



UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO

Departamento de Engenharia Mecânica



DEM/POLI/UFRJ

**ANÁLISE DO COMPORTAMENTO TERMOMECÂNICO DE UMA LIGA DE
Ni-Ti COM MEMÓRIA DE FORMA APÓS OPERAÇÃO DE USINAGEM**

MARCO YAFFAR BENIQUE ABSI

PROJETO FINAL SUBMETIDO AO CORPO DOCENTE DO DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA DA ESCOLA POLITÉCNICA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE ENGENHEIRO MECÂNICO.

Orientadora:

Prof.a. Anna Carla Monteiro de Araujo, D.Sc.

Examinadora:

Prof.a. Lavinia Maria Sanabio Alves Borges, D.Sc.

Examinador:

Prof. José Luis Lopes da Silveira, D.Sc.

Examinador:

Sergio Almeida da Oliveira, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ – BRASIL.

AGOSTO DE 2013

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho a toda minha família, especialmente ao meu pai Marco, à minha mãe Patricia, ao meu irmão Nabil, à minha irmã Sarahí, ao meu primo Yamil, ao meu tio Aduar, ao meu tio Renzzo e ao pequeno Trufi.

AGRADECIMENTOS

Ao professor Savi pelo fornecimento do material utilizado neste projeto.

Ao Marcos do PEMM pela dedicação na preparação das amostras.

Ao Pedro do LAVI pela dedicação no tratamento das amostras.

À minha orientadora Anna Carla por sua extrema competência na realização deste projeto.

À Mariana pela revisão do projeto.

Ao Eduardo pela motivação durante a elaboração do projeto.

Ao Caio Cesar pela ajuda, paciência e confiança na elaboração deste projeto.

RESUMO

O objetivo deste trabalho é estudar os efeitos durante a usinagem em uma liga de Titânio e Níquel com memória de forma, especificamente o comportamento de mudança de fase da liga. Para tal propósito estudaram-se corpos de prova após a operação de usinagem de sangramento. As amostras e os cavacos resultantes da operação foram analisados, ambos submetidos a um ataque químico para verificar se houve mudança na microestrutura da liga como consequência das forças e das temperaturas no processo de usinagem, e mediante a microscopia ótica foram comparados com o material sem usinagem, para verificar variações das temperaturas de mudança de fase críticas do material, os cavacos foram cuidadosamente cortados para não modificar as tensões residuais produto da usinagem e assim efetuar a mudanças de fase com ciclos sucessivos de aquecimento e resfriamento na calorimetria diferencial. Os resultados da microscopia mostram que a superfície das amostras usinadas mudaram da fase austenítica para a fase martensítica. Os resultados da análise dos resultados da calorimetria diferencial mostram que a velocidade de corte influencia nas temperaturas críticas e na energia total absorvida de cada amostra.

ABSTRACT

The objective of this work is to study the effects of machining on a titanium alloy and nickel with memory shape, specifically the behavior of phase change alloy. For this purpose we studied specimens after the machining operation called radial turning. The resulting chip samples and operation were analyzed, both subjected to chemical attack, to check the change in microstructure of the alloy as a consequence of the forces and temperatures in the machining process by optical microscopy and were compared with the material without machining. To check change of critical temperatures of the material, the chips were carefully cut to not modify the product of machining residual stresses and so make the phase changes with successive cycles of heating and cooling in differential scanning calorimetry. The results of the microscopy show that the samples machined surface shifted from the austenitic phase to the martensitic phase. The results of the analysis of differential calorimetry results show that shear rate and critical temperature influences the total energy absorbed for each sample.

Sumário

CAPÍTULO 1 INTRODUÇÃO	1
CAPÍTULO 2 MATERIAIS COM MEMÓRIA DE FORMA	2
2.1 Conceitos básicos da ciência dos materiais	2
2.2 Conceitos básicos dos materiais com memória de forma	5
2.3 Efeitos da liga de Ni-Ti	15
CAPÍTULO 3 MATERIAIS E MÉTODOS	20
3.1 Material para experimentação	20
3.2 Processo de usinagem	21
3.3 Preparação das amostras para análise	22
3.4 Análise das Amostras por Microscopia ótica	23
3.5 Calorimetria diferencial	26
CAPÍTULO 4 RESULTADOS EXPERIMENTAIS	30
4.1 Resultados da microscopia ótica	30
4.2 Resultados da calorimetria	33
CAPÍTULO 5 ANÁLISE DAS TEMPERATURAS DE TRANSFORMAÇÃO E MODELO PROPOSTO.	37
5.1 Modelo proposto para o aquecimento	37
5.2 Análise da evolução das temperaturas e da área com a variação da velocidade	44
CAPÍTULO 6 CONCLUSÕES	50
APÊNDICE	I
I. Resultados da microscopia ótica	I
II. Código do programa <i>Mathematica</i>	VI
III. Resultados brutos do calorímetro	X

Lista de Figuras

Figura 1: Diagrama de fases Ni-Ti (DAVIS, 2000). -----	3
Figura 2: Representação das forças Inter atômicas, a) cristal livre de ação externa b) cristal sob ação normal à base c) cristal sob ação de cisalhamento (FERRARESI, 1995).-----	4
Figura 3: Planos cristalográficos em um cristal cubico de face centrada (FERRARESI, 1995).-----	4
Figura 4: Deformação de um cristal (FERRARESI, 1995). -----	5
Figura 5: Transformação martensítica (OTSUKA e WAYMAN, 1998).-----	6
Figura 6: Microscopia ótica das variantes martensíticas em uma liga de Cu-Al com memória de forma (OTSUKA e WAYMAN, 1998).-----	8
Figura 7: Interface da austenita e martensita, e o plano invariante (KUMAR e LAGOUDAS, 2008). -----	9
Figura 8: Transformação direta e reversa (KUMAR e LAGOUDAS, 2008).-----	11
Figura 9: Transformação com carga (KUMAR e LAGOUDAS, 2008).-----	12
Figura 10: Transformação com aumento de temperatura (KUMAR e LAGOUDAS, 2008).-----	13
Figura 11: Mudança de temperaturas críticas com aumento de carga (KUMAR e LAGOUDAS, 2008). -----	14
Figura 12: Caminho de carregamento Pseudoelástico (KUMAR e LAGOUDAS, 2008). -----	15
Figura 13: Diagrama de temperatura tensão e deformação para o efeito de memória de forma (KUMAR e LAGOUDAS, 2008). -----	16
Figura 14: Efeito de pseudoelasticidade, (a) Caminho do carregamento (b) Diagrama de tensão e deformação do ciclo (KUMAR e LAGOUDAS, 2008). -----	18
Figura 15: Barra de Ni-Ti com memória de forma. -----	20
Figura 16: Material Experimental obtido por Rego (2013), Onde a, b, e c foram usinadas com velocidades de corte de 15m/min 18m/min e 21m/min respectivamente e seus cavacos correspondentes embaixo d, e, e f.-----	21
Figura 17: Preparação da amostra. (a) Isomet, (PEMM/COOPE), (b) Cavaco durante o corte.-----	22
Figura 18: Amostras retiradas do cavaco usadas no calorímetro (a)15m/min, (b) 18m/min (c) 21m/min (c) Amostra do material sem usinagem. -----	23
Figura 19: Microscópio ótico Olympus BX60M (PEMM/COPPE). -----	24
Figura 20: Máquina de corte Arocor com fluido refrigerante.-----	24
Figura 21: Na esquerda a amostra cortada da barra sem usinagem, na direita amostra polida para referência. -----	25
Figura 22: Curvas teoricas de aquecimento e resfriamento do DSC (KUMAR e LAGOUDAS, 2008). -----	26
Figura 23: Calorímetro Diferencial, NETZSCH DSC 200F3 (LAVI, PEM).-----	27

Figura 24: Preparação do Cadinho (a) Cadinho porta amostral do calorímetro, (b) Prensa manual, (c) Balança eletrônica, (d) Cadinho com a amostra e de referencia dentro do calorímetro. -----	28
Figura 25: Liga de Ni-Ti polida com aumento de 50x. -----	31
Figura 26: Liga de Ni-Ti polida com aumento de 200x. -----	31
Figura 27: Liga de Ni-Ti usinada a 15m/min sem ataque químico aumento de 100x.--	32
Figura 28: Liga de Ni-Ti usinada a 15m/min com ataque químico aumento de 100x.--	32
Figura 29: Liga de Ni-Ti usinada a 15m/min sem ataque químico aumento de 200x.--	33
Figura 30: Resultados calorimetria, passes de resfriamento, (a) vc 15m/min, (b) vc 18m/min, (c) vc 21m/min.-----	34
Figura 31: Resultados calorimetria, passes de aquecimento, (a) vc 15m/min, (b) vc 18m/min, (c) vc 21m/min.-----	35
Figura 32: Fluxo de Calor nos três primeiros passes de aquecimento e resfriamento em amostras usinadas com diferentes velocidades de corte.-----	36
Figura 33: Constantes da Equação de Gauss do ajuste no Origin. -----	38
Figura 34: Curva ajustada pela função de Gauss no software Origin.-----	39
Figura 35: Resultados Calorimetria no Mathematica. Três passes de aquecimento do cavaco usinado a 15m/min e a melhor curva ajustada com a função de Gauss. ----	41
Figura 36: Previsão de resultados para as velocidades de 15 a 21m/min. -----	42
Figura 37: Comparação do modelo proposto e da curva experimental da amostra usinada com velocidade de 15m/min. -----	43
Figura 38: Comparação do modelo proposto e da curva experimental da amostra usinada com velocidade de 18m/min. -----	43
Figura 39: Comparação do modelo proposto e da curva experimental da amostra usinada com velocidade de 21m/min. -----	44
Figura 40: Fluxo de calor máximo e mínimo alcançados durante a transformação de fase para as velocidades teóricas entre 15 e 21. -----	45
Figura 41: Temperaturas de início As e fim Af da transformação da martensita em austenita teóricas, para as velocidades teóricas entre 15 e 21. -----	46
Figura 42: Resultado da análise por difração de raios-X, (REGO 2013).-----	51

Lista de Tabelas

Tabela 1: Resultados das constantes de ajuste da equação de Gauss no <i>Software Origin</i> . -----	39
Tabela 2: Resultados das constantes da função de Gauss para o aquecimento do cavaco usinado a 15m/Min. -----	40
Tabela 3: Resultados das constantes da função de Gauss para o aquecimento do cavaco usinado a 18m/min. -----	40
Tabela 4: Resultados das constantes da função de Gauss para o aquecimento do cavaco usinado a 21m/min. -----	40
Tabela 5: Resultados das constantes da função de Gauss das 3 melhores curvas ajustadas para as velocidades de corte de 15m/min, 18m/min e 21m/min. -----	41
Tabela 6: Resultados teóricos dos fluxos máximo <i>Hmax</i> e mínimo <i>Hmin</i> de calor alcançados nas temperaturas de início <i>Asσ</i> e fim <i>Afσ</i> da transformação austenítica, para as velocidades teóricas entre 15 E 21.-----	45
Tabela 7: Resultados teóricos do fluxo de calor total absorvido durante a transformação de fase. -----	46
Tabela 8: Temperaturas críticas iniciais e finais da transformação austenítica do modelo proposto e do DSC -----	47
Tabela 9: Fluxo total absorvido durante a transformação do modelo proposto e do software do DSC-----	48

Capítulo 1

Introdução

O conhecimento sobre o que ocorre com os materiais que possuem memória de forma após a usinagem é de grande importância, já que este procedimento insere tensões residuais e promove mudanças de temperatura que afetam propriedades dos metais permanentemente. O estudo destes materiais tornou-se importante devido a sua ampla aplicação nas áreas da medicina e da indústria aeroespacial.

O presente trabalho tem como objetivo a análise dos efeitos da usinagem sobre uma liga de Níquel e Titânio (Ni-Ti) com memória de forma. Mais especificamente, procurando observar se a usinagem provoca uma mudança de fase do material.

Este trabalho é dividido em 6 capítulos. O Capítulo 1 apresenta o tema do trabalho, e o conteúdo de cada capítulo. O Capítulo 2 é dedicado às explicações teóricas das propriedades dos materiais em geral e das propriedades dos materiais com memória de forma, dando ênfase naquelas que foram afetadas durante a usinagem. O Capítulo 3 traz uma apresentação teórica de cada procedimento experimental que foi utilizado durante este projeto. O Capítulo 4 exhibe os resultados obtidos com a experimentação em questão. O Capítulo 5 traz os gráficos das curvas e a metodologia da análise dos dados. E por fim, o Capítulo 6 apresenta as conclusões finais deste projeto.

Capítulo 2

Materiais com memória de forma

Na primeira parte deste capítulo são apresentados algumas definições e conceitos básicos dos materiais em geral, estes conceitos e nomenclatura são usados ao longo do texto, para explicar e muitas vezes diferenciar as propriedades entre os metais em geral e a liga metálica de Ni-Ti com memória de forma. Na segunda parte são apresentados os materiais com memória de forma e as propriedades destes que são afetadas pela usinagem.

2.1 Conceitos básicos da ciência dos materiais

Segundo Callister (2002), um *material cristalino* é aquele em que os átomos estão posicionados em um arranjo repetitivo. Uma *estrutura cristalina* é a maneira como os átomos íons ou moléculas estão espacialmente arranjados. As *células unitárias* são pequenas entidades repetitivas dentro da estrutura cristalina que identificam a *rede cristalina*, esta, é o arranjo tridimensional de pontos que coincidem com as posições dos átomos.

Os *defeitos pontuais* nos metais são as irregularidades na rede cristalina, por exemplo: *as lacunas*, que são sítios vagos na rede, já *os auto intersticiais* consistem em átomos do cristal, que se encontram comprimidos no interior de um sítio intersticial, que sob circunstâncias normais não estariam ocupados. O *contorno de grão* separa os pequenos grãos ou cristais, que possuem diferentes *orientações cristalográficas*.

A maneira como os átomos movimentam-se nas redes cristalinas, segundo Smith (1998) é através do fenômeno da difusão nas ligas metálicas, este movimento ocorre quando a energia de ativação fornecida pela vibração térmica dos átomos for suficiente e se existirem na rede, lacunas para as quais os átomos possam se mover.

O termo *componente* indica um material puro e/ou composto que faz parte de uma liga, por exemplo: Ti, Ni, TiN₃. Mediante a microscopia ótica pode-se observar a

microestrutura do material. A austenita apresenta uma estrutura cúbica, enquanto a martensita, mais dura, possui uma estrutura tetragonal, ortorrômbica ou monoclínica. No decorrer do texto será feita menção da “estrutura austenítica” e “estrutura martensítica”, fazendo referência na verdade às estruturas cúbicas ou tetragonais e ortorrômbicas respectivamente.

Uma *fase* é uma porção homogênea de um sistema que possui características físicas e químicas uniformes. O *diagrama de fases* indica a representação esquemática das condições de equilíbrio entre distintas fases. Para uma liga a concentração dos elementos é uma variável importante, que é representada no eixo das abscissas, enquanto a temperatura, no eixo das ordenadas. Destaca-se na Figura 1, o diagrama de fases liga de Ni-Ti.

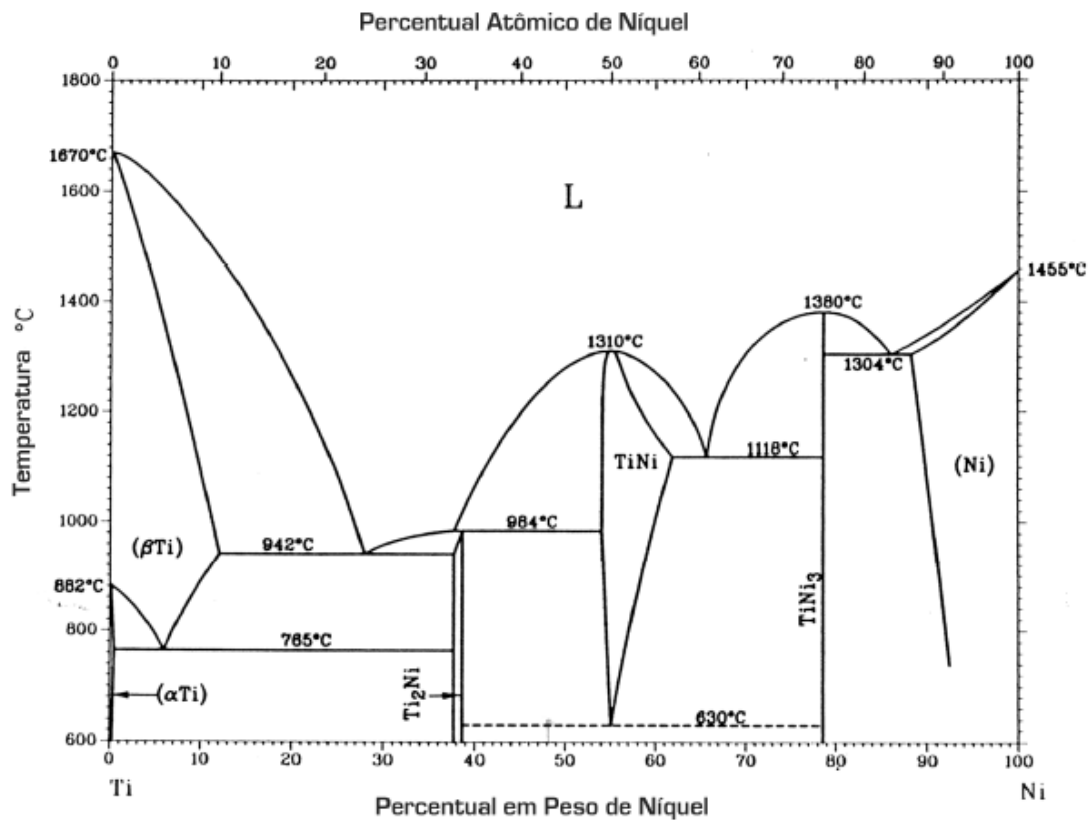


Figura 1: Diagrama de fases Ni-Ti (DAVIS, 2000).

As propriedades físicas e o comportamento mecânico dependem da *microestrutura do material*, onde se encontram as características estruturais de uma liga (estrutura dos grãos e das fases). Em uma observação direta através de um microscópio, a microestrutura pode ser caracterizada pelo número de fases presentes, por suas porções e a maneira como estão distribuídas, ela também depende dos elementos de liga, suas

concentrações e o tratamento térmico. No caso de uma liga bifásica, uma fase pode aparecer clara, enquanto a outra fase escura. Em uma única fase, a textura é uniforme, para encontrar a microestrutura de um material pode ser efetuada uma microscopia eletrônica de varredura.

Quando imposto um carregamento em uma operação de tração ou compressão de uma estrutura cristalina segundo Ferraresi (1995), a deformação pode ser imaginada como átomos ligados por molas que impõem uma resistência (forças Inter atômicas), como apresenta a Figura 2.

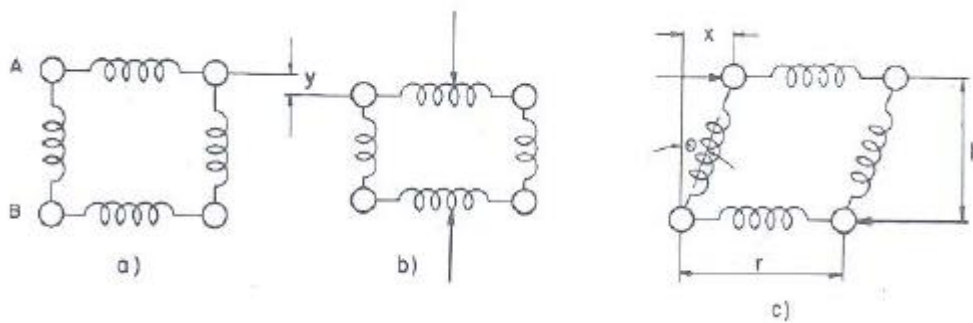


Figura 2: Representação das forças Inter atômicas, a) cristal livre de ação externa b) cristal sob ação normal à base c) cristal sob ação de cisalhamento (FERRARESI, 1995).

Estes átomos estão situados em planos geométricos naturais, por exemplo: em uma estrutura cristalina de face centrada existem três planos típicos como mostrados na Figura 3.

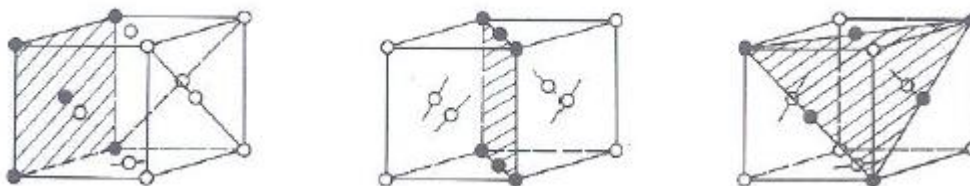


Figura 3: Planos cristalográficos em um cristal cubico de face centrada (FERRARESI, 1995).

Estes planos contêm diferentes números de átomos e áreas, ou seja, a densidade de átomos em cada plano é diferente, e quanto maior for a densidade de átomos, maior será a resistência ao seu desagregamento. Os planos com menor resistência são

chamados de planos de cisalhamento. Quando o cristal é submetido a forças paralelas a estes planos, há uma deformação paralela a estes planos, e se tais forças forem abaixo do limite de escoamento, o cristal poderá retomar à sua forma primitiva tão logo cesse a ação da força. Caso contrário, ocorrerá um escorregamento permanente como mostrado na Figura 4.

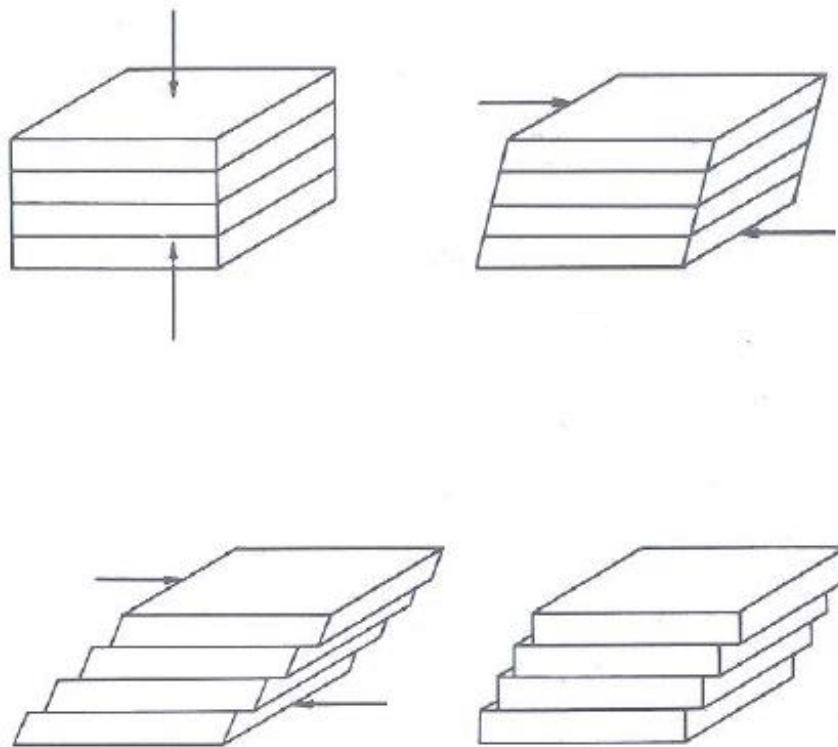


Figura 4: Deformação de um cristal (FERRARESI, 1995).

2.2 Conceitos básicos dos materiais com memória de forma

Como explica Hodgson (1990), a memória de forma é uma propriedade de algumas ligas metálicas, cujo efeito consiste em retornar a uma forma original específica macroscópica conformada a frio, quando submetida a um aumento de temperatura. Para entender melhor o comportamento destes materiais com memória de forma, é necessário estudar a estrutura cristalina do material, as fases nas diferentes temperaturas críticas que marcam os pontos de início e final da transformação e a mudança das orientações que ocorrem na chamada transformação martensítica.

2.2.1 Transformação martensítica e tipos de martensita

Otsuka e Wayman (1998) argumentam que a diferença fundamental entre as ligas metálicas e as ligas metálicas com memória de forma, é o movimento atômico que provoca a transformação de uma estrutura em outra que *não acontece por difusão de átomos e sim exclusivamente por cisalhamento induzido na rede*. Esta transformação é conhecida como *transformação martensítica sem difusão*, na qual os átomos *movimentam-se cooperativamente e por um mecanismo de cisalhamento*. Na Figura 5, é apreciada a martensita A e a martensita B que tem a mesma estrutura, porém com orientações diferentes, neste caso são variantes martensíticas correspondentes, e como a martensita tem pouca simetria, muitas variantes podem ser formadas.

