aproximação gráfica, qual seria o módulo de elasticidade dos fios de NiTiInol se fossem considerados com área plástica a parte onde a curva está inclinada. Como observado na Figura 45, foi definido um módulo de elasticidade de 12.500 MPa para o fio de NiTiInol e de 11.000 MPa para o fio submetido ao ciclo térmico.

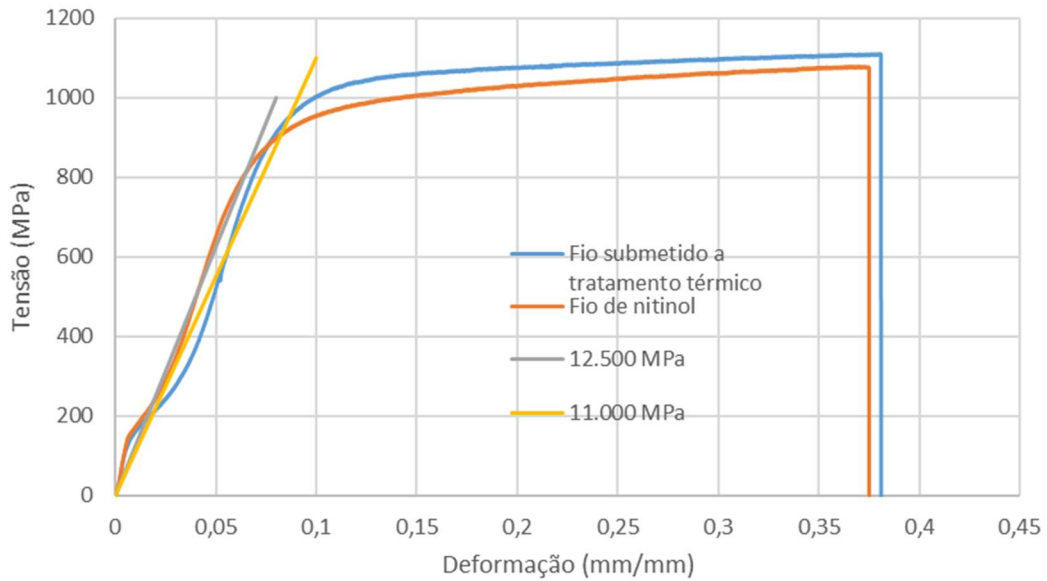


Figura 45: Gráfico tensão x deformação dos fios de NiTiNol com a curva do módulo de elasticidade considerada para a simulação por MEF

Os principais resultados obtidos pela simulação com elementos finitos foram compilados na Tabela 31. Observa-se que o melhor resultado obtido na configuração com 1 camada e fio foi obtido para a deformação através do método de contacto *No separation* com um desvio negativo de 11,81%, mas o dado que mais se aproximou da tensão de rutura foi o método *Bounded*, embora o desvio tenha sido de 40,29%. Os resultados que mais se aproximaram foram os obtidos para a fabricação mais convencional, com 2 camadas de fibra de vidro e 1 fio de NiTiNol, onde se teve uma precisão de 13,11% para a deformação e 12,52% para a tensão aplicada no método *Rough*. No caso. Do fio submetido ao ciclo térmico, o método de contacto *Rough* teve relativa precisão para a deformação, mas teve um desvio considerável quanto a tração, onde o teste com contacto *No separation* foi mais preciso.

Tabela 31: Desvio percentual dos resultados encontrados por MEF em relação aos dados obtidos experimentalmente nos ensaios de tração

Configuração	Método	Deformação (%)	Tensão normal (%)
1 camada 1 fio	<i>Bounded</i>	-30,71	40,29
	<i>No separation</i>	-11,81	106,81
	<i>Rough</i>	-23,73	115,50
2 camadas e 1 fio	<i>Bounded</i>	-69,89	1,08
	<i>No separation</i>	-70,63	-5,41
	<i>Rough</i>	13,11	12,52
2 camadas e fio c/ ciclo térmico	<i>Bounded</i>	-73,25	19,51
	<i>No separation</i>	-75,17	4,09
	<i>Rough</i>	-9,53	26,05

Infelizmente não se conseguiu realizar os testes nos provetes com mais um fio, ou por limitações da licença ou por limitações quanto aos cálculos realizados pelo computador. Mais detalhes sobre o número total de nós, número de elementos de contacto, número de elementos sólidos, número total de elementos, tipo de elementos atribuídos e memória total utilizada pode ser consultado na Tabela A 9.

5. Conclusões

- **Análise Metalográfica**

Foi possível se observar os grãos através da análise metalográfica dos fios de Níquel -Titânio. Os grãos não apresentaram diferenças consideráveis na sua geometria quando submetidos a deformação plástica;

- **DSC**

A Caracterização térmica por DSC 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;

- **Digestão Atômica**

É possível realizar a digestão do NiTiInol em ácido clorídrico, mas os resultados da composição não apresentaram resultados satisfatórios para uma liga em que se necessita obter a composição química com uma precisão de duas casas decimais;

- **Ciclo térmico em água para o fio de NiTiInol**

Demonstrou-se que é possível se realizar a diminuição das temperaturas de mudança de fase austenítica através de ciclos térmicos menos amplos que os geralmente utilizados na literatura;

- **Ensaio de tração dos compósitos híbridos**

Foi possível se fabricar os compósitos híbridos através de duas formas diferentes;

O acréscimo de fios de NiTiInol aumenta o módulo de elasticidade dos compósitos, mas não teve influência significativa na deformação deles;

A inserção de fios, inicialmente diminuiu a resistência dos compósitos a cargas, mas essa tendência tende a desaparecer conforme se inserem mais fios;

- **Ensaio de tração dos compósitos híbridos com duas camadas de fibra de vidro e fios de NiTiInol**

A inclusão de fios inicialmente tornou as propriedades mais imprecisas, mas conforme se aumentou o volume de NiTiInol os resultados foram ficando menos dispersos e com três fios os testes já tiveram uma amplitude e um erro padrão nos resultados inferior aos testes realizados sem fios.

A espessura dos provetes com duas camadas de tecido de fibra de vidro foi um parâmetro de grande importância na tensão e no módulo de elasticidade do material.

Os fios aumentaram a tensão de ruptura e o módulo de elasticidade, devido não apenas às suas propriedades mecânicas, mas também devido a mudanças na geometria do compósito durante sua fabricação;

- **Ensaio de tração dos compósitos híbridos com uma camada de fibra de vidro e fio de NiTiInol**

A montagem com fios entrelaçados se mostrou um pouco menos eficiente, em termos percentuais, ao melhorar as propriedades mecânicas quando comparada a montagem de duas camadas e 1 fio, sendo superior somente no ganho do módulo de elasticidade, mas foi superior, novamente em termos percentuais, à todos os parâmetros da configuração com dois fios, ficando apenas atrás, justamente, no módulo de elasticidade. Quando se trata da questão do desvio padrão, os dados são muito próximos da construção com dois fios. Logo, pode-se concluir que a construção com fios entrelaçados é uma alternativa viável e sem perdas relevantes em relação ao método com o fio entre camadas de fibra de vidro;

- **Ensaio de tração dos compósitos híbridos com uma camada de fibra de vidro e fio de NiTiInol submetidos ao ciclo térmico**

O teste com ciclos térmicos é importante para aplicações com fibra de vidro que estejam sujeitas a ciclo térmicos como aviões, tubulações e outros. Se as propriedades mecânicas de compósitos híbridos já são pouco conhecidas, as propriedades considerando a fadiga térmica são menos conhecidas ainda;