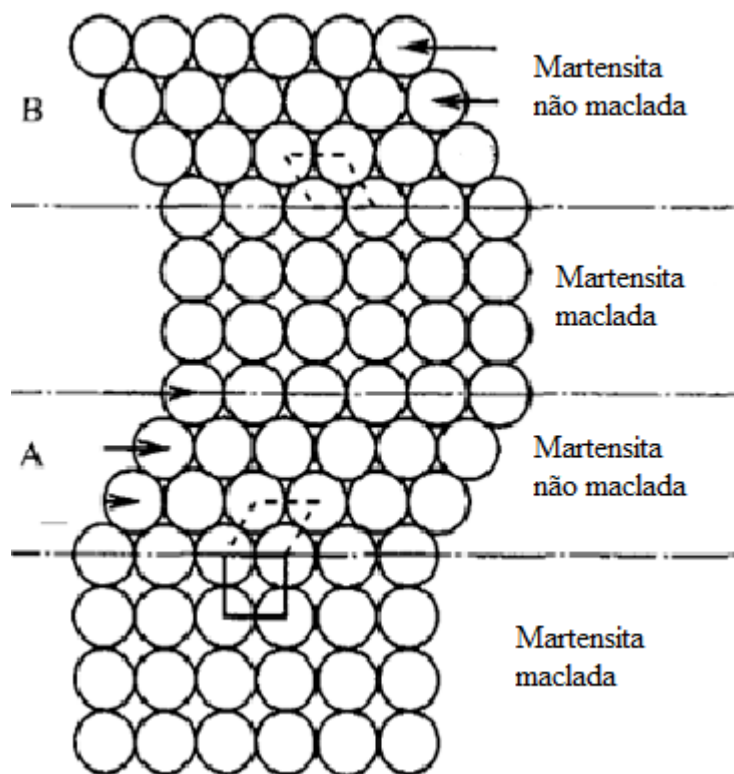


Figura 5: Transformação martensítica (OTSUKA e WAYMAN, 1998).

Segundo Kumar e Lagoudas (2008), estes arranjos das *variantes martensíticas*, podem existir em duas formas, a primeira é a *martensita maclada*, cuja formação acontece devido a uma auto acomodação das variantes martensíticas, e a segunda

martensita não maclada, reorientada, na qual uma variante de orientação específica é dominante.

2.2.2 Cristalografia da transformação martensítica

KAUSHIK (2000), explica que a maioria de metais possui apenas uma de três tipos de célula unitária na estrutura cristalina, elas são: a cúbica de corpo centrado, a cúbica de face centrada e a hexagonal compacta. Os materiais com memória de forma *na fase austenítica* de temperatura alta possuem *uma estrutura cristalina cúbica, altamente simétrica se comparada com a estrutura na fase martensítica* em uma temperatura menor. Quando o material de memória de forma muda para a fase martensítica, acontece um fenômeno diferente da mudança cristalográfica de outras ligas, nele, a estrutura cristalina da fase martensítica muda para uma estrutura tetragonal, ortorrômbica ou monoclinica.

Para compensar esta diminuição de simetria, são formadas as chamadas *variantes martensíticas relacionadas à simetria*, elas podem formar padrões altamente complexos, dependendo do tamanho de grão, do percentual dos componentes, da composição e do histórico do material. Esta martensita formada é a chamada de martensita maclada, ela possui diferentes orientações das variantes martensítica que podem ser observadas na Figura 6, nela a fase clara é a fase mãe (austenita), que é a fase que gera a próxima fase, a região obscura é a martensita maclada e a sua correspondente ou macla, na região um pouco mais clara.

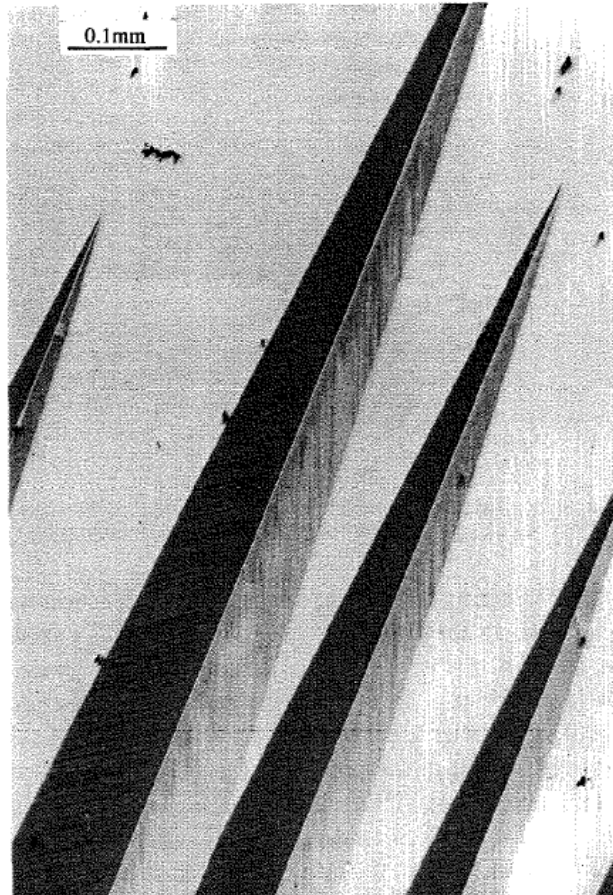


Figura 6: Microscopia ótica das variantes martensíticas em uma liga de Cu-Al com memória de forma (OTSUKA e WAYMAN, 1998).

Segundo Kumar e Lagoudas (2008), a transformação de austenita em martensita é uma transformação sem difusão, nela ocorre uma distorção da rede cristalina por cisalhamento. Em uma célula cristalina, a distorção da rede ocorre ao longo de um plano específico chamado *plano de habito*, ele forma a interface entre as fases martensítica e austenítica. Dado que este plano não gira ou deforma durante a transformação, ele é também chamado de plano invariante de rede. Na Figura 7 é apreciada esquematicamente uma interface austenítica/martensítica com seu plano invariante de rede que separa as fases onde a martensita é do tipo maclada. Esta martensita é formada por dois mecanismos diferentes chamados de mecanismos de cisalhamento da rede no plano invariante, o primeiro é por escorregamento, que é quando os átomos se movem em um ou mais espaços atômicos, e o segundo por formação de maclas, que é quando os átomos se movem em apenas uma fração de espaço atômico. Nenhum dos mecanismos de transformação promove um aumento volumétrico do material. A tensão obtida pelo movimento cooperativo é chamada tensão

de rede do plano invariante, onde a formação de maclas é o mecanismo mais comum. O processo de “demaclagem” é um deslocamento de átomos que eventualmente podem causar uma mudança macroscópica de forma, enquanto retêm suas ligações atômicas, isto permite uma reversibilidade cristalográfica ao formarem austenita.

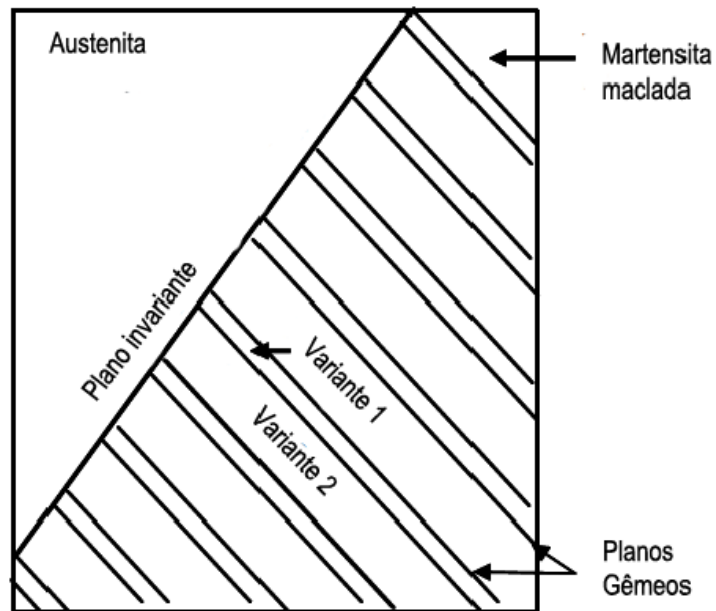


Figura 7: Interface da austenita e martensita, e o plano invariante (KUMAR e LAGOUDAS, 2008).

2.2.3 Caminhos da transformação

Na temperatura ambiente, a liga de Ni-Ti se encontra na fase austenítica, mas ela pode mudar em outras fases com diferentes estruturas cristalinas. Para explicar o porquê, devem-se entender os caminhos da transformação, assim como as quatro temperaturas e tensões críticas de transformação e como elas podem ser induzidas e podem variar de acordo com uma mudança de temperatura e/ou com a aplicação de carga, estas interações levam a austenita a se transformar em martensita maclada ou em martensita não maclada e vice-versa.

a) Resfriamento e aquecimento sem carga (transformação direta e reversa)

Kumar e Lagoudas (2008) separam os caminhos de transformação, e começam apenas pela mudança de temperaturas, com a transformação de austenita em martensita na ausência de carga e com o resfriamento desta.

Neste caso a estrutura cristalina da austenita, muda para martensítica, e é chamada de *transformação direta*, esta transformação resulta na formação de um grande número de variantes martensíticas macladas, resultando numa irrisória *mudança macroscópica de forma do material*.

Quando a liga é aquecida, a estrutura cristalina recupera a estrutura austenítica original, esta transformação é chamada de *transformação reversa de fase*, também sem mudança macroscópica aparente.

Existem 4 temperaturas características associadas à transformação direta:

- M_s : É a chamada temperatura de transformação inicial martensítica, na qual a austenita sem aplicação de carga, começa a se transformar em martensita maclada.
- M_f : É a chamada temperatura final de transformação martensítica, na qual a transformação de austenita em martensita maclada é completada.
- A_s : É a chamada temperatura inicial de transformação austenítica, que ocorre no sentido contrario à transformação martensítica, na qual a martensita maclada começa a se transformar em austenita.
- A_f : É a chamada temperatura final de transformação austenítica, na qual a transformação da martensita maclada em austenita é completada.

Estas temperaturas críticas, junto com a transformação direta e reversa, podem ser observadas na Figura 8.

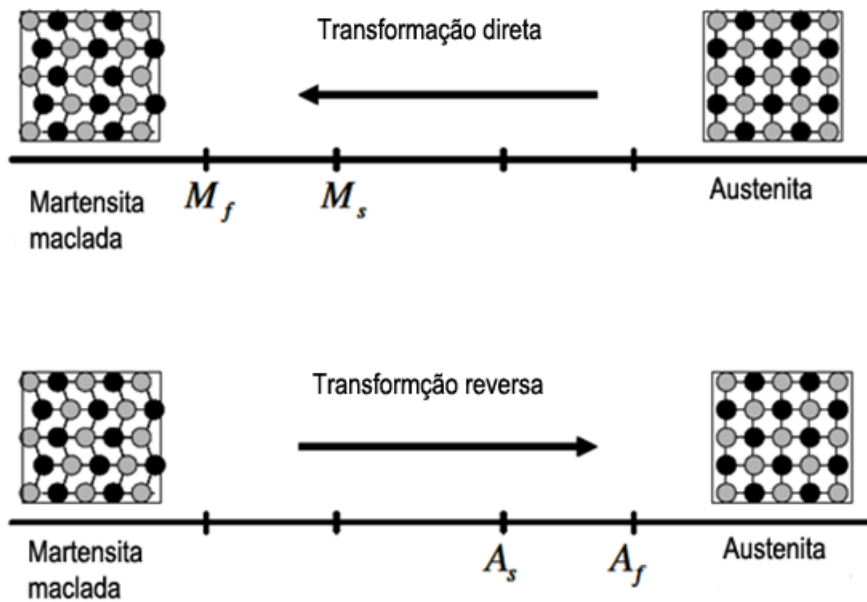


Figura 8: Transformação direta e reversa (KUMAR e LAGOUDAS, 2008).

b) Aplicação de carga e posterior mudança de temperatura

Na fase martensítica maclada, numa temperatura abaixo de M_f , é possível “demaclar” a martensita, reorientando as variantes martensíticas com a aplicação de carga como visto na Figura 9. O processo de demaclaragem resulta numa mudança de forma macroscópica do material, que é mantida quando a carga é retirada. O movimento atômico na rede cristalina durante a carga é a característica principal das ligas com memória de forma, que diferente das outras ligas metálicas onde a movimentação atômica acontece por difusão, nas ligas com memória de forma, esta é realizada *pela movimentação cooperativa dos átomos*.

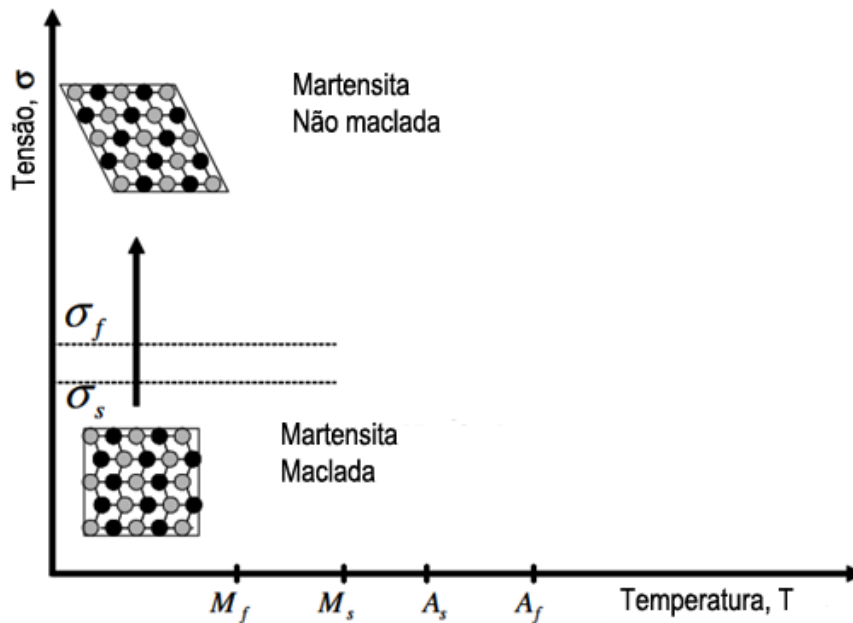


Figura 9: Transformação com carga (KUMAR e LAGOUDAS, 2008).

A martensita começa a ficar instável com um posterior aumento de temperatura (sem carga) como visto na Figura 10. Na temperatura A_s , e a transformação é iniciada, um aumento de temperatura acima de A_f resulta numa transformação reversa de fase, de martensita não maclada em austenita, assim o material reverte a fase atual na fase original, com a forma original e o efeito de memória de forma pode ser apreciado visualmente com a mudança de forma macroscópica completa do material deformado.

Existem 2 tensões características associadas à transformação da martensita maclada e a não maclada.

- σ_s É a chamada tensão de início de demaclagem que é a carga na qual começa o processo de demaclagem da martensita maclada em martensita não maclada
- σ_f : É a chamada tensão final de demaclagem onde a transformação em martensita não maclada é completada.

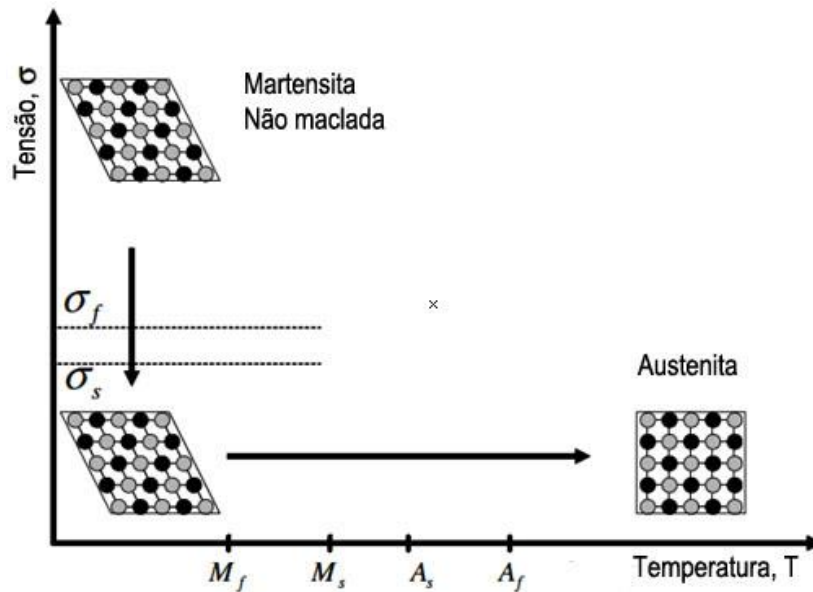


Figura 10: Transformação com aumento de temperatura (KUMAR e LAGOUDAS, 2008).

c) Aplicação de carga na fase austenítica e posterior aumento da temperatura com a carga mantida

Quando é imposta uma carga na fase austenítica do material com memória de forma é possível observar a transformação direta do material da fase austenítica para a fase martensítica não maclada produzindo uma mudança de forma do material, um posterior aquecimento produz o retorno do material na sua forma original quando a carga encontra-se ainda aplicada.

Sabendo que dada uma determinada composição do material ele possui determinadas temperaturas de críticas de transformação (M_s , M_f , A_s , A_f), e levando em consideração uma propriedade importante dos metais com memória de forma que diz: “As temperaturas de transformação dependem fortemente da intensidade da carga aplicada e que enquanto maior a intensidade da carga aplicada maiores as temperaturas de transformação”, é então, construído um gráfico de tensão e deformação com as novas temperaturas críticas de transformação deslocadas: M_s^σ , M_f^σ , A_s^σ , A_f^σ , como visto na Figura 11.

Assim, é induzida uma transformação de fase tanto termicamente como mecanicamente. Se for aplicada uma carga ao material na fase austenítica e esta carga for suficientemente grande pode-se obter o material com a fase martensítica não maclada.

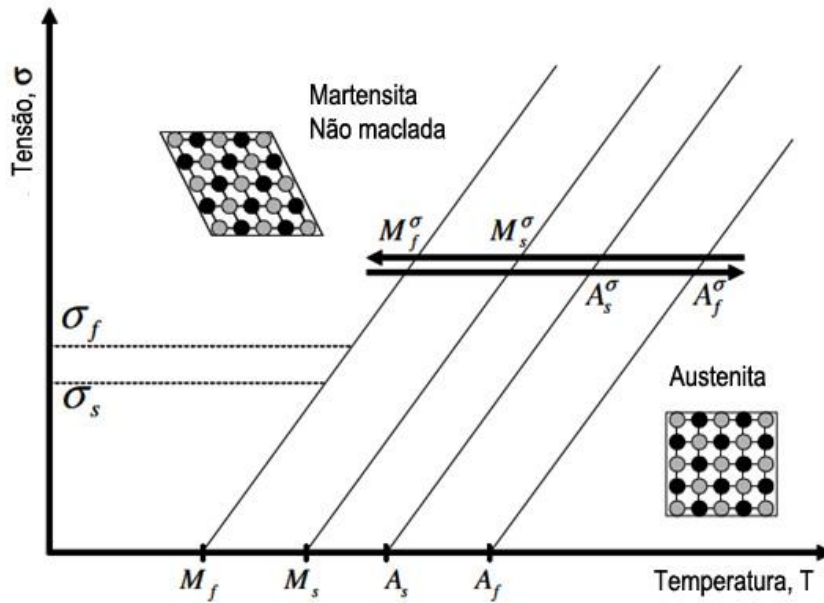


Figura 11: Mudança de temperaturas críticas com aumento de carga (KUMAR e LAGOUDAS, 2008).

d) Descarregamento do material na fase martensítica

Com o descarregamento da força no material descrito anteriormente e se este se encontra em uma temperatura superior de A_f é possível observar visualmente o efeito de pseudoelasticidade onde o material recupera sua forma induzida pela carga e muda da fase martensítica não maclada para a fase austenítica, como visto na Figura 12, este efeito será explicado em maior detalhe na secção 2.4.2.

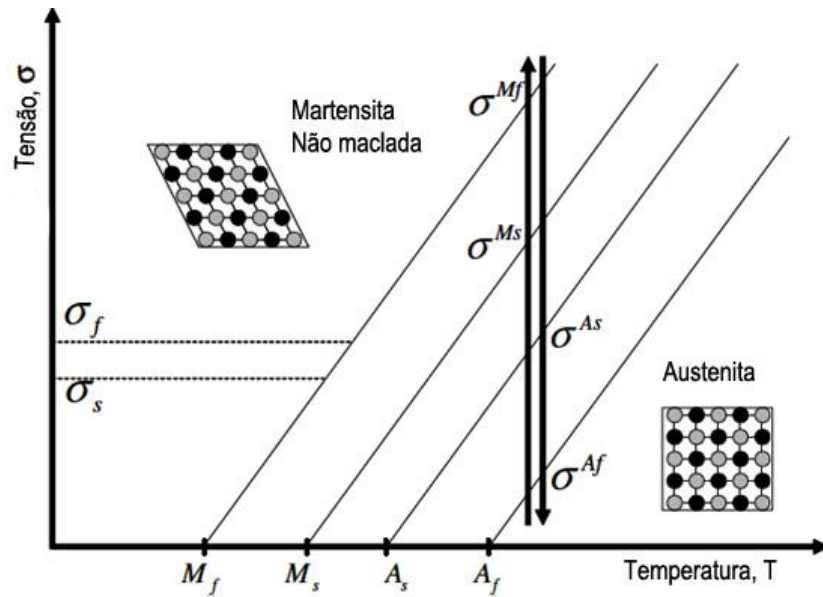


Figura 12: Caminho de carregamento Pseudoelástico (KUMAR e LAGOUDAS, 2008).

2.3 Efeitos da liga de Ni-Ti

2.3.1 Efeito de memória de forma

Com o conhecimento prévio é possível agora definir mais rigorosamente o primeiro efeito da liga, que é o efeito de memória de forma da seguinte maneira: uma liga evidencia o efeito de memória de forma quando é deformada enquanto se encontra na fase martensítica maclada e a seguir descarregado quando se encontra em uma temperatura abaixo de A_s . Quando eventualmente ele é aquecido em uma temperatura superior de A_f , a liga retornará na sua forma original e se encontrará na fase austenítica. Com uma nova queda de temperatura abaixo de M_f o material transformará de volta na sua fase original de martensita maclada.

O efeito pode ser mais bem entendido se for acompanhado o diagrama de tensão, deformação e temperatura da Figura 13. Começando no ponto A da Figura, o esfriamento da austenita sem tensão abaixo das temperaturas M_s e M_f produz a martensita maclada no ponto B numa transformação direta. Aplicando agora uma tensão no material no ponto B com a martensita maclada e se esta tensão for maior do que σ_s , é iniciado o processo de reorientação, resultando no crescimento de algumas variantes martensíticas favorecidas às expensas de outras menos favorecidas, esta tensão necessária

para a reorientação das variantes é muito menor do que a tensão necessária para a deformação plástica permanente da martensita. A demaclagem é completada em σ_f , que é reconhecida pelo fim da região plana na curva entre os pontos B e C, o material resultante é a martensita não maclada. O material é então elasticamente descarregado entre os pontos C e D, aqui o estado da martensita não maclada se mantém constante. No ponto D pode ser feito um aquecimento da liga na ausência de tensão, e é neste momento que a transformação reversa acontece, quando a temperatura chega em A_s no ponto E, a transformação é completada na temperatura de A_f no ponto F, acima da qual somente a fase austenítica existe na ausência de deformação permanente, neste processo de demaclagem a forma original macroscópica do material é finalmente alcançada no ponto A. Assim o efeito de memória de forma está definido.

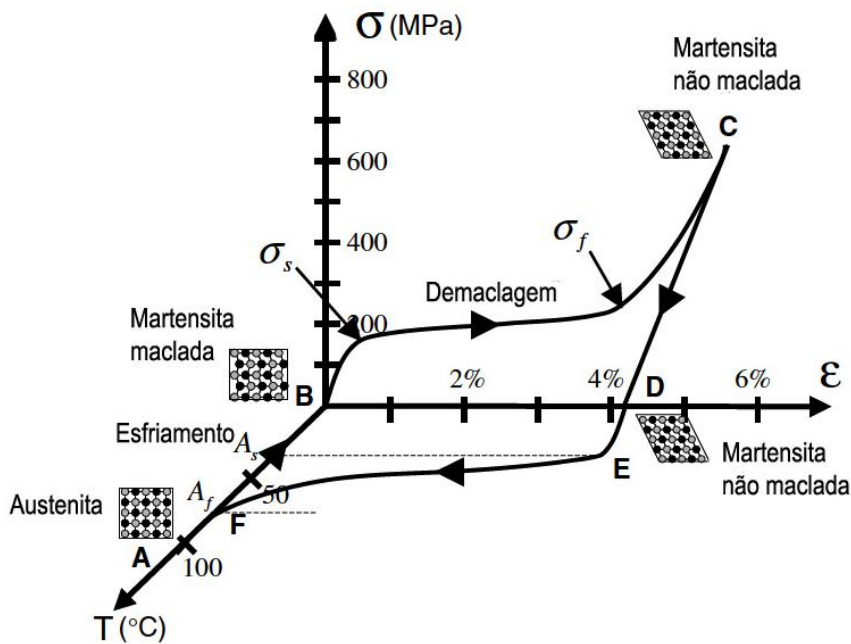
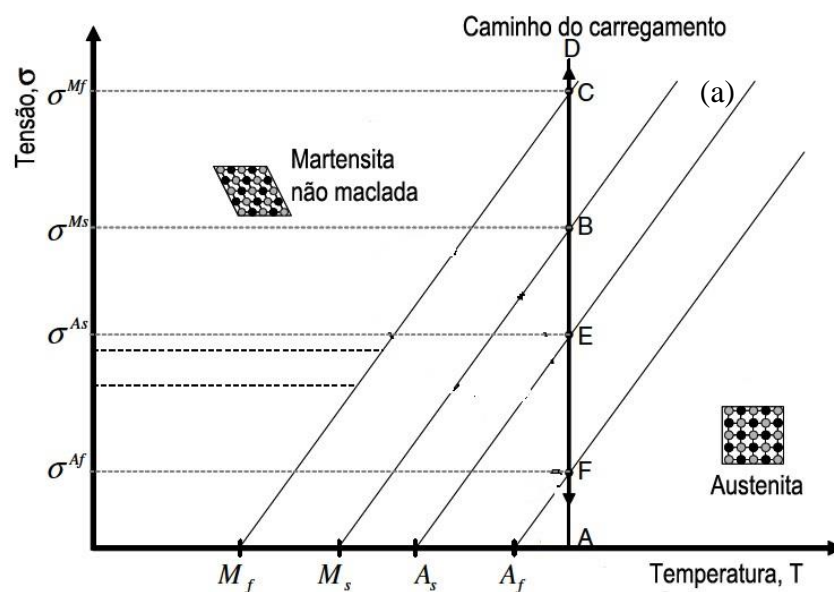


Figura 13: Diagrama de temperatura tensão e deformação para o efeito de memória de forma (KUMAR e LAGOUDAS, 2008).

2.3.2 Efeito de pseudoelasticidade

Um segundo efeito importante da liga com memória de forma é o efeito da pseudoelasticidade, que é associado com a transformação denominada de transformação induzida por tensão. A diferença entre a tensão aplicada no primeiro efeito de memória de forma e no efeito de pseudoelasticidade esta em que a tensão não é aplicada na fase martensítica maclada e sim diretamente na fase austenítica, que é o caso da liga analisada neste projeto de Ni-Ti, cujas temperaturas de M_s e A_f são de -89 e $-14,5$ °C respectivamente (obtidas experimentalmente no calorímetro na seção 4.2). No efeito de pseudoelasticidade, uma tensão é aplicada na liga com memória de forma numa temperatura cuja fase austenítica seja estável e acima de A_f , esta carga gera uma deformação na liga e a fase austenítica muda diretamente para a fase martensítica não maclada. No momento em que a tensão é retirada a liga retorna novamente na fase original austenítica.

Para ilustrar o efeito de pseudoelasticidade considerar-se-á o caminho ABCDEFA no diagrama de Tensão e Temperatura na Figura 14.a e o diagrama tensão e deformação na Figura 14.b.



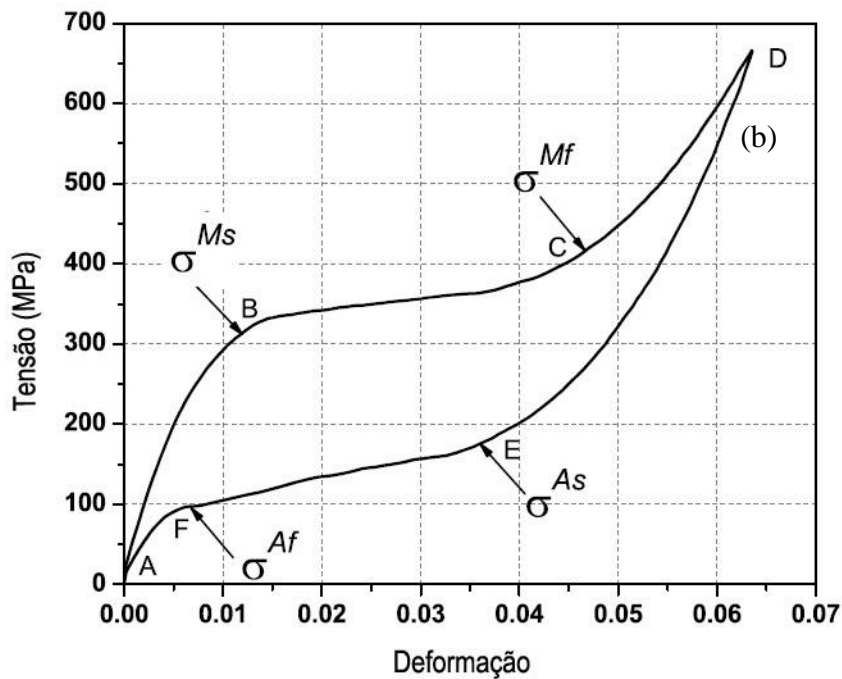


Figura 14: Efeito de pseudoelasticidade, (a) Caminho do carregamento (b) Diagrama de tensão e deformação do ciclo (KUMAR e LAGOUDAS, 2008).

Começando no ponto A na temperatura acima de A_f e sem força atuante, quando uma força é aplicada na fase austenítica, a liga é deformada elasticamente seguindo o caminho AB. Com o aumento da força em um valor específico o caminho da carga intersecta a superfície de iniciação de transformação martensítica M_s no diagrama, isto marca o ponto σ^{Ms} , onde começa a transformação da austenita em martensita não maclada induzida por tensão, que é acompanhada pela geração de uma longa e inelástica deformação pelo caminho BC da Figura 14.b, esta transformação continua até que a tensão atinge o ponto de σ^{Mf} , neste ponto o caminho do carregamento intersecta a superfície de M_f , que indica o fim da transformação, ela é indicada por uma mudança distintiva da curvatura na curva de σ - ϵ , que é associado com a deformação elástica da fase martensítica. Um posterior aumento de carga no caminho CD não causa transformação de fase, mas apenas uma deformação elástica da martensita não maclada. Quando a carga é removida gradualmente, a martensita segue o caminho de descarregamento DE, no ponto E, o caminho intersecta a superfície de começo de transformação austenítica em σ^{As} , este é o ponto onde a martensita começa a reverter em austenita. O processo depois segue o caminho EF, onde é observada a recuperação

da deformação na curva σ - ϵ , devido à transformação de fase que finaliza em F, ela corresponde ao ponto σ^{Af} , onde a curva recupera a curvatura elástica da austenita. O material depois descarrega elasticamente seguindo finalmente o caminho AF. A transformação direta e reversa durante o ciclo pseudoelástico resulta numa histerese, que no espaço da curva σ - ϵ , representa a energia dissipada no ciclo de transformação. O tamanho das histereses varia de acordo ao material e as condições de teste. A martensita formada a partir da austenita como resultado da tensão é uma forma da martensita não maclada induzida por tensão.

Capítulo 3

Materiais e Métodos

O objetivo deste capítulo é a apresentação dos experimentos realizados durante a caracterização, corte e transformação das amostras, a fim de analisar os efeitos da usinagem realizada na liga com memória de forma. A motivação da pesquisa e dos experimentos realizados foi a pouca teoria encontrada em relação à usinagem desta liga e seus efeitos nas temperaturas de transformação críticas e efeitos de memória e pseudoelasticidade.

3.1 Material para experimentação

Na Figura 15 é apresentado o material de Ni-Ti, que foi usinado para a obtenção de amostras estudadas neste projeto, ele é uma barra cilíndrica possui 85 mm de comprimento e 8 mm de diâmetro. A composição deste, segundo Rego (2013) foi avaliada pelo método de difração por raios-X e contém: 57,44% de Níquel, 42,23% de Titânio, 0,16% de Cálcio, 0,10% de Ferro e 0,06% de Actínio.



Figura 15: Barra de Ni-Ti com memória de forma.

3.2 Processo de usinagem

Na obtenção das amostras foi efetuado o processo de usinagem conhecido pelo nome de sangramento (torneamento radial). Este é um processo destinado à obtenção de superfícies planas com o auxílio de uma ferramenta monocortante. Neste processo a peça gira em torno do eixo principal da máquina e a ferramenta se desloca na direção radial, perpendicularmente ao eixo de rotação da máquina. As amostras foram previamente usinadas por Rego (2013). Para o corte das amostras foi utilizada a ferramenta N123G2-0300-0002-CM 1125 do grupo S do fabricante Sandvik.

As amostras da Figura 16 foram obtidas por Rego (2013) da barra com memória de forma. Para a usinagem delas foi utilizado o torno CNC Romi Cosmos 10U, disponível no Centro de Estudos em Fabricação a Comando Numérico (CEFCON), pertencente ao departamento de engenharia mecânica.

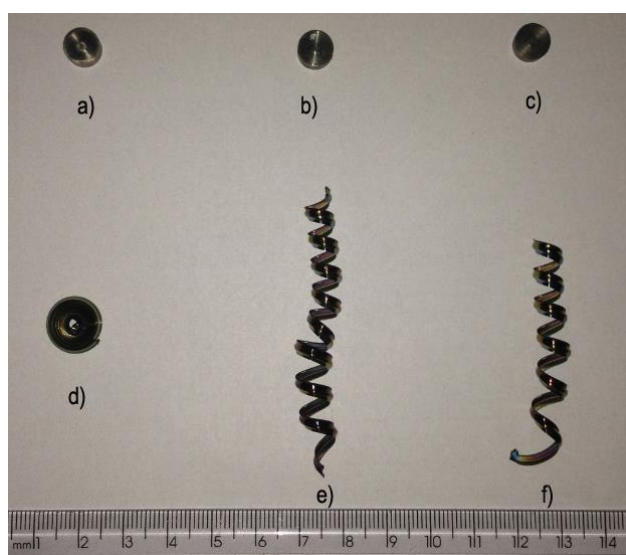


Figura 16: Material Experimental obtido por Rego (2013), Onde a, b, e c foram usinadas com velocidades de corte de 15m/min 18m/min e 21m/min respectivamente e seus cavacos correspondentes embaixo d, e, e f.

Os parâmetros de corte utilizados foram o avanço por dente de 0,1mm/rot e as velocidades de corte de 15m/min 18m/min e 21m/min. Para esta escolha foi seguida a velocidade de corte recomendada pelo fabricante de 17m/min. É importante ressaltar que a velocidade de o corte (v_c) foi mantida constante mudando-se a rotação (n) para um mesmo experimento. A equação que relaciona estas grandezas é a Equação 1:

$$v_c = \frac{\pi \cdot \phi \cdot n}{1000} \quad (1)$$

Onde ϕ é o diâmetro da peça.

3.3 Preparação das amostras para análise

O ISOMET é uma máquina capaz de cortar com precisão amostras de pequenas dimensões, ela possui um disco fino com borda de diamante (Diamond Wheel). Como visto na Figura 17, o disco esta em contato com um fluido refrigerante (álcool) durante o corte. Este tipo de corte garante uma temperatura constante e uma menor área de interação durante o corte do material. Foi escolhida esta operação para reduzir o alívio de tensões residuais geradas pelo processo de usinagem em estudo com um aumento de temperatura durante o corte. As dimensões e peso das amostras são limitados pelo tamanho do cadinho onde a amostra é colocada no calorímetro de aproximadamente 5 milímetros. Foram retiradas 3 amostras do cavaco resultante da usinagem com velocidades de corte de 15m/min 18m/min e 21m/min. Também foi retirada uma porção do material da liga sem usinagem, isto para estabelecer um referencial de comparação entre os resultados experimentais da calorimetria. As amostras do cavaco e do material sem usinagem se encontram na Figura 18.

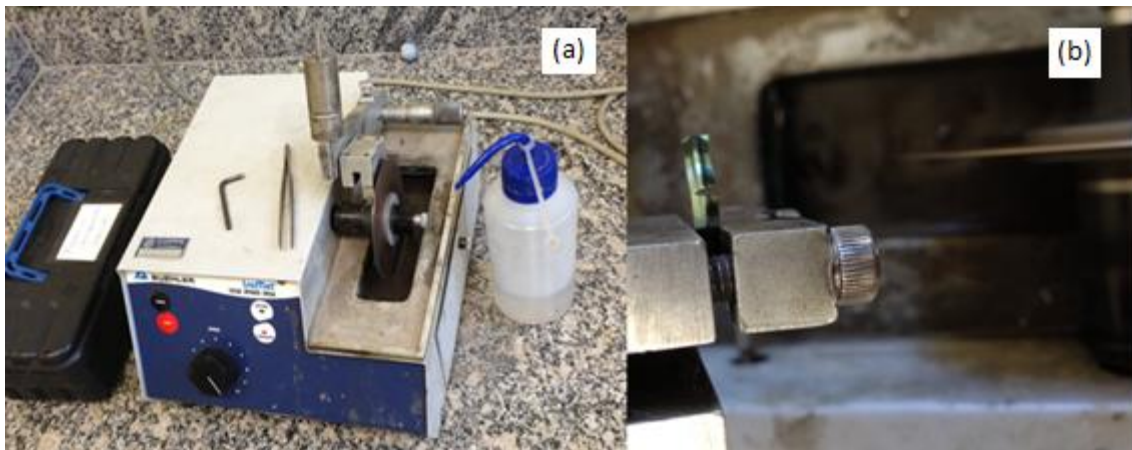


Figura 17: Preparação da amostra. (a) Isomet, (PEMM/COOPE), (b) Cavaco durante o corte.

A geometria dos cavacos em forma de mola impediu a fixação deles na máquina Isomet, pois ela foi projetada para corte de barras de metal de pequeno diâmetro, por tanto foi cortada uma espira de cada mola de cavaco com um alicate de

pressão para poder fixar o material e obter as amostras da metade da espira como mostra a Figura 17. As amostras obtidas serão analisadas posteriormente no calorímetro.

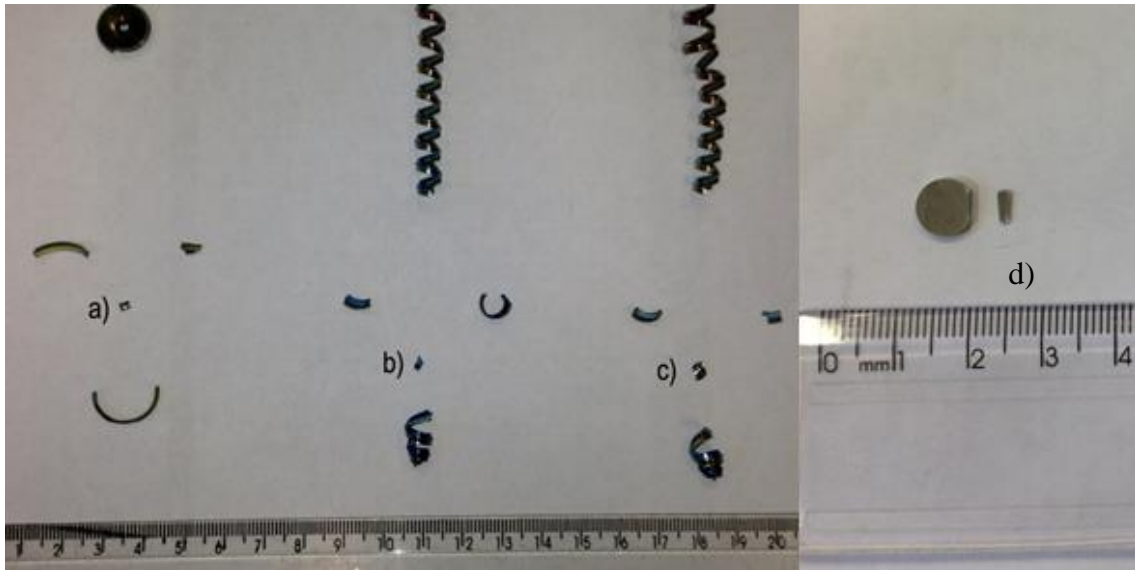


Figura 18: Amostras retiradas do cavaco usadas no calorímetro (a)15m/min, (b) 18m/min (c) 21m/min (c) Amostra do material sem usinagem.

3.4 Análise das Amostras por Microscopia ótica

Na microscopia ótica são empregados sistemas óticos e de iluminação para o estudo da microestrutura da superfície de um material. Os contrastes da imagem produzida resultam das diferenças de refletividade das varias regiões da microestrutura. Investigações deste tipo são chamadas de metalografias. Normalmente preparos da superfície cuidadosos e meticulosos são necessários para revelar detalhes importantes da microestrutura. A superfície analisada deve ser lixada e polida até atingir um acabamento liso e espelhado, isto é conseguido utilizando-se papeis e pós-abrasivos sucessivamente mais finos. A microestrutura é revelada mediante a aplicação de um tratamento químico na superfície, que usa um reagente apropriado em um procedimento conhecido como ataque químico. A reatividade química de alguns grãos depende da orientação cristalográfica. Quando a luz incide na direção normal à superfície do grão a textura deste, pode ser apreciada pelas diferentes propriedades de refletância de cada grão. O Microscópio utilizado foi o Olympus BX60M da Figura 19, com ampliações de 50x, 100x, 200x e 500x. Este se encontra disponível no laboratório de aulas praticas e metalografia do PEMM.



Figura 19: Microscópio óptico Olympus BX60M (PEMM/COPPE).

Para observar se a microestrutura da liga em estudo sofreu uma modificação por causa da usinagem, foi feita a microscopia ótica da porção da barra sem usinagem, isto, para estabelecer um referencial inicial das amostras da Figura 18, para tal foi efetuado o corte da barra com fluido refrigerante (água) na temperatura ambiente (25°C) da Figura 15 com a máquina de corte Arocor da Figura 20, resultando na peça de aproximadamente 8 milímetros de comprimento da Figura 21.



Figura 20: Máquina de corte Arocor com fluido refrigerante.

O polimento da amostra obtida foi necessário para a caracterização da amostra referencial, devido que a microscopia ótica, requer uma superfície plana e espelhada (polimento com lixa fina) para a análise e obtenção de imagens da fase e tamanho de grão. Esta região plana foi criada a partir da seção longitudinal da amostra como visto na Figura 21, com um devaste contínuo com fluido refrigerante por meio do lixamento da amostra. Este procedimento foi efetuado assim para poder analisar uma superfície afastada o suficiente das extremidades, as quais foram afetadas mecanicamente durante o corte.



Figura 21: Na esquerda a amostra cortada da barra sem usinagem, na direita amostra polida para referência.

Após a obtenção da amostra polida, foi efetuado o ataque químico nela, para poder revelar assim a sua microestrutura. A solução empregada foi de: 2 ml de ácido fluorídrico (HF), 5 ml de ácido nítrico (HNO₃) e 30 ml de ácido acético glacial (OH₃COOH). A amostra foi submersa na mistura, durante no máximo de 30 segundos para evitar a degradação. O ataque químico foi feito imediatamente após a mistura dos ácidos, pois a solução perde a capacidade de atacar a liga de Ni-Ti em menos de 20 minutos (Annotated metallographic Specimens, 1988).

É importante ressaltar que na microscopia ótica foram analisadas apenas as amostras usinadas a, b e c da Figura 16 junto com a amostra de referencia da Figura 21.

3.5 Calorimetria diferencial

A calorimetria diferencial DSC (*Differential Scanning Calorimeter*), é uma técnica termo analítica na qual a diferença na quantidade de calor requerido para incrementar a temperatura de uma amostra e de sua referencia é medida como uma função da temperatura. Ambos o cadinho com a amostra e o cadinho vazio de referencia são mantidos na mesma temperatura de referencia ao longo do experimento. O DSC aumenta ou diminui a temperatura ao longo do tempo, onde a referencia deve ter uma capacidade calorifica definida ao longo das temperaturas analisadas. Um resultado esquemático do DSC é mostrado na Figura 22.

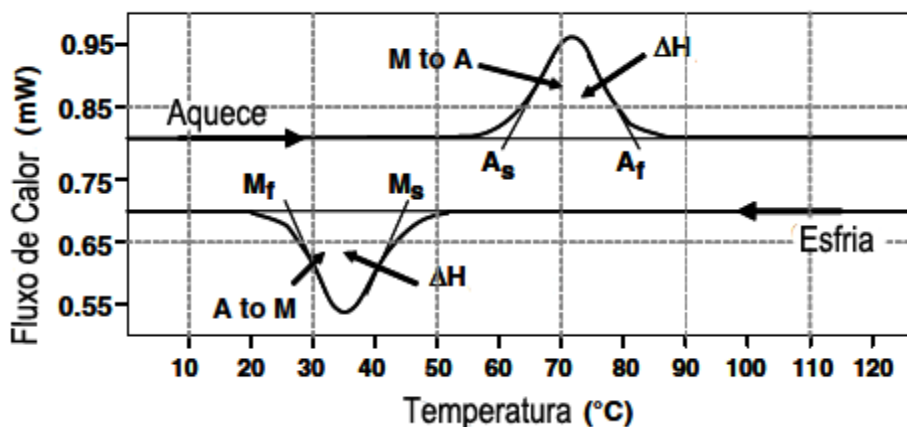


Figura 22: Curvas teóricas de aquecimento e resfriamento do DSC (KUMAR e LAGOUDAS, 2008).

O melhor aporte desta análise ocorre quando a amostra sofre uma transformação de fase, ao equilibrar a temperatura, o cadinho com a amostra é obrigado a absorver uma maior ou menor quantidade de fluxo de calor do que o cadinho vazio de referencia dependendo de se a transformação é exotérmica ou endotérmica. Ao observar esta diferença de fluxo de calor entre os cadinhos, o sensor do DSC quantifica seus valores durante toda a mudança de temperatura.

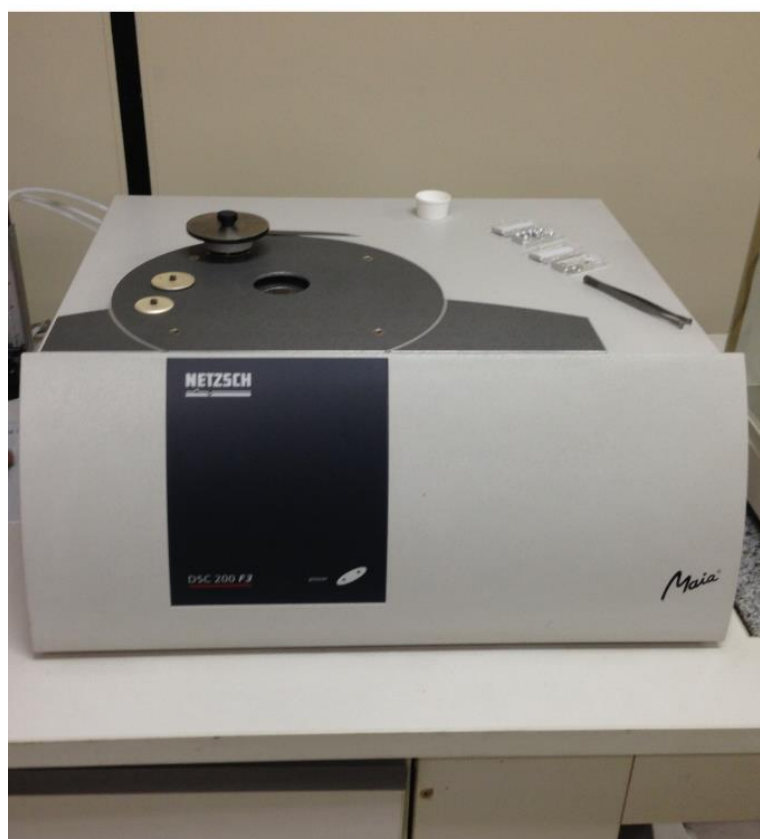


Figura 23: Calorímetro Diferencial, NETZSCH DSC 200F3 (LAVI, PEM).