As perdas de propriedade do compósito sujeito ao ciclo térmico em água se explicam pela infiltração de água gerar a propagação de fendas/trincas (Gautier et al., 1999) além de que a variação de temperatura ocasiona a expansão e contração dos materiais, que tendo esses valores do coeficiente de expansão térmica diferentes, geram campos de concentração, acarretando em micro trincas e falhas de ligação (Sousa et al., 2018). O fio de NiTiInol tem efeito contrário e pode impedir a propagação de fissuras na matriz (Lei et al., 2013);

- **Teste de tração dos fios de NiTiInol**

O ciclo térmico provocou a redução dos parâmetros da fase elástica, porém aumentou a tensão máxima de ruptura e a capacidade de deformação;

Os resultados do fio ficaram dentro dos limites previstos pela literatura;

- **Regra da mistura**

Foi possível aplicar o método de passo a passo no MatLab® e verificar seus resultados;

O método de passo a passo não foi capaz de obter, valores compatíveis aos obtidos de forma experimental;

O método de Liu (1998) sem correções para previsão do módulo de elasticidade teve um desfasamento de ao menos 21,75% , porém o maior desvio foi de 26,81%, mostrando que o método apresenta certo grau de repetibilidade;

A regra da mistura tradicional obteve melhores resultados que o método passo a passo;

- **Simulação com MEF**

Os resultados obtidos através de MEF não foram capazes de simular com precisão a montagem com fios entrelaçados ou mesmo o provete submetido ao ciclo térmico em água, porém o provete de construção convencional e não submetido ao ciclo térmico teve seu comportamento repetido com desvio inferior a 15% nos parâmetros testados;

Trabalhos futuros:

-Verificar a microestrutura dos fios da liga de Níquel-Titânio com um microscópio eletrônico de varrimento para que se possa confirmar as fases presentes;

-Realizar novos testes de DSC para que se possa identificar os pontos ausentes no presente trabalho

-Verificar a interface entre o fio e matriz para averiguar a adesividade, através de análise micrográfica e ensaios de tração;

-Realizar a fabricação dos provetes com um sistema a vácuo para retirada de ar durante a cura;

-Montar estruturas como tubulações de compósitos híbridos com NiTinol e estudar a possibilidade de se manter um módulo de elasticidade forma constantes quando aquecido;

-Fabricar compósitos com mais fios para verificar a tendência de se aumentar a resistência a cargas conforme se aumenta o número de fios;

-Produzir provetes com fios de NiTinol na fase austenítica e verificar as diferenças de comportamento;

-Realizar ciclos térmicos com compósitos híbridos de fibra de vidro com os fios de NiTinol entrelaçados;

- Realizar outros ensaios mecânicos como o de flexão, absorção de impacto e compressão nos provetes de compósito híbrido;
- Realizar ensaios de transferência de calor;
- Colocar fatores de correção para o método de Liu (1998).
- Testes de tração na direção perpendicular dos fios;

Referências Bibliográficas

- Aldrighetti, C., Tassone, P., Ciardelli, F., & Ruggeri, G.** (2005). Reduction of the thermal expansion of unsaturated polyesters by chain-end modification. *Polymer Degradation and Stability*, 90(2 SPEC. ISS.), 346–353. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2005.01.042>
- Aniskevich, K., Korkhov, V., Faitelson, J., & Jansons, J.** (2012). Mechanical properties of pultruded glass fiber reinforced plastic after freeze-thaw cycling. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 31(22), 1554–1563. <https://doi.org/10.1177/0731684412462755>
- ASTM.** (2004). Standard Test Method for Transformation Temperature of Nickel-Titanium Alloys by Thermal Analysis. *October*. <https://doi.org/10.1520/F2004-17.2>
- ASTM.** (2017). Standard Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials. *Annual Book of ASTM Standards*, 1–13. <https://doi.org/10.1520/D3039>
- ASTM.** (2019). Standard Terminology for Composite Materials. *Annual Book of ASTM Standards*, 7. <https://doi.org/10.5603/pp.2017.0017>
- Bouhfid, N., Raji, M., Boujmal, R., Essabir, H., Bensalah, M.-O., Bouhfid, R., & Qaiss, A. el kacem.** (2019). *Numerical modeling of hybrid composite materials. Modelling of Damage Processes in Biocomposites, Fibre-Reinforced Composites and Hybrid Composites*. <https://doi.org/10.1016/b978-0-08-102289-4.00005-9>
- Callister jr., W. D., & Rethwisch, D. G.** (2008). *Ciência e engenharia dos materiais: uma introdução* (7th ed.). Rio de Janeiro: LTC.
- Chang, W., & Araki, Y.** (2016). Use of shape-memory alloys in construction : a critical review. *Institution of Civil Engineers*, 1–9.
- Czél, G., & Czigány, T.** (2008). A study of water absorption and mechanical properties of glass fiber/polyester composite pipes - Effects of specimen geometry and preparation. *Journal of Composite Materials*, 42(26), 2815–2827. <https://doi.org/10.1177/0021998308096668>
- Datta, S., Raza, M. S., Saha, P., & Pratihari, D. K.** (2018). Effects of Line Energy on Mechanical Properties, Corrosion and Shape Memory Behavior of Laser-Welded NiTiNol Joints. *ASME 2018 13th International Manufacturing Science and Engineering Conference MSEC2018*. College Station, TX, EUA. <https://doi.org/10.1115/msec2018-6537>

- Dionísio, A. G. G., de Jesus, A. M. D., Amais, R. S., Donati, G. L., Miranda, K. dos A., Guerra, M. B. B., ... Pereira-Filho, E. R.** (2011). Old and New Flavors of Flame (Furnace) Atomic Absorption Spectrometry. *International Journal of Spectroscopy*, 2011, 1–30. <https://doi.org/10.1155/2011/262715>
- Fish, J., & Belytschko, T.** (2007). *A First Course in Finite Elements. A First Course in Finite Elements*. Chichester, UK: John Wiley & Sons, Ltd. <https://doi.org/10.1002/9780470510858>
- Garcia, A., Spim, J. A., & Dos Santos, C. A.** (2012). *Ensaio dos Materiais* (2nd ed.). Rio de Janeiro: LTC.
- Gautier, L., Mortaigne, B., & Bellenger, V.** (1999). Interface damage study of hydrothermally aged glass-fibre-reinforced polyester composites. *Composites Science and Technology*, 59(16), 2329–2337. [https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(99\)00085-8](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(99)00085-8)
- Groover, M. P.** (2010). *Fundamental of modern manufacturing: materials, processes and systems* (4th ed.). John Wiley and Sons.
- Gupta, A. K., Velmurugan, R., & Joshi, M.** (2017). Mechanical characterization of pseudoelastic shape memory alloy hybrid composites. *ISSS Journal of Micro and Smart Systems*, 6(2), 149–160. <https://doi.org/10.1007/s41683-017-0016-9>
- Haider, W., Munroe, N., Tek, V., Gill, P. K. S., Tang, Y., & McGoron, A. J.** (2011). Cytotoxicity of metal ions released from nitinol alloys on endothelial cells. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 20(4–5), 816–818. <https://doi.org/10.1007/s11665-011-9884-5>
- Hilário, J. C.** (2019). Análise numérico-experimental do comportamento superelástico das ligas Níquel-Titânio com memória de forma. *Tese de mestrado*. Instituto Politécnico de Bragança, Bragança.
- Jani, J. M., Leary, M., Subic, A., & Gibson, M. A.** (2014). A review of shape memory alloy research , applications and opportunities. *Materials and Design*, 56, 1078–1113. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.11.084>
- Jonnalagadda, K. D., Kline, G. E., & Sottos, N. R.** (1997). Local Displacements and Load Transfer of Shape Memory Alloys in Polymeric Matrices. *Exp Mech*, 37(1), 78–86.
- JPS Composite Materials.** (2019). Why Fiberglass? Retrieved October 2, 2020, from <https://jpscm.com/resources/why-fiberglass/>
- Kim, N.-H., & Sankar, B.** (2011). *Introdução à Análise ao Projeto em Elementos*

Finitos. Rio de Janeiro: LTC.