Após a obtenção das amostras e da amostra de referencia, foi realizada a análise por DSC. A dimensão destas foi limitada pelo tamanho do cadinho porta amostral próprio do modelo da máquina utilizada da Figura 23. As amostras são colocadas dentro do cadinho tendo cuidado de evitar adicionar gordura à amostra durante o manuseio das mesmas, os cadinhos são fechados com ajuda de uma prensa manual de pequeno porte e uma vez fechado é feita a pesagem do cadinho da Figura 24, logo depois é colocado dentro do calorímetro junto com outro cadinho vazio referencia, a análise começa após a inserção do intervalo de temperaturas desejado.

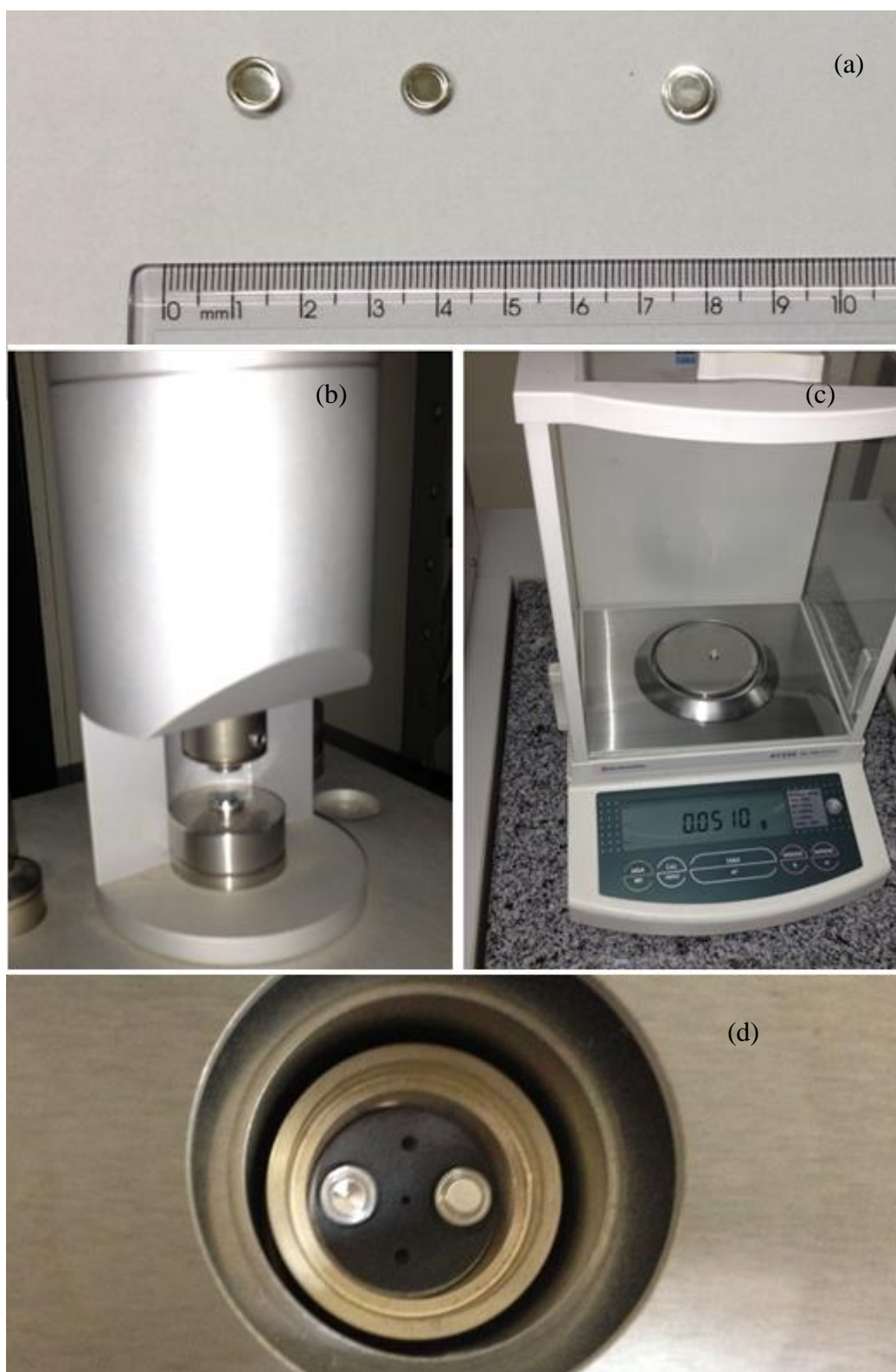


Figura 24: Preparação do Cadinho (a) Cadinho porta amostral do calorímetro, (b) Prensa manual, (c) Balança eletrônica, (d) Cadinho com a amostra e de referencia dentro do calorímetro.

É importante ressaltar que na calorimetria diferencial foram analisadas apenas as amostras dos cavacos a, b e c junto com a amostra de referencia d, todas elas na Figura 18.

As amostras estão prontas para a análise e tomada de dados, o software do Calorímetro gera um arquivo txt. com os dados experimentais, estes dados são apresentados no Capítulo 4, e analisados no Capítulo 5.

Capítulo 4

Resultados experimentais

Neste capítulo são apresentados os resultados experimentais da microscopia ótica e da calorimetria diferencial, ambos realizados nas amostras para análise dos efeitos da usinagem na liga com memória de forma.

4.1 Resultados da microscopia ótica

4.1.1 Amostra polida sem usinagem

As primeiras análises foram realizadas em uma amostra polida que não passou pelo processo de usinagem. As lamelas observadas das figuras 25 e 26 são lamelas características de uma microestrutura martensítica onde também podem ser observadas pequenas porções de austenita retida. Estes resultados indicam a transformação martensítica não maclada induzida por tensão. Pode-se afirmar que esta transformação aconteceu por influencia da tensão e não da temperatura já que a liga em estudo de Ni-Ti possui estrutura austenítica na temperatura ambiente como visto na Figura 30, onde a transformação martensítica por influencia da temperatura acontece apenas em resfriamentos abaixo de -80°C .



Figura 25: Liga de Ni-Ti polida com aumento de 50x.

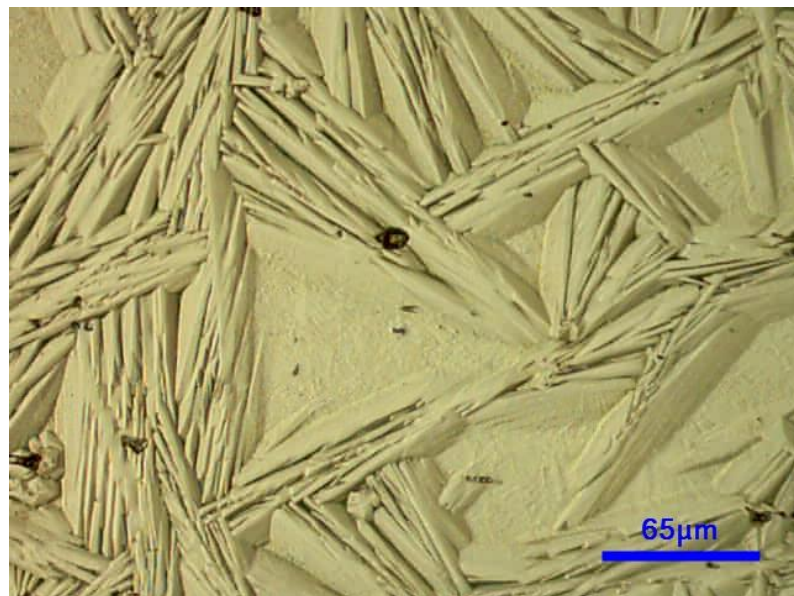


Figura 26: Liga de Ni-Ti polida com aumento de 200x.

4.1.2 Amostras submetidas ao processo de usinagem

A Figura 27 traz a imagem da amostra *a*, da Figura 16 do Capítulo 3, com um aumento de 100x enquanto a Figura 28 mostra a imagem da mesma amostra depois de receber o ataque químico da seção 3.5. Nesta figura observa-se novamente a aparição de lamelas características da fase martensítica não maclada indicando uma transformação martensítica induzida por tensão após a usinagem. A Figura 29 apresenta o aumento de

200x da mesma amostra. Outras imagens das amostras usinadas com as velocidades de 18 e 21m/min podem ser vistas no apêndice A em anexo.

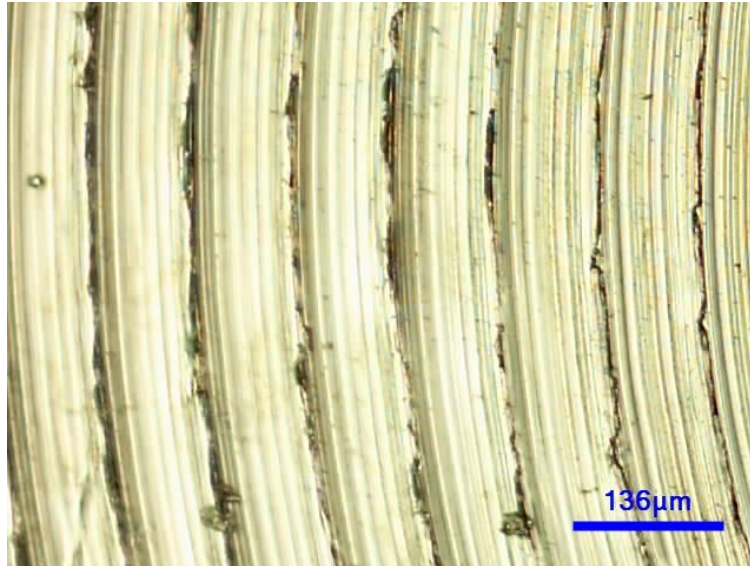


Figura 27: Liga de Ni-Ti usinada a 15m/min sem ataque químico aumento de 100x.



Figura 28: Liga de Ni-Ti usinada a 15m/min com ataque químico aumento de 100x.

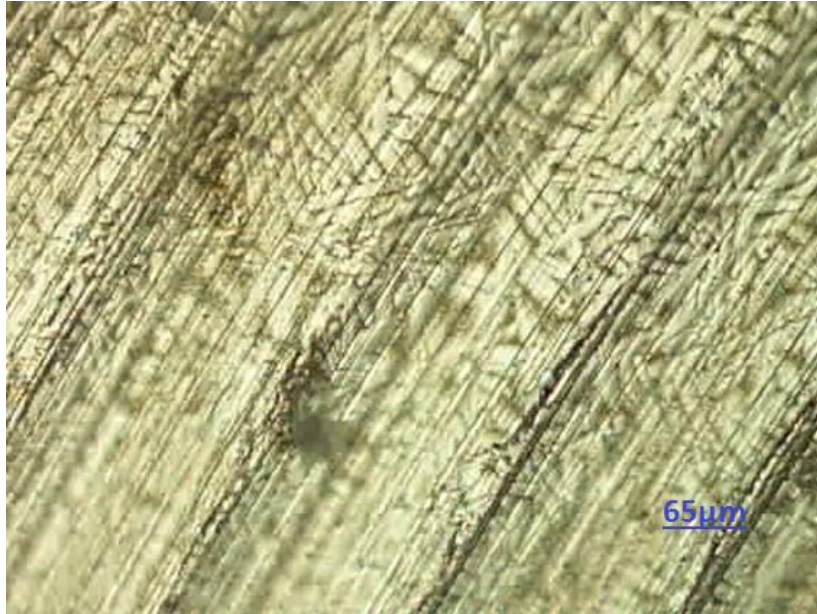


Figura 29: Liga de Ni-Ti usinada a 15m/min sem ataque químico aumento de 200x.

4.2 Resultados da calorimetria

Os resultados obtidos no ensaio de calorimetria diferencial indicam no resfriamento, o fluxo de calor removido e no aquecimento o fluxo de calor adicionado na amostra usinada para mudar a sua temperatura e conseqüentemente a sua fase em mV/mg. Estão representadas nas curvas: vermelha, verde e azul os passos de resfriamento das amostras de 15m/min, 21m/min e 18m/min, conforme mostrado na Figura 30, indicando respectivamente o primeiro, segundo e terceiro passos. A curva preta indica o caminho da amostra de referencia da figura que não sofreu usinagem. Analogamente a Figura 31 mostra os passos de aquecimento das amostras de cavaco e referencia.

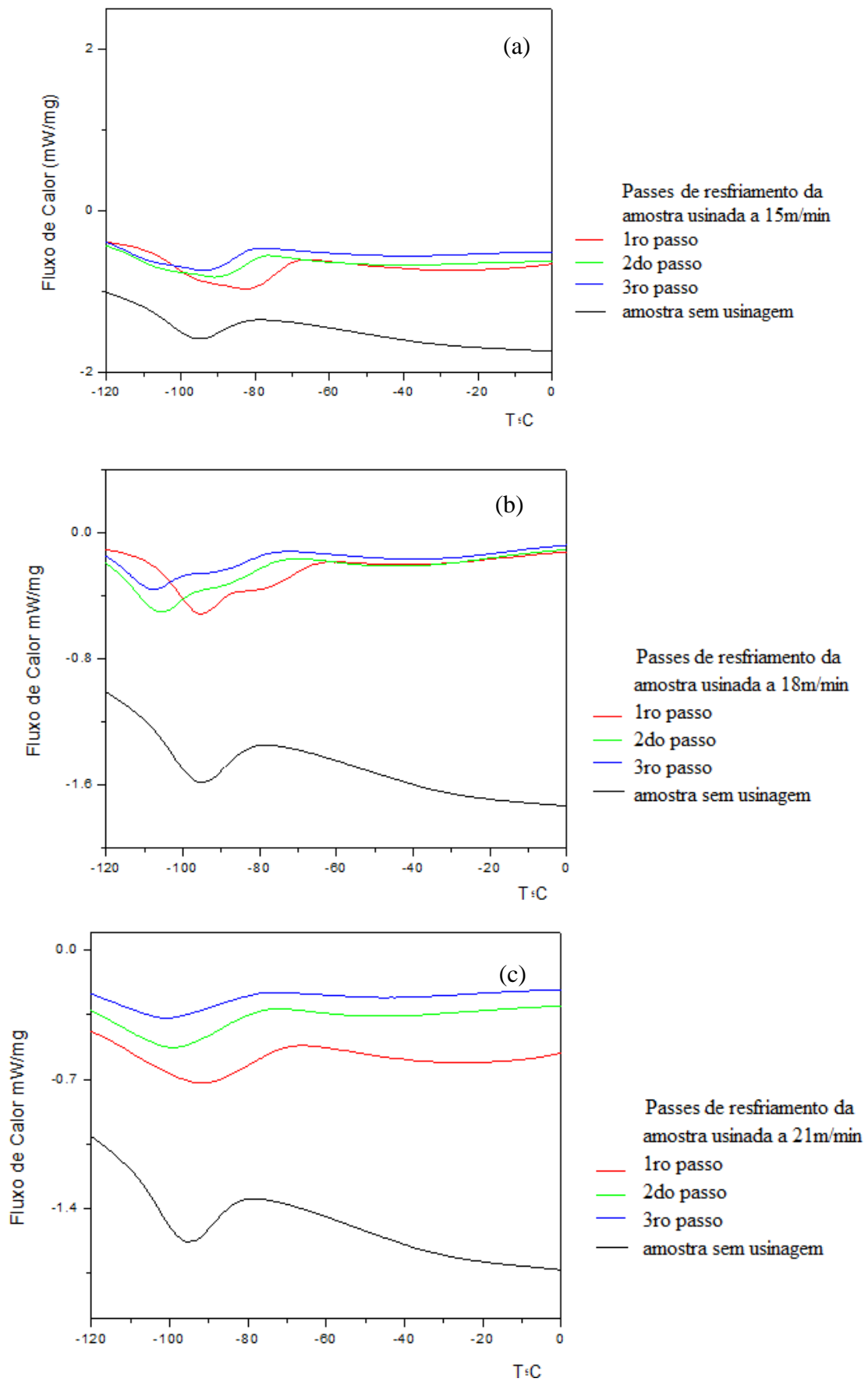


Figura 30: Resultados calorimetria, passes de resfriamento, (a) vc 15m/min, (b) vc 18m/min, (c) vc 21m/min.

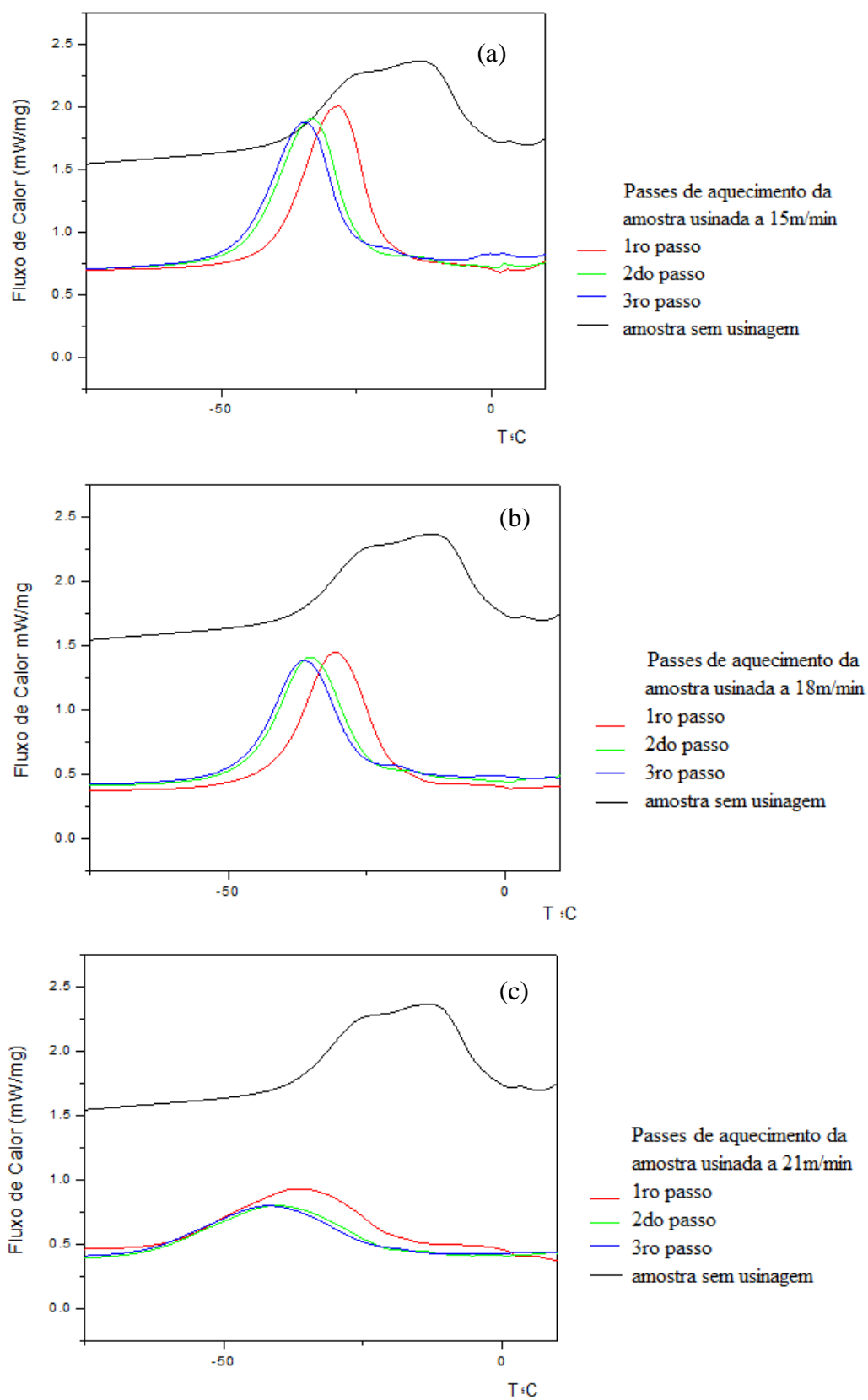


Figura 31: Resultados calorimetria, passes de aquecimento, (a) vc 15m/min, (b) vc 18m/min, (c) vc 21m/min.

A Figura 32 apresenta as três curvas nos três primeiros passes de aquecimento das amostras usinadas com velocidades diferentes de 15m/min, 18m/min e 21m/min respectivamente.

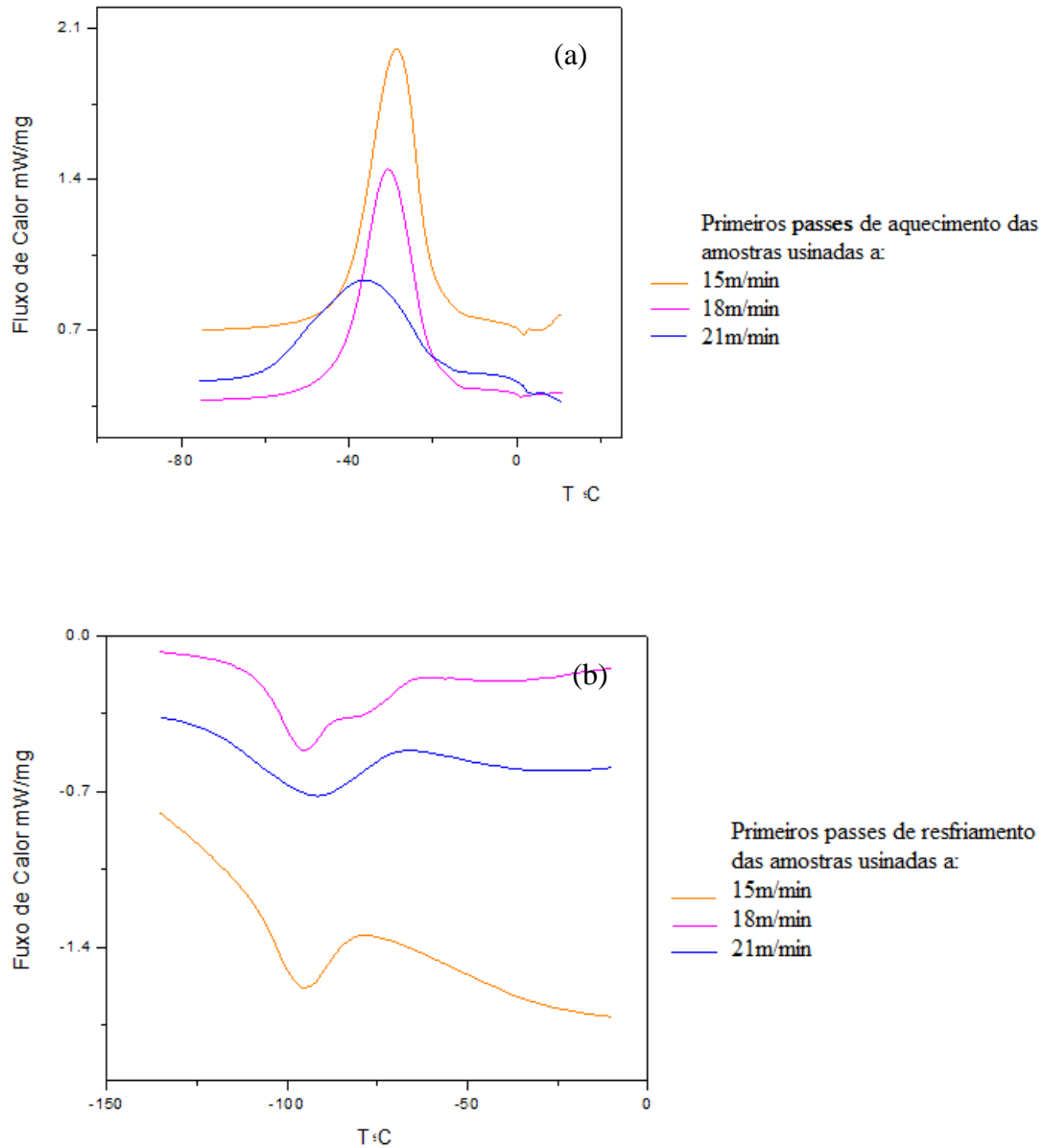


Figura 32: Fluxo de Calor nos três primeiros passes de aquecimento e resfriamento em amostras usinadas com diferentes velocidades de corte.

Neste gráfico observa-se a influência da velocidade de corte na energia total necessária para a mudança de fase da amostra. A análise dos dados experimentais obtidos neste capítulo será feita no Capítulo 5.

Capítulo 5

Análise das temperaturas de transformação e modelo proposto

Através da calorimetria experimental obtiveram-se as curvas de aquecimento e resfriamento dos cavacos usinados com diferentes velocidades e do material não usinado. Cada amostra de cavaco foi submetida a 3 caminhos de resfriamento e 3 caminhos de aquecimento, alternadamente, fazendo no total 9 curvas experimentais. Pode-se observar, na Figura 32, que a velocidade de corte influencia nas temperaturas críticas de transformação e também na energia total absorvida durante a transformação de fase.

Com os dados obtidos nas curvas experimentais de energia e temperatura. Decidiu-se por aproximar uma curva geral teórica às curvas experimentais para poder prever assim as temperaturas críticas de transformação e energia total necessária para a transformação de qualquer amostra do material usinado entre as velocidades de 15 e 21m/min.

5.1 Modelo proposto para o aquecimento

Em um modelo geral de ajuste não linear de dados experimentais se tem as variáveis (energia, temperatura) e os parâmetros de ajuste (y_0, x_c, A e w). Para fazer uma boa aproximação ajustam-se os parâmetros do modelo na tentativa de minimizar os desvios (distâncias) entre a dispersão de dados experimental e os pontos da curva teórica calculada. Para efetuar esta aproximação são implementados códigos nos ambientes *OriginPro8* e *Mathematica 5.2*.

Decidiu-se utilizar a Equação 2 como um modelo empírico:

$$y = y_0 + \frac{A}{w\sqrt{\pi/2}} e^{-\frac{(x-x_c)^2}{w^2}} \quad (2)$$

Este é um modelo gaussiano e é usado para fazer o ajuste não linear feito através do software *Origin*, este software usa o algoritmo de Levenberg-Marquardt (L-M) em um procedimento iterativo que ajusta os parâmetros da curva teórica. Este algoritmo combina os métodos de Gauss-Newton e de passo-descendente, onde os parâmetros que modificam a forma e posição do gráfico são: A , área da curva, y_0 , a referência ao eixo das ordenadas, x_c , a abscissa do ponto máximo e w , a largura da curva. A variável x representa a temperatura e a variável y representa o fluxo de calor absorvido durante a transformação como mostra a figura 33, onde y_c e w são:

$$y_c = y_0 + A/(w * \sqrt{\pi/2}) \quad (3)$$

$$w = w_1/\sqrt{\ln(4)} \quad (4)$$

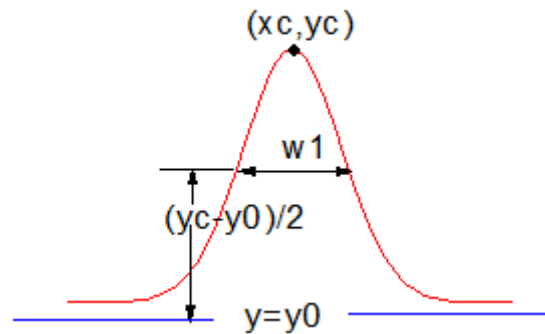


Figura 33: Constantes da Equação de Gauss do ajuste no Origin.

Inserindo os dados do primeiro passo de aquecimento da velocidade 15m/min, numa tabela do Origin, e com a temperatura em graus Celsius no eixo das abcissas e do fluxo de calor para a transformação em mW/mg no eixo das ordenadas, cria-se a curva experimental preta na Figura 34. A seguir, para fazer o ajuste não linear insere-se a formula de ajuste gaussiano, para o ajuste dos dados no programa *Origin* que calcula a curva vermelha da mesma figura com a melhor aproximação. Os resultados dos parâmetros do ajuste se encontram na Tabela 1.

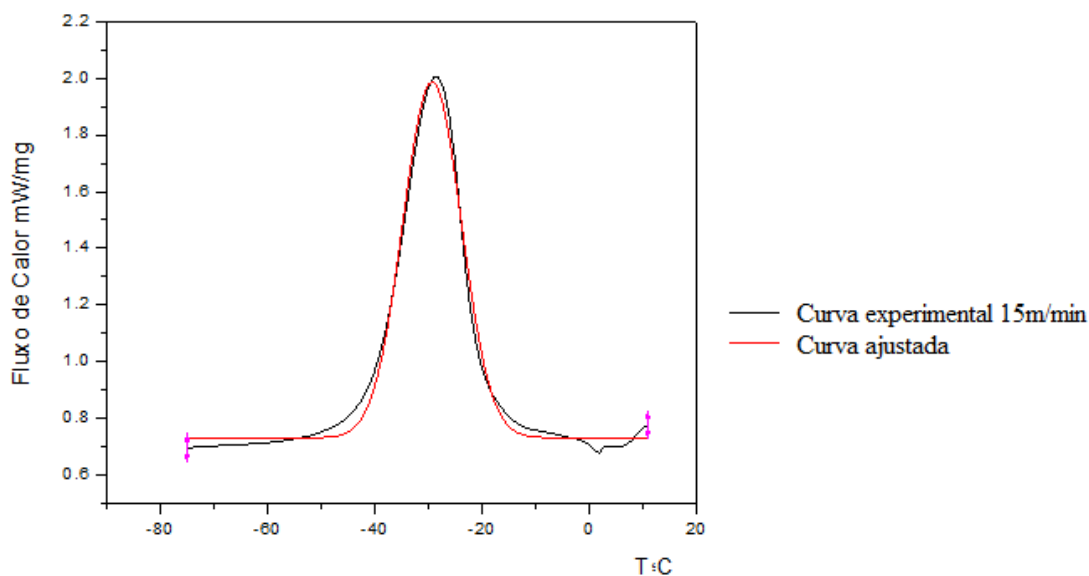


Figura 34: Curva ajustada pela função de Gauss no *software Origin*.

	A	B	C	D
1	Equation	$y=y_0 + (A/(w*\text{sqrt}(PI/2)))*\text{exp}(-2*((x-x_c)/w)^2)$		
2	Adj. R-Square	0.99082		
3			Value	Standard Error
4	DSC15Passo2 Aq/(uV/mg)	y0	0.73284	0.00469
5	DSC15Passo2 Aq/(uV/mg)	x_c	-29.37374	0.07046
6	DSC15Passo2 Aq/(uV/mg)	w	10.88599	0.15218
7	DSC15Passo2 Aq/(uV/mg)	A	17.13911	0.23521
8	DSC15Passo2 Aq/(uV/mg)	sigma	5.44299	
9	DSC15Passo2 Aq/(uV/mg)	FWHM	12.81727	
10	DSC15Passo2 Aq/(uV/mg)	Height	1.2562	

Tabela 1: Resultados das constantes de ajuste da Equação de Gauss no *software Origin*.

Pode-se repetir este procedimento para os dois passes restantes de aquecimento da amostra usinada com 15m/min e para cada um dos passes de aquecimento das amostras usinadas com velocidades de corte de 18m/min e 21m/min, criando um conjunto de resultados de y_0 , x_c , w , e A , organizados nas Tabelas 2, 3 e 4.

Ciclo	y_o	x_c	w	A
1	0.7328	-29.3637	10.8859	17.1391
2	0.7516	-34.0773	11.0631	15.6709
3	0.7839	-35.2384	10.9090	14.6462

Tabela 2: Resultados das constantes da função de Gauss para o aquecimento do cavaco usinado a 15m/min.

Ciclo	y_o	x_c	w	A
1	0.4096	-30.7551	11.4709	14.5761
2	0.4609	-35.2671	11.5132	13.3762
3	0.4782	-36.3312	11.3665	12.6219

Tabela 3: Resultados das constantes da função de Gauss para o aquecimento do cavaco usinado a 18m/min.

Ciclo	y_o	x_c	w	A
1	0.4456	-37.2013	23.0897	13.8863
2	0.4136	-40.6246	21.6350	10.5672
3	0.4274	-41.9624	20.8738	9.7381

Tabela 4: Resultados das constantes da função de Gauss para o aquecimento do cavaco usinado a 21m/min.

Pode-se agora calcular as medias de y_o, x_c, w , e A , para cada velocidade de corte, e obter uma curva ajustada com estas medias para cada velocidade de corte, para tal foi utilizado o software *Mathematica*. Na Figura 35 podem ser observadas as curvas experimentais coloridas para o cavaco com velocidade de 15m/min e a curva preta ajustada com as medias dos parâmetros para a mesma velocidade. As medias dos parâmetros para cada velocidade se encontram na tabela 5.

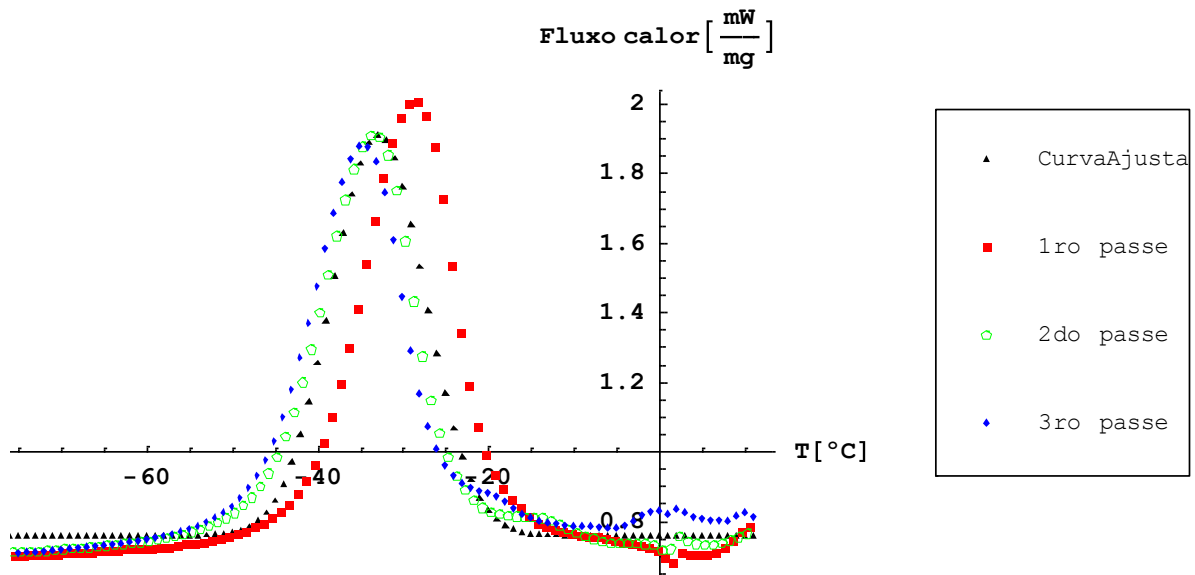


Figura 35: Resultados Calorimetria no *Mathematica*. Três passes de aquecimento do cavaco usinado a 15m/min e a melhor curva ajustada com a função de Gauss.

v_c (m/min)	y_0	x_c	w	A
15	0.7561	-32.8931	10.9527	15.8188
18	0.4496	-34.1178	11.4503	13.5248
21	0.4289	-39.9295	21.8662	11.3973

Tabela 5: Resultados dos parâmetros da função de Gauss das 3 melhores curvas ajustadas para as velocidades de corte de 15m/min, 18m/min e 21m/min.

Pode-se agora linearizar estes dados com o método dos mínimos quadrados para os 3 resultados de cada um dos 4 parâmetros de cada velocidade. Onde y é a fluxo de calor da transformação, v_c , é a velocidade de corte e T é a temperatura, escrevendo-os como as Equações 5, 6, 7 e 8 em função da velocidade de corte,

$$y_0 = 1.5265 - 0.0545 v_c \quad (5)$$

$$x_c = -14.5378 - 1.1727 v_c \quad (6)$$

$$w = -17.9840 + 1.8189 \nu c \quad (7)$$

$$A = 26.8448 - 0.7369 \nu c \quad (8)$$

Estas equações são válidas apenas para o intervalo de entre 15 e 21m/min em que foram ajustadas, em seguida inserem-se na equação 1 obtendo-se a Equação 9, que é a equação geral do fluxo de calor dependente agora apenas da velocidade de corte desejada e da temperatura.

$$y(\nu c, T) = 1.5265 - 0.0545 \nu c + \frac{e^{-\frac{2(14.5378+T+1.1727\nu c)^2}{(-17.9840+1.8189\nu c)^2}} \sqrt{\frac{2}{\pi}}(26.8448-0.7369\nu c)}{-17.9840+1.8189\nu c} \quad (9)$$

Com esta equação é possível criar uma tabela de temperaturas no Mathematica para velocidades teóricas entre 15 e 21 para poder visualizar as curvas de energia e temperatura de cada velocidade calculada pela Equação geral 9. A Figura 36 representa as curvas teóricas de fluxo de calor para amostras teóricas que teriam sido usinadas em velocidades teóricas de 15, 16, 17, 18, 19, 20 e 21m/min.

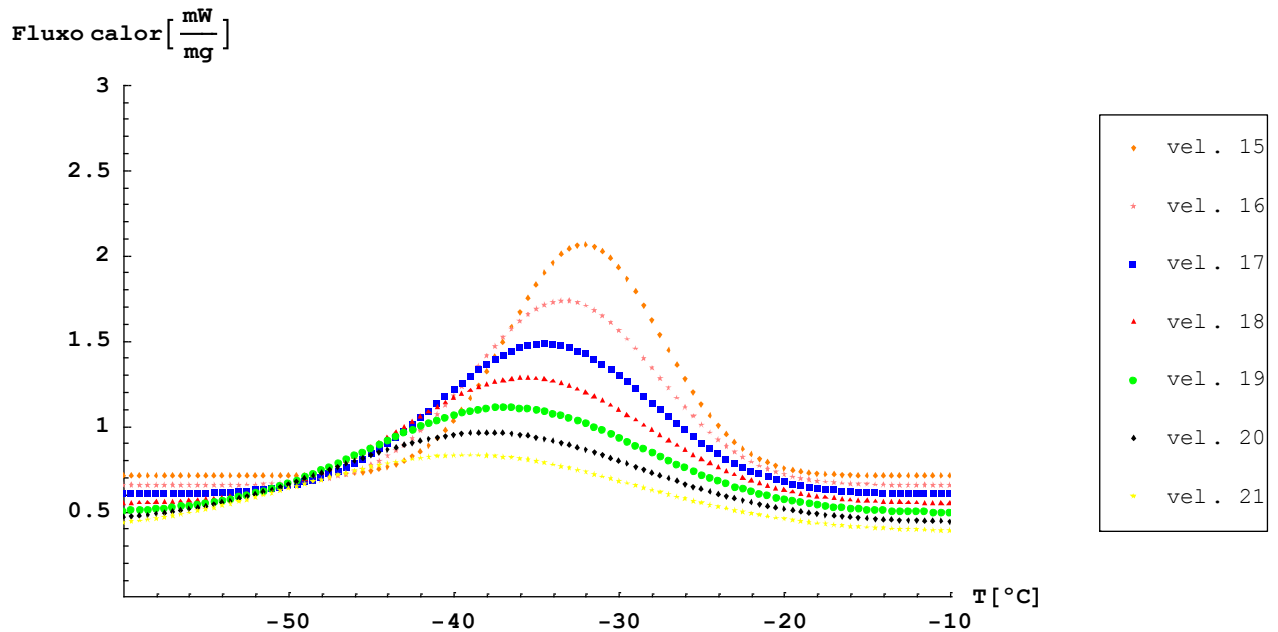


Figura 36: Previsão de resultados para as velocidades de 15 a 21m/min.

Pode-se ainda fazer uma comparação entre as curvas experimentais e a curva calculada pela Equação 6. Na Figura 37 são mostrados os três passes de aquecimento

experimentais para a amostra usinada a 15m/min e a curva teórica calculada pela Equação 9. Analogamente são mostradas nas Figuras 38 e 39 as mesmas curvas para as velocidades de 18 e 21 m/min.

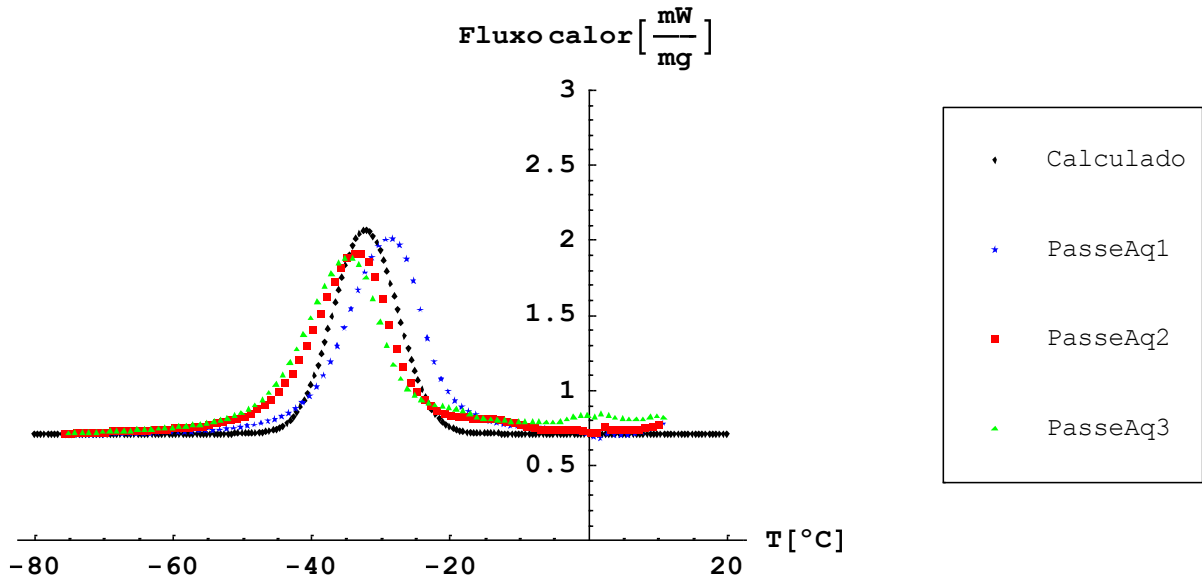


Figura 37: Comparação do modelo proposto e da curva experimental da amostra usinada com velocidade de 15m/min.

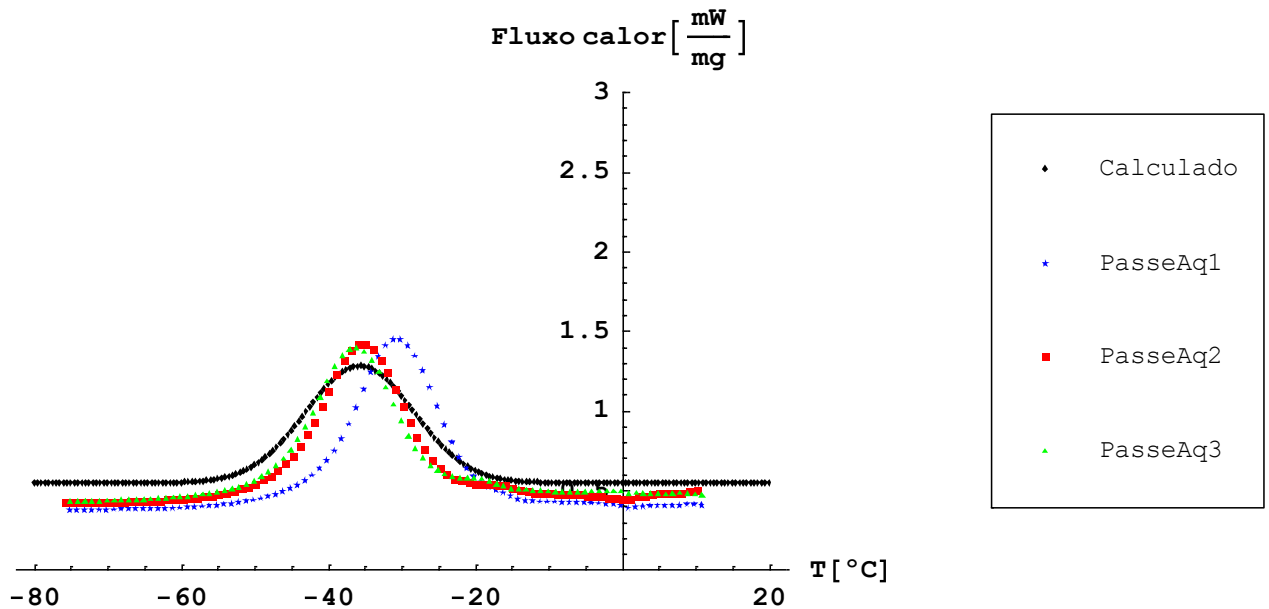


Figura 38: Comparação do modelo proposto e da curva experimental da amostra usinada com velocidade de 18m/min.

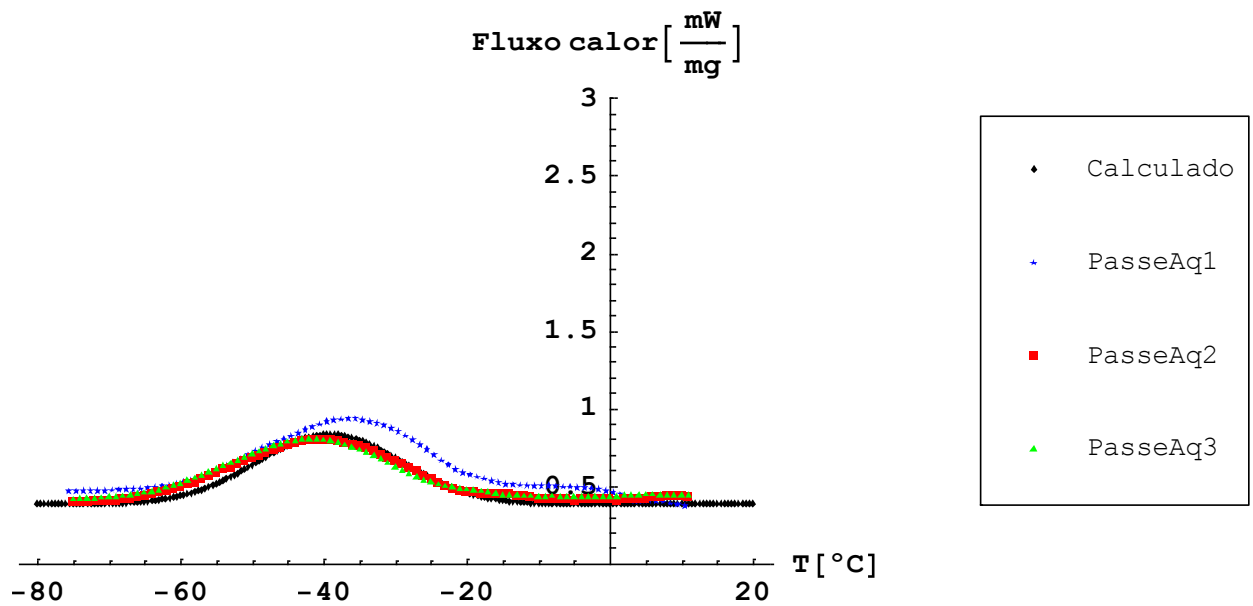


Figura 39: Comparação do modelo proposto e da curva experimental da amostra usinada com velocidade de 21m/min.

5.2 Análise da evolução das temperaturas a partir do modelo proposto com a variação da velocidade

Para quantificar o fluxo de calor absorvido durante a transformação é necessário saber as temperaturas de início e de fim da transformação de A_s^σ e A_f^σ da Figura 36. Para encontrar o valor A_s^σ foi estabelecido no *Mathematica* o seguinte critério: são testados todos os pontos de fluxo de calor da equação 9 em determinada temperatura para uma velocidade escolhida, e quando a diferença entre a altura do ponto testado e a altura do ponto mínimo e for maior do que 1% do valor da diferença entre a altura do ponto máximo e ponto mínimo, então adota-se este ponto como sendo A_s^σ . Para achar A_f^σ o teste de pontos continua até que achar o último ponto com o valor da diferença maior do que 1%. Na Tabela 6 estão indicados estes valores onde $Hmax$ e $Hmin$, que são os pontos máximo e mínimo de fluxo de calor que correspondem às temperaturas A_s^σ e A_f^σ respectivamente.

vc [m/min]	$Hmax$ [mW/mg]	$Hmin$ [mW/mg]	A_s^σ [°C]	A_f^σ [°C]
15	2.0628	0.7085	-46	-18.5
16	1.7335	0.6539	-50	-16.5
17	1.482	0.5994	-54	-15
18	1.2790	0.5448	-58.	-13.5
19	1.1084	0.4903	-61.5	-12.
20	0.9609	0.4358	-65.5	-10.5
21	0.8300	0.3812	-69.5	-8.5

Tabela 6: Resultados teóricos dos fluxos máximo $Hmax$ e mínimo $Hmin$ de calor alcançados nas temperaturas de início A_s^σ e fim A_f^σ da transformação austenítica, para as velocidades teóricas entre 15 e 21.