Lago, A. J. A. do, Torres, B. S., Marques, M. G., Souza, N. F. G., Oliveira, N. S. M. M. De, Yado, P. S., & Elias, C. N. (2016). Caracterização de ligas NiTi com efeito de memória de forma. *Revista Militar de Ciência e Tecnologia*, 33(2), 93–95.

Retrieved from http://rmct.ime.eb.br/arquivos/RMCT_4_tri_2016_web/PICM_2016_C1.pdf

Lagoudas, D. C. (2008). *Shape Memory Alloys: modeling and engineering applications*. *Shape Memory Alloys: Modeling and Engineering Applications*. <https://doi.org/https://doi.org/10.1007/978-0-387-47685-8>

Lei, H., Wang, Z., Tong, L., & Tang, X. (2013). Macroscopic mechanical characterization of SMAs fiber-reinforced hybrid composite under uniaxial loading. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 22(10), 3055–3062. <https://doi.org/10.1007/s11665-013-0584-1>

Lester, B. T., Baxevanis, T., Chemisky, Y., & Lagoudas, D. C. (2015). Review and perspectives: shape memory alloy composite systems. *Acta Mechanica*, 226(12), 3907–3960. <https://doi.org/10.1007/s00707-015-1433-0>

Levy Neto, F., & Pardini, L. C. (2016). *Compósitos Estruturais: ciência e tecnologia* (2nd ed.). São Paulo: Blucher.

Liu, G. R. (1998). A step-by-step method of rule-of-mixture of fiber- and particle-reinforced composite materials, 40, 313–322.

Liu, X., Wang, Y., Yang, D., & Qi, M. (2007). The effect of ageing treatment on shape-setting and superelasticity of a nitinol stent. *Materials Characterization*, 59(4), 402–406. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2007.02.007>

Logan, D. L. (2007). *A First Course in the finite Element Method* (4th ed.). Chris Carson.

MatWeb. (2020). Overview of materials for Thermoset Polyester Glass SMC. Retrieved August 30, 2020, from <http://www.matweb.com/search/datasheet.aspx?matguid=36ff812971894f88a6c5f9af35826dcc&n=1>

Mazumdar, S. K. (2002). *Composites manufacturing: Material, Product, and process engineering*. New York. CRC Press.

McCormick, P. G., & Liu, Y. (1994). Thermodynamic analysis of the martensitic transformation in NiTi-II. Effect of transformation cycling. *Acta Metallurgica Et Materialia*, 42(7), 2407–2413. [https://doi.org/10.1016/0956-7151\(94\)90319-0](https://doi.org/10.1016/0956-7151(94)90319-0)

- Murkute, V., Gupta, A., Thakur, D. G., Harshe, R., & Joshi, M.** (2014). Improvisation of Interfacial Bond Strength in Shape Memory Alloy Hybrid Polymer Matrix Composites. *Procedia Materials Science*, 6(Icmpe), 316–321. <https://doi.org/10.1016/j.mspro.2014.07.040>
- Mwangi, J. W., Nguyen, L. T., Bui, V. D., Berger, T., Zeidler, H., & Schubert, A.** (2019). Nitinol manufacturing and micromachining: A review of processes and their suitability in processing medical-grade nitinol. *Journal of Manufacturing Processes*, 38, 355–369. <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2019.01.003>
- Nematzadeh, F., & Sadrnezhaad, S. K.** (2012). Effects of material properties on mechanical performance of Nitinol stent designed for femoral artery: Finite element analysis. *Scientia Iranica*, 19(6), 1564–1571. <https://doi.org/10.1016/j.scient.2012.10.024>
- Paine, J. S. N., Jones, W. M., & Rogers, C. A.** (1992). Nitinol actuator to host composite interfacial adhesion in adaptive hybrid composites. *AIAA*, 556–565. <https://doi.org/10.2514/6.1992-2405>
- Pandit, A., Planell, J., & Navarro, M.** (2013). *Titanium and Nitinol (NiTi). Biomaterials Science: An Introduction to Materials: Third Edition* (Third Edit). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-087780-8.00014-0>
- Park, C. H., & Lee, W. I.** (2012). *Compression molding in polymer matrix composites. Manufacturing Techniques for Polymer Matrix Composites (PMCs)*. Woodhead Publishing Limited. <https://doi.org/10.1533/9780857096258.1.47>
- Pelton, A. R.** (2011). Nitinol Fatigue: A Review of Microstructures and Mechanisms. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 20(July), 613–617. <https://doi.org/10.1007/s11665-011-9864-9>
- Pontes, F. V. M., Mendes, B. A. d. O., de Souza, E. M. F., Ferreira, F. N., da Silva, L. I. D., Carneiro, M. C., ... Vaitsman, D. S.** (2010). Determination of metals in coal fly ashes using ultrasound-assisted digestion followed by inductively coupled plasma optical emission spectrometry. *Analytica Chimica Acta*, 659(1–2), 55–59. <https://doi.org/10.1016/j.aca.2009.11.055>
- Projahn, H. D., Steeg, U., Sanders, J., & Vanclay, E.** (2004). Application of the reference-element technique for fast sequential flame atomic-absorption spectrometry. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 378(4), 1083–1087. <https://doi.org/10.1007/s00216-003-2200-y>
- Rao, S. S.** (2011). *The finite element method in engineering* (5th ed.). Butterworth-

heinemann.

Rocha, I. S. (n.d.). Descubra ideias sobre Transferência De Calor. Retrieved from <https://www.pinterest.de/pin/828240187690995017/#>

Rodrigues, M. C. M. (2016). *Efeito do treinamento por ciclagem pseudoelástica nas propriedades mecânicas e funcionais de uma liga níquel-titânio*. Universidade Federal de Minas Gerais. Retrieved from <https://ppgem.eng.ufmg.br/defesas/2524M.PDF>

Sakthi Balan, G., Santhosh Kumar, V., & Aravind Raj, S. (2020). Study of water absorption characteristics of waste plastics and GFRP composites. *Materials Today: Proceedings*, 22, 3116–3125. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.03.448>

Sanguin, P. (2019). A importância do tecido para cada modelagem. Retrieved December 30, 2019, from <https://blogsigbolffashion.com/tag/tecido-plano/>

Sathishkumar, T. P., Satheeshkumar, S., & Naveen, J. (2014). Glass fiber-reinforced polymer composites - A review. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 33(13), 1258–1275. <https://doi.org/10.1177/0731684414530790>

Shettar, M., Chaudhary, A., Hussain, Z., Kini, U. A., & Sharma, S. (2018). Hygrothermal Studies on GFRP Composites: A Review. *MATEC Web of Conferences*, 144, 1–9. <https://doi.org/10.1051/mateconf/201714402026>

Slough, C. G. (2007). A Study of the Nitinol Solid-Solid Transition by DSC. *TA Instruments*.

Smith, N. A., Antoun, G. G., Ellis, A. B., & Crone, W. C. (2004). Improved adhesion between nickel-titanium shape memory alloy and a polymer matrix via silane coupling agents. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 35(11), 1307–1312. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2004.03.025>

Sousa, J. M., Correia, J. R., Cabral-Fonseca, S., & Diogo, A. C. (2014). Effects of thermal cycles on the mechanical response of pultruded GFRP profiles used in civil engineering applications. *Composite Structures*, 116(1), 720–731. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2014.06.008>

Sousa, J. M., Correia, J. R., Firmo, J. P., Cabral-Fonseca, S., & Gonilha, J. (2018). Effects of thermal cycles on adhesively bonded joints between pultruded GFRP adherends. *Composite Structures*, 202(February), 518–529. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2018.02.081>

Souza, S. A. de. (1982). *Ensaio mecânicos de materiais metálicos - fundamentos teóricos e práticos* (5th ed.). São Paulo: Edgar Blücher.