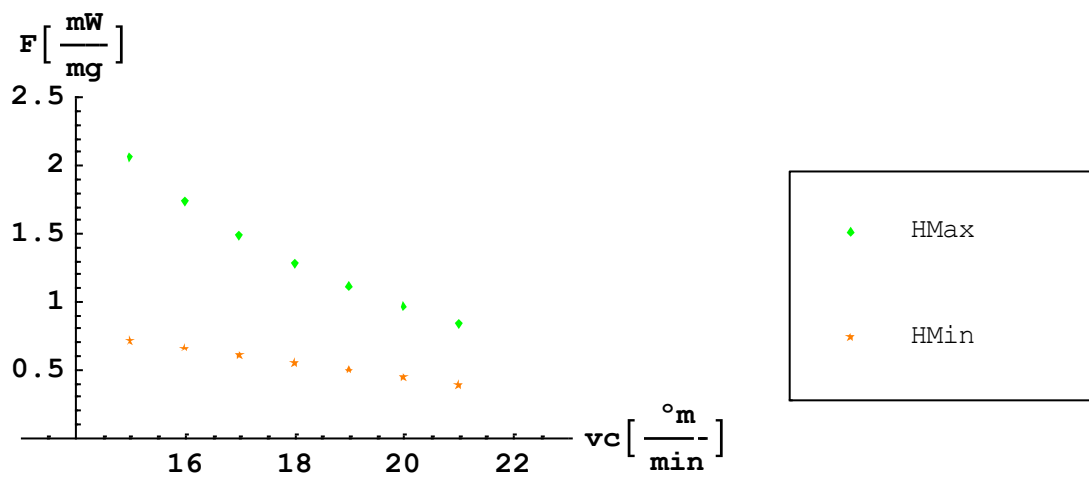


Figura 40: Fluxo de calor máximo e mínimo alcançados durante a transformação de fase para as velocidades teóricas entre 15 e 21.

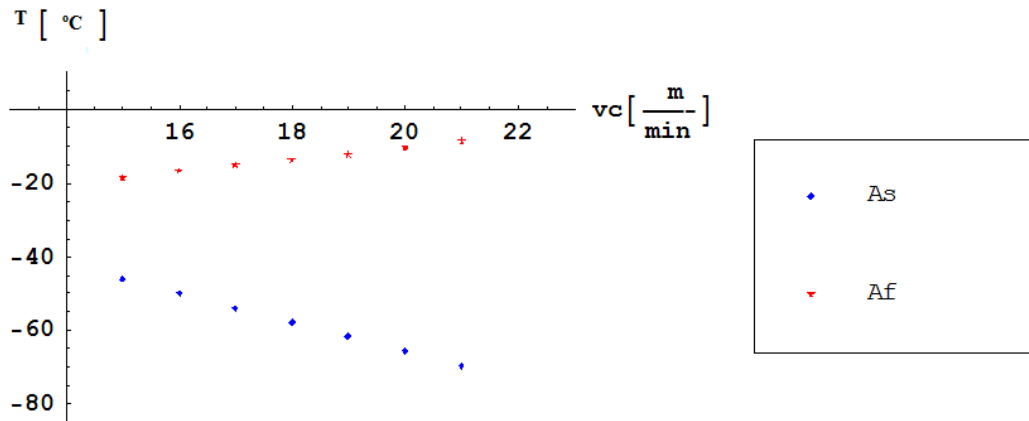


Figura 41: Temperaturas de início A_s e fim A_f da transformação da martensita em austenita teóricas, para as velocidades teóricas entre 15 e 21.

Com as informações da Tabela 6 podem ser calculadas as áreas das curvas da figura 42 indicando o fluxo total de calor absorvido pela amostra durante a transformação, adotando-se os limites de integração como sendo as temperaturas A_s^σ e A_f^σ obtendo como resultado a Tabela 7, onde F_{tot} é o fluxo de calor total absorvido durante a transformação.

vc [m/min]	F_{tot} [m°CW/mg]
15	35.2258
16	36.9231
17	37.6581
18	37.7931
19	37.0796
20	36.0425
21	34.5984

Tabela 7: Resultados teóricos do fluxo de calor total absorvido durante a transformação de fase.

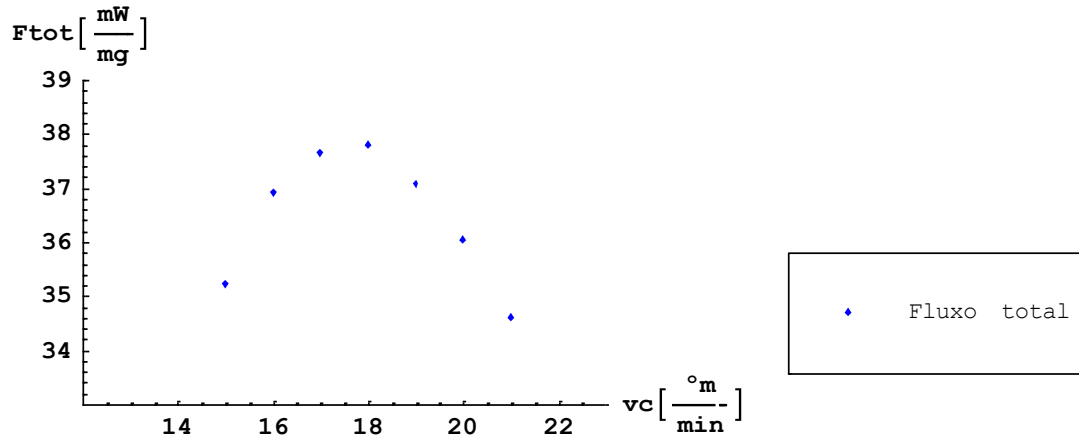


Figura 42: Fluxo de calor total absorvido durante a transformação de fase.

5.3 Comparação de temperaturas do modelo proposto e o fornecido pelo DSC

O software do DSC forneceu dados de temperaturas críticas iniciais e finais de transformação austenítica. Na Tabela 8 e a Figura 43 encontram-se a comparação entre as temperaturas obtidas a partir do modelo proposto e os pontos extraídos graficamente do apêndice A que foram gerados pelo software do DSC.

vc	As	Af	AsDSC	AfDSC	AsDSC	AfDSC	AsDSC	AfDSC
15	-46	-18.5	-48	-12	-52.5	-21	-52	-20
16	-50	-16.5						
17	-54	-15						
18	-58	-13.5	-56	-11	-58	-10	-57	-13
19	-61.5	-12						
20	-65.5	-10.5						
21	-69.5	-8.5	-62	-12	-70	-20.5	-70.5	-20

Tabela 8: Temperaturas críticas iniciais e finais da transformação austenítica do modelo proposto e do DSC.

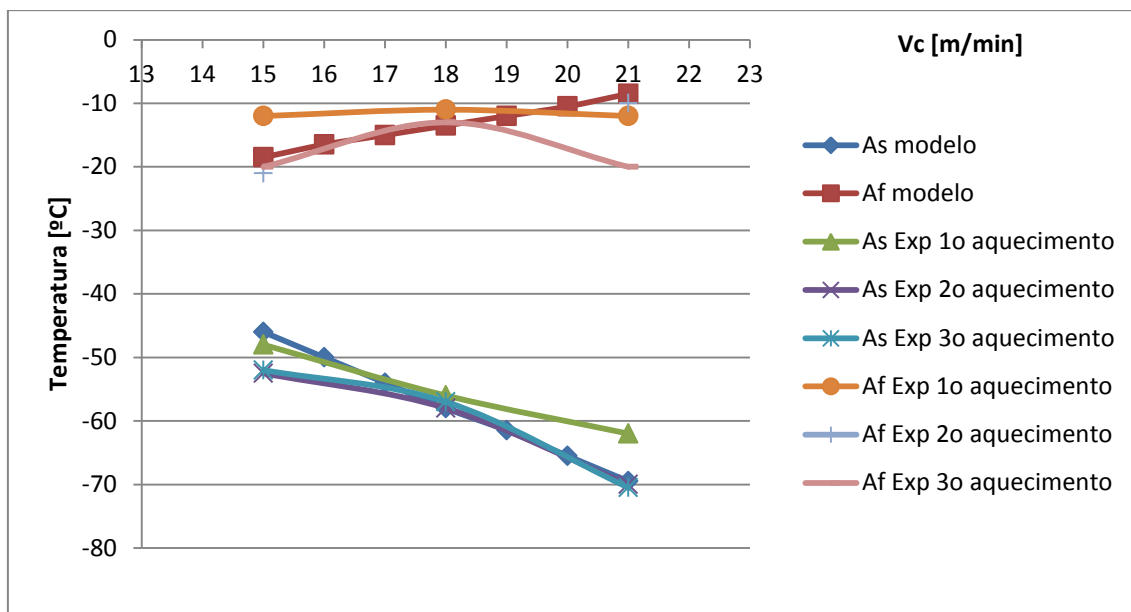


Figura 43: Gráfico das temperaturas críticas iniciais e finais da transformação austenítica do modelo proposto e do software do DSC.

5.4 Comparação do fluxo total obtido do modelo proposto e do fluxo total calculado pelo software do DSC

O software do DSC forneceu medições de fluxo total absorvido durante a transformação. Na Tabela 9 e a Figura 44 encontram-se a comparação entre os fluxos totais obtidos a partir do modelo proposto e o fluxo total extraídos graficamente do apêndice A gerados com o software do DSC.

vc	Ftot	FtotDSC	FtotDSC	FtotDSC
15	35.2258	47.37	42.12	38.44
16	36.9231			
17	37.6581			
18	37.7931	42.62	40.42	38.09
19	37.0796			
20	36.0425			
21	34.5984	30.25	26.4	25.11

Tabela 9: Fluxo total absorvido durante a transformação do modelo proposto e do software do DSC.

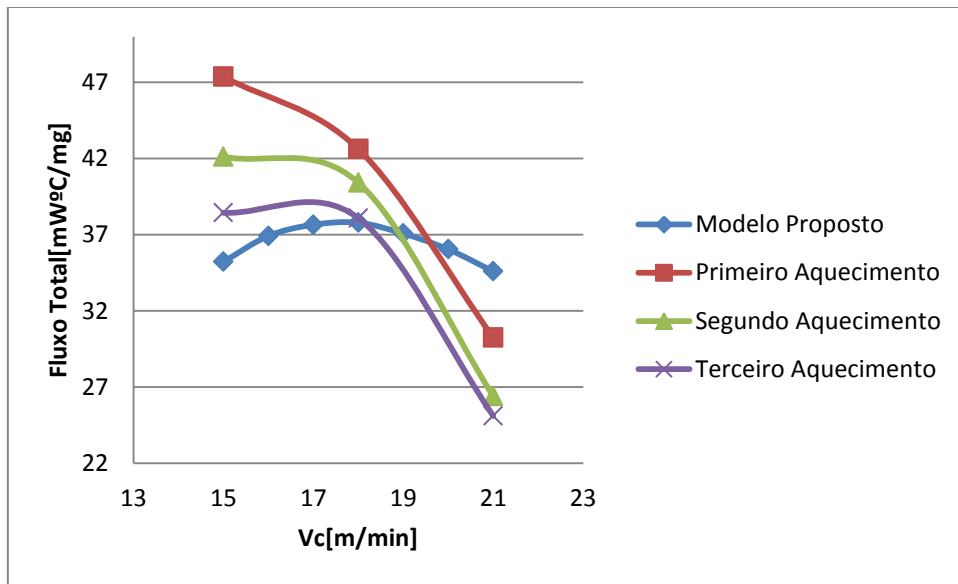


Figura 44: Gráfico do Fluxo total absorvido durante a transformação do modelo proposto e do software do DSC.

Capítulo 6

Conclusões

Foi realizada uma análise dos dados da calorimetria e proposto um modelo de análise na seção 5.1, que deu como resultado, uma equação que consegue prever o comportamento do material se usinado em qualquer velocidade de corte entre 15m/min e 21m/min, permitindo assim calcular o fluxo de calor total da transformação para este intervalo de velocidades, isto amplia o conhecimento sobre o comportamento e propriedades dos materiais com memória de forma para sua posterior utilização em diversas aplicações.

A análise pelo método de raios-X da Figura 45 feita por Rego (2013) mostrou uma microestrutura austenítica na superfície da peça usinada. Nos resultados da calorimetria a curva preta no resfriamento da Figura 30 indica que a transformação martensítica começa em -80°C , isto indica que na temperatura ambiente o material com memória de forma analisado encontra-se, portanto na fase austenítica. Esperava-se encontrar com a microscopia ótica nas superfícies das amostras e na temperatura ambiente uma fase com microestrutura austenítica, mas o resultado observado nas Figuras 25 e 26 é o de uma clara fase martensítica, estes resultados indicam que aconteceu a transformação martensítica não maclada induzida por tensão na preparação da amostra de referência, no momento do polimento. As figuras 28 e 29 das amostras usinadas mostram lamelas martensíticas, que indicam que a usinagem mesmo sem fluido de corte para controle de temperatura, consegue provocar nas superfícies usinadas a transformação martensítica induzida por tensão.

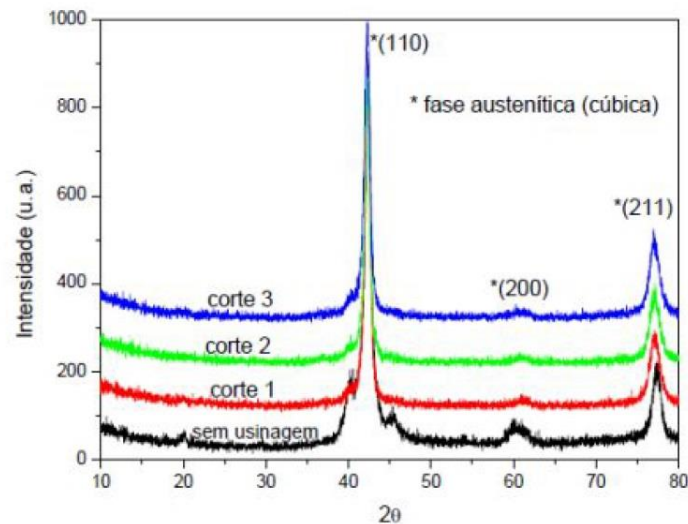


Figura 45: Resultado da análise por difração de raios-X, (REGO 2013).

Uma hipótese para a divergência de resultados na análise das superfícies usinadas mediante a microscopia ótica feita neste projeto e no projeto de Rego (2013) pelo método de raios-X, é a que a profundidade da análise de raios-X tenha sido maior do que a desejada, dando como resultado a estrutura cristalina interna da amostra.

Da análise dos dados do Capítulo 5 foi proposta uma equação que consegue prever o fluxo de calor absorvido pela amostra, sabendo a temperatura da amostra e a velocidade em que foi usinada, e das previsões geradas observou-se que:

- Para velocidades de corte mais próximas a 15 o fluxo de calor máximo é maior, e diminui enquanto se aproxima de 21 como visto na Figura 36.
- A diferença entre as temperaturas críticas de transformação A_s^σ e A_f^σ é maior em 21 e menor em 15, isto acontece porque a temperatura de A_s^σ diminui enquanto A_f^σ aumenta enquanto a velocidade é incrementada como mostra a Figura 41.
- As duas observações anteriores tem um efeito no fluxo de calor total absorvido durante a transformação observado na figura 42, onde é observado que a maior energia total requerida para a transformação de fase ocorre na velocidade de 18m/min como pode ser visto na Figura 42.

Caso queira ser caracterizada a superfície antes de qualquer tipo de alteração mecânica e posterior análise com microscopia ótica deve ser efetuado o polimento da amostra mediante o processo de polimento eletrolítico, cuja técnica consiste na dissolução eletroquímica da superfície do metal, o que produz seu alisamento e consequente polimento, já que não foi possível encontrar a fase austenítica esperada mediante o processo de polimento mecânico. Com este resultado pode-se afirmar que o material é susceptível à transformação martensítica mesmo com pouca alteração mecânica.

A análise dos cavacos por DSC gerou arquivos “txt.” Ambos foram processados pelos softwares *Origin* e *Mathematica* neste projeto e pelo software do DSC. Na Figura 43 é possível observar uma diferença entre os fluxos totais absorvidos durante a transformação do modelo proposto e do software do DSC, onde o fluxo total obtido pelo software do DSC é decrescente e o do modelo proposto tem um valor máximo na velocidade de corte de 18m/min. Uma hipótese para esta diferença é a maneira como foram encontrados os pontos que indicam o início e fim da transformação austenítica usados para o cálculo do fluxo total de calor entre o modelo proposto neste projeto explicado na seção 5.2 e do software do DSC.

Para verificar se o material estudado perde o efeito de memória de forma ou efeito de pseudoelasticidade, é proposto que a continuação deste projeto e do projeto de Rego (2013). Fazendo primeiro um ensaio de tração para achar o limite de escoamento do material, e após isso, realizar uma tensometria residual pelo método de difração de raio X. Isto para quantificar as tensões residuais inseridas no material pelo processo de usinagem. Se as tensões residuais ultrapassarem o limite de escoamento no material estudado, ter-se-ia um forte argumento para dizer que os efeitos de memória de forma e pseudoelasticidade foram afetados.

Um mesmo tipo de modelo, similar ao que foi desenvolvido neste trabalho para o aquecimento, pode ser aplicado, caso queira ser feita a análise do resfriamento das amostras.

Bibliografia

BAILEY, M.SC Annotated Metallographic Specimens. Special Series -Exercises in Materials Science 1989

DAREL E. HODGSON, Shape Memory Applications, Inc., Ming H. Wu, Memry Corporation, 1990.

DAVIS, J. R., ASM Specialty Handbook: Nickel, Cobalt and Their Alloys, 1 ed. EUA, 2000.

DINIZ, A. E., MARCONDES, F. C., COPPINI, N. L., Tecnologia da Usinagem dos Materiais, 5 ed, São Paulo, Artliber, 2006.

FERRARESI, D., Fundamentos da Usinagem dos Metais, São Carlos, Edgard Blucher, 1969.

K. OTSUKA AND C.M.WAYMAN, Shape Memory Materials Institute n/Materials Scenre, University of Tsukuha

KAUSHIK BHATTACHARYA, Theory of martensitic microstructure and the shape memory effect, 2000.

P. K. KUMAR AND D. C. LAGOUDAS, Introduction to Shape Memory Alloys 2008.

REGO B. E., Análise Da Microestrutura De Uma Liga Com Memória De Forma Submetida Ao Processo De Sangramento Radial, 2013.

WILLIAM D. CALLISTER, JR., Ciências e Engenharia de Materiais, 5ª ed, Utah, LTC, 2000.

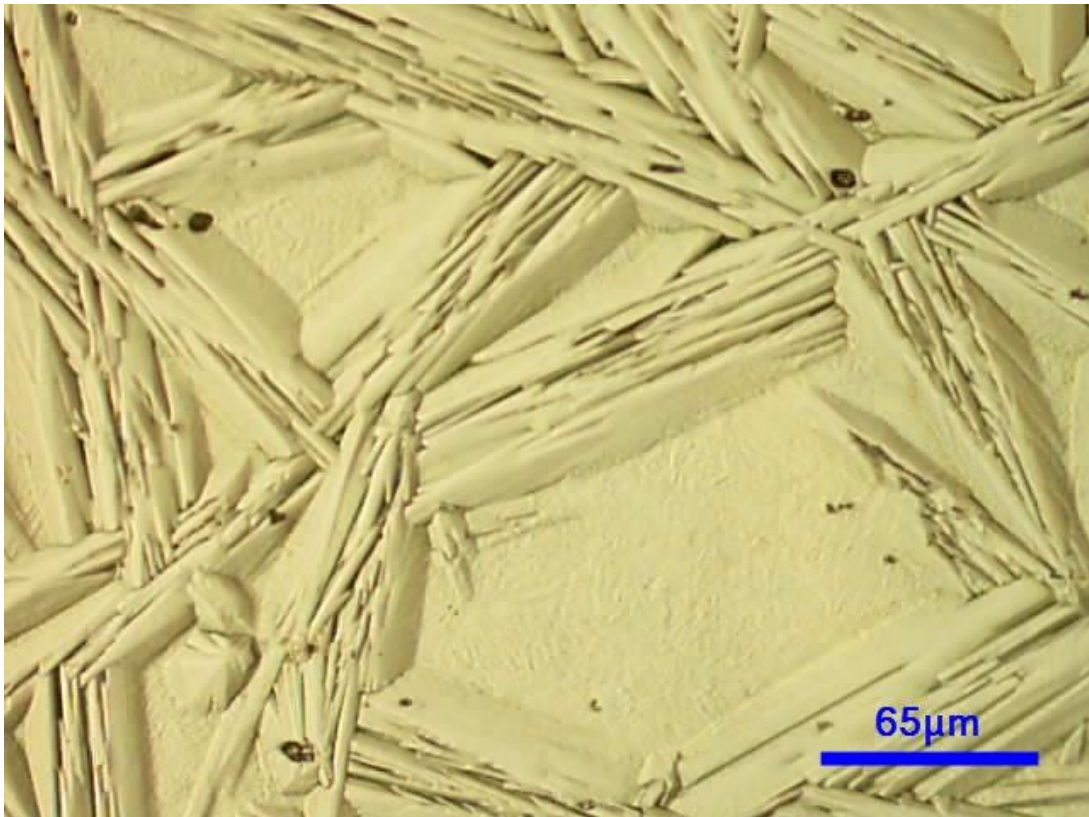
Apêndice

I. Resultados microscopia ótica

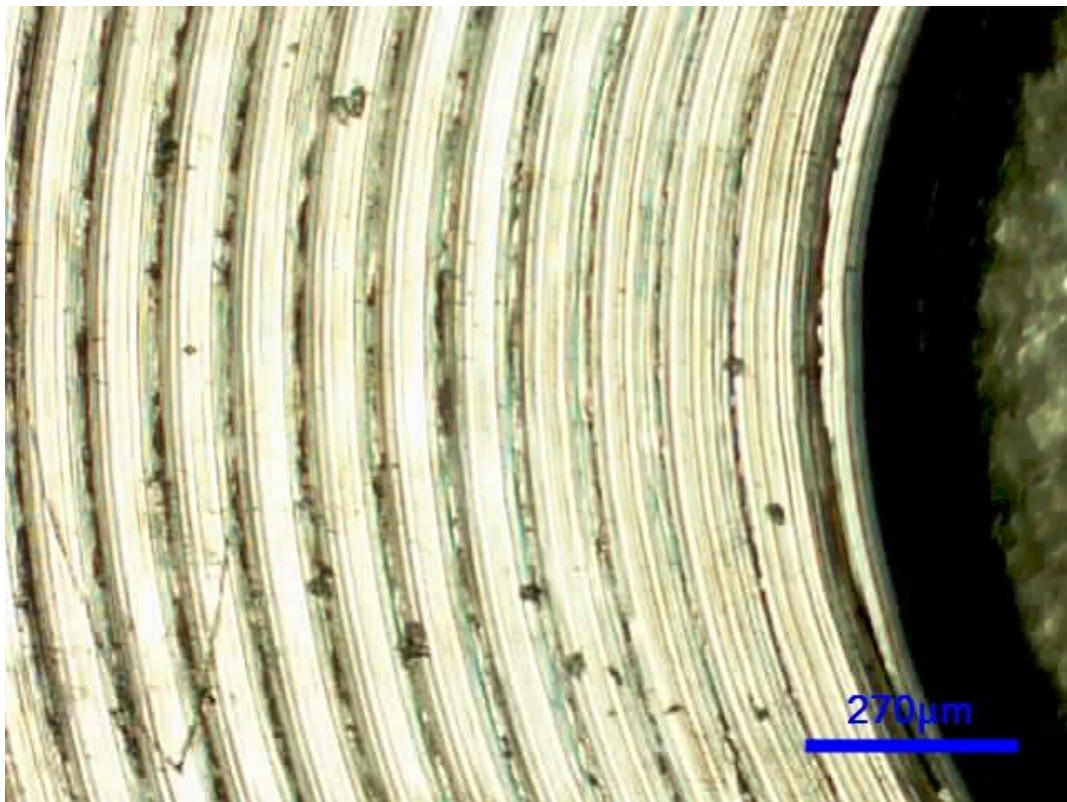
A seguir apresentam-se outros resultados da microscopia ótica para amostras usinadas com velocidades diferentes e também com outros aumentos



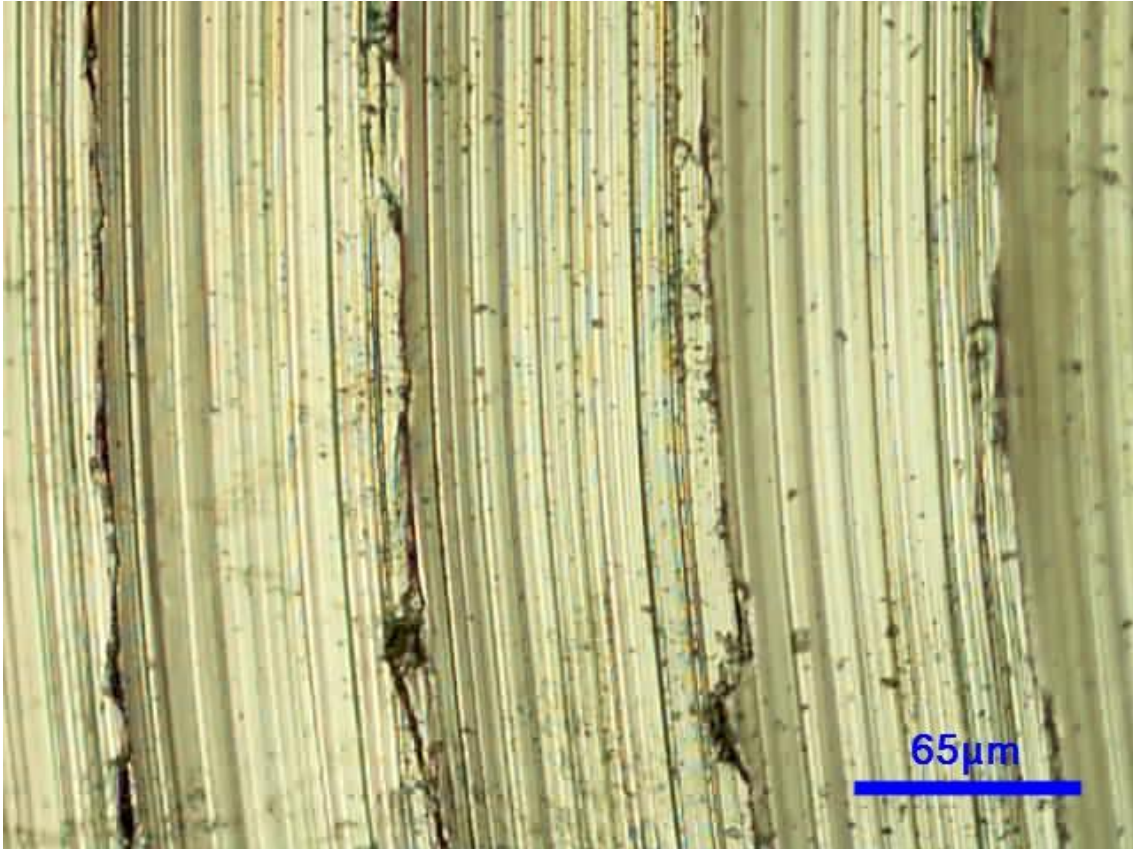
Liga de Ni-Ti polida aumento de 100x.