- Vilar, Z. T., De Araujo, C. J., & Dos Santos, A. G.** (2016). Estudo de propriedades dinâmico-mecânicas de um compósito aeronáutico de CFRP com fios de ligas com memória de forma embebidos. *Polimeros*, 26, 16–24. <https://doi.org/10.1590/0104-1428.1926>
- Vogel, A. I.** (1989). *Vogel's textbook of quantitative chemical analysis* (5th ed.). Longman Scientific & Technical.
- Walsh, A.** (1955). The application of atomic absorption spectra to chemical analysis. *Spectrochimica Acta*, 7(C), 108–117. [https://doi.org/10.1016/0371-1951\(55\)80013-6](https://doi.org/10.1016/0371-1951(55)80013-6)
- Wang, Z., Everaerts, J., Salvati, E., & Korsunsky, A. M.** (2020). Evolution of thermal and mechanical properties of Nitinol wire as a function of ageing treatment conditions. *Journal of Alloys and Compounds*, 819, 153024. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.153024>
- Wiebeck, H., & Harada, J.** (2005). *Plásticos de Engenharia - Tecnologia E Aplicações*. São Paulo: Artliber Editora.
- Yuan, G., Bai, Y., Jia, Z., Lau, K. tak, & Hung, P. yan.** (2019). Structural deformation performance of glass fiber reinforced polymer composite beam actuated by embedded indented SMA wires. *Composites Part B*, 159, 284–291. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2018.09.101>
- Zupanc, J., Vahdat-Pajouh, N., & Schäfer, E.** (2018). New thermomechanically treated NiTi alloys – a review. *International Endodontic Journal*, (51), 1088–1103. <https://doi.org/10.1111/iej.12924>

Anexo I

Este anexo tem como objetivo apresentar a geometria e os principais resultados de cada um dos provetes do compósito híbrido ensaiados.

Tabela A 1: Provetes sem fio submetidos ao ciclo térmico

Nome	Espessura (mm)	Largura (mm)	Área (mm ²)	Força (N)	Deformação (%)	Tensão de rutura (MPa)	Módulo de elasticidade (MPa)
4.0.10	1,05	15,32	16,09	1898,84	2,66	117,59	7139,41
4.0.9	0,93	15,32	14,25	1913,13	3,08	134,26	6045,19
4.0.8	1,06	15,01	15,91	1914,75	2,78	120,05	6306,05
4.0.7	1,06	15,61	16,55	1864,07	2,60	109,15	6284,20
4.0.6	0,76	15,33	11,65	1884,83	2,89	160,90	8448,26
Média	0,97	15,32	14,89	1895,12	2,80	128,39	6844,62
Desvio Padrão				21,18	0,19	20,30	987,65
Máximo				1914,75	3,08	160,90	8448,26
Mínimo				1864,07	2,60	109,15	6045,19
Faixa				50,68	0,48	51,75	2403,07

Tabela A 2: Provetes com 1 fio submetidos ao ciclo térmico

Nome	Espessura (mm)	Largura (mm)	Área (mm ²)	Força (N)	Deformação (%)	Tensão de rutura (MPa)	Módulo de elasticidade (MPa)
4.1.3	1,07	15,01	16,06	1797,14	2,47	108,92	7387,44
4.1.4	1,07	15,42	16,50	1992,84	2,66	119,39	7457,45
4.1.5	1,06	15,69	16,63	2091,10	2,90	125,73	7140,81
Média	1,07	15,37	16,40	1960,36	2,68	118,02	7328,57
Desvio Padrão				149,65	0,22	8,49	166,33
Máximo				2091,10	2,90	125,73	7457,45
Mínimo				1797,14	2,47	108,92	7140,81
Faixa				293,96	0,43	16,81	316,64

Tabela A 3: Provetes com 2 camadas de fibra de vidro e sem fios de NiTiInol

Nome	Espessura (mm)	Largura (mm)	Área (mm ²)	Força (N)	Deformação (%)	Tensão de rutura (MPa)	Módulo de elasticidade (MPa)
2.0.1	1,03	15,80	16,27	2308,55	2,73	140,40	7761,92
1.0.4	0,79	15,59	12,32	2717,59	3,33	220,49	9267,24
3.0.8	0,81	15,80	12,80	2461,09	3,23	192,22	8298,87
2.0.2	0,92	15,49	14,25	2625,37	3,30	183,81	8073,52
3.0.7	0,76	15,65	11,89	2414,83	2,95	202,97	9927,00
Média	0,86	15,67	13,50	2505,49	3,11	187,98	8665,71
Desvio Padrão				164,57	0,26	29,92	902,05
Máximo				2717,59	3,33	220,49	9927,00
Mínimo				2308,55	2,73	140,40	7761,92
Faixa				409,04	0,59	80,09	2165,08

Tabela A 4: Provetes com 2 camadas de fibra de vidro e 1 fio de NiTiInol

Nome	Espessura (mm)	Largura (mm)	Área (mm ²)	Força (N)	Deformação (%)	Tensão de rutura (MPa)	Módulo de elasticidade (MPa)
4.1.2	0,91	14,87	13,53	1860,26	2,44	134,60	8241,37
1.1.3	0,75	15,37	11,53	2672,95	3,47	231,88	9561,23
1.1.2	0,64	15,48	9,91	2737,12	3,52	276,25	10800,50
4.1.1	1,07	15,80	16,91	2191,58	2,98	129,59	6632,84
1.1.1	0,56	15,64	8,76	2620,43	3,45	299,19	12312,00
Média	0,79	15,43	12,13	2416,47	3,17	214,30	9509,59
Desvio Padrão				377,54	0,46	78,87	2202,65
Máximo				2737,12	3,52	299,19	12312,00
Mínimo				1860,26	2,44	129,59	6632,84
Faixa				876,86	1,08	169,60	5679,16

Tabela A 5: Provetes com 2 camadas de fibra de vidro e 2 fios de NiTiInol

Nome	Espessura (mm)	Largura (mm)	Área (mm ²)	Força (N)	Deformação (%)	Tensão de rutura (MPa)	Módulo de elasticidade (MPa)
3.2.1	0,75	15,47	11,60	1910,34	2,52	162,34	9620,49
2.2.4	0,75	15,54	11,66	2441,56	2,94	209,03	10925,60
2.2.3	0,79	15,41	12,17	2561,45	3,23	210,39	9765,41
Média	0,76	15,47	11,81	2304,45	2,90	193,92	10103,80
Desvio Padrão				346,53	0,36	27,36	715,35
Máximo				2561,45	3,23	210,39	10925,60
Mínimo				1910,34	2,52	162,34	9620,49
Faixa				651,11	0,71	48,05	1305,11

Tabela A 6: Provetes com 2 camadas de fibra de vidro e 3 fios de NiTiInol

Nome	Espessura (mm)	Largura (mm)	Área	Força (N)	Deformação (%)	Tensão de rutura (MPa)	Módulo de elasticidade (MPa)
3.3.3	0,74	14,41	10,66	2359,13	3,12	220,88	11159,40
3.3.2	0,78	15,50	12,09	2383,91	3,02	197,18	9411,14
3.3.4	0,60	15,77	9,46	2276,71	3,05	236,97	9568,10
3.3.5	0,71	15,18	10,78	2541,56	3,39	235,77	10251,60
3.3.6	0,72	15,10	10,87	2458,49	3,26	224,53	9650,05
Média	0,71	15,19	10,79	2403,96	3,17	223,06	10008,10
Desvio Padrão				100,64	0,15	16,06	718,15
Máximo				2541,56	3,39	236,97	11159,40
Mínimo				2276,71	3,02	197,18	9411,14
Faixa				264,85	0,37	39,79	1748,26

Tabela A 7: Provetes com 1 camadas de fibra de vidro e sem fios de NiTiInol

Nome	Espessura (mm)	Largura (mm)	Área (mm ²)	Força (N)	Deformação (%)	Tensão de rutura (MPa)	Módulo de elasticidade (MPa)
5.0.9	0,56	16,69	9,35	1009,58	2,75903	107,91	6274,14
5.0.7	0,58	15,92	9,23	1211,79	2,96296	130,7	7475,30
5.0.6	0,50	16,35	8,18	1100,07	2,58697	133,182	8352,97
5.0.8	0,49	16,71	8,19	1000,83	2,56047	122,232	7641,76
Média	0,53	16,42	8,74	1080,57	2,72	123,51	7436,04
Desvio Padrão				85,14	0,16	9,88	747,43
Máximo				1211,79	2,96	133,18	8352,97
Mínimo				1000,83	2,56	107,91	6274,14
Faixa				210,96	0,40	25,27	2078,83

Tabela A 8: Provetes com 1 camadas de fibra de vidro e 1 fio de NiTiInol

Nome	Espessura (mm)	Largura (mm)	Área (mm ²)	Força (N)	Deformação (%)	Tensão de rutura (MPa)	Módulo de elasticidade (MPa)
5.1.3	0,43	15,48	6,66	872,21	2,60	131,03	8767,60
5.1.1	0,48	15,65	7,51	1071,2	3,03	142,11	7723,18
5.1.2	0,46	15,51	7,13	1042,2	2,82	145,91	8116,07
5.1.5	0,53	15,59	8,26	849,86	2,29	100,91	7595,56
5.1.4	0,46	15,40	7,08	836,71	2,156	117,92	9273,07
Média	0,47	15,53	7,33	934,44	2,58	127,58	8295,10
Desvio Padrão				112,80	0,37	18,46	712,07
Máximo				1071,22	3,03	145,91	9273,07
Mínimo				836,71	2,15	100,91	7595,56
Faixa				234,51	0,88	45,00	1677,51

Anexo II

Este anexo tem como objetivo apresentar os gráficos dos provetes de cada configuração testada.

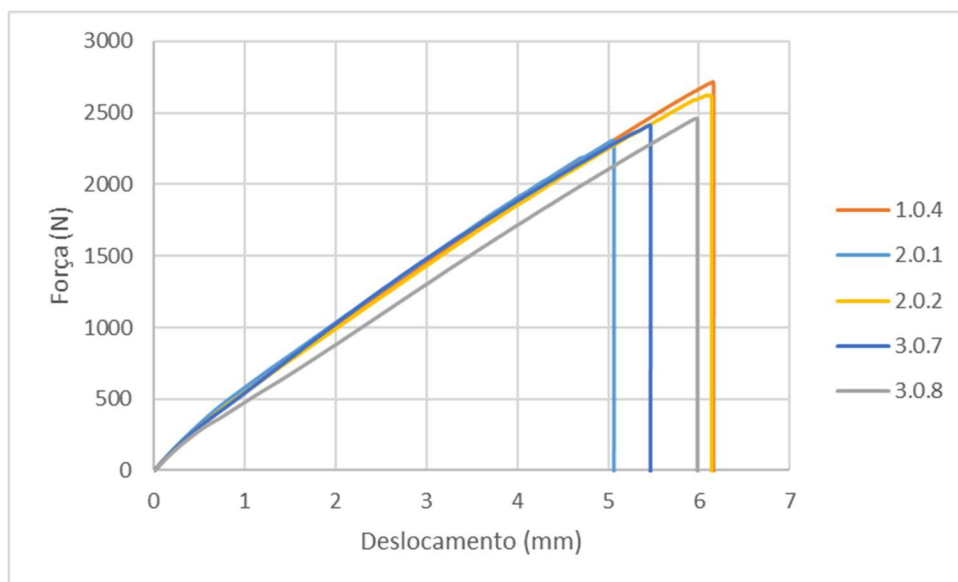


Figura A 1: Gráfico Força x Deslocamento do composto com 2 camadas de fibra de vidro sem fios de NiTiInol

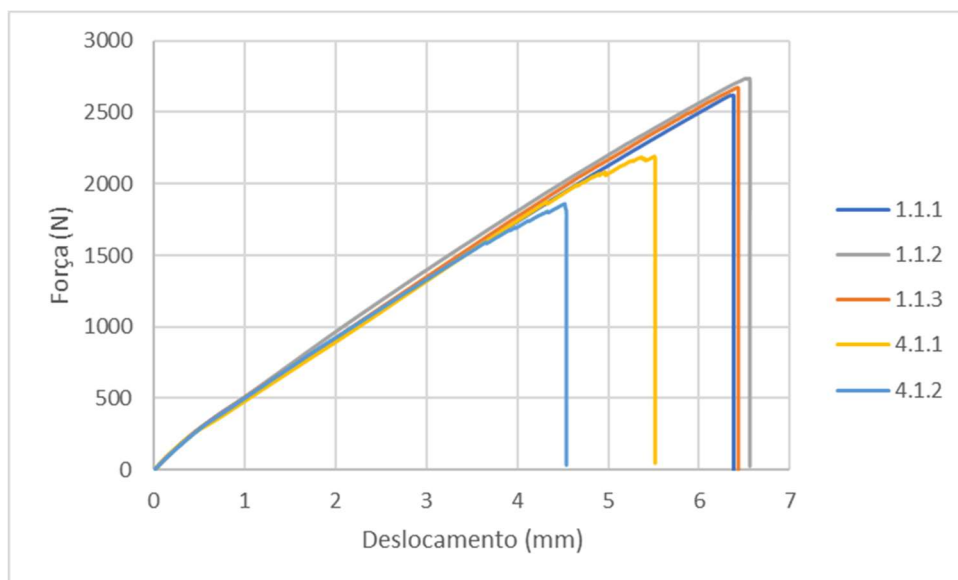


Figura A 2: Gráfico Força x Deslocamento do composto com 2 camadas de fibra de vidro e 1 fio de NiTiInol

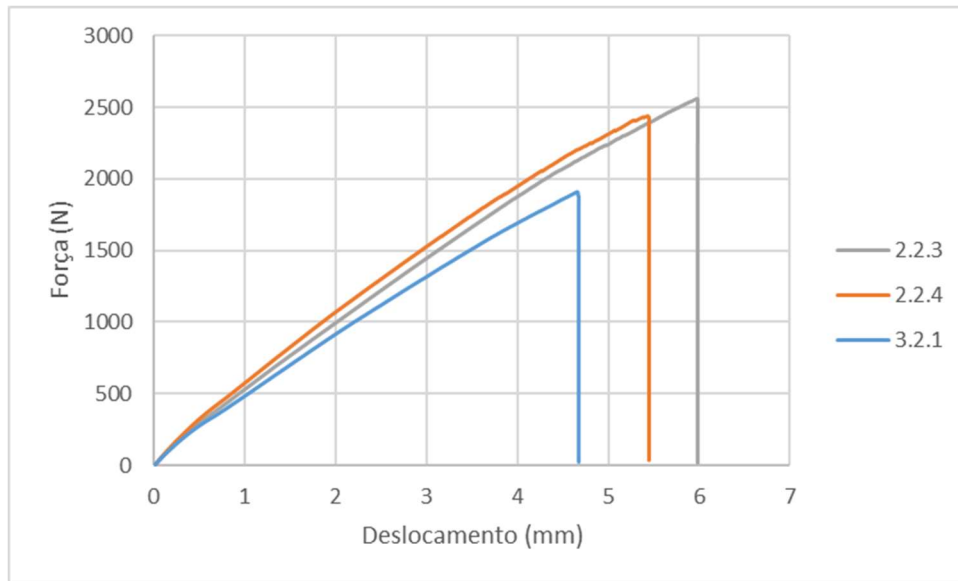


Figura A 3: Gráfico Força x Deslocamento do compósito com 2 camadas de fibra de vidro e 2 fios de NiTiInol