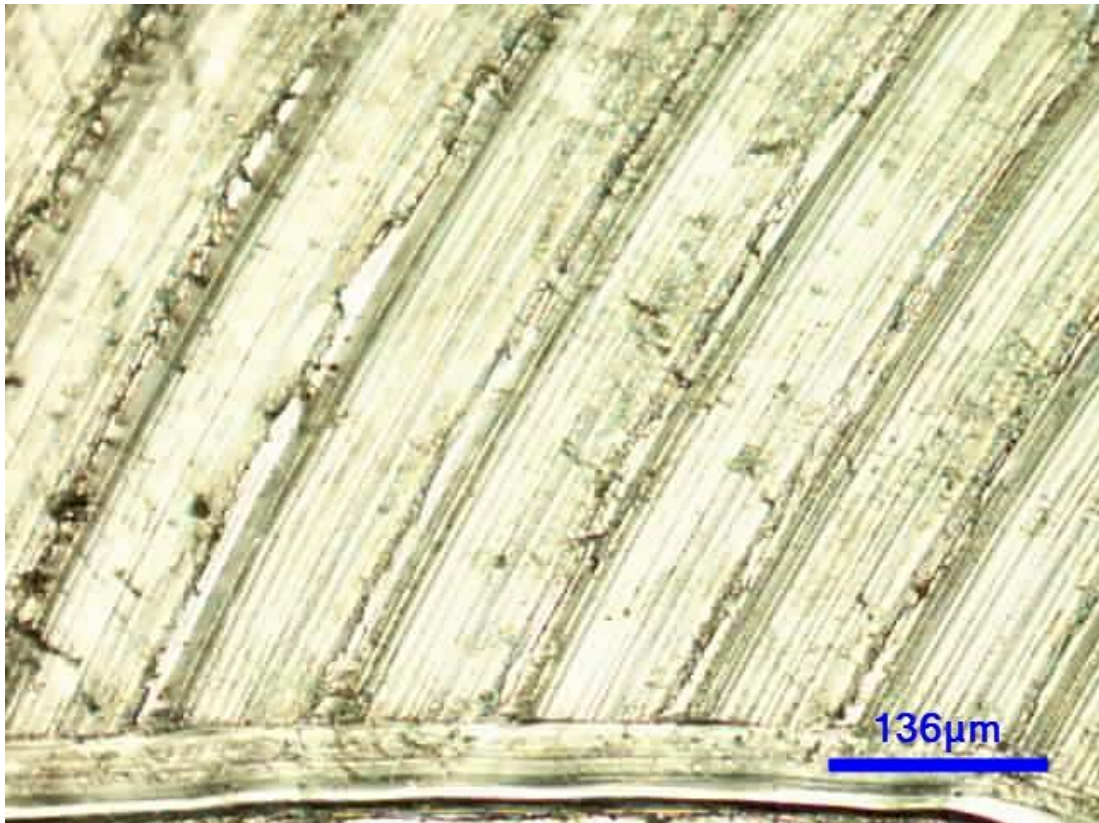
Liga de Ni-Ti polida aumento de 200x.



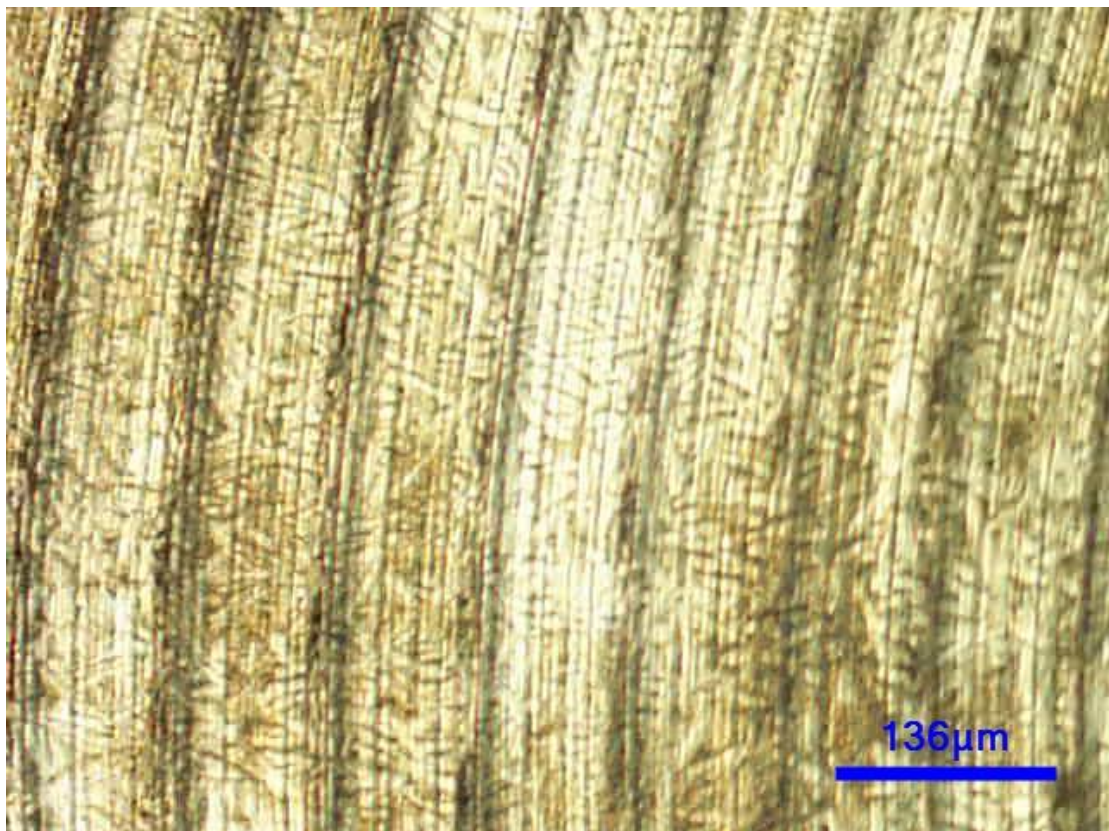
Liga de Ni-Ti usinada a 15m/min sem ataque químico aumento de 50x.



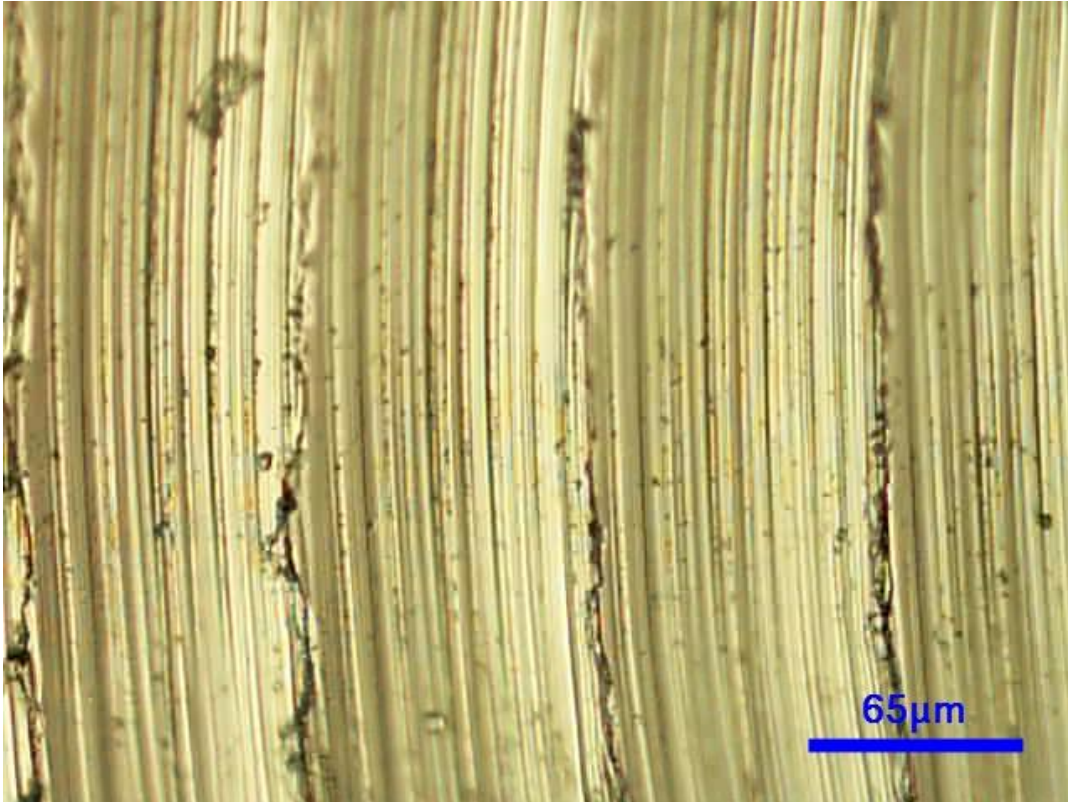
Liga de Ni-Ti usinada a 15m/min sem ataque químico aumento de 200x.



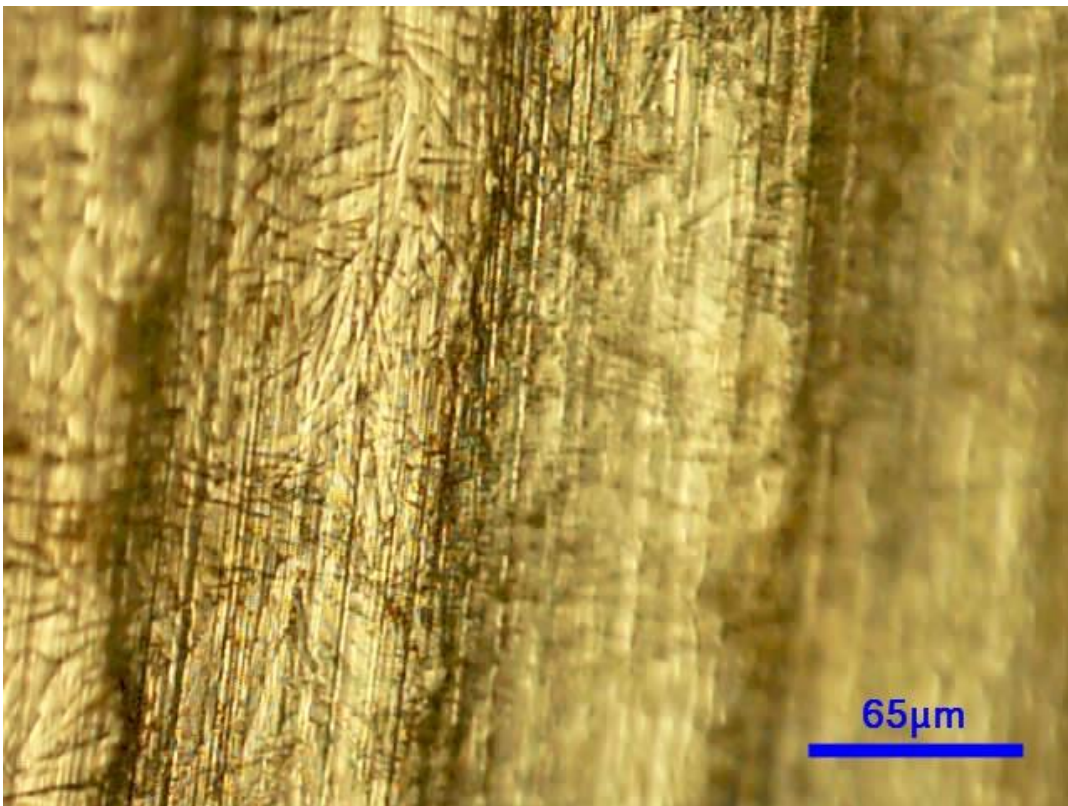
Liga de Ni-Ti usinada a 18m/min sem ataque químico aumento de 50x.



Liga de Ni-Ti usinada a 18m/min com ataque químico aumento de 100x.



Liga de Ni-Ti usinada a 21m/min sem ataque químico aumento de 200x.



Liga de Ni-Ti usinada a 21m/min com ataque químico aumento de 200x.

II. Código do programa *Mathematica*

Código utilizado para o processamento de dados experimentais, cálculos da equação (6) e criação de gráficos do projeto.

```
<<Graphics`Graphics`
<<Statistics`NonlinearFit`
<<Graphics`Colors`
<<Graphics`MultipleListPlot`
Off[General::spell]
Off[General::"spell1"]

TABELAaq1=Import["D:\\Dropbox\\Yaffar projeto
final\\Mathematica\\tabelas\\15-1.xls"];
TABELAaq2=Import["D:\\Dropbox\\Yaffar projeto
final\\Mathematica\\tabelas\\15-2.xls"];
TABELAaq3=Import["D:\\Dropbox\\Yaffar projeto
final\\Mathematica\\tabelas\\15-3.xls"];

//Dados da regressão linear feita no ORIGIN para AQUECIMENTO na velocidade de
Corte 15 na matriz "DadosAquecimento15"

DadosAquecimento15={{y015,"xc15","w15","A15"},{0.73284,-
29.3637,10.88599,17.13911},{0.75161,-34.07731,11.06314,15.67092},{0.78398,-
35.2384,10.90903,14.64629}};

//zera as variáveis: y015","xc15","w15","A15"

y015=0;xc15=0;w15=0;A15=0;

//Extrai os dados da matriz DadosAquecimento15 e calcula as medias de
"y015","xc15","w15","A15"e outorga o valor calculado às variáveis
y015","xc15","w15","A15"

For[i=1,i
3,{y015=y015+Extract[DadosAquecimento15,{i+1,1}]/3;xc15=xc15+Extract[Da
dosAquecimento15,{i+1,2}]/3;w15=w15+Extract[DadosAquecimento15,{i+1,3}]/
3;A15=A15+Extract[DadosAquecimento15,{i+1,4}]/3};i++];

//Obtemos assim os dados da Gaussiana que melhor se aproxima dos dados das 3
curvas de aquecimento para velocidade de corte de 15m/min. Com ajuda da
regressão linear feita no ORIGIN para AQUECIMENTO na velocidade de corte
15m/min, cria a função de aquecimento para a velocidade de 15m/min faq15(x) e
usa os novos valores das medias calculadas de y015","xc15","w15","A15"

faq15[x_]=y015+A15/(w15*sqrt[Pi/2])*Exp[-2*(x-xc15)^2/w15^2];
```

//Cria a tabela TABELAaq15 com duas colunas de temperatura e energia, de entre as temperaturas de -76 e 11 e a função calculada faq15(x) com incremento de um

```
TABELAaq15=Table[{i,faq15[i]},{i,-76,11,1}];
```

//Cria o gráfico comparando os dados experimentais com a melhor curva ajustada, plotando as tabelas "TABELAaq1", "TABELAaq2", "TABELAaq3", "TABELAaq15"

```
MultipleListPlot[TABELAaq15,TABELAaq1,TABELAaq2,TABELAaq3,SymbolShape  
{PlotSymbol[Triangle],PlotSymbol[Box],MakeSymbol[RegularPolygon[5,3]],PlotS  
ymbol[Diamond]},SymbolStyle {Black,Red,Green,Blue},PlotLegend {"Curva  
Ajustada 15m/min","1ro caminho Aq","2do caminho Aq","3ro caminho  
Aq"},AxesLabel {°C,uV/mg}]
```

//Repete para a velocidade de 18

//Repete para a velocidade de 21

//Cria a matriz com as medias de "y0", "xc", "w" e "A" das 3 velocidades

```
MatrixDadosFinais=MatrixForm[{{vc,y0,xc,w,A},{15,y015,xc15,w15,A15},{18,y018  
,xc18,w18,A18},{21,y021,xc21,w21,A21}}];
```

//Cria 4 vetores com os valores de cada "y0", "xc", "w" e "A" de cada velocidade

```
vetory0={{15,y015},{18,y018},{21,y021}};  
vetorxc={{15,xc15},{18,xc18},{21,xc21}};  
vetorw={{15,w15},{18,w18},{21,w21}};  
vetorA={{15,A15},{18,A18},{21,A21}};
```

//Cria as funções "fy0", "fxc", "fw", "fA", dependentes da velocidade de corte e realiza um ajuste linear de cada vetor com o método dos mínimos quadrados com os três pontos de cada variável (ex.: y015, y018,y021) para achar a melhor aproximação de uma reta para qualquer velocidade entre 15 e 21

```
fy0[vc_]=Fit[vetory0,{1,vc},vc]  
fxc[vc_]=Fit[vetorxc,{1,vc},vc]  
fw[vc_]=Fit[vetorw,{1,vc},vc]  
fA[vc_]=Fit[vetorA,{1,vc},vc]
```

//Cria a função geral dependente da velocidade de corte inserida (entre 15 e 21) e da temperatura, usando as funções "fy0", "fxc", "fw", "fA" que garantem a melhor aproximação para o intervalo de 15 e 21

```
faq[vc_,T_]=fy0[vc]+fA[vc]/(fw[vc]*Sqrt[Pi/2])*Exp[-2*(T-fxc[vc])^2/fw[vc]^2]
```

//Cria a função "ax" dependente da temperatura para a velocidade x

```
a15[T_]=faq[15,T];  
a16[T_]=faq[16,T];
```

```

a17[T_]=faq[17,T];
a18[T_]=faq[18,T];
a19[T_]=faq[19,T];
a20[T_]=faq[20,T];
a21[T_]=faq[21,T];

```

```

//Cria uma Tabela de dados para a velocidade x num intervalo de temperaturas de
-100 à 20 com incremento de 0.25

```

```

A15=Table[{i,a15[i]},{i,-80,20,0.25}];
A16=Table[{i,a16[i]},{i,-80,20,0.25}];
A17=Table[{i,a17[i]},{i,-80,20,0.25}];
A18=Table[{i,a18[i]},{i,-80,20,0.25}];
A19=Table[{i,a19[i]},{i,-80,20,0.25}];
A20=Table[{i,a20[i]},{i,-80,20,0.25}];
A21=Table[{i,a21[i]},{i,-80,20,0.25}];

```

```

//Cria o gráfico com os valores das tabelas "A15", "A16", "A16", "A17", "A18",
"A19", "A20","A21", resultando nas melhores curvas ajustadas para as velocidades
de 15,16,17,18,19,20,21

```

```

MultipleListPlot[A15,A16,A17,A18,A19,A20,A21,PlotRange {{-60,-
10},{0,3}},SymbolStyle {Orange,Pink,Blue,Red,Green,Black,
Yellow},PlotLegend {"vel. 15", "vel. 16", "vel. 17", "vel. 18", "vel. 19", "vel. 20", "vel.
21" },AxesLabel {°C,uV/mg}]

```

```

//Cria o gráfico com os valores calculados da tabela "A15" e dos valores
experimentais das tabelas "TABELAAq1","TABELAAq2","TABELAAq2" para a
comparação visual

```

```

MultipleListPlot[A15,TABELAAq1,TABELAAq2,TABELAAq3,PlotRange {0,3},Symb
olStyle {Black,Blue,Red,Green},PlotLegend {"Calculado15", "CaminhoAq1",
"CaminhoAq2", "CaminhoAq3"},AxesLabel {°C,uV/mg}]

```

```

//Encontra mínimos e máximos

```

```

ListaMAXIMOS={{15,Max[vetory15]},{16,Max[vetory16]},{17,Max[vetory17]},{18,
Max[vetory18]},{19,Max[vetory19]},{20,Max[vetory20]},{21,Max[vetory21]}}

```

```

ListaMINIMOS={{15,Min[vetory15]},{16,Min[vetory16]},{17,Min[vetory17]},{18,Mi
n[vetory18]},{19,Min[vetory19]},{20,Min[vetory20]},{21,Min[vetory21]}}

```

```

//Encontra As e Af

```

```

altura15=Max[vetory15]-Min[vetory15];
INICIO15=valx15[1];
For[i=1,i<= dim,{
diflocal=Abs[valy15[i]-Min[vetory15]];
percentual=diflocal/altura15;
}

```

```

If[percentual>0.01 ,INICIO15=valx15[i];i=dim];
};i++]
For[i=1,i≤ dim,{
diflocal2=Abs[valy15[i]-Min[vetory15]];
percentual2=diflocal2/altura15;
If[percentual2>0.01 ,FINAL15=valx15[i]];
};i++]