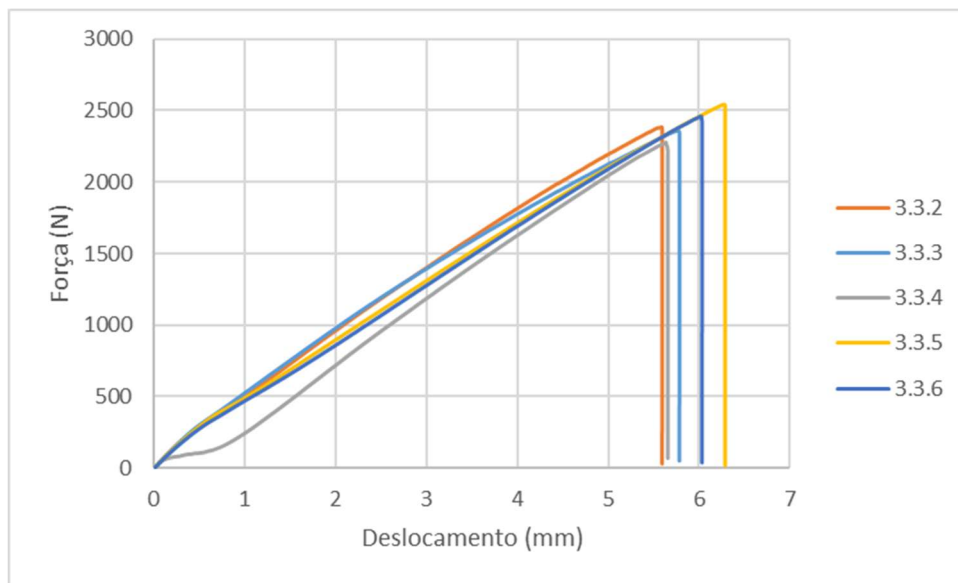


Figura A 4: Gráfico Força x Deslocamento do compósito com 2 camadas de fibra de vidro e 3 fios de NiTiInol

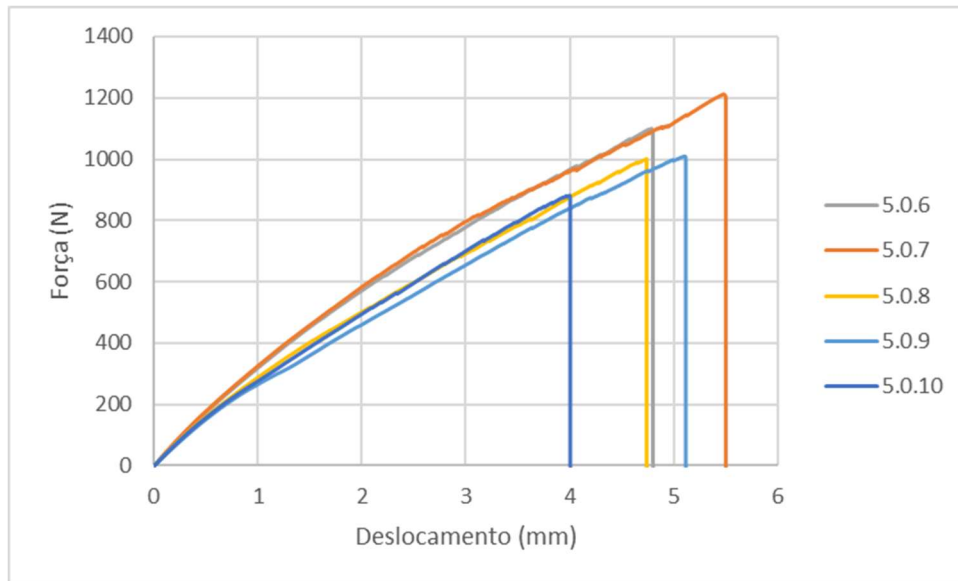


Figura A 5: Gráfico Força x Deslocamento do compósito com 1 camadas de fibra de vidro e sem fios de NiTiInol

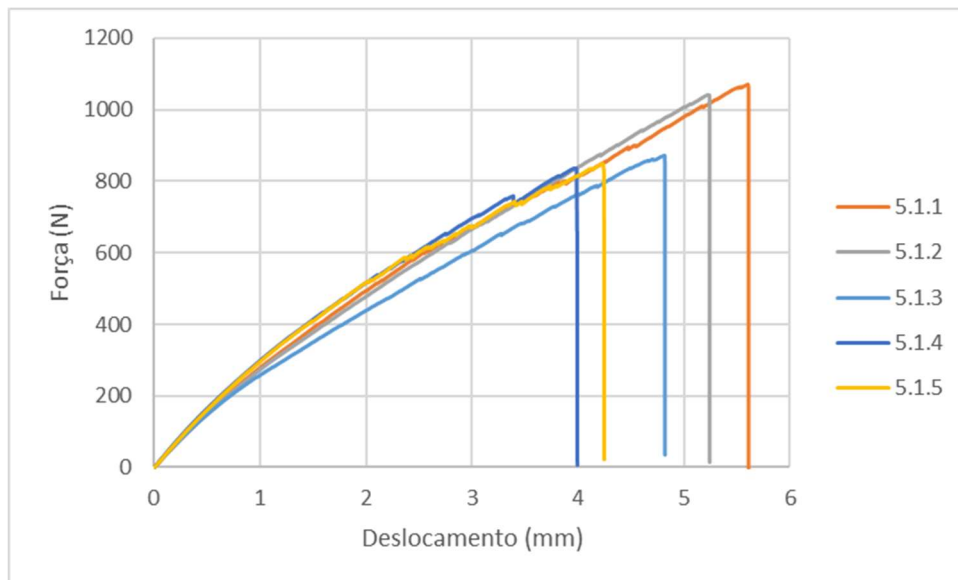


Figura A 6: Gráfico Força x Deslocamento do compósito com 1 camadas de fibra de vidro e 1 fio de NiTiInol

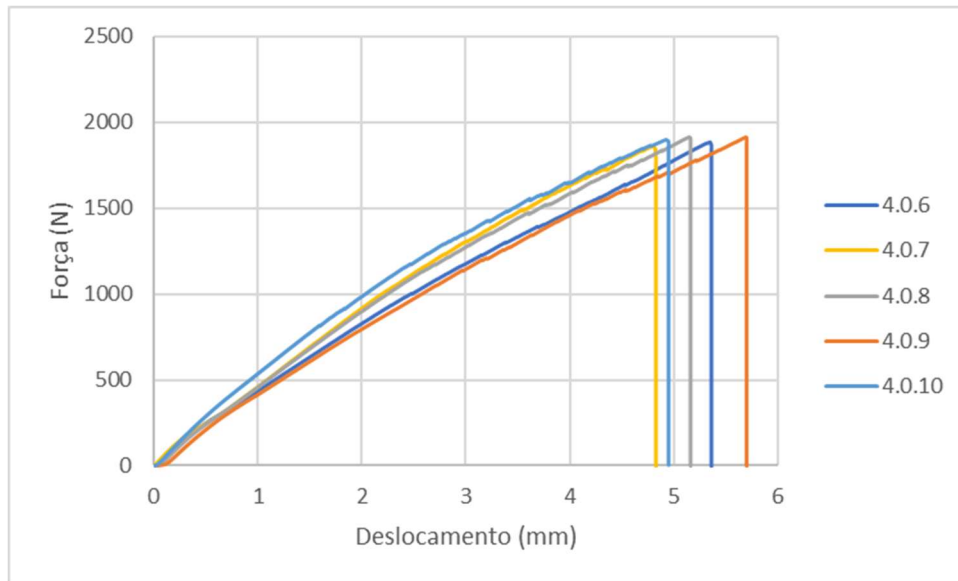


Figura A 7: Gráfico Força x Deslocamento do compósito com 2 camadas de fibra de vidro e sem fios de NiTiInol submetido ao ciclo térmico

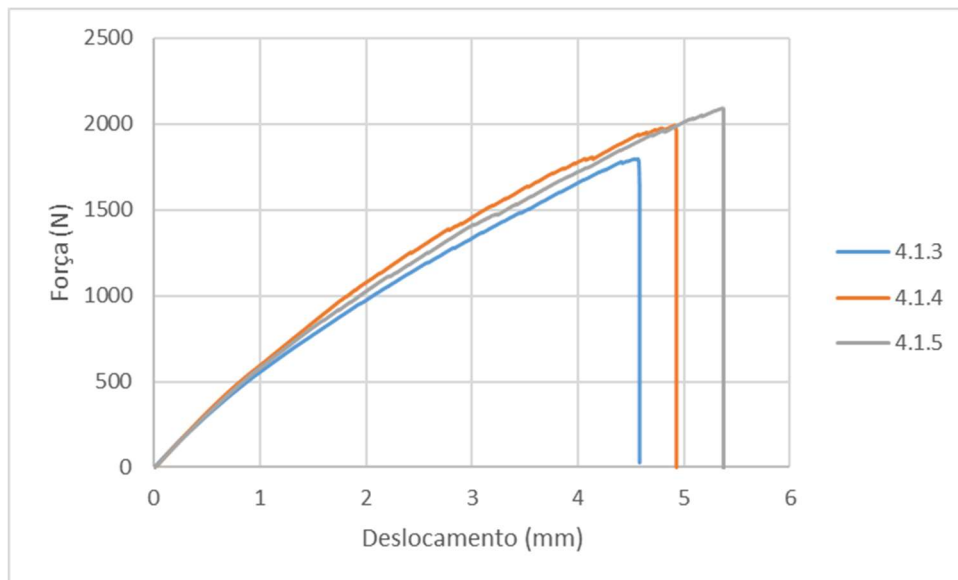


Figura A 8: Gráfico Força x Deslocamento do compósito com 2 camadas de fibra de vidro e 1 fio de NiTiInol submetido ao ciclo térmico

Anexo III

Este anexo tem como objetivo apresentar o algoritmo elaborado no MatLab® para resolução da regra da mistura pelo método proposto por Liu (1998).

```
function [saida1]= Grafico_interacoes( K_f,K_m, E_xf,E_m, ...
    v_xyf,G_xyf, G_m,v_yz, G_yzf,v_m)
clear all
clc
x(1)=1;
graficoGxy(1)=0;

for n=2:80
    x(n)=n;

    [saida1,~]=Regra_da_mistura_com_N(n, V_f, K_f,K_m, E_xf,E_m, ...
        v_xyf,G_xyf, G_m,v_yz, G_yzf,v_m);
    graficoGxy(n)=saida1;
    [~,saida2]=Regra_da_mistura_com_N(n, V_f, K_f,K_m, E_xf,E_m, ...
        v_xyf,G_xyf, G_m,v_yz, G_yzf,v_m);
    graficoE_y(n)=saida2;
end
plot(x,graficoE_y,x,graficoGxy)

function [saida1,saida2]= Regra_da_mistura_com_N(n, V_f, K_f,K_m,
E_xf,E_m, ...
    v_xyf,G_xyf, G_m,v_yz, G_yzf,v_m)

V_f1=-exp(log(1-V_f)/n)+1; % de acordo com a eq (10)
V_fn=1-((1-V_f1)^n);
V_m1=1-V_f1;

%A primeira interação recebe os valor da matriz:

E_x(1)=E_m;%módulo de Young na direção da fibra orientada
G_xy(1)=G_m; %módulo de corte
v_xy(1)=v_m;%coeficiente de Poisson
G_yz(1)=G_m; %módulo de corte
G_yzpos(2)=G_m; %módulo de corte
G_yzneg(2)=G_m; %módulo de corte
K_n(1)=K_m; %módulo volumétrico
m(1)=1;% contador
E_y(1)=0;
v_yz(1)=v_yz;
for i=2:n
    m(i)=(i);
    G_xy(i)=G_xy(i-1)+V_f1/(1/((G_xyf-G_xy(i-1)))+V_m1/(2*G_xy(i-1)));

    %parâmetros para os cálculos

    beta1=K_n(i-1)/(K_n(i-1)+2*G_yz(i-1));
    beta2=K_f/(K_f+2*G_yzf);
    gamma=G_yzf/G_yz(i-1);
    alpha=(beta1-gamma*beta2)/(1+gamma*beta2);
    rho=(gamma+beta1)/(gamma-1);
```

```

if G_yzf>G_yz(i-1) && K_f>K_n(i-1)
    G_yzneg(i)=G_yz(i-1)+V_f1/((1/(G_yzf-G_yz(i-1)))+(V_m1*(K_n(i-1)+2*G_yz(i-1)))/(2*G_yz(i-1)*(K_n(i-1)+G_yz(i-1)))));%usa
1)...
o
    %positivo e o negativo para fazer a média
    G_yzpos(i)=G_yz(i-1)*(1+(((1+beta1)*V_f1)/(rho-V_f1*(1+...
        (3*(beta1^2)*(V_m1^2))/(alpha*(V_f1^3)+1)))));
elseif G_yzf<G_yz(i-1) && K_f<K_n(i-1)
    G_yzpos(i)=G_yz(i-1)+V_f1/((1/(G_yzf-G_yz(i-1)))+(V_m1*(K_n(i-1)+2*G_yz(i-1)))/(2*G_yz(i-1)*(K_n(i-1)+G_yz(i-1)))));
1)...
    G_yzneg(i)=G_yz(i-1)*(1+(((1+beta1)*V_f1)/(rho-V_f1*(1+...
        (3*(beta1^2)*(V_m1^2))/(alpha*(V_f1^3)+beta1)))));

end
G_yz(i)=0.5*(G_yzpos(i)+G_yzneg(i));%solução obtida a partir do if
acima
K_n(i)=K_n(i-1)+V_f1/((1/(K_f-K_n(i-1)))+...
    (V_m1/(K_n(i-1)+G_yz(i-1))));%Módulo volumétrico
v_xy(i)=(v_xy(i-1)*V_m1)+(v_xyf*V_f1)+(((v_xyf-v_xy(i-1))*...
    ((1/K_n(i-1))-(1/K_f))*V_f1*V_m1)/(V_m1/K_f+V_f1/...
    K_n(i-1)+1/G_yz(i-1)));%coeficiente de Poisson
E_x(i)=E_x(i-1)*V_m1+E_xf*V_f1+((4*((v_xyf-v_xy(i-1))^2)...
    *V_f1*V_m1)/(V_m1/K_f+V_f1/K_n(i-1)+1/(G_yz(i-1))));%módulo
%de Young na direção do esforço
mlinha(i)=1+(4*K_n(i)*(v_xy(1)^2))/E_x(i);
E_y(i)=(4*K_n(i)*G_yz(i))/(K_n(i)+mlinha(i)*G_yz(i));
v_yz(i)=(K_n(i)-mlinha(i)*G_yz(i))/(K_n(i)+mlinha(i)*G_yz(i));

end
saida1=G_xy(i);
saida2=E_y(i);
end

```

Anexo IV

Este anexo tem como objetivo apresentar os gráficos dos valores obtidos conforme o número de interações no método passo-a-passo da regra da mistura.