```

```

INICIO15
FINAL15

```

```
// calcula a área
```

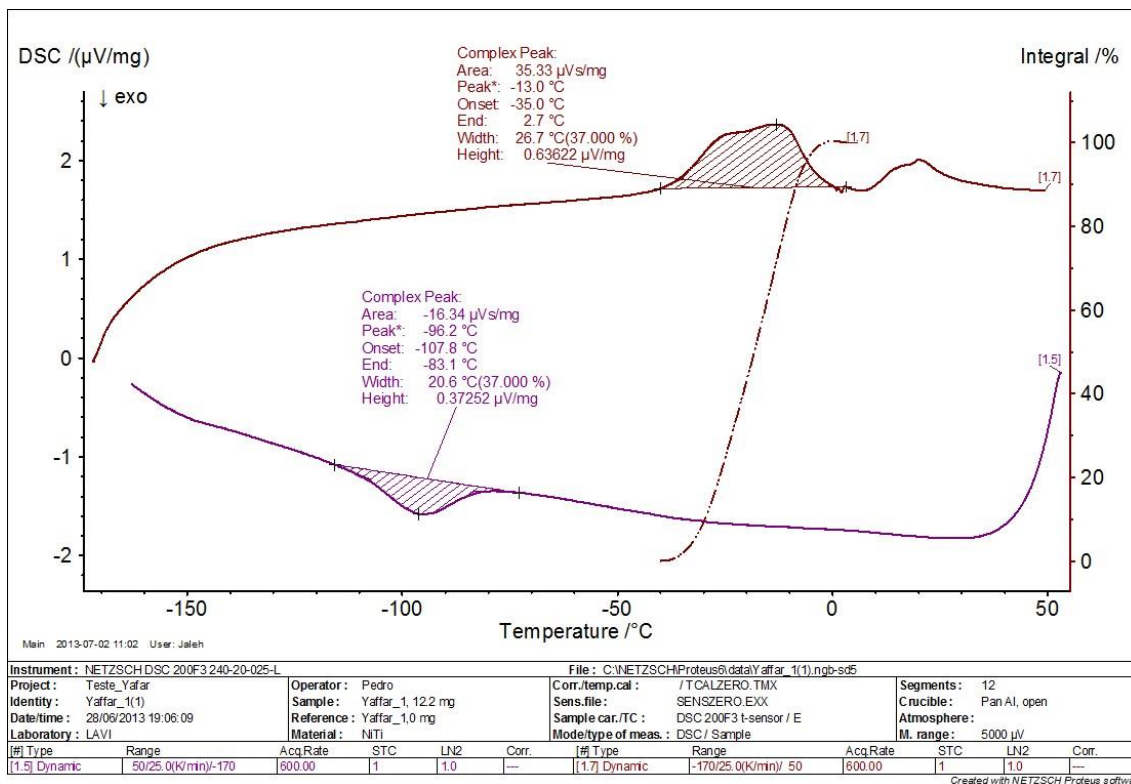
```

Area15=NIntegrate[(1.52658-0.0545383* 15)+(26.8448 -0.736916*15)/((-
17.984+1.81891*15)*Sqrt[Pi/2])*Exp[-2*(T-(-14.5378-1.17272* 15))^2/(-
17.984+1.81891*15)^2],{T,-46,-18.5}]

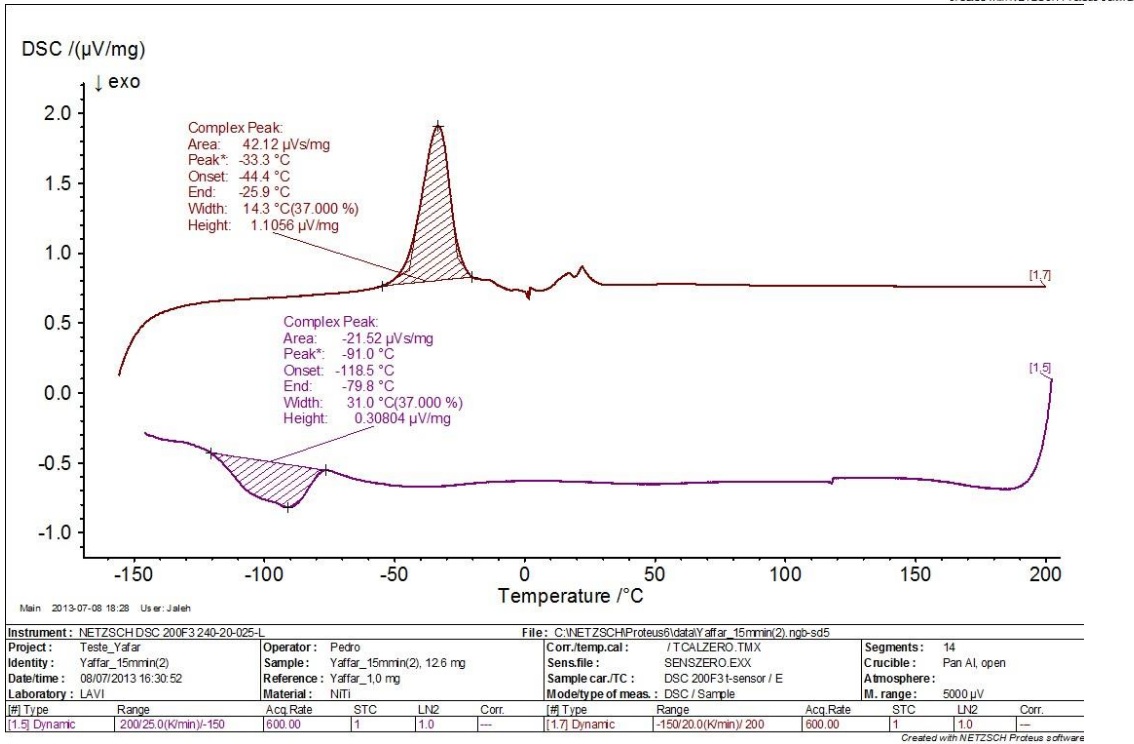
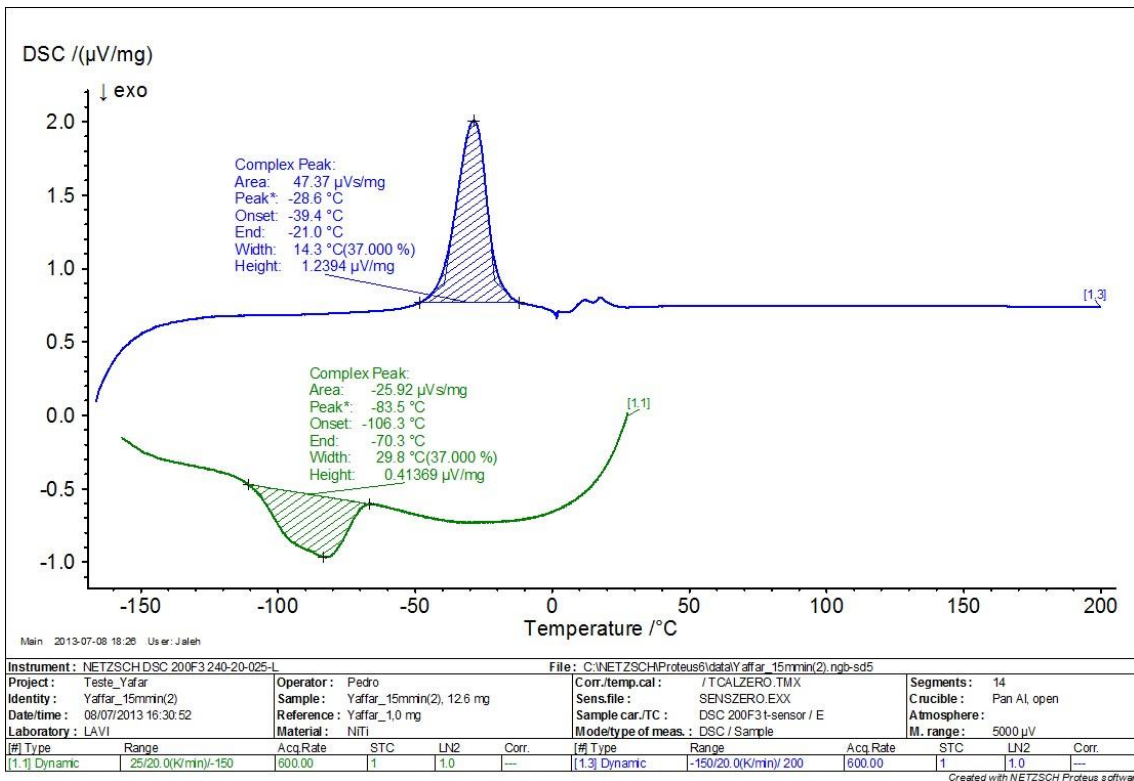
```

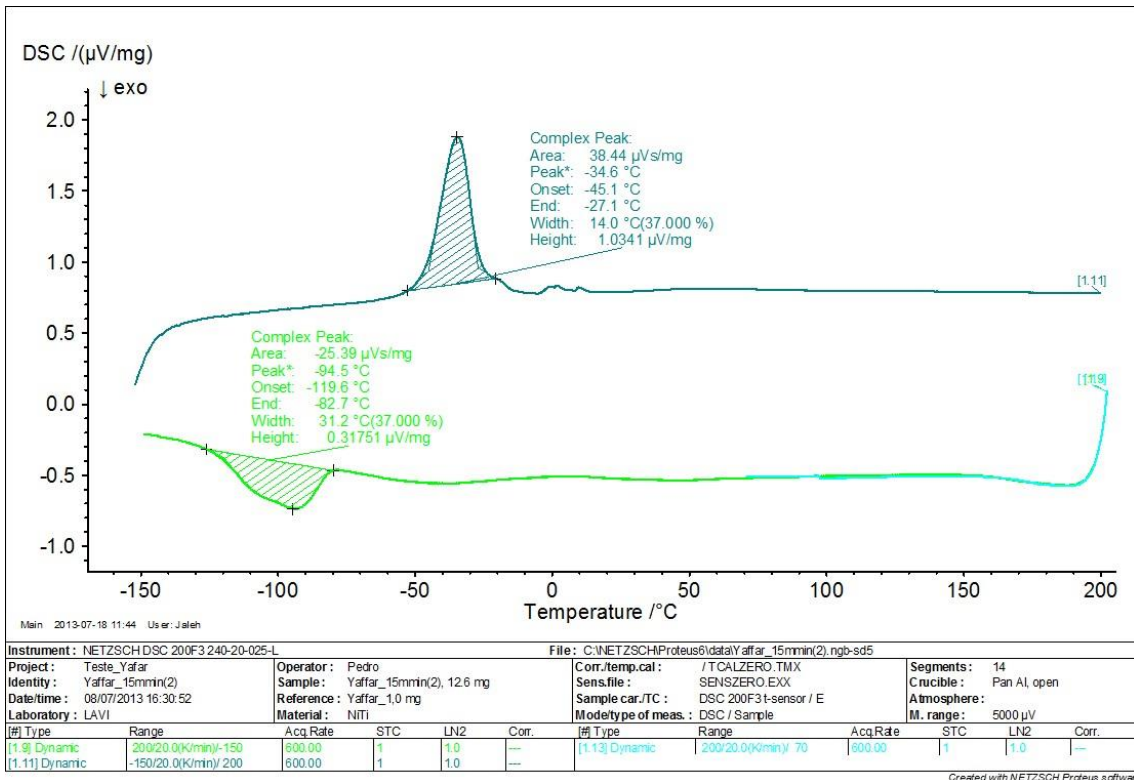
III. Resultados brutos do calorímetro

Amostra sem usinagem:

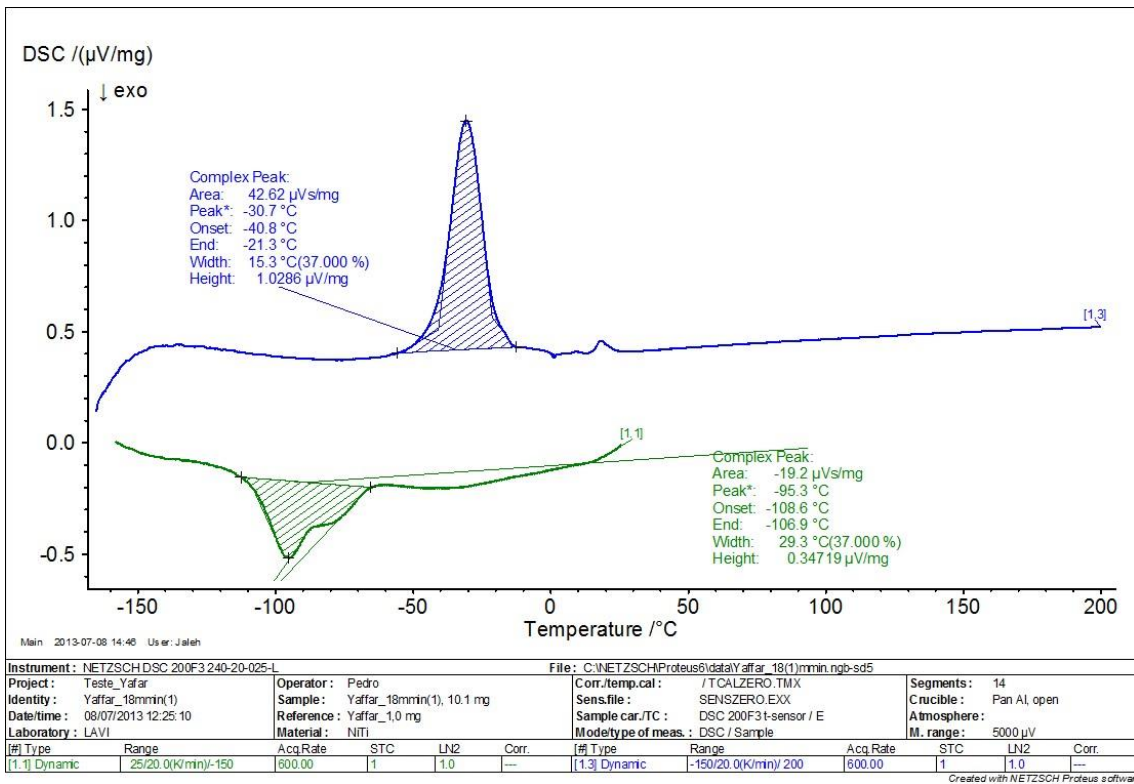


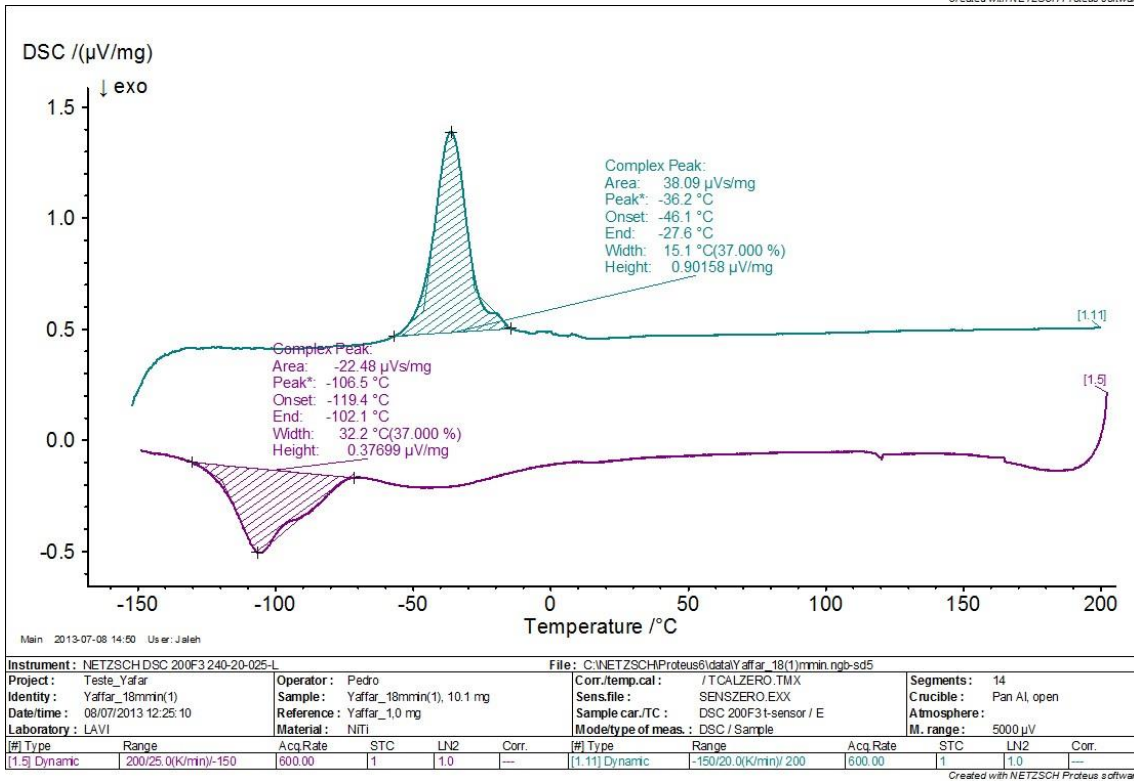
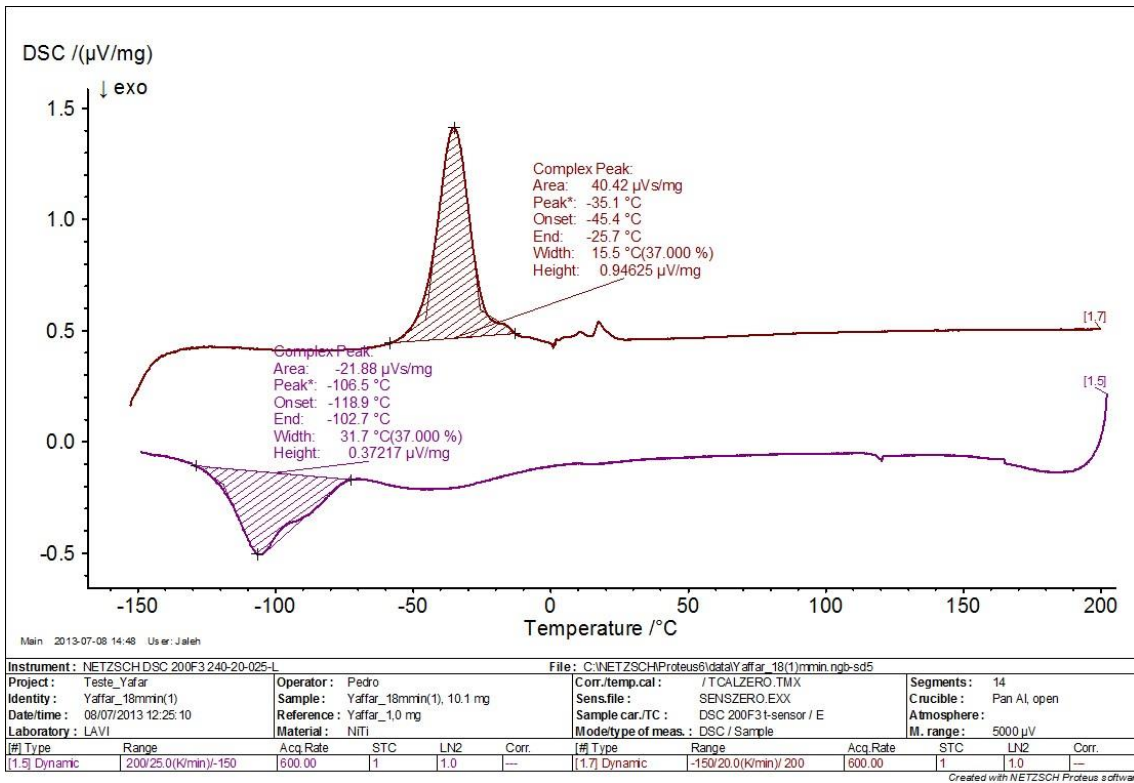
Usinado a 15m/min:



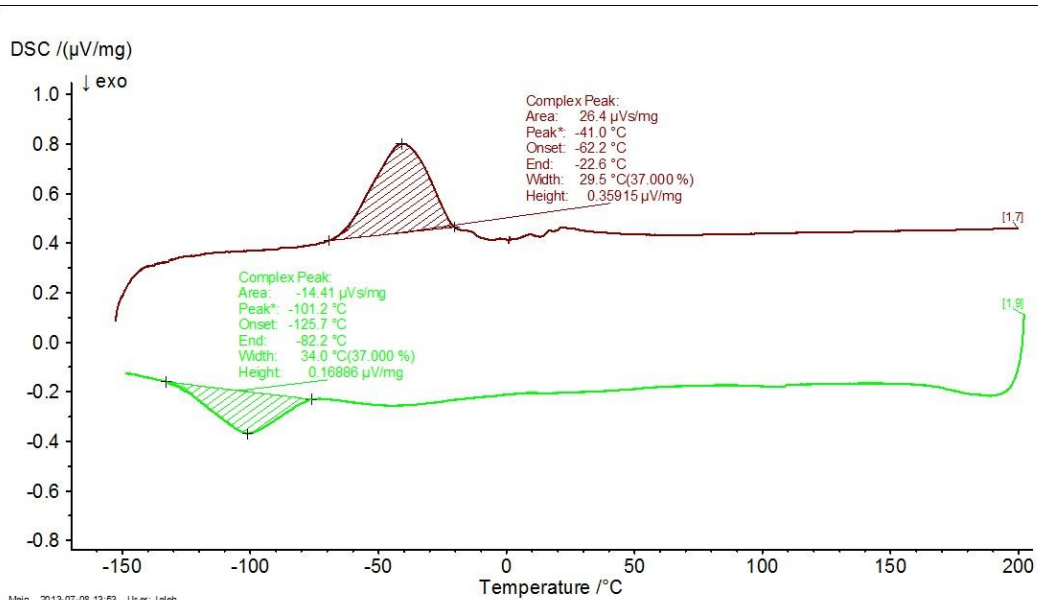
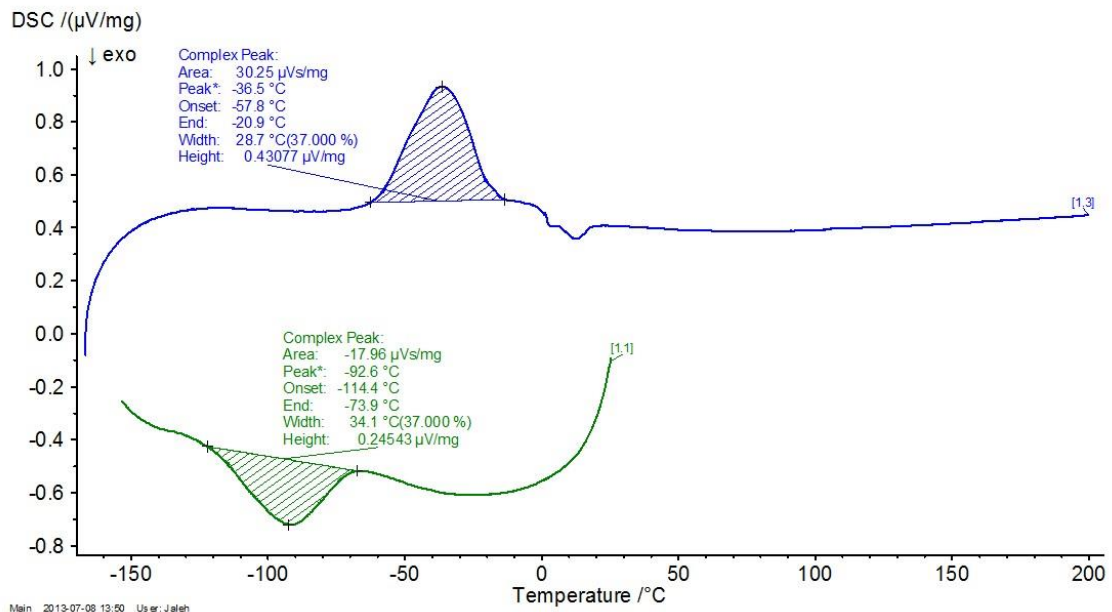


Usinado a 18m/min:





Usinado a 21m/min:



Instrument: NETZSCH DSC 200F3 240-20-025-L						File: C:\NETZSCH\Proteus\data\Yaffar_21mmin.ngb-sd5							
Project: Teste_Yaffar		Operator: Pedro		Corr./temp.cal: /TCALZERO.TMX		Segments: 14							
Identity: Yaffar_21mmin		Sample: Yaffar_21mmin, 16.8 mg		Sens.file: SENZERO.EXX		Crucible: Pan AI, open							
Date/time: 03/07/2013 16:45:06		Reference: Yaffar_1,0 mg		Sample car./TC: DSC 200F3 t-sensor / E		Atmosphere:							
Laboratory: LAVI		Material: NITI		Model/type of meas.: DSC / Sample		M. range: 5000 µV							
#	Type	Range	Acq. Rate	STC	LN2	Corr.	#	Type	Range	Acq. Rate	STC	LN2	Corr.
[1,7]	Dynamic	-150/20.0(K/min)/ 200	600.00	1	1.0	---	[1,8]	Dynamic	200/20.0(K/min)/ 150	600.00	1	1.0	---

Created with NETZSCH Proteus software