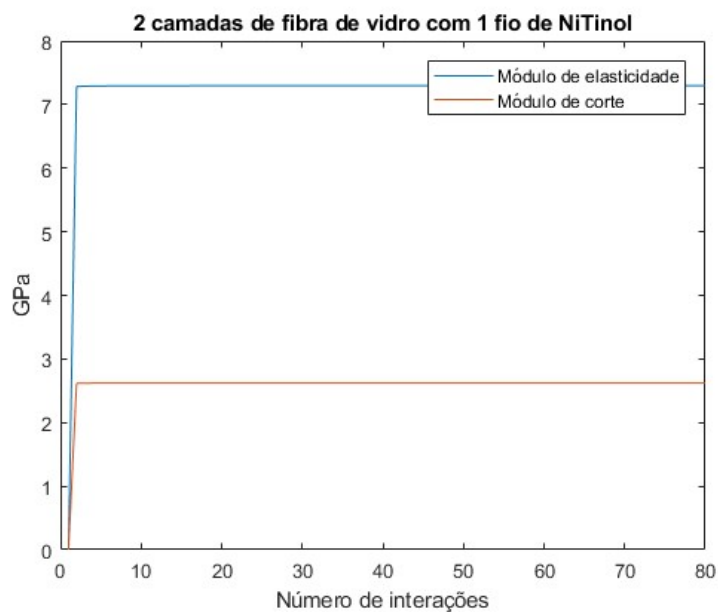


Figura A 9: Gráfico da evolução módulo de elasticidade e o módulo de corte de acordo com o número de interações para a configuração com 2 camadas de vidro e 1 fio de NiTiNol

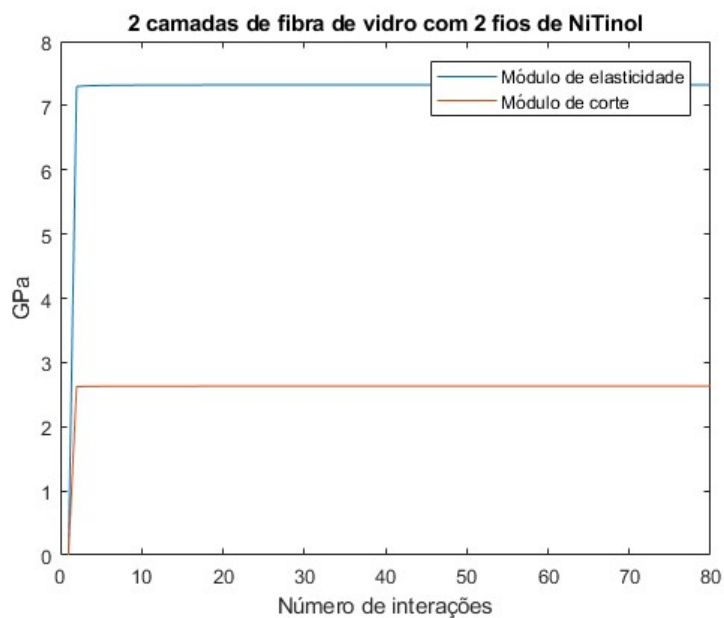


Figura A 10: Gráfico da evolução módulo de elasticidade e o módulo de corte de acordo com o número de interações para a configuração com 2 camadas de vidro e 2 fios de NiTiNol

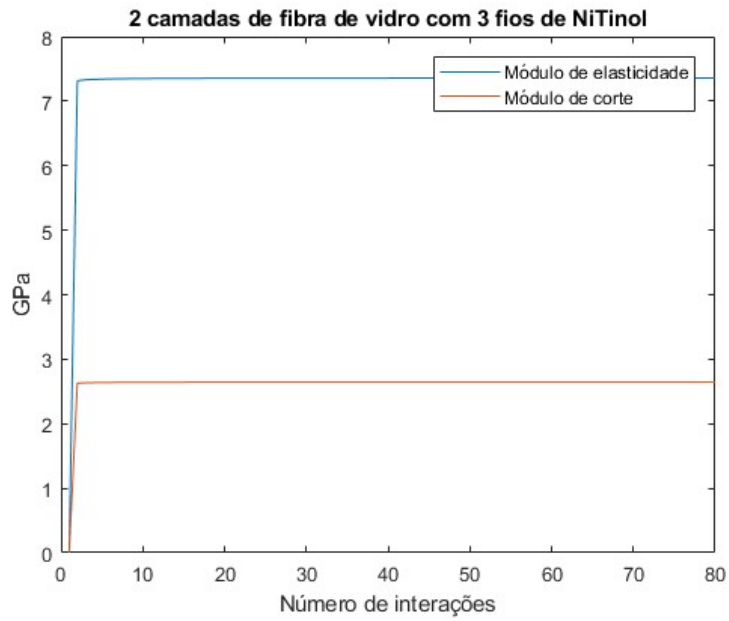


Figura A 11: Gráfico da evolução módulo de elasticidade e o módulo de corte de acordo com o número de iterações para a configuração com 2 camadas de vidro e 3 fios de NiTiNol



Figura A 12: Gráfico da evolução módulo de elasticidade e o módulo de corte de acordo com o número de iterações para a configuração com 1 camada de vidro e 1 fio de NiTiNol

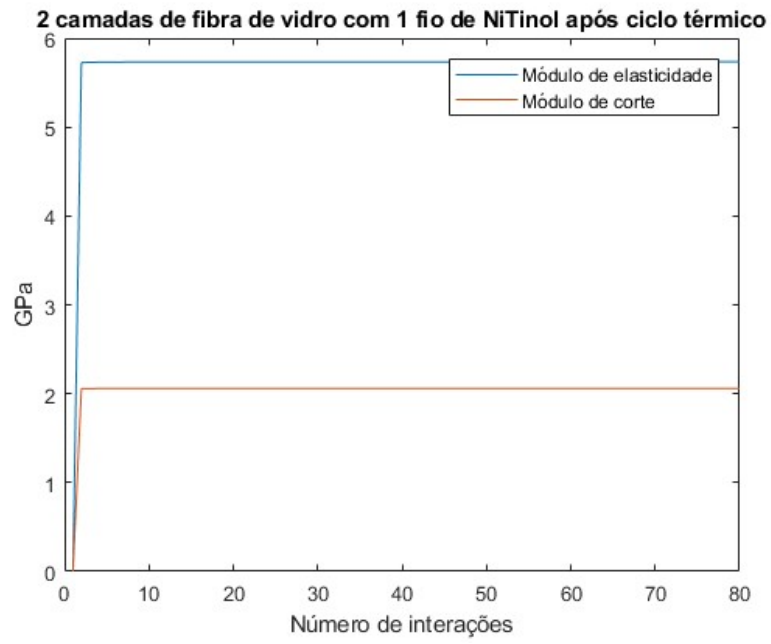


Figura A 13: Gráfico da evolução módulo de elasticidade e o módulo de corte de acordo com o número de iterações para a configuração com 2 camada de vidro e 1 fio de NiTiInol submetido ao ciclo térmico

Anexo V

Este anexo tem como objetivo apresentar a tabela com informações complementares do teste realizado com MEF.

Tabela A 9: Informações complementares do teste realizado por MEF

Config.	Nº total de nós	Nº de ele. de contacto	Nº de ele. sólidos	Número total de ele.	Modo de contacto	Ele. utilizados	Memória utilizada (GB)
1 camada e 1 fio	698.277	129.465	146.340	275.805	Rought	Solid186 , Conta17 4	4,9854
					Bonded	Solid186 , Conta17 4	4,7666
					No Separation	Solid186 , Conta17 4	4,766
2 camadas e 1 fio	693.325	129.456	144.225	273.681	Rough	Solid186 , Conta17 4	4,7109
					Bonded	Solid186 , Conta17 4 e Surf154	4,4607
					No separation	Solid186 , Conta17 4	4,4307
2 camadas e 1 fio ciclo térmico	700.096	129.591	146.158	275749	Rogh	Solid186 , Conta17 4	4,6934
					Bonded	Solid186 , Conta17 4	4,4512
					No separation	Solid186 , Conta 174	4,4512